

难熔金属及其合金的超高温蠕变试验方法

标准编制说明

一、工作简况

1. 下达计划任务的完整名称、项目计划发布文件号、本项目的计划代号；
2. 主要起草单位介绍：

西北工业大学 1960 年被国务院确定为全国重点大学，“七五”、“八五”均被国务院列为重点建设的全国 15 所大学之一，“九五”首批进入国家“211 工程”立项建设，“十五”进入国家“985 工程”重点建设。西北工业大学材料学院高温力学性能课题组长期从事材料高温力学性能表征方面的研究和教学工作，能够开展超高温条件下的拉伸、弯曲、压缩、疲劳和蠕变等实验。课题组先后主持国家自然科学基金 5 项，航空基金 3 项。在国内外重要期刊发表论文 200 余篇，获批国家发明专利 10 余项。获得国家级和省部级奖励 3 项。

安泰天龙钨钼科技有限公司是央企“中国钢研科技集团有限公司”旗下主力上市公司“安泰科技股份有限公司”的全资子公司，以钨、钼、钽、铌、锆为主导产品，为全球高端客户提供先进金属材料、制品及解决方案。安泰天龙是中国钨业协会主席团单位和钨材分会会长单位、中国有色金属工业协会钼业分会副会长单位，拥有科研人员近 200 人，先进研发制造设备上千套，产品种类几十种、规格上千种，开发多项专有技术。拥有授权专利 120 余项，参与制定国家和行业标准 30 余项。

3. 主要工作过程

本标准起草单位西北工业大学、安泰天龙钨钼科技有限公司、安泰科技股份有限公司、北京控制工程研究所、西北有色金属研究所、上海航天动力技术研究所接到任务后成立了标准编制组，调研了相关国内外相关资料及用户和实验室，系统总结了国内外难熔金属材料高温性能检测能力、实验方法及应用发展趋势，结合同行业相关公司的检测设备和相关的方法编制了此标准。

4、主要起草人及其所做的工作；

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
张程煜	标准编写材料的收集
董帝	负责标准的编写，试验方案的确定
王铁军	标准编写的组织协调，提供理论支撑
杨承昊	协助编写材料，试验验证，国内外标准分析
应雯清	协助编写材料，试验验证，国内外标准分析
王承阳	标准编写材料的收集
陈福鸽	标准编写的组织协调，提供理论支撑
王广达	标准编写材料的收集
杨亚杰	标准编写的组织协调，提供验证资源
任树贵	标准编写材料的收集
魏福智	材料性能考核验证
张文	协助编写材料
王涛	材料性能考核验证
徐晓卫	材料性能考核验证

二、标准编制原则和确定主要内容的论据及解决的主要问题

2.1 标准编制原则和确定标准主要内容的依据

我国尚无难熔金属及其合金材料高温蠕变性能测试标准，迫切需要制定符合我国国情测试标准，促进难熔材料的研发、设计、使用和生产。在编制组前期测试方法的基础上，通过综合对比和验证国内外使用的难熔金属材料蠕变性能测试方法，编制了本标准。在标准编制过程中，对以下方面进行了调研分析：

1) 试样形式的确定。综合对比国内外使用的难熔金属材料蠕变性能测试试样，发现这些方法中规定的试样形式和试样尺寸存在很大的差异。对于棒状材料和板材的蠕变性能测试使用的试样也不同。高温蠕变试样形式取决于使用设备、加热方式、变形测量方法和夹持方式等因素。而国外的测试方法中，仅仅介绍了试样的形状和尺寸，没有交待具体的设备信息，因此，无法直接采纳。必须针对我国的实际情况，设计符合我国国情的高温蠕变性能测试试样的形式。在本标准的编制过程中，通过对比和验证，提出了两类三种试样，可供不同环境和温度下使用。

2) 夹持方法的设计。不同的试样形式须采用不同的夹持方法。在制定符合我国国情的难熔金属材料高温蠕变性能测试标准中，不能直接采纳国外已有标准的夹持方式。因此设计科学的夹持方法是该标准有效推广和应用的关键，也成为

