'2001 춘계학술발표회 논문집 한국원자력학회

Zr-xNb-ySn 계 합금의 크리프 특성과 인장성질

Creep Characteristics and Tensile Properties of the Zr-xNb-ySn Alloys

김경호, 남철, 위명용*, 정용환 한국원자력연구소 *충북대학교 대학원 재료공학과

요 약

5 원계로 이루어진 Zr-based 합금을 가지고 크리프 특성과 인장성질을 조사하기 위해서 두 종류의 Zr-based 합금을 판재로 제조한 후 인장시험과 크리프 시험을 수행하였다. 두 합 금 중에서 Sn 보다는 Nb 함량이 많이 첨가된 K3 합금이 인장강도와 크리프 저항성이 높았 다. 이러한 현상은 이들 합금에서 Nb의 석출강화효과에 의한 것으로 사료된다. K3과 K4 합 금 모두 일정하중 크리프 시험에서 작용응력과 시험온도가 높아짐에 따라 정상상태 크리프 속도(ɛ́s), 크리프 활성화 에너지(Qc)와 응력지수는 증가하였다. 시험온도가 350℃, 400℃에 서는 두 합금 모두 응력지수(n)가 약 3이하로서 diffusional creep과 viscous dislocation glide 기구에 의한 크리프 변형거동을 보였으며, 450℃서는 응력지수(n)가 약 6으로 dislocation climb에 의해 변형되는 것으로 사료된다.

Abstract

To investigate the creep characteristics and the mechanical properties of Zr-based alloys with Zr-xNb-ySn-Fe-Cr alloying system, the Zr-based alloys were manufactured as two kinds of sheet specimens and tested for tensile properties and creep behaviors. K3 alloy, which have more Nb content than Sn, showed higher tensile strength and creep resistance than K4 alloy. With rising the applied stress and test temperature, K3 and K4 alloys increased the steady state creep rate, activation energy, and stress exponent for the creep of the alloys. This behavior would be due to the effect of precipitation strengthening of Nb. At 350°C and 400°C, the alloys showed creep deformation behavior due to diffusion and viscous dislocation glide mechanism below 3 of the stress exponent(n). Based on the higher stress exponent than 6, It is thought that the alloys were strained by dislocation climb mechanism.

1. 서론

Zircaloy-4는 중성자 흡수 단면적이 작고, 내식성 및 기계적 특성이 우수하기 때문에 가 압경수로(Pressurized Water Reactor)에서 수십 년 동안 커다란 문제없이 핵연료 피복관 재 료로 사용되어 왔으나, 현재 원자력발전소의 가동조건은 60년대에 개발된 기존의 Zircaloy-4

