

# AgInCd 合金压缩蠕变性能研究

陈 乐, 肖红星, 梁 波, 龙冲生

(中国核动力研究设计院, 四川 成都 610041)

**摘 要:** 用 RDL-50 型拉伸蠕变试验机进行改装后的实验装置研究了铸态 AgInCd 合金在温度 300~400 °C 及应力范围 12~24 MPa 内的压缩蠕变行为, 分析了稳态速率与温度和应力的关系, 计算了应力指数 ( $n$ ) 和蠕变激活能 ( $Q_a$ ), 并结合蠕变后样品在透射电子显微镜下的微观形貌及位错组态, 探讨了合金的压缩蠕变机制。结果表明: 随温度和应力水平的升高, 合金的稳态蠕变速率增加。相比较指数关系, 蠕变速率与应力之间更符合幂函数关系。300、350 和 400 °C 条件下, 合金的蠕变应力指数  $n$  分别为 3.31、4.09 和 5.77; 12、18 和 24 MPa 条件下, 合金的蠕变激活能  $Q_a$  分别为 68.1、103.7 和 131.6 kJ/mol。微观形貌以层错为主, 孪生为 300 °C 的主要蠕变机制, 位错攀移生成位错墙为 400 °C 的主要蠕变机制。

**关键词:** 压缩蠕变; AgInCd 合金; 稳态蠕变速率; 位错; 层错

中图分类号: TG113.25

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)11-2788-05

反应堆控制棒材料是一种在反应堆的启动和停堆以及反应堆运行过程中起功率调节作用的功能材料, 其特点是中子吸收截面大, 对反应堆的正反应性有抑制、释放和调节作用。迄今为止, 应用于反应堆控制棒的材料主要有  $B_4C$ , Hf,  $Gd_2O_3$  和 AgInCd 等, 其中 AgInCd 合金由于具有较好的中子吸收性能和较低成本在目前的压水堆核电站中应用最为广泛<sup>[1-3]</sup>。

由于控制棒材料对反应堆的运行和反应性的储备以及安全都起着不可缺少的重要作用, 因此它应具备良好的力学性能。反应堆控制棒用 AgInCd 合金在使用过程中始终受到控制棒两端压紧弹簧的压应力作用, 同时其使用温度在 300~400 °C, 达到该合金熔点的 0.5~0.6  $T_m$ 。因此, 在该条件下 AgInCd 合金会发生较为显著的蠕变行为, 表现为控制棒发生镦粗, 更为严重的蠕变行为甚至将发生意外卡棒。如大亚湾二机组 F10 和 K10 在 2003 年 2 月 (运行 8 年) 大修检查时, 状况正常, 2008 年 7 月发生卡棒。又如法国 Cruas 二机组 F06 棒束在 2006 年 1 月 (运行 14 年) 大修检查时无异常, 在 2007 年 7 月发生卡棒。

因此, 研究 AgInCd 合金的压缩蠕变行为对于评价其堆内的力学性能具有重要意义, 研究结果将为反应堆控制棒的设计提供重要参数。本研究采用自行改造的拉伸蠕变试验机研究了铸态 Ag-In-Cd 合金在 300~400 °C 温度范围内不同应力下的压缩蠕变行为。

## 1 实 验

试验用材料的化学成分为: 15%In, 5%Cd, 其余为 Ag (质量分数)。试样通过融炼成铸锭后, 参照压缩国标加工成  $\Phi 8.6 \text{ mm} \times 21.5 \text{ mm}$  的圆柱体, 进行压缩和压缩蠕变试验。其压缩蠕变装置示意图见图 1。