本标准编制过程中的重要研究内容。编制过程中先后设计和加工了多种高温蠕变夹持方法，经过对比和验证，推荐了三种高温蠕变夹持方法。

3) 夹具的选材。难熔金属及其合金的高温蠕变性能测试用夹具属于耗材。因此，根据测试材料和测试条件，合理选择夹具的材料是很重要的内容。一方面可以获得科学有效的实验数据，另一方面，可延长夹具使用寿命，降低试验成本。根据编制过程中的研究结果，提出了夹具材料的选材思路，夹具材料在超高温条件下具有良好的抗剪切和抗蠕变能力，有一定的强度、抗热震和具有与试验材料相匹配的硬度，并且不与或少量与试验材料反应和存在互扩散，在标准中规定了可供选择的夹具材料。

分析总结各测试标准异同点，并结合文献中对难熔金属材料蠕变性能的特征和研究结果，研究影响蠕变性能的几个重要因素（如试样形状和尺寸、夹具的选材和结构设计、保温时间、升温速率等）及其影响规律。在已有实验室标准的基础上，参考已有的国内外难熔金属材料高温蠕变性能测试方法，编制了该标准。

2.2 标准主要内容说明

2.2.1 适用范围

适用于钨、铼、钼、钽、铌、锆、钎等难熔金属及其合金的高温蠕变强度和蠕变断裂时间的测定。测试环境包括：真空和惰性气氛。

2.2.2 试样形状与尺寸

试样的形状和尺寸应根据测试内容、材料的性能和试验设备情况等方面综合考虑。其中包括蠕变试验的目的、夹具、测试温度等，但首先应保证标距或引伸计标距内受到均匀的拉应力。同时，应防止由于应力集中导致标距外部的断裂。首先，在综合前期的工作积累和已有测试方法中规定或使用的试样形式基础上，优选出两类三种基本的高温蠕变试样，如图 1、图 2 与图 3 所示。三种形状的试样分别为矩形截面试样和圆形截面试样，带凸台试样的优点是可使用变形测量仪器测量材料的变形，该形式在金属材料的高温拉伸试验方法（GB/T 4338）标准中也被采纳，第三种不带凸台的试样大大减少了材料的使用，可获得蠕变断裂寿命。三种试样主要用于在真空或惰性气氛中测量材料的蠕变性能。

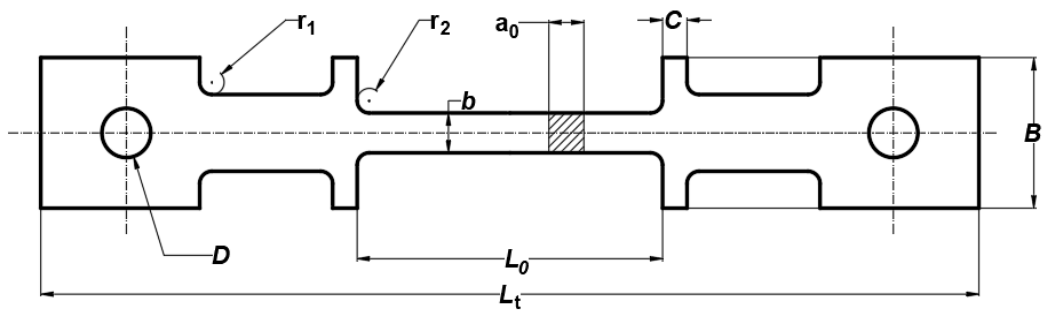


图 1 含凸台矩形截面试样形状

表 2 含凸台矩形截面试样形状

参数	a_0	L_0	L_t	D	C	B	b	r_1, r_2
尺寸/mm	2	25	77	4	2	12	3	1
尺寸公差/mm	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2

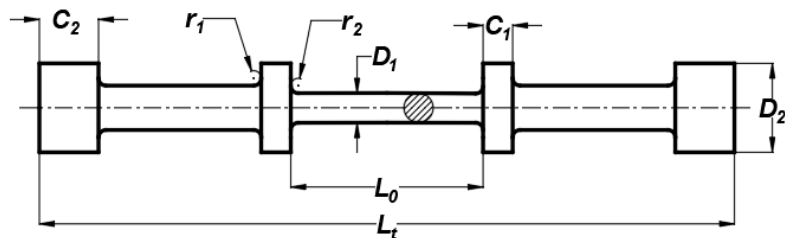


图 2 含凸台圆形截面试样形状

表 3 含凸台圆形截面试样形状

参数	L_0	L_t	C_1	C_2	D_1	D_2	r_1, r_2
尺寸 1/mm	26	94	4	8	4	12	1
尺寸 2/mm	26	77	2	6	2.5	6	1
尺寸公差/mm	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2