합금이 극복하기 어려운 상황으로 발전되고 있는 추세이다[1]. 따라서 원자력 선진국에서는 수년 전부터 Zircaloy-4보다 성능이 우수한 Zr 합금을 개발하기 위한 연구가 집중적으로 이 루어지고 있다[2-5]. 미국 Westinghouse의 ZIRLO, Siemens의 HPA(Zr-0.8Nb-0.8Sn-0.2Fe -0.1V), Sumitomo사의NDA(Zr-0.1Nb-1.0Sn-0.27Fe-0.16Cr-0.01Ni) 등과 같은 신합금들이 개발되어 현재 노내.외 시험 중에 있다. ZIRLO(Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe)합금은 기존의 Zircaloy-4에 러시아에서 개발하여 동구권에서 현재 핵연료 피복관으로 사용되고 있는 Zr-1Nb 합금의 조성을 조합한 것으로 합금원소 Nb를 첨가한 대신에 Sn의 함량은 줄이고 또한 Cr을 배제시킨 합금이다. 여기서 주목해야 할 점은 개발된 신합금들이 모두 Nb와 Sn 을 첨가원소로 사용했다는 점이다. 그 만큼 Nb와 Sn이 핵연료 피복관의 내식성과 기계적 성질을 향상시킬 수 있는 중요한 합금원소라는 것을 알 수 있다. 고연소도 핵연료 피복관 재료가 되기 위해서는 무엇보다도 방사선분위기에서 낮은 중성자흡수성, 내식성 및 기계적 성질 등이 우수해야 하며[6]. 특히 크리프 저항성은 피복관의 수명제한 요소[7]이기 때문에 건전성 차원에서 매우 중요하다. 노내에서 크리프 변형이 고연소도 피복관에서 문제가 되지 만 핵연료피복관은 고온에서 가동되기 때문에 열적 크리프도 전체 크리프 변형량에 상당히 기여하는 것으로 알려졌다. 그러나 크리프 특성에 대한 연구는 아직도 충분치 않으며, 체계 적이지 못한 실정이다. 그러므로 핵연료 신합금 재료를 개발하기 위해서는 현재 추진중인 신합금들에 대한 크리프 저항성이 체계적으로 평가되어야 한다. 따라서 본 연구에서는 이를 위한 기반연구로서 5원계로 이루어진 Zr-based 합금을 판재로 제조한 후 상온과 400℃에서 의 인장시험과 일정하중 단축인장 크리프시험을 실시하여, 첨가 원소 Nb와 Sn의 영향에 관 한 기계적 강도 특성과 고온 크리프 변형 기구를 규명 하고자 하였으며, 또한 이러한 실험 결과들로부터 그 재료의 특성을 평가하고, 이에 대한 해석을 통하여 고연소도 핵연료 피복 관의 성능 향상 및 건전성 확보차원의 합금설계 활용자료를 구축하고자 하였다. 아울러 마 지막 열처리를 수행한 후의 시험편에 대해서 광학 편광 현미경을 사용하여 미세조직을 관찰 하였고, TEM을 사용하여 크리프 시험 후 변형된 시험편에 대해서 전위를 관찰하여 재료의 변형거동을 확인하고자 하였다.

2. 실험방법 및 실험결과 해석

2-1. 합금설계

고연소도 신형 핵연료 피복관을 개발하기 위한 기반연구로 5 원계로 이루어진 Zr-xNb -ySn-Fe-Cr 합금을 설계하였다. 기계적 특성 시험 결과, 성능이 우수한 5 원계의 2 종의 후보합금을 선정하여 합금을 설계하였다. Table 1은 이들 합금에 대한 화학조성을 나타낸 다. Table 1에서 보이는 바와 같이 설계된 합금은 Nb의 함량은 고용도 이상으로 높이고, Sn의 함량은 고용도 이하로 낮춘 합금으로서, K3 합금은 K4 합금에 비해 Nb량을 높이고, Sn 함량을 줄인 합금이다. 또한 합금 용해시 아-크 열에 의한 증발로 합금원소들의 질량 감손을 고려하여 첨가원소에 대한 각각의 가중치를 주었다.