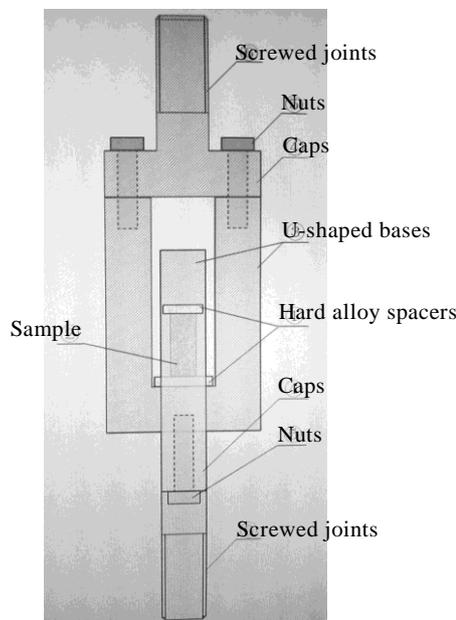


图 1 压缩蠕变装置示意图

Fig.1 Schematic of compressive creep set-up

收稿日期: 2014-11-15

基金项目: 国家核电重大专项 (2011ZX06004-016)

作者简介: 陈 乐, 男, 1987 年生, 硕士, 助理研究员, 中国核动力研究设计院反应堆燃料及材料重点实验室, 四川 成都 610041, 电话: 028-85903969, E-mail: jolin0102@126.com

压缩蠕变试验利用现有的 RDL50 型蠕变持久拉伸试验机, 且将部分夹具改装后的实验装置上进行。具体方法为采用耐高温高强度工具钢, 分别加工出压缩蠕变实验装置上的 U 型底座、与 U 型底座相匹配的帽盖以及底座与帽盖之间牢固结合的螺母; 采用硬质合金材料加工出与 U 型底座相匹配的垫片。试验过程中将加工好的样品置于该装置中, 将该装置上、下端分别反向连接于试验机下、上端拉伸夹持装置, 以便利用拉伸力促使样品压缩, 同时采用拉伸蠕变实验控制软件进行参数设定, 所用参数设置与拉伸蠕变试验方法相同。其中载荷波动不超过 ±1 N, 变形测量精度为 0.5 μm, 温度波动不超过 ±1 °C。

## 2 结果与讨论

### 2.1 AgInCd 合金的压缩性能

进行压缩蠕变试验之前, 结合该合金实际工况条件, 先进行了 300、350 和 400 °C 条件下的压缩试验, 获得了 AgInCd 合金的压缩屈服强度  $R_{c0.2}$ 、压缩弹性极限  $R_{c0.03}$  和压缩弹性模量  $E_c$ , 如表 1 所示。其中分别以合金发生标距的 0.2% 和 0.03% 的塑性变形作为  $R_{c0.2}$ 、 $R_{c0.03}$ 。

试验结果稳定, 且弹性模量与文献的测试结果接近, 验证了该试验装置的可靠性与稳定性。残样未发生倾斜或塌陷, 上下表面平行度高, 表明样品在发生较大变形时仍保持了几何上的稳定性, 在蠕变长期试验过程中载荷可保持均匀分布, 有助于提高试验结果的准确性。

### 2.2 AgInCd 合金的压缩蠕变性能

结合该合金的服役工况和压缩试验测定的屈服强度、弹性极限值, 确定了压缩蠕变实验温度分别为 300、350 和 400 °C, 压应力分别为 12、18 和 24 MPa。蠕变实验数据取 2 个试样的平均值。

#### 2.2.1 压缩蠕变量-时间曲线

图 2 为 AgInCd 合金分别在 300、350 和 400 °C, 压应力分别为 12、18 和 24 MPa 条件下的压缩蠕变曲线。随着温度和压应力水平的升高, 合金的压缩蠕变

量增大。从图中可以看出, 在较低的 12 MPa 应力条件下, 蠕变过程缓慢, 蠕变以较低的速率持续很长时间, 当应力增加到 24 MPa 时, 蠕变速率明显增加, 合金的抗蠕变性能明显下降, 同时对于在相同应力条件下的情况, 温度的升高也使合金的抗蠕变性能降低, AgInCd 合金在 400 °C 条件下的抗蠕变性能很差。

#### 2.2.2 AgInCd 合金的稳态蠕变速率

由压缩蠕变曲线的线性部分得到 AgInCd 合金的稳态蠕变速率  $\dot{\epsilon}$ , 结果见表 2。

#### 2.2.3 压缩蠕变性能指标

在金属及合金的蠕变试验中, 最重要的参数是稳态蠕变速率  $\dot{\epsilon}$ 。研究表明, 稳态蠕变速率  $\dot{\epsilon}$  除了取决于材料本身特性外, 还与温度和应力  $\sigma$  2 个外部变量有关。其中,  $\dot{\epsilon}$  与  $\sigma$  的幂律关系为:

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \tag{1}$$

式中,  $A$  为与材料特性和温度有关的常数。上式两边取对数, 得到:

$$\ln \dot{\epsilon} = n \ln \sigma + K_1 \tag{2}$$

式中,  $n$  值即为上式线性拟合的斜率。符合该式的蠕变称为幂律蠕变。式(2)表示当温度  $T$  不变时,  $\ln \dot{\epsilon}$  与  $\ln \sigma$  呈线性关系, 斜率为  $n$ ; 此外, 有学者指出材料在部分阶段  $\dot{\epsilon}$  和  $\sigma$  存在指数关系, 即

$$\dot{\epsilon} = A \exp(b\sigma) \tag{3}$$

式中,  $A$  和  $b$  为与材料特性和温度有关的常数。上式两边取对数, 得到

$$\ln \dot{\epsilon} = b\sigma + K_2 \tag{4}$$

表 1 AgInCd 合金压缩性能

Table 1 Compressive behavior of AgInCd alloy			
$T/^\circ\text{C}$	300	350	400
$R_{c0.2}/\text{MPa}$	59	48	42
$R_{c0.03}/\text{MPa}$	48	39	34
$E_c/\text{GPa}$	50	45	36

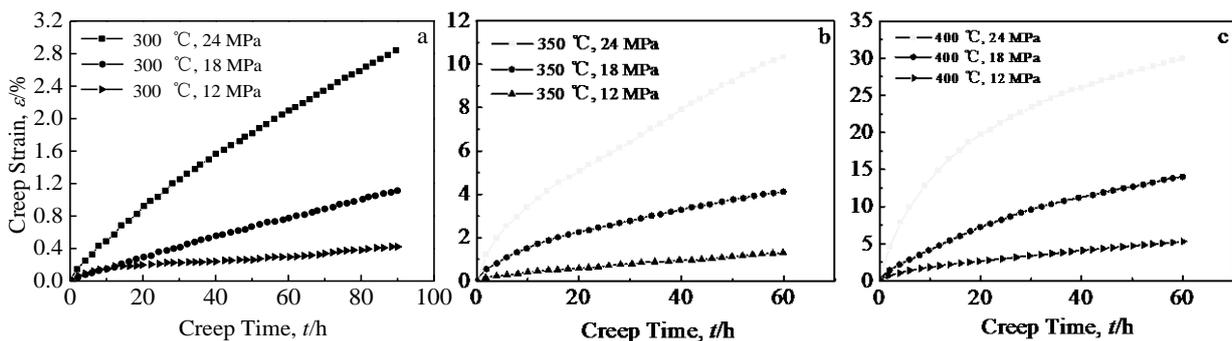


图 2 AgInCd 合金压缩蠕变曲线

Fig.2 Compressive creep curves of AgInCd alloy: (a) 300 °C, (b) 350 °C, and (c) 400 °C

表 2 AgInCd 合金压缩蠕变的稳态速率

Table 2 Compressive creep steady strain rates of AgInCd alloy (h<sup>-1</sup>)

Compressive stress/MPa	300 °C	350 °C	400 °C
12	3.06×10 <sup>-5</sup>	9.27×10 <sup>-5</sup>	2.33×10 <sup>-4</sup>
18	8.62×10 <sup>-5</sup>	4.46×10 <sup>-4</sup>	2.20×10 <sup>-3</sup>
24	2.33×10 <sup>-4</sup>	1.60×10 <sup>-3</sup>	1.43×10 <sup>-2</sup>

式(4)表示当温度  $T$  不变时,  $\ln \dot{\epsilon}$  与  $\sigma$  呈线性关系, 斜率为  $b$ ; 同时考虑到蠕变同回复再结晶等过程一样也是热激活过程。因此, 可用下列 Arrhenius 方程来表示合金稳态蠕变速率与温度的关系<sup>[4,5]</sup>:

$$\dot{\epsilon} = A \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right) \quad (5)$$

