

# Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金热变形行为研究

公维佳<sup>1,2</sup>, 陈吉昌<sup>1,3</sup>, 张敬翊<sup>1,4</sup>, 陈兆奎<sup>1,2</sup>, 李中奎<sup>1,2</sup>, 李金山<sup>1</sup>

(1. 西北工业大学 材料学院, 陕西 西安 710072)

(2. 西北工业大学 太仓长三角研究院 清洁能源研究中心, 江苏 太仓 215400)

(3. 中机第一设计研究院有限公司, 安徽 合肥 230601)

(4. 西北工业大学 伦敦玛丽女王大学工程学院, 陕西 西安 710072)

**摘要:** 乏燃料后处理强酸、强氧化性、强放射性的工作环境, 对后处理溶解器选材、加工工艺提出了严苛要求。本工作研究了自主设计 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在 670~750 °C 温度范围、3 种不同应变速率 0.01、0.1 和 1 s<sup>-1</sup> 条件下的热压缩变形行为, 分析了热压缩过程中该合金的微观组织特征, 并基于峰值应力构建了其热变形本构模型。结果表明, 应变速率和变形温度对 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金热变形过程具有显著影响, 流变应力随应变速率增加而增大, 随变形温度的升高而减小, 达到峰值应力后流变曲线呈现明显动态再结晶特征; 提高变形温度有助于发生动态再结晶和晶粒长大; 基于 Arrhenius 本构方程计算得到 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金的热变形激活能为 225.8 kJ/mol, 硬化指数为 5.62, 说明合金元素 Ti 使锆合金的热变形激活能升高; 实验值与预测值之间的相关系数为 0.97427, 平均相对误差为 6.15%, 证实此本构方程预测 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金流变应力的准确性, 能够为新型锆合金热加工工艺优化提供理论指导。

**关键词:** 乏燃料后处理; Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金; 热变形; 动态再结晶; 本构模型

中图分类号: TG146.4<sup>+</sup>14

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)06-1608-08

乏燃料后处理是实现核燃料闭式循环的关键, 它使用沸腾浓硝酸溶解乏燃料芯块, 以提取宝贵的铀和钚, 但其中涉及的核心部件溶解器长期处于强酸、强氧化性、强放射性的工作环境, 其服役安全性关系到整个后处理系统的有效运行。尤其随着核反应堆燃料燃耗加深, 裂变产物腐蚀性加剧, 对后处理溶解器材料的服役性能提出了更高要求<sup>[1]</sup>。锆合金作为核燃料包壳材料<sup>[2]</sup>和后处理溶解器<sup>[3]</sup>的首选材料, 抗腐蚀能力是其在服役过程中最为关注的问题, 但纯锆的强度低, 通常还需对锆进行合金化处理<sup>[4]</sup>。一般来说, 锆合金从铸锭加工成可用板材需经历多重热加工过程, 以减少变形过程阻力, 从而达到目标厚度要求。合适的热加工能有效改善材料开裂、折叠等缺陷<sup>[5]</sup>, 也有利于后续的加工过程。

目前, 国内外学者对锆合金的热变形行为开展了大量研究。Prakash 等<sup>[6]</sup>研究了  $\beta$  淬火态  $\alpha$ -Zr 合金在 10%、20%、40% 及 60% 变形量热成形过程中的微观组织和组织演变, 发现滑移、孪生、动态再结晶对锆合金变形起着至关重要的作用。赵林科等<sup>[7]</sup>研究了 Zr-4 合金在不同

热轧温度下微观组织演变, 结果表明微观组织的均匀性与轧制温度呈正相关, 晶粒的难易变形程度与晶体取向密切相关。马玉娥<sup>[8]</sup>研究热轧 ZrTiAlV 合金的组织 and 力学性能时, 发现合金从  $\alpha(\alpha)$  相  $\rightarrow$   $\beta$  相转变过程中组织发生了一系列变化, 且随着  $\beta$  相体积分数的增加, 材料可以保持良好的强塑性。Han 等<sup>[9]</sup>对超细晶纯 Zr 在 300~450 °C、应变速率为 0.001~0.05 s<sup>-1</sup> 范围内做了详细研究, 并建立了其热变形本构模型。基于经典 Arrhenius 方程来描述材料在不同热塑性变形条件下的力学行为, 对优化锆合金热成形工艺具有实际指导意义。耿佩等<sup>[10]</sup>基于 Arrhenius 方程计算了 Zr-2.5Nb 合金的变形激活能, 发现低应变速率下变形激活能小, 有助于塑性变形的发生。宋广胜等<sup>[11]</sup>对 Zirlo 合金进行了热压缩试验并建立了其应变补偿 Arrhenius 本构模型, 表现出较高准确性。此外, 许多学者还通过改变不同热加工参数, 建立了锆合金的本构模型和热加工图, 得到了应变速率和变形温度对锆合金热变形的影响规律<sup>[12-15]</sup>, 以实现对其流变行为的预测。因此, 热成形作为结构部件制造过程中的一道重要影响工序, 研究锆合金在不同热变形条件

