贵金属材料压缩蠕变试验方法

编

制

说

明

（预审稿）

西安汉唐分析检测有限公司

2020年3月

**贵金属材料压缩蠕变试验方法**

**编制说明**

一、工作简况

1.1 项目背景

贵金属材料作为功能结构件在长期高温环境和压向作用力下将产生压向蠕变，其蠕变性能对结构体或功能材料的安全性、使用寿命均具有重要影响，严重时影响系统正常运行，甚至造成重大安全事故。目前，对于压向蠕变的分析检测尚无统一规范，一般参照轴向拉伸蠕变试验方法，由于拉、压向蠕变测试技术的不同，依照此方法并不能准确测试贵金属材料的压向蠕变性能，从设计、生产、安全等角度考虑，急需制定贵金属金属材料压向蠕变试验方法。

承压部件均为结构体的关键部分，决定系统的安全性与可靠性，如核反应堆银合金控制棒材料，测压用铂铑合金材料，在实际使用中均产生不同程度的压向蠕变现象，对系统安全运行产生重要影响。通过本标准的制定，能够规范贵金属材料压向蠕变试验方法，解决压向蠕变测试中变形测量、蠕变速率测试、样品制作及安装等技术问题，为准确测定产品性能提供统一标准支持。从安全的角度考虑，制定贵金属材料压缩蠕变试验方法标准，可以准确评估金属材料的压向蠕变性能，为设计部门评估产品性能，避免事故发生提供重要参考依据。

本方法适用于贵金属材料压向蠕变性能的测定，主要测定规定时间内蠕变压缩率和残余压缩率，压缩蠕变速率等。

1.2 任务来源

根据《工业和信息化部办公厅关于印发2018年第二批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科〔2018〕31号）精神，由西安汉唐分析检测有限公司负责起草《贵金属材料压缩蠕变试验方法》行业标准，宝钛集团有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、西安诺博尔稀贵金属材料有限公司。项目计划编号为2018-2055T-YS，项目完成年限2020年。

1.3 标准项目编制组情况

西安汉唐分析检测有限公司是西北有色金属研究院（集团）下属的第三方检测机构。1965年成立至今，公司已在西安宝鸡两地三区建成标准化实验室，检测面积10000余平方米，设备200余台（套），设备资产上亿元。现有员工124名，其中技术人员70余名（教授8名，高级工程师32名，注册计量师10名）。公司是国内最大的钛合金检测机构、国内最全面的金属复合材料检测机构、国内唯一核电堆芯材料的检测机构、金属材料全领域检测机构。

公司是中国有色金属工业西北质量监督检验中心、陕西省有色金属产品质量监督检验站、陕西省有色金属材料分析检测与评价中心、陕西省核工业用金属材料检测与评价服务平台、稀有金属检测信息化管理及共享平台、稀有金属材料安全评估与失效分析中心、工业（稀有金属）产品质量控制和技术评价实验室的主体单位，同时被国家质量监督检验检疫总局确定为钛及钛合金加工产品、铜及铜合金管材生产许可证检验机构实施单位，先后通过国家认证认可监督委员会（CMA）、中国合格评定国家认可委员会（CNAS）和国防科技工业实验室认可委员会（DILAC）认证，是由政府部门授权、具有法定第三方公正地位的产品质量检验机构。

本部分起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、西安诺博尔稀贵金属材料有限公司，广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：

1.4主要工作过程

1. 西安汉唐分析检测有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

1.4.1 起草阶段

（1）2019年4月，接到《工业和信息化部办公厅关于印发2018年第二批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科〔2018〕31号）。

（2）2019年4月，在浙江桐乡有色金属标准工作会议上，形成《贵金属材料压缩蠕变试验方法》标准任务落实会会议纪要，确定了由西安诺博尔稀贵金属材料有限公司为第一验证单位，西部新锆、宝钛集团为第二验证单位。

（3）2019年6月组建《贵金属材料压缩蠕变试验方法》起草小组：撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编审原则。