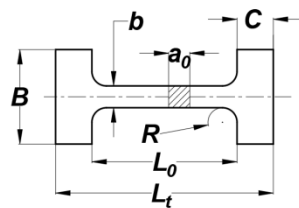


图 3 工字形矩形截面试样形状

表 4 工字形矩形截面试样形状

参数	a_0	L_0	L_t	b	C	B	R
尺寸/mm	2	20	30	3	5	10-13	2
尺寸公差/mm	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.2	± 0.05

2.2.3 夹持方法

在优化的蠕变试样形式的同时，应设计与之适应的夹持方法。夹持方法的设计与试样形式密不可分，科学的夹持方法是该标准有效推广和应用的关键。在标准编制过程中，结合上述蠕变试样的特点，设计了相应的夹具。

图 4 显示了我们在编制过程中优化出的蠕变夹具实物照片。这些夹持方法与 ASTM 标准规定的夹持方法不同。使用什么形式的夹持方法，取决于使用设备、加热方式、变形测量方法和试样形式等因素。而国外的测试方法中，仅仅介绍了试样的形状和尺寸，没有交待具体的设备信息，因此，无法直接采纳国外标准规定的夹持方式。必须针对我国的实际情况，设计符合我国国情的高温蠕变性能测试夹持方法。在本标准的编制过程中，通过对比和验证，提出了上述拉伸夹持方法。

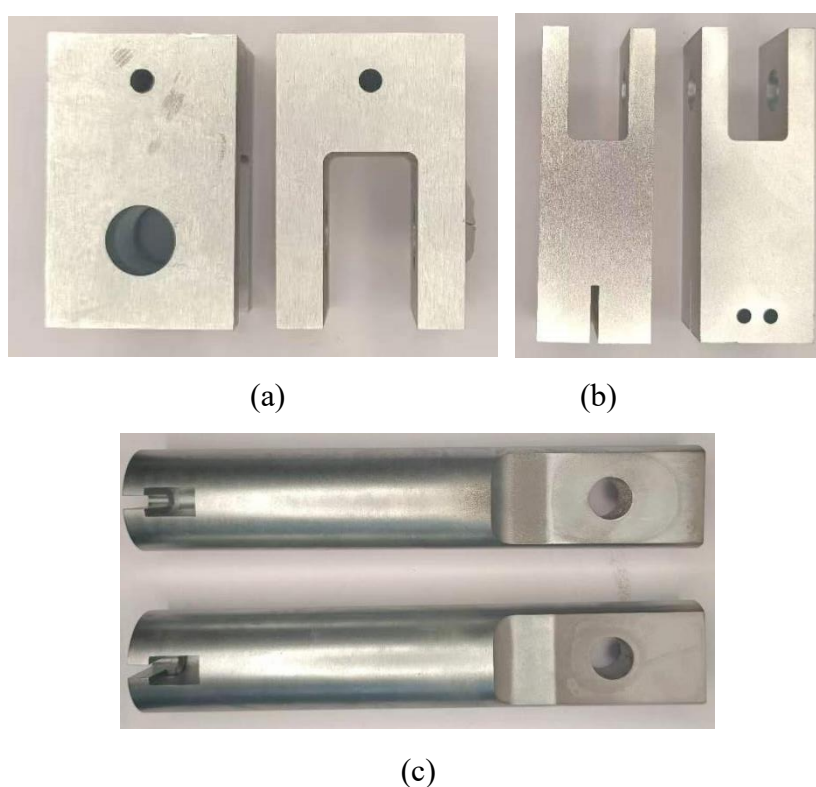


图 4 试样夹具

(a) 含凸台的矩形截面试样夹具，(b) 工字形试样夹具，(c) 含凸台的圆形截面试样夹具

2.2.4 夹具材料选择原则

针对环境和测试温度不同，提出可供选择的夹具材料及选择原则。根据试验材料、试验温度和环境介质选用适当的高温夹具材料。要求夹具材料在超高温条件下抗剪切、抗蠕变、有一定的强度、抗热震且具有与试验材料相匹配的硬度，