收稿日期: 2023-06-13

基金项目: 国家自然科学基金 (12005170, U2067217, U2230124); 国防科技工业局乏燃料后处理科研专项

作者简介: 公维佳, 男, 1986 年生, 博士, 副教授, 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710072, E-mail: weijia.gong@nwpu.edu.cn

下的成形特性, 对于优化新型锆合金制备工艺具有重要作用。

本工作对自主设计的 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在不同应变速率和变形温度下进行了热压缩实验, 研究了 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金的热变形行为, 同时采用 EBSD (electron backscatter diffraction) 技术对热压缩后样品组织进行了微观表征, 并基于峰值应力构建了 Arrhenius 双曲正弦本构模型, 计算得到了变形激活能, 有助于对后处理用锆合金的实际生产、制定合适的热加工工艺, 提供一定的理论参考。

## 1 实验

以自主设计的 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金为研究对象, 其化学成分列于表 1, 先将目标配比原料共 18 kg 压制成电极, 采用电弧熔炼技术熔炼得到合金铸锭, 然后将铸锭加热到 980 °C、 $\beta$  相区保温 1 h 后锻造得到板坯, 最后在 1045 °C 固溶处理 30 min 后迅速水淬得到本试验用材料。如图 1a 所示, 合金微观组织为典型的马氏体组织, 原始  $\beta$ -Zr 晶粒尺寸约为 200  $\mu\text{m}$ , 内部生成了大量

针状和板条状  $\alpha$ -Zr 马氏体组织。

沿锆合金板材法向 (ND) 切取若干  $\Phi 5 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$  圆柱样品, 借助 TA DIL 805A/D/T 热力模拟试验机对  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金进行热压缩试验。图 1b 为热压缩示意图, 试验在真空 (0.05 Pa) 环境中进行, 首先采取 5 °C/s 升温速率将样品加热到目标变形温度后保温 5 min, 使样品温度均匀化, 然后进行热压缩, 压缩结束后用氮气快速冷却 (冷却速率设为 40 °C/s), 以降低冷却过程回复效应。热压缩实验条件设置如下: 变形温度 670、690、710、730、750 °C, 应变速率 0.01、0.1、1  $\text{s}^{-1}$ , 变形量 50%。利用 EBSD 技术对热压缩样品的形变组织进行微观表征分析, 沿样品中心轴线对半切开, 依次用 320#、600#、1200#、2000#、4000# 的 SiC 砂纸对观察面逐级打磨, 选用 Struers LectroPol-5 型设备进行室温电解抛光处理, 抛光液成分为 5 vol%  $\text{HClO}_4$ +95 vol%  $\text{CH}_5\text{OH}$ , 电压 25 V, 电流 0.4~0.6 A, 时间 30 s。借助 ZEISS Gemini 460 型扫描电镜进行 EBSD 分析, 实验基本参数: 加速电压 20 kV, 工作电流 10 nA, 扫描步长 0.1  $\mu\text{m}$ 。

## 2 结果与讨论

### 2.1 流变应力-应变曲线

图 2 为  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在不同热压缩变形条件下的流变应力-应变曲线。可见, 应变速率和变形温度显著影响锆合金的热变形过程, 在应变速率恒定条件下, Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金的真应力-应变曲线特征呈现一致的规律性。分析应变速率 0.01  $\text{s}^{-1}$ 、变形温度 670 °C 时流变曲线特征 (图 2a 中红色曲线), 真应力首先随真应变的增大而快速上升, 当真应变达到 0.04 左右时, 真应力出现峰值, 此即称为微应变加工硬化阶段。达到应力峰值后, 流变应力随真应变增加呈下降趋势, 这主要是因为变形初期合金中积累了较多的形变储能, 为动态回复和再结晶提供了热激活的驱动力, 故随着变形程度加大, 动态再结晶启动, 造成材料软化, 应力逐渐下降。

对在不同热压缩条件下获得的流变曲线作进一步分析, 根据真应力应变数据得到了  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在不同热压缩条件下的峰值应力, 其结果列于表 2。从图 2a~2c 可以发现, 当应变速率恒定时, 升高热变形温度, 流变应力-应变曲线逐渐往下移动, 即变形温度增大, 流变应力降低。应变速率为 0.01  $\text{s}^{-1}$  时, 变形温度从 670 °C 增加到 750 °C, 而峰值应力则从 186.1 MPa 下降至 110.3 MPa。当变形温度恒定时, 增大应变速率, 流变应力-应变曲线则逐渐往上移动, 由此说明应变速率越高, 流变应力越大, 变形温度 690 °C 时, 应变速率由

表 1 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金实测成分

Table 1 Chemical composition of Zr-1.0Ti-0.35Nb alloy ( $\omega/\%$ )