式中:  $A$  为与材料特性和应力有关的结构常数;  $R$  为摩尔气体常数;  $Q_a$  为蠕变激活能;  $T$  为绝对温度。

将 (5) 式两边取自然对数得到:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A - \frac{Q_a}{RT} \quad (6)$$

上式表示当应力不变时,  $\ln \dot{\epsilon}$  与  $1/T$  呈线性关系, 其斜率为  $-Q_a/R$ 。

将上述实验数据分别用式(2)、(4)、(6)做线性拟合, 见图 3。任一温度下,  $\ln \dot{\epsilon}$  与  $\ln \sigma$  都呈很好的线性关系, 其可信度值都达到 0.99 以上, 而对于指数关系, 其可信度在 0.98 以上。因此,  $\dot{\epsilon}$  与应力的关系, 相比较指数关系, 更符合幂律关系。采用最小二乘法拟合得到 AgInCd 合金在 300、350 和 400 °C 条件下的应力指数  $n$  分别为 3.31、4.09 和 5.77。

对于蠕变速率  $\dot{\epsilon}$  与温度的关系。由图可知, AgInCd 合金的稳态蠕变速率  $\ln \dot{\epsilon}$  与  $1/T$  在任一条件下均呈较好的线性关系。根据压缩蠕变实验数据采用最小二乘法拟合得到 AgInCd 合金在 12、18 和 24 MPa 条件下, 蠕变激活能  $Q_a$  分别为 68.1、103.7 和 131.6 kJ/mol。

因此, AgInCd 合金的压缩蠕变本构方程可以表

示为下式的形式:

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right) \quad (7)$$

一般情况下, 在金属与合金材料中<sup>[6-8]</sup>, 当应力指数  $n=1$  时, 蠕变行为主要受晶界扩散控制; 当应力指数  $n=3$  时, 蠕变行为主要受位错粘滞滑移控制; 当应力指数  $n=5$  时, 蠕变行为主要受位错攀移控制。但同时应注意图 3, 拟合直线的置信度随应力和温度的增大而有所下降。分析认为, 这与压缩蠕变实验中在较高温度和应力下变形较大, 样品截面变大有关。当温度较高, 应力较大时, 样品变形量和变形速率显著提高, 造成其真实横截面积明显高于原始横截面积, 样品长度明显低于原始标距。此时的实际应力明显下降, 而实际应变明显增加。因此拟合数据有偏离加大的趋势。此外, 高温和低温时蠕变机理不完全一致也有一定影响。因此, 若用式(7)拟合, 需在后续研究中增加不同温度和应力条件, 以增加样本容量来提高准确度。同时, 变形量较大时应考虑实际应力和应变明显变化导致的误差, 后续工作将定量分析该影响。

由实验现象可以归纳出压缩蠕变和拉伸蠕变的主要区别: 一方面, 真应力变化不一致。随变形的增大, 压缩蠕变横截面积增大, 实际应力减小, 这与拉伸蠕变相反。另一方面, 压缩蠕变变形方向与轴向垂直, 这可能导致其内部晶粒、位错组态等有别于常见的拉伸蠕变。因此, 有必要将蠕变后样品通过透射电子显微镜观察微观形貌及位错组态, 来分析其蠕变机制。

### 2.3 微观形貌及位错组态

选取具有代表性的 3 种蠕变条件 (300 °C, 12 MPa; 300 °C, 24 MPa; 400 °C, 24 MPa), 将蠕变后的样品与原始状态样品在透射电子显微镜下进行微观形貌和位错组态的观察, 如图 4 所示。

图 4a 为蠕变前的退火态样品, 未有第二相析出, 也未观察到大量位错组态, 仅有少量层错存在。由图 4b 可知, 300 °C, 12 MPa 时, 微观形貌以层错为主,