2-2. 시험편 제조 공정

설계된 두 종류의 합금은 동일한 공정으로 제조하였으며, 일반적으로 핵연료 피복관 재료의 기계적 특성 시험조건인 상온과 400℃에서의 인장시험과 시험온도와 작용응력 변화 에 따른 크리프 특성 및 변형 거동을 평가하기 위하여 본 실험을 위한 합금을 제조하였다. 본 실험을 위해 설계된 두 종의 합금은 VAR(Vacuum Arc-Remelting) 방법을 이용하여 300g의 button 형태로 용해하였다. 용해시 산화되는 것을 막기 위하여 1 x 10⁻⁴ torr 의 진 공상태를 유지시킨 다음 chamber내에 Ar gas를 주입하여 Ar 분위기에서 용해를 실시하였 다. 용해 후 시편이 냉각되는 동안 시편 표면층의 산화를 억제하기 위하여 Ar gas를 주입 하여 냉각시켰다. 그리고 진공 아-크 용해로에서 제조된 botton형 잉코트(ingot)를 β 영역 의 온도에서 용체화 처리하여 잉고트내의 합금조성을 균질화 하기 위해서 1020℃에서 30분 동안 β 열처리를 수행하였다. 또한 고온에서 열처리 할 때 시험편 표면의 산화 방지를 위 하여 스테인레스(sus 두께 1mm)의 얇은 판으로 cladding을 하였다. 일반적으로 판재압연에 서 두께가 6mm 이상의 소재와 같은 공작물을 한번에 많은 소성 가공량으로 가공할 수 있 는 공정으로는 재결정 온도 이상에서 수행하는 열간 압연이 필연적이다. 이에 사용된 열간 압연기의 압연용량은 100 ton 이다. 열간 압연시 시편의 예열온도는 610℃에서 10분 정도 유지한 후에 압연속도(rolling speed) 32 m/min로 실시하였으며, 압하율(reduction in a pass)은 약 60%로 압연을 수행하였다. 열간 압연 후 cladding을 제거한 다음 고진공 열처리 로에서 575℃ 3시간 균질화 열처리를 실시하였다. 냉간 압연은 70 ton의 압연기를 사용하였 으며, 1차 냉간 압연은 압하율 37.5%로 수행한 후 중간 열처리는 진공상태에서 575℃, 2시 간 동안 실시하였다. 2차 냉간압연은 압하율을 조금 높힌 40%로, 중간열처리 온도 570℃, 2 시간 그리고 마지막 냉간 가공은 압하율 40%, 열처리조건은 냉간 가공 후 시험편에 존재하 고 있는 잔류 응력을 제거하고 부분재결정 조직을 얻기 위하여 510℃에서 2.5시간 동안 열 처리를 실시하였다.

2-3. 인장시험

2-2에서 기술한 공정으로 제조한 두께가 0.9mm인 Zr 판재를 가지고 압연방향에 평행 한 면에서 시험편을 채취하여 ASTM E8 규격으로 상온인장 시험편은 웨지 그립(wedge grip), 고온인장 시험편은 핀 로딩(pin loading) 형태로 인장시험을 할 수 있는 subsize specimen으로 제작하였다. 사용된 정적 인장시험기는 용량이 10ton이었고, 이 때 적용된 인 장시험 조건은 Zr 판재에 대한 인장시험 시험조건인 ASTM B352-85로 항복강도까지는 cross head speed를 0.127 mm/min로 수행한 후, 항복강도 이후부터는 10배로 cross head speed를 증가시킨 1.27mm/min으로 하였다. 또한 고온 인장 시험은 공기 중에서 온도편차가 400℃에서 ± 1℃ 이내로 유지시킬 수 있는 three zone 전기로 내에서 수행하였으며, 상온.

2-4. 일정하중 단축 크리프 시험

일정하중 단축 크리프 시험은 레버 비(lever ratio)가 20 : 1로 설계된 용량이 2ton 이 고, 시험편의 축 방향 변형률은 LVDT(Linear Variable Differential Transducer)을 이용하여 측정할 수 있는 레버 암 식(lever arm type) 일정하중 크리프시험기(constant loading creep tester)를 사용하였다. 크리프 시험조건은 시험온도 변화를 350℃, 400℃, 450℃로 주었으며, 각각의 시험온도에서 작용응력을 50MPa, 100MPa, 150MPa, 180MPa로 변화시키면서 최대 240 시간까지 크리프시험을 실시하였다. 일반적으로 고용체 합금의 크리프 특성은 정상상태 크리프 속도로 평가되기 때문에 정상상태 구간에서 1차 최소 자승법을 이용하여 각 합금과 각기 다른 시험조건에서의 크리프 시험시간과 크리프 변형률 곡선에 대한 최소 기울기 값, 즉 정상상태 크리프속도를 구하였으며, 또한 크리프 변형 관계식으로부터 응력지수와 크리 프활성화에너지를 구하였다. 2-5. 크리프 시험 결과의 해석