（4）2020年5月，完成相应分析方法样品的收集和相关研究工作，形成讨论稿、研究报告、征求意见表等，交XXX，并连同验证样品一起分别寄往各验证单位。

（5）2020年07月，陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见，对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理，对讨论稿进行修改，完善实验报告，撰写编制说明。

二、标准编制原则

2.1符合性：该标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则第4部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行了编写。

2.2合理性：反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置。

2.3先进性：本标准涉及的内容，技术水平不低于当前国内先进水平。

三、标准主要内容的确定依据

为使本标准具有相对普遍的指导意义，我们在标准的适用性、科学性及合理性方面做了大量的工作，起草小组人员收集和查询了目前国内外关于金属材料压缩蠕变试验的资料，结合国内金属材料压缩蠕变检测现状，并参考国内多家相关企业已建立的金属材料压缩蠕变试验企业标准及作业指导书，并通过实验分析，编写了本标准，希望本标准能满足国内生产企业和使用单位的需求。通过前期大量对比试验结果及国外相关材料检测数据文献对比发现结果比较满意，通过本标准规定测试方法获得结果重复再现性良好。

3.1压缩试样的确定（直径高度比值、试样直径要求）

根据金属材料压缩蠕变试验方法中的规定，建议使用试样参考长度为1.0~2.0倍直径的棒状试样，考虑到试样参考长度越长试验的结果更具有代表性，但是试样过长压缩实验过程中容易出现失稳和试样变形不均匀的情况。本方法在前期对比了长度直径比倍率分别为1.0,1.5和2.0的试样进行测试，通过测试结束后试样不同位置处直径的变化发现试样长度越小试样直径方向压缩后变形差越小，验证发现1.5倍时试验结束后直径方向变形差小于0.02，因此推荐使用长度直径比倍率为1.5倍试样。

3.2压缩蠕变试验变形测量装置要求

因为压向蠕变试样变形测量时需测量试样参考长度即高度方向的变形值，变形引伸杆很难直接安装在试样上，因此需要将引伸杆安装在上下压盘或者其他部位，但是应确定引伸杆安装到上下压盘未安装试样（或其他部位）时在试验条件下整体引伸装置变形量很小可以或略不计，因此设计是应考虑采用刚性好、耐高温的合金材料作为材料的上下压盘并设计连接引伸杆。如果条件允许可以直接使用视频引伸计对试样参考长度方向打标然后对其变形量进行直接测量。

3.3压缩试验过程试验温度监测

压缩蠕变试验时试样小，在试样上捆绑热电偶的方式不太容易实现，而且在试验过程中可能因为受压导致热电偶测温出现各种问题，因此建议压向蠕变试验过程中采用间接测温的方式进行温度监测。一般要求试样位于高温炉的均温区的中心，经校准确认均温区的长度和温度偏差满足方法要求，同时建议可以在试样上安装监测热电偶同时采用间接测温的方式进行温度对比验证，验证过程中只进行升温保温不施加试验力，通过长时对比确认试样表面监测温度与间接测温方式温度一直，或者满足标准规定的温度偏差即可采用间接测温方式进行温度监测进行试验。

3.4试验机和试样的要求（同轴、精度等）

目前压向试验的同轴度计量校准仍存在很多的技术难题，一般情况下要求连接试验装置后进行同轴度的测试，但是目前国内尚无好的压向同轴度测试方法，因此本方法建议首先验证试验机同轴度应连接上下压盘后上下压盘平行，具体测试方法采用实验室自主设计压盘同轴度测试装置进行测试。试验机精度要求达到0.5级并要求试验力应包含在校准值范围内。