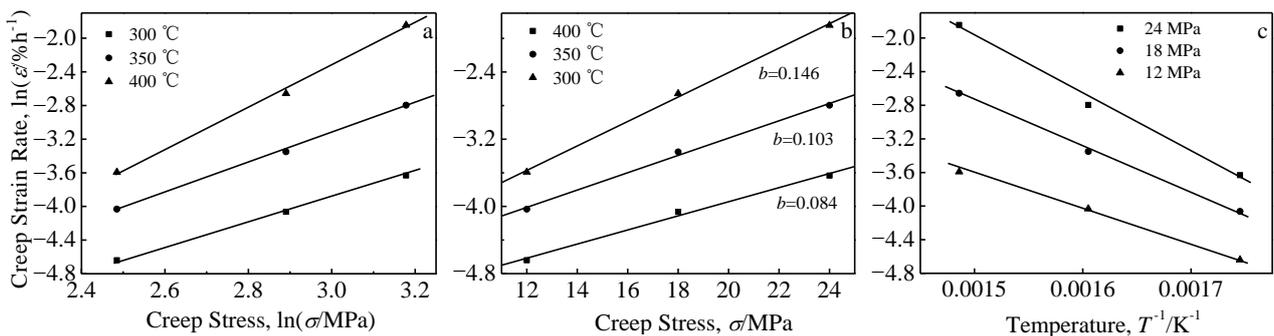


图 3 AgInCd 合金  $\dot{\epsilon}$  与  $\sigma$  和  $T$  的关系

Fig.3 Relationship between  $\dot{\epsilon}$  and  $\sigma$  as well as  $T$  of AgInCd alloy

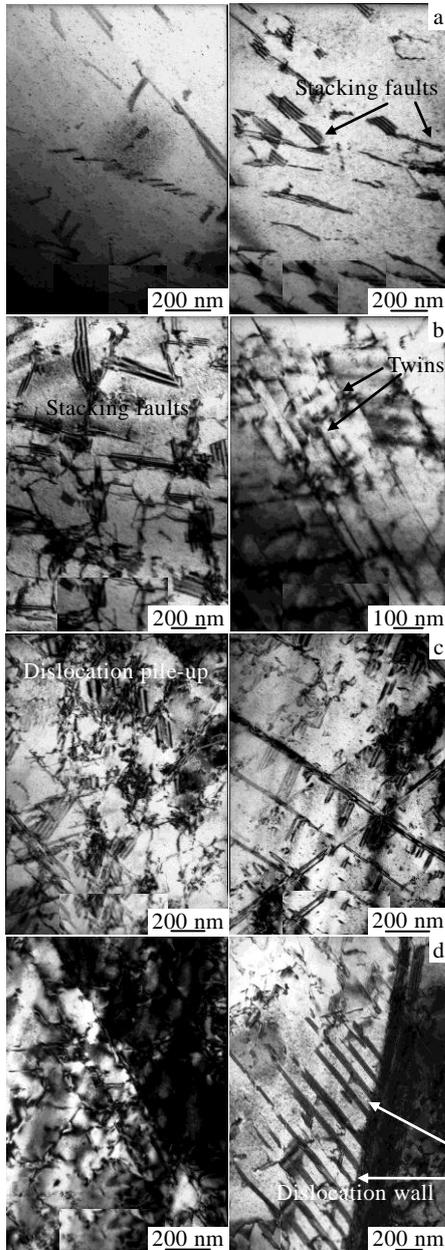


图 4 AgInCd 合金蠕变前后的 TEM 微观形貌

Fig.4 TEM images of microstructure before and after creeping:

- (a) as cast; (b) 300 °C, 12 MPa; (c) 300 °C, 24 MPa;
- (d) 400 °C, 24 MPa

可以观察到少量孪晶形态, 300 °C, 24 MPa 时, 仍以层错为主, 但无 12 MPa 时显著, 且有一定的位错塞积, 如图 4c 所示; 400 °C, 24 MPa 时, 微观形貌以层错和位错的攀移生成位错墙为主, 如图 4d 所示。

该合金的蠕变机制分析如下: 一方面, Ag 基体是面心立方结构, 层错能较低, 易生成层错, 在压缩蠕

变时, 晶体微观上发生剪切变形, 该过程中易生成孪晶, 以缓解应力集中和形变强化; 由于位错大量束集, 无法发生交滑移, 产生了部分位错塞积, 抑制了蠕变变形。另一方面, 该合金处于固溶状态, 无第二相析出, 因此位错未处于被钉扎状态, 在足够的温度和应力下造成其位错很容易开动。在 300 °C 时, 由于温度较低, 原子热运动较为平缓, 主要通过基体剪切变形, 生成孪晶, 造成了位错塞积, 因此其变形速率较低, 抗蠕变性能较好。在 400 °C 时, 温度较高, 为 0.4~0.5  $T_m$ , 原子热运动加快, 以位错攀移生成位错墙为主。同时由于该温度达到其再结晶温度, 发生了再结晶, 进一步降低了位错密度, 导致样品抗蠕变性能变差。