3 종류의 시험온도 변화와 각 온도에서 네 종류의 작용응력 변화 크리프 시험 시험을 수행하여 크리프 변형량과 정상상태 크리프 속도를 구하였다. 일반적으로 실제적인 재료 (practical materials : dispersion hardened materials, solid solution alloy)의 정상상태 크리 프 속도($\dot{\epsilon}_s$)는 온도와 작용응력에 크게 영향을 받는다. 그 관계식은 Arrhenius relation으 로 다음과 같이 표현된다.

$$\dot{\epsilon}_s = A \ \sigma^n \exp(-\frac{Q_c}{RT}) \quad (1)$$

여기서 A는 constant, $\dot{\epsilon_s}$ 는 steady state creep rate(-s), σ 는 applied stress, Q_c 는 activation energy of creep(cal/mole)이다. 이 식은 소성변형개념 관점에서 σ 와 $\dot{\epsilon_s}$ 와의 관 계를 가장 설명이 잘된 것으로 평가된다. 활성화에너지는 식(1)에서 $\dot{\epsilon_s}$ 가 오른 항의 값과 같게 plot함으로써 얻을 수 있다. 즉 크리프활성화 에너지 Qc는 동일한 응력이 작용한다고 가정하고, 식(1) 양변에 ln을 취하면

$$\ln \varepsilon_{s} = \ln A + n \ln \sigma - \frac{Q_c}{RT}$$
(2)

이다. 여기서 lnA와 nlno는 상수이므로 다시 ln ɛ, 에 대해 정리하면

$$\ln \varepsilon_{s} = B - \frac{Q_{c}}{RT}$$
가 되고

결국 Qc는 ln $\dot{\epsilon}_s$ 와 1/T를 Plot함으로써 나타내는 기울기 값에 일반가스정수 R을 곱해서 구할 수 있다. 그리고 응력지수 n은 식(1)로 부터 시험온도가 동일하다고 가정하고 n에 대 해서 정리하면

$$n = \frac{\ln \dot{\epsilon_s}}{\ln \sigma} \tag{3}$$

로 부터 구할 수 있다. 각각의 시편에 대해서 크리프 활성화 에너지와 응력지수를 구한 값 을 표 2에 나타내었다.

2-6. 미세조직 및 집합조직 관찰

마지막 열처리를 수행한 시험편의 미세조직을 관찰하기 위하여 가지고 광학 편광 현미 경을 사용하여 압연방향에 대한 수직면에서 시험편을 채취하여 미세조직을 관찰하였다. 시 편의 연마는 SiC 연마지 #220번으로 1차 연마를 한 후 #1200번의 연마지로 최종 polishing 을 하였고, etching은 HF 10%, HNO₃ 45%, 증류수 45%의 비율로 혼합한 용액을 사용하였 다. 그리고 크리프 시험전의 각 시험편에 대한 집합조직을 관찰하기 위하여 XRD를 사용하 여 역 극점도(inverse pole figure)를 도시하였다. 이때 시험편은 압연방향에 대한 수직면을 적층한 후 표면처리는 polishing을 하였다. 또한 400℃에서 크리프 시험을 수행한 변형된 시 험편에 대해서 전위분포와 거동을 조사하기 위하여 TEM 분석을 수행하였다.