Zr	Hf	Ti	Nb	Fe	Cr	O
Bal.	1.83	1.31	0.35	0.07	0.0039	0.11

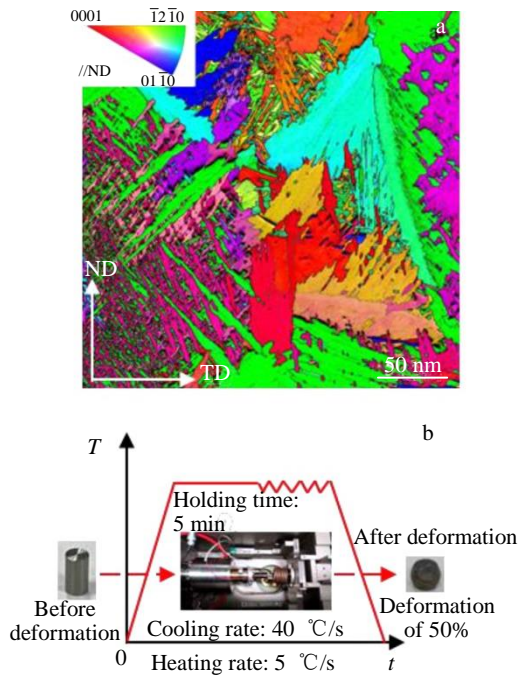


图 1 淬火态微观组织及热压缩试验过程示意图

Fig.1 Microstructure of the as-quenched specimen (a); schematic diagram of the hot compression process (b)

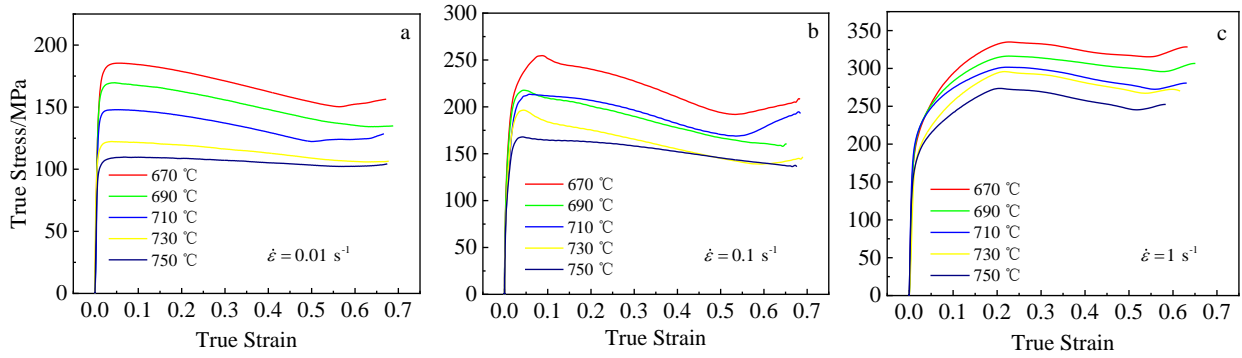


图 2  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在不同热压缩条件下流变应力-应变曲线

Fig.2 Flow stress-strain curves of the  $\beta$ -quenched Zr-1.0Ti-0.35Nb alloy under various hot compression conditions: (a)  $0.01 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , and (c)  $1 \text{ s}^{-1}$

表 2  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在不同热压缩条件下的峰值应力

Table 2 Peak stress values of the  $\beta$ -quenched Zr-1.0Ti-0.35Nb alloy under various deformation conditions (MPa)

$\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$	670 °C	690 °C	710 °C	730 °C	750 °C
0.01	186.1	170.2	148.3	122.7	110.3
0.1	254.6	217.8	213.4	196.5	167.9
1	334.9	316.3	301.6	295.8	273.6

$0.01 \text{ s}^{-1}$  上升到  $1 \text{ s}^{-1}$  时, 峰值应力从 170.2 MPa 提升至 316.3 MPa。峰值应力发生变化根本原因在于, 变形温度

的逐步提高, 为热激活动态回复和动态再结晶提供了充分条件。应变速率增加, 在单位时间内产生的位错越多, 造成位错塞积、缠绕, 加工硬化效果更加明显, 故峰值应力增大。

### 2.2 热变形组织

Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在 670~750 °C 热压缩后, 析出  $\text{Zr}(\text{Ti}, \text{Nb}, \text{Fe}, \text{Cr})_2$  第二相粒子, 说明合金元素 Ti 除固溶于  $\alpha$ -Zr 基体, 还部分溶解于第二相粒子中<sup>[16]</sup>。图 3 为 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在应变速率  $0.1 \text{ s}^{-1}$ 、不同变形温度下的微观组织 EBSD 表征结果。从整体上看, 钎合金发生热变形后, 原始  $\beta$ -Zr 晶界全部消失, 粗大的淬火态板条状  $\alpha$ -Zr 晶粒被压扁或拉长, 且从变形区域的组织可以