### 3 结 论

1) 在 300~400 °C、12~24 MPa 条件下, 铸态 AgInCd 合金的压缩蠕变量和蠕变速率随温度和应力的升高而增大; 稳态蠕变速率  $\dot{\epsilon}$  的对数分别与  $\ln\sigma$  和  $1/T$  呈很好的线性关系。

2) 铸态 AgInCd 合金的压缩蠕变在 300、350 和 400 °C 条件下的应力指数  $n$  分别为 3.31、4.09 和 5.77; 在 12、18 和 24 MPa 条件下, 蠕变激活能  $Q_a$  分别为 68.1、103.7 和 131.6 kJ/mol。

3) 铸态 AgInCd 合金层错能较低, 易生成层错; 且合金无第二相析出, 造成其位错很容易开动, 在各条件下的蠕变速率都较高。其中 300 °C 时, 原子热运动较为平缓, 主要通过剪切和机械孪晶变形为主的蠕变机制; 在 400 °C 时, 温度较高, 蠕变机制以位错攀移生成位错墙为主。

### 参考文献 References

- [1] Sepold L, Lind T, Pintér Csordás A *et al.* *Annals of Nuclear Energy*[J], 2009, 36: 1349
- [2] Bourgojn J, Couvreur F, Gosset D *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 1999, 275: 296
- [3] Amir Hosein Fadaei, Saeed Setayeshi. *Progress in Nuclear Energy*[J], 2009, 51: 184
- [4] Pekguleryuz M O, Kaya A A. *Adv Eng Mater*[J], 2003(5): 866
- [5] Wei Shanghai, Chen Yungui, Tang Yongbai *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 492: 20
- [6] Luo A A. *Int Mater Rev*[J], 2004, 49: 13
- [7] Wei Shanghai, Chen Yungui, Tang Yongbai *et al.* *Trans Non-ferrous Met Soc China*[J], 2008, 18: 214

[8] Wei Shanghai, Chen Yungui, Tang Yongbai *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 508: 59

## Compressive Creep Behavior of AgInCd Alloy

Chen Le, Xiao Hongxing, Liang Bo, Long Chongsheng  
(Nuclear Power Institute of China, Chengdu 610041, China)

**Abstract:** The compressive creep behavior of as-cast AgInCd alloy was investigated by special modified apparatus on RDL-50 creep tester at 300~400 °C and compressive stress was in the range of 12~24 MPa. The relationship between temperature, stress and steady strain rate has been analyzed. The stress exponent  $n$  and apparent activation energy  $Q_a$  of the creep process were calculated and based on the TEM images of microstructure the mechanisms of compressive creep behavior were discussed as well. The results show that the steady strain rate of the alloy increases with the increase of temperature and compressive stress. Compared with the exponential function, the relation between stress and rate seem to coincide with power function better. The stress exponent  $n$  are 3.31, 4.09 and 5.77 at the temperatures of 300 °C, 350 °C and 400 °C, respectively. The apparent activation energy  $Q_a$  of the creep process are 68.1 kJ/mol, 103.7 kJ/mol and 131.6 kJ/mol under the compressive stress of 12 MPa, 18 MPa and 24 MPa, respectively. There are lots of stacking faults in the TEM images under each creep condition, which play a critical role in the creep mechanisms. Mechanical twinning is the main mechanism at 300 °C while dislocation climbing is the dominant mechanism at 400 °C.

**Key words:** compressive creep; AgInCd alloy; steady strain rate; dislocation; stacking fault

---

Corresponding author: Chen Le, Master, Assistant Researcher, Science and Technology on Reactor Fuel and Materials Laboratory, Nuclear Power Institute of China, Chengdu 610041, P. R. China, Tel: 0086-28-85903969, E-mail: jolin0102@126.com