3. 결과 및 고찰

3-1 미세조직, 집합조직 관찰

마지막 열처리를 510℃에서 2.5시간 수행한 K3와 K4 합금에 대한 미세조직를 그림 1 에 나타내었다. 두 합금 모두 가공조직과 재결정조직을 동시에 가진 결정립이 더욱 미세화 된 부분재결정조직이었다. 이러한 조직은 재료강도 관점에서 응력이완 열처리 한 시험편 보 다 강도는 조금 낮으나 연신율이 20% 이상으로 연성을 증가시키는 데 기여했을 것으로 판 단된다. 그림 2(a)는 K3, 그림 2(b)는 K4 합금에 대한 시험전의 normal direction, rolling direction 및 transverse direction의 집합조직을 나타낸다. 두 합금 모두 압연방향(rolling direction)에 수직방향으로 집합조직이 발달하였음을 보여주는데, 이러한 결과는 일반적으로 압연에 의해 재료가 변형될 때의 작용하는 힘의 방향은 압연방향에 수직이기 때문이다. 따 라서 집합조직은 주 압축변형(major compressive strain) 방향 근처에 기저면(basal pole plane)0002)면이 수직으로 배열된다는 다른 연구자[8]의 의견과 잘 일치하고 있다. 또한 인 장시험에 의해서 변형된 시험편들은 두께방향으로는 거의 변형이 생기지 않고, 폭 방향으로 만 변형이 되는 즉 slip 에 의한 변형이 주도적으로 작용된 것으로 사료된다.

3-2. 전위 관찰

400℃에서 240시간 동안 일정하중 크리프 시험을 수행하여 변형된 시험편에 대한 전 위 및 미세조직을 관찰하기 위하여 TEM 사진을 그림 3에 나타내었다. 그림3(a)는 작용응력 50 MPa에서 크리프 변형된 K3 시험편에 대한 미세조직이고, 그림 3(b)는 동일 시험편으로 작용응력이 100 MPa에서 크리프 시험이 수행된 후의 미세조직이다. 그림에서 알 수 있듯이 subgrain 입계를 따라서 전위가 tangle되어 있음을 알 수 있다. 또한 그림 3(b)에서 보이는 바와 같이 작용응력이 높아짐에 따라 그림3(a)에 비해 subgrain 입계에 전위들이 상대적으 로 집적되어 일정한 방향으로 배열되어 있음을 알 수 있는데, 이러한 현상은 크리프 변형속 도 증가와 밀접한 관련이 있는 것으로 사료된다. 그림 3(c)는 작용응력이 150MPa에서 크리 프 변형된 K4 시험편의 미세조직이고, 그림 3(d)는 180MPa에서 크리프 시험을 수행한 K4 시험편의 미세조직이다. 그림 3(c)는 길고 약간은 굽은 전위들이 입내.외에 일정한 방향을 가지고 배열되어 있음을 보여주고, 그림 3(d)는 더욱더 많은 전위들이 전체적으로 균일하게 분포되어 있음을 보여준다. 이러한 현상학적인 거동은 크리프의 변형이 급격하게 일어났음 을 의미한다.

3-3. 인장성질

첨가원소의 성분이 다른 두 종류의 Zr-based 합금을 제조하여 상온과 400℃에서 인장 시험을 실시하였다. K3 합금은 Zr-1.5Nb-0.4Sn에 Fe-Cr이 첨가된 합금이고, K4 합금은 Zr-1.0Nb-1.0Sn에 Fe-Cr이 첨가된 합금이다. 그림 4는 두 합금에 대한 상온인장에서의 인 장강도와 연신율을 나타낸다. 그림에서 알 수 있듯이 K3 합금이 K4 합금 보다 항복강도와 인장강도가 약 40 MPa 정도 높았으며, 연신율은 상대적으로 약 2% 정도 조금 낮았다. 그림 5는 두 합금에 대한 400℃에서의 인장시험 결과를 나타내는데 항복강도와 인장강도는 상온 인장 시험의 결과와 같은 거동을 나타내었으나 연신율은 상온인장시험 결과와 반대로 오히 려 약 6% 정도 높이 나타났다. 이러한 현상은 K3 합금재료의 고유변형특성이라 생각되며, 시험온도에 따라서 변형기구가 다를 수 있기 때문이라 생각된다. 따라서 구체적인 해석을 위해서는 시험온도에 따른 추가적인 인장시험에 대한 연구가 필요하다. 또한 두 합금의 강 도 관점에서 고려해보면 Nb의 석출강화 효과가 Sn의 고용강화 효과보다 강도증가에 더 기 여했음을 알 수 있다.