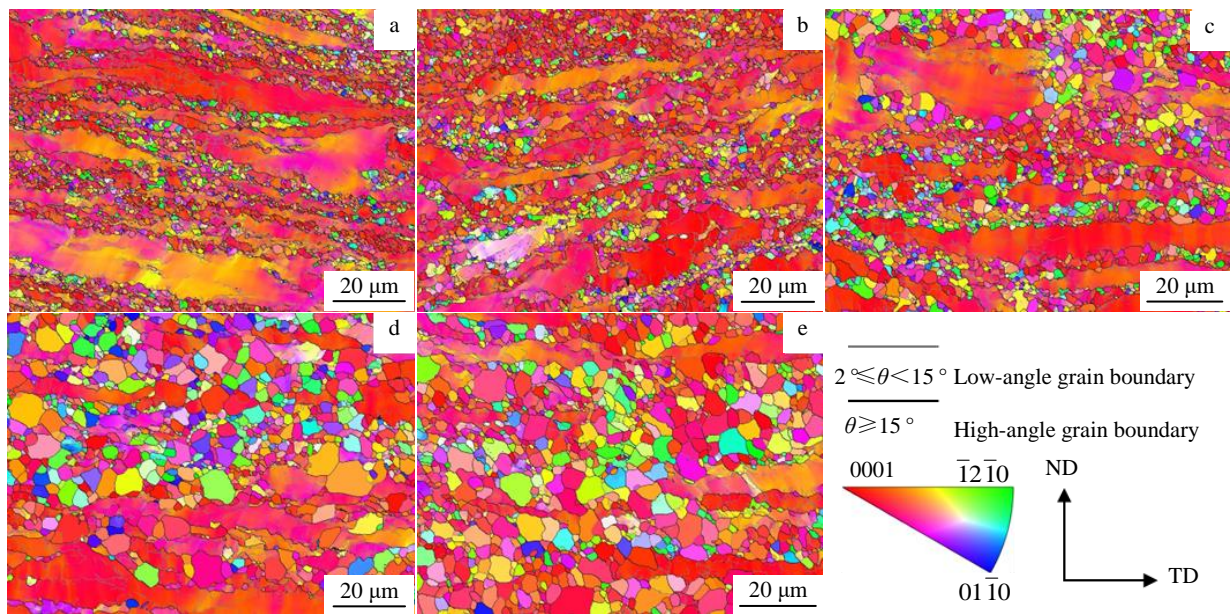


图 3 应变速率  $0.1 \text{ s}^{-1}$ 、不同热压缩温度下 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金的变形组织

Fig.3 Microstructures of Zr-1.0Ti-0.35Nb alloy at different temperatures with strain rate of  $0.1 \text{ s}^{-1}$ : (a) 670 °C, (b) 690 °C, (c) 710 °C, (d) 730 °C, and (e) 750 °C



看出, 原始晶粒沿着垂直于热压缩的方向发生变形, 晶界呈现锯齿状, 细小的等轴晶粒团簇在变形晶粒的晶界周围, 表明锆合金热变形时发生了动态再结晶。在较低温度 670 °C 热压缩时, 如图 3a 所示, 晶粒变形非常不均匀, 观察区域内组织主要为被拉长的晶粒, 且晶粒为含有大量的小角度晶界。再结晶比例较低, 这是由于温度较低, 晶界迁移能力不足, 合金在热变形过程中以动态回复为主, 因此热压缩后仍保留了长条状变形组织。随着变形温度升高, 晶界迁移速度加快, 长条状变形组织开始逐渐减少, 如图 3b、3c 所示, 动态再结晶比例明显增多。变形温度继续升高, 由图 3d 和 3e 可知, 再结晶晶粒数量进一步增大, 同时, 晶粒长大现象明显, 当变形温度为 750 °C 时, 组织内部只存在少量的变形组织, 再结晶程度较高。

基于晶粒的取向分布 (grain orientation spread, GOS) 数值定义再结晶晶粒, 在低应变下形成的再结晶晶粒, 随应变的增加会发生变形, 导致 GOS 值升高<sup>[17]</sup>, 故取  $GOS \leq 5^\circ$  的晶粒为动态再结晶晶粒, 定量统计了 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在不同变形温度下的动态再结晶体积分数和平均晶粒尺寸, 如图 4 所示。从统计结果可以看出, 锆合金再结晶晶粒体积分数和平均尺寸随变形温度升高逐渐增大, 在 670 °C 条件下热变形时, 再结晶晶粒体积分数仅为 30.6%; 而当变形温度增大至 750 °C 时, 再结晶晶粒的体积分数得到大幅度提高, 达到 66.26%, 此时动态再结晶晶粒也相应发生了长大。

图 5 为  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金在应变速率为 0.1 s<sup>-1</sup> 不同变形温度下热压缩得到的小角度晶界和大角度晶界比例图。可以看出, 随变形温度的升高, 锆晶粒内小角度晶界的占比逐渐减少, 大角度晶界的占比逐渐

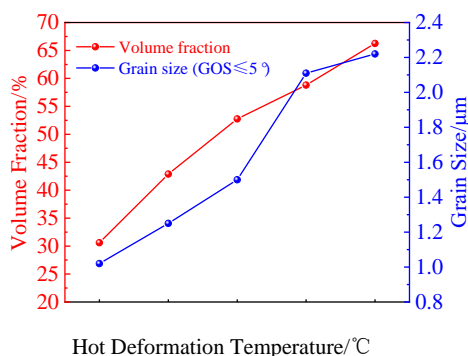


图 4 应变速率 0.1 s<sup>-1</sup>、不同热压缩温度下动态再结晶体积分数和平均晶粒尺寸

Fig.4 Volume fraction and grain size of dynamically recrystallized grains at different deformation temperatures with strain rate of 0.1 s<sup>-1</sup>