3.5试样加热保温要求

试样加热过程不宜太快，防止超温，最高温度不得超过设置温度2℃，达到设定温度后，开始温度保持，建议施加恒定初始载荷保证试样，初负荷为总试验力的2%左右，以保证试验加热过程中因为热膨胀导致受压变形，从而影响试验结果。保温时间应大于1小时，具体建议观察保温时变形基本不变时结束保温进行加载，因为压缩实验过程中热膨胀和压缩受力方向相反，如果保温时间过短材料热膨胀未结束受压力时会出现变形时间曲线异常的问题，本方法前期对于保温时间进行验证发现银合金棒保温过程可能需要超过3小时热膨胀才能完全释放，因此针对不同材料建议保温时间尽可能长，观察热膨胀结束保温阶段变形时间曲线平直无变化时再进行加载。

3.6 压缩蠕变实验数据

本次验证试验采用核电用银合金控制板作为原料，试样直径为8.6mm，按照标准推荐使用径高比为1.5试样，试样高度为12.9mm，偏差满足标准要求。试验前在原料两端取样进行金相测试确定试样组织均匀。

核电用银合金控制棒压向蠕变试验的主要测试项目为控制棒在一定温度和应力作用下达到稳态蠕变阶段时的蠕变速率，因此验证试验测定在不同温度和应力作用下的总压缩蠕变伸长率和稳态蠕变速率。验证试验温度分别选择300℃和500℃，选择3.5MPa、7MPa、14MPa、28MPa、35MPa五个应力水平验证试验结果的重复再现性，所有验证试验和实验室对比验证每个试验方案进行两组试验，结果取其平均值。

依据本方法试验要求和步骤测试获得300℃温度不同试验应力作用下压缩蠕变试验结果见表1。300℃时试验总时长均选择200h，从表1不同应力测试结果可以看出随着试验应力的增加，银合金控制棒的总蠕变伸长率逐渐增加，试样达到稳态蠕变阶段后通过软件测算得到的稳态蠕变速率也是随着试验应力的增大而增加。按照本方法测试时同组样品的测试结果相差不超过15%，相对于蠕变试验其结果稳定性和重复性较好。

**表1 300℃不同应力下银合金控制棒压缩蠕变试验结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 应力水平/MPa | | 蠕变试验时间/h | 总蠕变伸长率/% | 稳态蠕变速率/ mm/mm/h |
| 3.5 | 结果1 | 200 | 0.222 | 6.10×10-6 |
| 结果2 | 200 | 0.217 | 6.70×10-6 |
| 平均值 | 200 | 0.219 | 6.40×10-6 |
| 7 | 结果1 | 200 | 0.276 | 3.80×10-5 |
| 结果2 | 200 | 0.254 | 3.46×10-5 |
| 平均值 | 200 | 0.265 | 3.63×10-5 |
| 14 | 结果1 | 200 | 1.732 | 4.16×10-5 |
| 结果2 | 200 | 1.596 | 4.02×10-5 |
| 平均值 | 200 | 1.664 | 4.09×10-5 |
| 28 | 结果1 | 200 | 4.365 | 1.11×10-4 |
| 结果2 | 200 | 4.219 | 1.03×10-4 |
| 平均值 | 200 | 4.292 | 1.07×10-4 |
| 35 | 结果1 | 200 | 7.917 | 1.93×10-4 |
| 结果2 | 200 | 7.768 | 1.88×10-4 |
| 平均值 | 200 | 7.842 | 1.90×10-4 |

依据本方法试验要求和步骤测试获得500℃温度不同试验应力作用下压缩蠕变试验结果见表2。500℃时试验总时长均选择200h，测试时发现压缩应力为35MPa时，试验时间达到150h时，试样变形量基本达到蠕变引伸计测量最大计量量程，因此35MPa应力测试时间为150h。从表2不同应力测试结果可以看出按照本方法测试时同组样品的测试结果相差不超过15%，相对于蠕变试验其结果稳定性和重复性较好。500℃时不同应力水平下的总蠕变伸长率随着应力的增大逐渐增大，但是趋势与300℃时变化趋势有所不同，在低应力水平时银合金控制棒总压缩蠕变伸长率随应力增加急剧增大，当应力超过14MP时随着应力的增加总蠕变伸长率增加变缓，造成这种现象的原因是随着银合金控制棒高度方向变形量急剧增大，试样压缩时直径方向尺寸逐渐增加，试样受压时施加恒定载荷不变的情况下相当于试样受压表面压应力变小，所以材料变形趋势变缓。稳态蠕变速率随着施加应力的增大呈现先增大后减小的趋势，其原因也是因为压缩时随着径向尺寸变大材料受压应力减小，只是稳态蠕变速率在7~14MPa之间出现转折点。