3-4. 크리프 변형특성

첨가원소 Nb와 Sn의 함량 변화에 따른 크리프 특성과 시험온도와 작용 응력과의 관 계를 알아보기 위하여 시험온도 350℃, 400℃, 450℃ 까지 3 종류의 온도 변화와 4 종류의 작용응력(50MPa, 100MPa, 150MPa, 180MPa)을 변화시켜서 일정 하중 크리프시험을 실시하 였다. 이에 대한 모든 시험 결과는 표 2 나타내었다. 그림 6은 K3 합금, 그림 7은 K4 합금 에 대한 시험온도 400℃에서 작용응력 변화에 따른 전형적인 크리프 변형곡선을 나타낸다. 작용응력이 증가함에 따라서 크리프 변형이 급격히 증가함을 보인다. 또한 시험온도 450℃ 에서 작용응력 변화에 대한 크리프 변형곡선을 K3 합금은 그림 8에, K4 합금은 그림 9에 각각 나타내었다. 두 합금 모두 50MPa에서의 크리프 곡선을 제외하고 작용응력이 증가함에 따라서 크리프 변형량이 급격히 증가함을 보이다가 곧 파단(rupture)됨을 나타낸다. 이러한 현상은 고응력(150 MPa) 고온(450℃)에서는 열적 크리프와 응력에 의한 크리프 변형이 복 합적으로 작용하여 크리프 변형속도(creep rate)를 증가시켰기 때문인 것으로 생각된다. 그 리고 크리프 저항성 관점에서 K3 합금이 K4 합금의 합금 보다 비교적 크리프 저항성이 우 수함을 나타내는데, 이러한 현상은 인장시험의 결과와 유사하며 이유는 앞서 설명한 바와 같이 Nb의 석출강화 효과가 Sn의 고용강화 효과보다 크리프 강도증가에 더 기여했음을 알 수 있다.

3-5. 크리프 변형기구 해석

표 3은 K3 합금과 K4 합금을 가지고 크리프 시험을 통해 얻어진 정상상태 크리프 속 도로부터 2-5절의 (2)식과 (3)식을 이용하여 구한 활성화에너지(activation energy, cal/mole) 와 응력지수(stress exponent, n)를 나타낸다. 그림 10과 그림 11은 K3 합금 시험편과 K4 합금 시험편에 대한 각각의 시험온도 350℃, 400℃, 450℃에서의 응력지수를 나타낸다. 두 그림에서 알 수 있듯이 시험온도가 증가함에 따라 응력지수가 증가함을 나타낸다. 즉 크리 프 변형기구가 천이 됨을 보인다. 이러한 거동은 동일 재료라 할지라도 시험온도에 따라서 크리프 변형기구가 다르다는 것을 의미한다. 그림 10에서 시험온도 350℃와 400℃에서 K3 합금의 응력지수는 약 3으로서 기울기가 서로 평행함을 나타내는데, 이러한 현상에 대한 물 리적인 의미는 크리프 변형기구가 동일하다는 것을 의미한다. 즉 이곳에서의 크리프 변형기 구는 Zr-based 합금에 첨가된 용질원자의 확산에 의해 조절된 viscous dislocation glide 기 구에 의한 크리프 변형거동이라 사료된다. 450℃에서는 응력지수가 약 6으로서 solute locking으로부터 자유로운 dislocation clime에 의해 변형되는 것으로 사료된다. 그림 11에서 도 K3 합금의 변형거동과 유사하였으나, 350℃에서는 응력지수가 1로서 여기서의 크리프 변형기구는 격자나 결정립계를 통하여 응력에 의해 발생하는 공공이동(vacancy migration) 과 원자의 이동에 의해서 변형되는 diffusional creep 변형기구를 나타내었다. 이러한 변형기 구는 일반적으로 작용응력에 선형적으로 비례한다. 이상의 시험결과로부터 온도와 응력이 증가함에 따라서 응력지수가 증가함을 보이는데, 이러한 결과에 대한 물리적인 의미는 시험 온도, 작용응력(σ)과 정상상태 크리프 변형속도(ϵ_{s})와의 관계는 서로 비례하며 민감하다 는 것을 의미한다. 그림 12와 그림 13은 K3 합금과 K4 합금의 크리프 활성화에너지(Qc)값 을 나타낸 것으로, 작용응력이 증가함에 따라 크리프 변형을 위한 활성화에너지 값이 증가 함을 보인다. 이는 응력이 증가함에 따라 크리프 변형에 대한 장애물 극복이 용이함을 의미 한다.