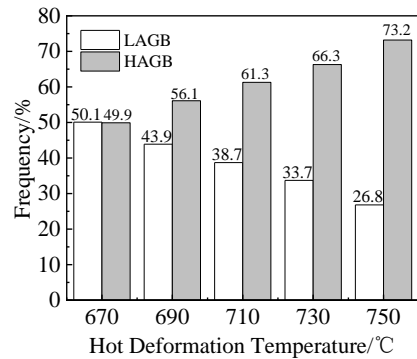


图 5 应变速率为 0.1 s<sup>-1</sup> 不同热压缩温度下小角度晶界 (LAGB) 和大角度晶界 (HAGB) 比例图

Fig.5 LAGB and HAGB ratios of grain orientation at different deformation temperatures with the strain rate of 0.1 s<sup>-1</sup>

增多。当变形温度为 670 °C 时, 热变形后锆晶粒内小角度晶界的占比达到 50.1%, 表明在此温度下变形, 以动态回复为主, 晶粒内部将积累大量的位错、空位等晶体缺陷。而当变形温度提高到 750 °C 时, 较高的变形温度能够为动态再结晶提供足够的热激活条件, 原子的热运动能力增强, 加快了再结晶晶粒晶界迁移的速率, 位错在运动过程中逐渐被晶界吸收, 有利于动态再结晶的发生。因此, 在温度 750 °C 下进行热变形后, 锆晶粒内小角度晶界占比为 26.8%, 而大角度晶界的占比达到 73.2%。当然, 从图 3 组织分析可知, 变形组织晶界呈锯齿状, 在原始晶界处形成明显鼓包, 在这些凸起位置存在着中-高角度取向差的应变诱导晶界, 可以产生应变诱导晶界迁移<sup>[18-19]</sup>, 使得这些凸起从初生晶粒中分离出来, 进而在原始晶界周围生成细小的再结晶晶粒。另外, 升高热变形温度, 促进了锯齿形晶界处形核的再结晶晶粒晶界向变形组织内迁移, 逐渐吞并变形组织, 导致大角度晶界的占比增加。

### 2.3 Arrhenius 本构模型

为建立热压缩过程中流变应力与应变速率、变形温度 2 个主要影响因素之间的关系, 运用 Arrhenius 方程<sup>[20]</sup>建立  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金的本构模型, 以实现对其在热压缩过程流变行为的预测。

其形式主要有 3 种:

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right), \quad \sigma\alpha \leq 0.8 \quad (1)$$

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp(\beta\sigma) \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right), \quad \sigma\alpha \geq 1.2 \quad (2)$$

$$\dot{\epsilon} = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right), \quad \sigma\alpha \text{ 为任意值} \quad (3)$$

式中:  $\dot{\epsilon}$  为应变速率, s<sup>-1</sup>;  $\sigma$  为流变应力, MPa;  $Q$  为热

变形激活能, kJ/mol;  $R$  为摩尔气体常数, 为 8.314 J/(mol·K);  $T$  为变形温度, K;  $n$ 、 $n_1$  为应力应变指数;  $A_1$ 、 $A_2$ 、 $A$ 、 $\beta$ 、 $\alpha$  为材料常数,  $\alpha=\beta/n_1$ 。

公式 (1) 为幂函数, 适用在低应力水平; 公式 (2) 为指数函数, 适用于高应力水平; 公式 (3) 为双曲正弦函数, 适用在任何应力条件下, 故选用该函数表示流变应力、变形温度和应变速率三者之间的关系。

综合考虑应变速率和变形温度对流变应力的影响, 引入温度补偿因子 Zener-Hollomon 参数<sup>[21-22]</sup>, 其表达式如下:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (4)$$

(1) 材料常数  $\alpha$  的求解

分别对式 (1) 和式 (2) 左右取对数, 结果为:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_1 + n_1 \ln \sigma - \frac{Q}{RT} \quad (5)$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_2 + \beta \sigma - \frac{Q}{RT} \quad (6)$$

利用表 2 峰值应力数据对  $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$  和  $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$  的关系曲线进行线性拟合, 拟合直线斜率的平均值即为  $n_1$  和  $\beta$ ,

如图 6a、6b 所示, 得到  $n_1=6.3816$ ,  $\beta=0.0290$ , 进而求得  $\alpha=\beta/n_1=0.0045 \text{ MPa}^{-1}$ 。

(2) 变形激活能  $Q$  的求解

对式 (3) 两边求对数, 得到:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln[\sinh(\alpha\sigma)] - \frac{Q}{RT} \quad (7)$$

在应变速率一定时, 继续对式 (7) 求  $1/T$  偏微分, 即可得到表观变形激活能值的表达式:

$$Q = nR \left\{ \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right\}_{\dot{\epsilon}} \quad (8)$$