**表2 500℃不同应力下银合金控制棒压缩蠕变试验结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 应力水平/MPa | | 蠕变试验时间/h | 总蠕变伸长率/% | 稳态蠕变速率/ mm/mm/h |
| 3.5 | 结果1 | 200 | 1.452 | 1.78×10-5 |
| 结果2 | 200 | 1.394 | 1.53×10-5 |
| 平均值 | 200 | 1.423 | 1.65×10-5 |
| 7 | 结果1 | 200 | 20.13 | 6.19×10-4 |
| 结果2 | 200 | 20.91 | 6.77×10-4 |
| 平均值 | 200 | 20.54 | 6.48×10-4 |
| 14 | 结果1 | 200 | 60.66 | 5.74×10-4 |
| 结果2 | 200 | 59.82 | 5.42×10-4 |
| 平均值 | 200 | 60.24 | 5.63×10-4 |
| 28 | 结果1 | 200 | 76.71 | 3.48×10-4 |
| 结果2 | 200 | 75.34 | 3.39×10-4 |
| 平均值 | 200 | 76.02 | 3.44×10-4 |
| 35 | 结果1 | 150 | 76.36 | 3.00×10-4 |
| 结果2 | 150 | 77.61 | 3.14×10-4 |
| 平均值 | 150 | 76.98 | 3.07×10-4 |

四、主要实验（或验证）的分析、综述报告

验证单位分别为西安诺博尔稀贵金属材料有限公司（西诺）、西部新锆核材料科技有限公司（西部新锆）、宝钛集团有限公司（宝钛集团）、广东省工业分析检测中心（广东工业），采用设备均符合本方法要求并在检定有效期内。试验人员均有五年以上力学检测经验，能熟练掌握蠕变试验机使用并处理试验数据。不同实验室按照本方法规定， 测试条件见表3.

**表3 实验室验证试验方案**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 验证单位 | 蠕变验证试验方案 | | 样品数量 |
| 西安诺博尔稀贵金属材料有限公司 | 300℃，3.5MPa，200h | 500℃，3.5MPa，200h | 2个/试验条件 |
| 300℃，14MPa，200h | 500℃，14MPa，200h |
| 300℃，35MPa，200h | 500℃，35MPa，150h |
| 西部新锆核材料科技有限公司 | 300℃，3.5MPa，200h | | 2个/试验条件 |
| 500℃，3.5MPa，200h | |
| 宝钛集团有限公司 | 300℃，14MPa，200h | | 2个/试验条件 |
| 500℃，14MPa，200h | |
| 广东工业分析检测中心 | 300℃，35MPa，200h | | 2个/试验条件 |
| 500℃，35MPa，150h | |

不同实验室按照验证方案测试获得的试验结果分别见表4~表9.

**表4 300℃，3.5MPa，200h压缩蠕变性能**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 验证单位 | 总蠕变伸长率/% | 稳态蠕变速率/ mm/mm/h |
| 汉唐检测 | 0.219 | 6.40×10-6 |
| 西诺 | 0.188 | 6.00×10-6 |
| 新锆 | 0.198 | 6.04×10-6 |
| 平均值 | 0.202 | 0.000 |
| 标准偏差 | 0.015 | 0.000 |
| 相对标准偏差 | 0.078 | 0.036 |

**表5 300℃，14MPa，200h压缩蠕变性能**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 验证单位 | 总蠕变伸长率/% | 稳态蠕变速率/ mm/mm/h |
| 汉唐检测 | 1.664 | 4.10×10-5 |
| 西诺 | 1.542 | 3.84×10-5 |
| 中航 | 1.724 | 4.18×10-5 |
| 平均值 | 1.643 | 0.000 |
| 标准偏差 | 0.092 | 0.000 |
| 相对标准偏差 | 0.056 | 0.044 |