并且不与或少量与试验材料反应和存在互扩散。难熔金属蠕变性能测试在真空或者惰性环境中进行,推荐夹具材料选用镍基合金、钼合金、钨合金及超高温陶瓷。当夹具材料出现析出物,夹具因磨损而产生尺寸变化、变形或开裂时应及时更换。

2.2.5 测试参数确定

高温力学性能测试过程中的温度测量极其重要,因此本标准对温度测量装置进行了细致的规定。对允许的温度偏差和温度梯度等的规定见表5。

表5 温度测量装置的最低分辨率、允许偏差和温度梯度

规定温度 T °C	最低分辨率 °C	温度允许偏差 °C	温度梯度 ^a °C	推荐测温方式
≤1200	1	±3	±3	K型、N型热电偶
>1200~1600	2	±10	±1%×测试温度	S型、钨铼热电偶
>1600~2000	4	±20		钨铼热电偶、光学测温计

^a 温度梯度是指由加热装置等产生的沿试样轴向存在的温度差值。

三、主要试验（或验证）情况分析

选用难熔金属及其合金高温蠕变性能测试方法在真空气氛研究和分析各种影响蠕变行为和试验结果的因素。现已做钨铼合金材料使用表3中尺寸1的棒材在1500°C、1600°C、1700°C温度下的蠕变试验,试验结果如表6所示,蠕变曲线如图5所示。

表6 W-Re-HfC 合金的蠕变性能

温度 (°C)	应力 (MPa)	蠕变时间(h)	稳态蠕变速率 (s ⁻¹)
1500	40	10	1.1×10 ⁻⁷
	50	10	2.1×10 ⁻⁷
	60	10	4.5×10 ⁻⁷
1600	40	10	1.4×10 ⁻⁷
	50	10	2.9×10 ⁻⁷
	60	10	6.0×10 ⁻⁷
1700	40	10	4.2×10 ⁻⁷
	50	12.4 (断裂)	2.1×10 ⁻⁷
	60	4.8 (断裂)	5.1×10 ⁻⁷