前面已求得材料常数  $\alpha=0.0045 \text{ MPa}^{-1}$ , 综合式 (7) 和式 (8), 分别线性拟合出不同温度下  $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  和不同应变速率下  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$  的直线, 如图 7a、7b 所示。计算得到拟合直线斜率的平均值分别为  $n=4.8315$ , 硬化指数  $k=5.62$ , 将  $n$ 、 $k$  和  $R$  的数值代入式 (8) 可得 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金的热变形激活能  $Q=225.8 \text{ kJ/mol}$ 。有文献表明, 纯 Zr 和纯 Ti 在  $\alpha$  相的热变形激活能分别为 170、242 kJ/mol<sup>[23-24]</sup>, Zr-1.0Nb 和 Zr-1Sn-1Nb 在  $\alpha+\beta$

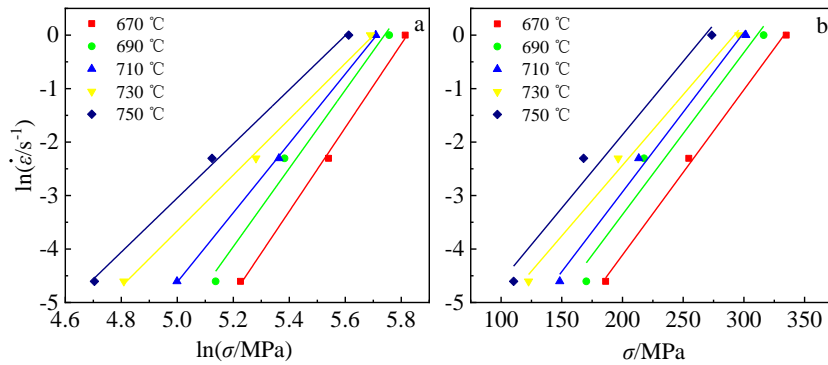


图 6  $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$  和  $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$  关系曲线

Fig.6 Linear relationships of  $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$  (a) and  $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$  (b)

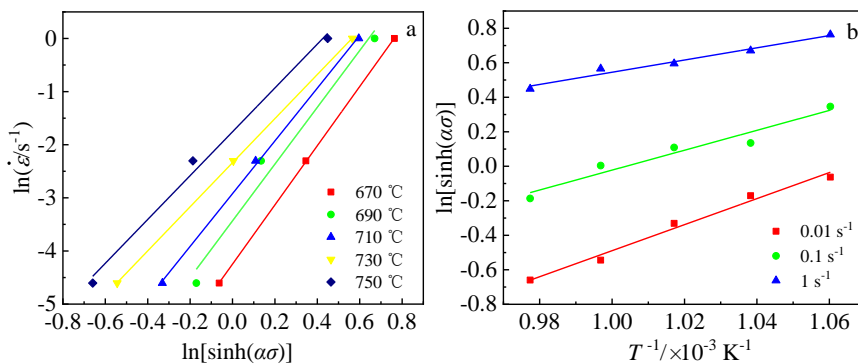


图 7  $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  与  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$  关系曲线

Fig.7 Linear relationships of  $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  (a) and  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$  (b)

相的热变形激活能分别为 243、240 kJ/mol<sup>[12,13,25]</sup>。结合本研究实验数据,可以看出合金元素 Ti 和 Nb 的加入提高了锆合金的热变形激活能。

(3) Zener-Hollomon 参数的求解

对式(4)两边取对数,可得:

$$\ln Z = \ln \dot{\epsilon} + \frac{Q}{RT} = \ln A + \ln [\sinh(\alpha\sigma)] \quad (9)$$

将前述获得的热变形激活能  $Q$  值代入式(9),计算得到不同热变形条件下的  $\ln Z$  值,其结果列于表 3,然后绘制出  $\ln Z - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$  的关系曲线,如图 8 所示,进一步分析可知拟合直线的截距  $\ln A=24.7$ ,由此可得  $A=5.48 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$ 。

(4) Arrhenius 本构方程的确定

对式(4)做进一步变换,可以得到由参数  $Z$  表示的 Arrhenius 本构方程,即:

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left( \frac{Z}{A} \right)^{\frac{1}{n}} + \left[ \left( \frac{Z}{A} \right)^{\frac{2}{n}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \quad (10)$$

最后,将以上求得的  $Q$ 、 $n$ 、 $\alpha$  和  $A$  数值相应代入式(4)和式(10),从而得到  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb

表 3 不同热变形条件下求得的  $\ln Z$  值

Table 3  $\ln Z$  values under different strain rates and deformation temperatures

$\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$	670 °C	690 °C	710 °C	730 °C	750 °C
0.01	24.19	23.59	23.02	22.47	21.94
0.1	26.49	25.90	25.32	24.77	24.24
1	28.80	28.20	27.62	27.07	26.54