**表6 300℃，35MPa，200h压缩蠕变性能**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 验证单位 | 总蠕变伸长率/% | 稳态蠕变速率/ mm/mm/h |
| 汉唐检测 | 7.842 | 1.90×10-4 |
| 西诺 | 7.664 | 1.76×10-4 |
|  |  |  |
| 平均值 | 7.690 | 0.000 |
| 标准偏差 | 0.141 | 0.000 |
| 相对标准偏差 | 0.018 | 0.057 |

**表7 500℃，3.5MPa，200h压缩蠕变性能**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 验证单位 | 总蠕变伸长率/% | 稳态蠕变速率/ mm/mm/h |
| 汉唐检测 | 1.423 | 1.65×10-5 |
| 西诺 | 1.361 | 1.49×10-5 |
| 新锆 | 1.269 | 1.38×10-5 |
| 平均值 | 1.351 | 0.000 |
| 标准偏差 | 0.078 | 0.000 |
| 相对标准偏差 | 0.057 | 0.090 |

**表8 500℃，14MPa，200h压缩蠕变性能**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 验证单位 | 总蠕变伸长率/% | 稳态蠕变速率/ mm/mm/h |
| 汉唐检测 | 60.24 | 5.63×10-4 |
| 西诺 | 60.01 | 5.47×10-4 |
| 中航 | 60.31 | 5.92×10-4 |
| 平均值 | 60.19 | 0.001 |
| 标准偏差 | 0.157 | 0.000 |
| 相对标准偏差 | 0.003 | 0.040 |

**表9 500℃，35MPa，150h压缩蠕变性能**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 验证单位 | 总蠕变伸长率/% | 稳态蠕变速率/ mm/mm/h |
| 汉唐检测 | 76.98 | 3.07×10-4 |
| 西诺 | 72.64 | 2.96×10-4 |
|  |  |  |
| 平均值 | 73.75 | 0.000 |
| 标准偏差 | 2.839 | 0.000 |
| 相对标准偏差 | 0.038 | 0.029 |

对比四家实验室压向蠕变测试结果可以发现结果偏差不大，测试结果总蠕变伸长率和稳态蠕变速率的相对标准偏差结果不超过10%，因为拉伸蠕变测试结果本身试验结果偏差比较大，所以不超过10%的相对标准偏差结果对于压缩蠕变试验结果可以接受。因此可以得出结论经过大量对比验证试验证明，使用该方法，可以获得稳定可靠的检测结果。

五、标准水平分析

经查，本标准对比国标蠕变测试分析方法板材蠕变测试部分对样品、设备及试验步骤要求明确细致，不同实验室间对比测试结果一致性更好，其技术内容达到国内先进水平。

六、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

本标准与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

七、标准中的专利及涉及知识产权

本标准起草过程中，没有检索到专利和知识产权问题。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本标准起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为行业标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准属于钛合金产品重要的理化检测方法之一，为使标准在行业内更好地发挥作用，建议针对本标准制定切实可行的贯彻措施，做好宣传培训工作，让其在行业内得以广泛推广。同时，对标准的执行情况进行跟踪调查，及时发现标准执行过程中的问题，不断完善，提升标准水平，提高标准的科学性、合理性、协调性和可操作性。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准为新制定标准，无废止其它标准的建议。

十二、标准实施的预期作用

本标准充分考虑了我国钛合金生产企业和使用加工企业的生产工艺水平。本标准颁布执行后，可以规范航空用钛合金薄板高温拉伸蠕变的检测工作，满足钛合金生产市场的需求，有利于市场公平交易，有较大的社会效益。

十三、其他应予说明的事项

无。

《贵金属材料压缩蠕变试验方法》

行业标准编制小组

2020年7月