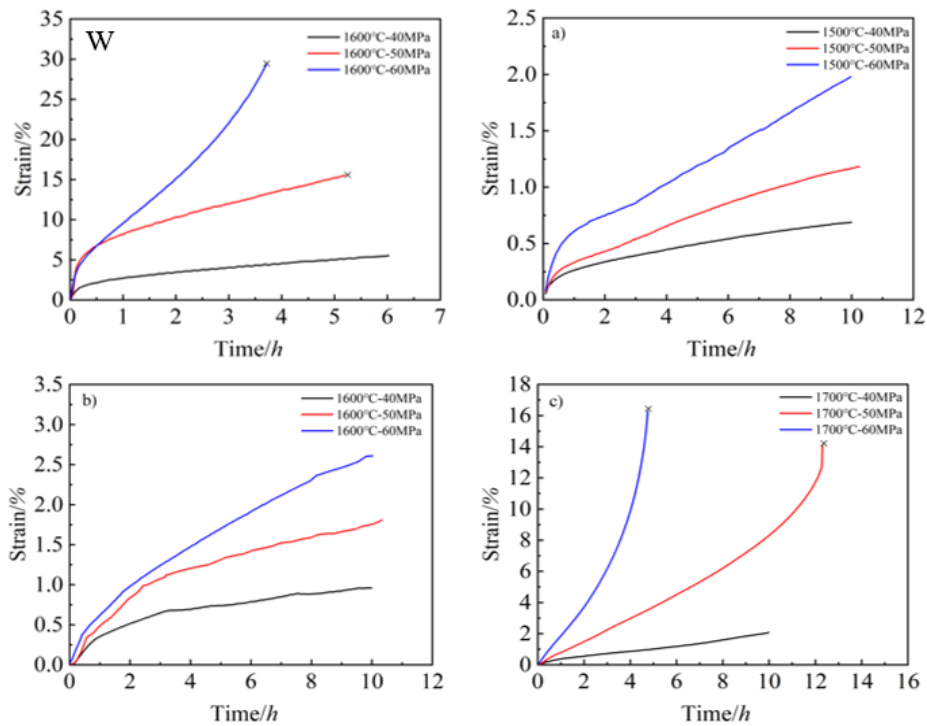


图 5 钨铼合金蠕变曲线

使用表 3 中尺寸 2 的棒材试样完成了钨铼合金在 1200°C 下 200h 蠕变实验，在 200h 时蠕变进入稳态，根据曲线计算出稳态蠕变速率为 $7.9 \times 10^{-9} \text{s}^{-1}$ ，200 小时总变形 2%，变形 1% 时间为 18.3 小时，蠕变曲线如图 6 所示。