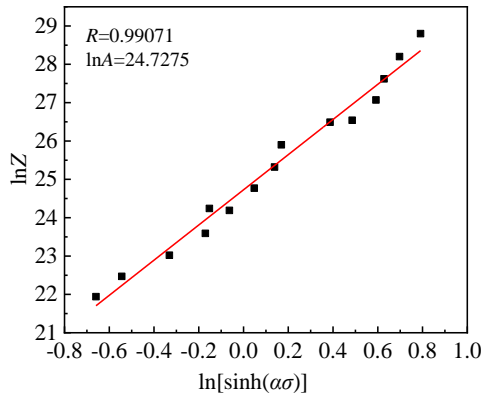


图 8  $\ln Z - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$  拟合曲线

Fig.8 Linear relationship of  $\ln Z - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$

合金的热变形本构方程如式(11)所示,即:

$$\left\{ \begin{aligned} \sigma &= \frac{1}{0.0045} \ln \left\{ \left( \frac{Z}{5.48 \times 10^{10}} \right)^{\frac{1}{4.8315}} + \left[ \left( \frac{Z}{5.48 \times 10^{10}} \right)^{\frac{2}{4.8315}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \\ Z &= \dot{\epsilon} \exp \left( \frac{225.8 \times 10^3}{8.314T} \right) \end{aligned} \right. \quad (11)$$

为验证 Arrhenius 本构模型的准确性,进一步在应变速率分别为 0.05 和 0.5  $\text{s}^{-1}$ ,不同变形温度(670、690、710、730、750 °C)下进行了热压缩试验,同时将相应的应变速率和变形温度代入式(11),最终分别得到  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金热变形时的峰值应力的实验与预测值,结果如表 4 所示。比较 Arrhenius 本构方程的预测值和实验值差异,由图 9 可知,预测值和实验值之间的相关系数  $R=0.97427$ ,平均相对误差  $\text{AARE}=6.15\%$ ,由此表明 Arrhenius 本构方程在预测锆合金热变形的宏观峰值应力方面具有较好的准确性。

表 4 不同应变速率和不同变形温度下实验值和预测值的峰值应力

Table 4 Peak stress of experimental and predicted values under different strain rates and deformation temperatures (MPa)

$\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$		670 °C	690 °C	710 °C	730 °C	750 °C
0.05	Exp.	258.8	227.9	204.3	183.2	175.7
	Pre.	232.6	211.7	192.7	175.5	160
0.5	Exp.	306.2	287.0	282.8	274.0	251.0
	Pre.	321.9	297.6	275.0	253.9	234.5

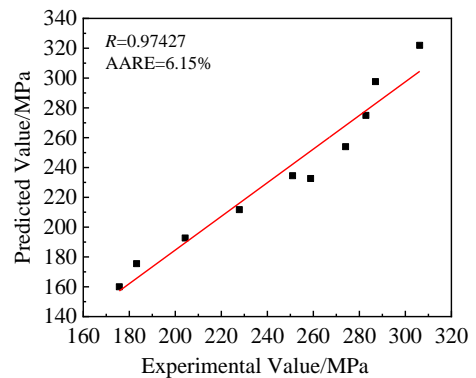


图 9 Arrhenius 本构模型预测值与实验值比较

Fig.9 Comparison between experimental values and predicted values by the Arrhenius constitutive equation built in this work

### 3 结 论

1) 流变应力对变速率和变形温度敏感, 随应变速率增大而增大, 随变形温度升高而减小, 达到峰值应力后流变曲线呈现典型动态再结晶特征。

2) 变形温度对热变形组织影响较大, 随变形温度升高, 铝合金更容易发生动态再结晶和晶粒长大。

3) 基于流变峰值应力构建了  $\beta$  淬火态 Zr-1.0Ti-0.35Nb 合金的热变形 Arrhenius 本构方程, 计算得到其热变形激活能为 225.8 kJ/mol, 硬化指数为 5.62, 说明合金元素 Ti 使铝合金的热变形激活能升高。实验值和模型预测值之间的相关系数为 0.97427, 平均相对误差为 6.15%。其热变形本构模型如下描述:

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma = \frac{1}{0.0045} \ln \left\{ \left( \frac{Z}{5.48 \times 10^{10}} \right)^{\frac{1}{4.8315}} + \left[ \left( \frac{Z}{5.48 \times 10^{10}} \right)^{\frac{2}{4.8315}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \\ Z = \dot{\epsilon} \exp \left( \frac{225.8 \times 10^3}{8.314T} \right) \end{array} \right.$$