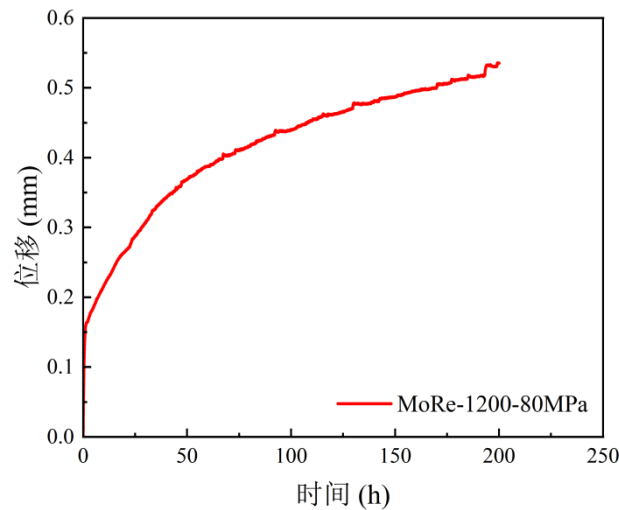


图 6 钨铼合金时间-位移曲线

使用工字形矩形截面试样开展了 2000°C 蠕变实验，得到时间-位移曲线如图 7 所示，从图中可清晰看出蠕变三个阶段，蠕变断裂时间 38.5h。

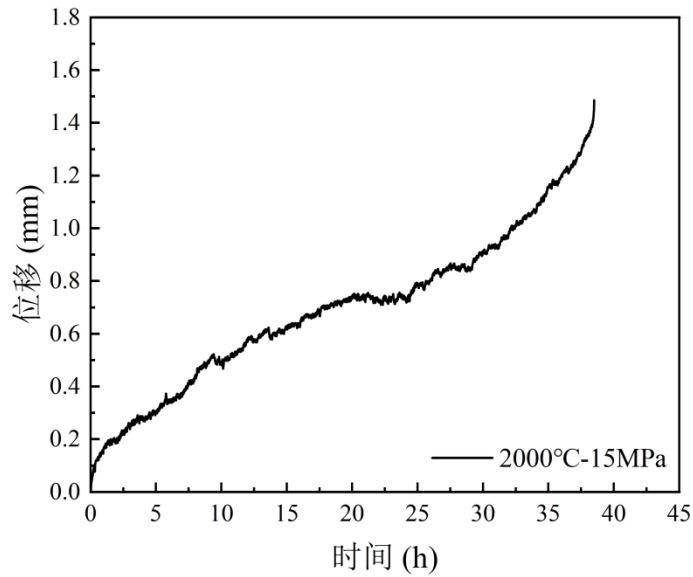


图 7 纯蠕变实验的时间-位移曲线

四、重大分歧意见的处理过程和依据

无。

五、标准中涉及专利的知识产权的说明

无。

六、预期达到的社会效益、经济效益等情况

难熔金属及其合金具有比强度和比模量高、韧性好等优点，在航空航天、核电和医疗等领域具有广泛应用的前景。作为在高温或超高温条件下使用的结构材料，高温力学性能的测试和评价技术在难熔金属及其合金开发与应用中发挥的作用极其重要。近年来我国难熔金属及其合金的研究和应用已取得重大进展，但是在高温力学性能的测试和表征方面明显落后于欧美、日本等国家，尤其在测试方法的标准化研究方面，这些国家在制定相关标准的基础上，已经建立了相对完善的高温力学性能数据库，为材料的研究、发展和市场化奠定了相当坚实的基础。而我国与国外相比，标准化测试方法的建立远远落后于发达国家，目前尚无难熔金属及其合金高温力学性能的标准化测试方法，很大程度上制约了难熔材料的研究和发展。制定难熔金属及其合金的高温力学性能标准能够为高性能难熔金属及其合金的设计、加工与应用提供坚实的基础，可充分把握材料的力学性能，明确其与常用材料的差别，以确立材料的开发方向。

七、采用国际标准和国外先进标准情况，与国际、国外同类标准水平的对比情况

在本标准的编制过程中，针对我国高温力学性能测试方法的现状，结合我国国情，在前期测试方法的基础上，吸收了关于难熔金属材料的蠕变性能的国际标准和国外先进标准的思想和方法，并进行了大量的验证，制定了本标准。

参考标准：

欧洲标准 BS EN 2002-005-2007 《Aerospace series —Requirements and test procedures for relays and contactors —Part 005 Uninterrupted creep and stress-rupture testing》

日本标准 JIS Z2271-1999《Method for creep and creep rupture of metallic alloys》

欧洲标准 EN ISO 204: 2018 《Metallic materials-Uniaxial creep testing in tension-Method of test》

国际标准 ISO 204 《Metallic materials-Uniaxial creep testing in tension -Method of test》

美国标准 E139-11(2018)《Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Test of metallic materials》

本标准与国际和国外同类标准的对比见表 7。

增加了高温夹具的选材与设计，规定了高温夹具材料的选择原则和选择范围。E139-11(2018)、EN ISO 204: 2018、ISO 204 未说明在具体测试中使用的夹具材料。

根据我国目前的现状，增加了非接触变形测量装置，增加了无法使用高温引伸计直接测量变形的试样，因而不能直接使用其他国外标准。本标准根据现有变形测量技术和推荐的高温夹持方法，参照了金属高温蠕变性能测试方法，在保证关键尺寸一致的前提下，设计了三种蠕变试样形状，以及尺寸调整方法。从而弥补了无法直接采用国际标准和国外相关标准的不足。

表 7 本标准与国际、国外其他同类标准的主要内容对比情况

内容	本标准	其他同类标准	对比结果
夹持方法	规定了高温夹具的选材与设计	未说明在具体测试中使用的夹具材料	优于
保温时间	推荐 1h	未说明	优于
温度测量装置	推荐了不同温度对应使用的热电偶型号	未说明	优于
试验温度范围	≤2000℃	BS EN 2002-005-2007 使用范围：≤1100℃；E139-11 未规定最高使用温度；	优于

允许的温度偏差和温度梯度	规定了不同温度范围内的温度要求	BS EN 2002-005-2007: 小于 1100°C 允许温度偏差未 $\pm 5^{\circ}\text{C}$; E139-11: 小于 1000°C 允许 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度偏差, 大于 1000°C 允许 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 温度偏差	相当
试样使用范围	增加了特殊材料的工字形试样	未进行说明	优于
变形测量	增加了非接触变形测量装置	YS/T 1266-2018 未使用	优于
试样加工后的处理	规定了试样加工后的处理	未说明	优于
热电偶测量温度范围和工作环境	说明了热电偶及光学测温方式选择参照的标准	未详细说明	相当
温度测量装置的精度等	详细说明	未做详细规定	优于
升温过程中的试样预加载荷	详细说明	已说明	一致

从上述分析可知, 本标准已达到了国际和国外同类标准的水平, 部分内容优于国际和国外同类标准水平。

八、与现行相关法律、法规、规章及国家标准、国家军用标准、行业标准的协调性

目前国内无难熔金属及其合金高温蠕变性能测试标准。本标准规定的技术内容符合现行国家法规, 本标准吸收了国内、外相关测试方法和标准的内容, 并加以补充完善, 弥补了国内无相关测试标准的空白。

九、贯彻标准的要求和措施建议

建议标准发布后尽快宣贯。

十、其他应予说明的事项

无。