#### 参考文献 References

- [1] Xu Xiaoxiao(徐潇潇), Qiu Shaoyu(邱绍宇). *Materials Reports(材料导报)*[J], 2005(11): 57
- [2] Wang Depeng(王德鹏), Li Yifeng(李毅丰), Liang Xue(梁雪) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2023, 52(2): 753
- [3] Qi Boyi(齐博毅), Liu Chengze(刘承泽), Yang Qinghao(杨庆浩) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2022, 51(12): 4483
- [4] Duan Z, Yang H, Satoh Y et al. *Nuclear Engineering and Design*[J], 2017, 316: 131
- [5] Zhang Shuaishuai(张帅帅), Zhang Yanmin(张彦敏), Song Yu(宋宇) et al. *Materials for Mechanical Engineering(机械工程材料)*[J], 2020, 44(S2): 18
- [6] Leo P D G, Preuss M, Dahlb äck M et al. *Acta Materialia*[J], 2015, 88: 389
- [7] Zhao Linke(赵林科), Li Xiaoning(李小宁), Yue Qiang(岳强) et al. *Hot Working Technology(热加工工艺)*[J], 2018, 47(17): 36
- [8] Ma Yu'e(马玉娥). *Effect of Hot Compression Deformation on the Microstructure and Properties of ZrTiAlV Alloy(热压缩变形对 ZrTiAlV 合金组织与性能的影响)*[D]. Qinhuangdao: Yanshan University, 2019
- [9] Han P, Ma W, Zhu X Y et al. *Materials Research Express*[J], 2020, 7(2): 026547
- [10] Geng Pei(耿佩), Gong Xiaotao(龚小涛), Chen Wenjing(陈文静) et al. *Journal of Netshape Forming Engineering(精密成形工程)*[J], 2022, 14(6): 6
- [11] Song Guangsheng(宋广胜), Niu Jiawei(牛嘉维), Song Hongwu(宋鸿武) et al. *Journal of Materials Engineering(材料工程)*[J], 2022, 50(3): 138
- [12] Sarkar A, Chakravartty J K. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2013, 440(1-3): 136
- [13] Sarkar A, Chandanshive S A, Thota M K et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 703: 56
- [14] Zhang Jianjun(张建军), Li Zhongkui(李中奎), Zhou Jun(周军) et al. *Atomic Energy Science and Technology(原子能科学技术)*[J], 2009, 43(4): 350
- [15] Zeng Qinghui(曾庆辉), Luan Baifeng(栾佰峰), Adrien C et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2019, 48(8): 2393
- [16] Wang X Z, Wang Y, Wang Y X et al. *Corrosion Science*[J], 2023, 219
- [17] Hadadzadeh A, Mokdad F, Wells M A et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 709: 285
- [18] Chen Jianwei(陈建伟), Luan Baifeng(栾佰峰), Chai Linjiang(柴林江) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2012, 48(5): 393
- [19] Zeng Q, Luan B F, Wang Y et al. *Materials Characterization*[J], 2018, 145: 444
- [20] Kapoor R, Chakravartty J K. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2002, 306(2): 126
- [21] Ma J F, Wang S H, Yang J L et al. *Materials*[J], 2022, 15(5): 1745
- [22] Jiang D M, Yuan C Q, Li X et al. *Materials Research Express*[J], 2020, 7(7): 076507
- [23] Chakravartty J K, Kapoor R, Sarkar A et al. *Journal of ASTM International*[J], 2010, 7(8): 1
- [24] Zeng Z, Zhang Y, Jonsson S. *Materials & Design*[J], 2009, 30(8): 3105
- [25] Chakravartty J K, Kapoor R, Banerjee S et al. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2007, 362(1): 75

## Investigations on Hot Deformation Behavior of Zr-1.0Ti-0.35Nb Alloy

Gong Weijia<sup>1,2</sup>, Chen Jichang<sup>1,3</sup>, Zhang Jingyi<sup>1,4</sup>, Chen Zhaokui<sup>1,2</sup>, Li Zhongkui<sup>1,2</sup>, Li Jinshan<sup>1</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Clean Energy Research Center, Yangtze River Delta Research Institute of NPU, Taicang 215400, China)

(3. First Design and Research Institute MI China Co., Ltd, Hefei 230601, China)

(4. Queen Mary University of London Engineering School, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

**Abstract:** The harsh environment with strong acid, high oxidability and irradiation raises urgent demand for advanced structural materials used for reprocessing dissolver of spent nuclear fuels. In this paper, hot compression behavior of a Zr-1.0Ti-0.35Nb alloy was investigated at the strain rate of 0.01, 0.1, 1 s<sup>-1</sup> and in the temperature range of 670–750 °C. Microstructural evolution during the hot compression was analyzed. The results reveal that the strain rate and deformation temperature both significantly affect the hot deformation behavior of Zr-1.0Ti-0.35Nb alloy. Flow stress increases with the accelerated strain rate and decreases with the elevated temperature. Beyond peak stress, the flow curve exhibits apparent dynamic recrystallization characteristics. Elevated deformation temperature favors dynamic recrystallization and grain growth. An Arrhenius-type constitutive model was established based on the obtained peak stress values, in which the activation energy is calculated as 225.8 kJ/mol, suggesting a Ti-induced elevation of activation energy and the hardening index is 5.62. A correlation coefficient of 0.97427 and average relative error of 6.15% are obtained between the experimental and predicted values, demonstrating sound applicability of the constitutive model that is expected to guide processing optimization for the new Zr-1.0Ti-0.35Nb alloy.

**Key words:** spent nuclear fuel reprocessing; Zr-1.0Ti-0.35Nb alloy; hot deformation; dynamic recrystallization; constitutive model

---

Corresponding author: Li Zhongkui, Ph. D., Professor, Clean Energy Research Center, Yangtze River Delta Research Institute of NPU, Taicang 215400, P. R. China, E-mail: lizhangyi@nwpu.edu.cn