4. 결 론

성분이 서로 다른 2 종의 Zr-based 합금을 제조하여 인장시험과 일정하중 단축 크리프 시험을 수행한 실험결과를 해석하여 다음과 같은 결론을 내렸다.

- 1. 인장강도와 크리프 저항성 관점에서 K3 합금이 K4 합금 보다 우수하였다. 이러한 현상 은 고용도 이상 첨가된 Nb의 석출강화 효과라 사료된다.
- 일정하중 크리프 시험에서 작용응력과 시험온도가 높아짐에 따라 정상상태 크리프 속도
 (ε), 크리프 활성화 에너지(Qc) 그리고 응력지수도 증가하였다.
- 3. K3 합금과 K4 합금의 크리프 변형기구는 시험온도가 350℃, 400℃에서는 약 3으로서 diffusional creep과 viscous dislocation glide 기구이었고, 450℃에서는 응력지수(n)가 6 dislocation의 회복에 의한 clime에 의해 변형이 되는 것으로 사료된다.

후기

본 연구는 과학기술부의 원자력 연구개발사업중 지르코늄신합금 핵연료 피복관 개발과제의 일환으로 수행되었습니다..

참고문헌

- 1. 김경호, 정용환 등, 한국재료학회지 vol.9, No. 2 (1999) 190-191.
- 2. G.R.Kilp, D.R.Thornburg and R.J.Comstock, IAEA Technical Commitee Meeting on *Fundamental Aspects of Zirconium Base Alloys in Water Reactor Environments* Portland, Oregon, Step., 11–15(1989)
- 3. G.P.Sabol, G.R.Kilp, M.G.Balfour and E.Roberts, Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1023, (1989), p.227-244
- 4. H.P.Fuchs, F.Garzarolli, H.G.weidinger, R.P.Bodmer and G.Meier, International Topical Meeting on LWR Fuel Performance, Avignon, France, Apr.(1991) 21-24
- 5. T.Isobe and Y.Matsuo, Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1132(1990), p.346-367
- 6. F. Garzarolli, et al. ASTM STP 1295,(1996)
- 7. F. Povolo and A.J. Marzocca, J. of Nucl. Mater., 97(1981)pp. 323-332
- Picklesimer, "Deformation, Creep and Fracture in Alpha-Zirconium Alloy", Electrochem. Techn. 4, 1966, p.289

element					
(wt%)	Nb	Sn	Fe	Cr	Zr
alloy I.D					
K3 alloy	1.5Nb	0.4Sn	Х	Ζ	bal.
K4 alloy	1.0Nb	1.0Sn	Х	Z	bal.

Table 1 Chemical composition of Zr-based alloys

Testing Temp. (°C) ID	applied stress (MPa)	350°C	400 <i>°</i> C	450°C	
K3		steady state creep rate(S)			
	50	$1.46 \mathrm{x10}^{-8}$	1.78×10^{-7}	1.21 x 10 ⁻⁶	
	100	$1.22 \mathrm{x10}^{-7}$	4.58×10^{-7}	1.10 x 10 ⁻⁵	
	150	$1.40\mathrm{x}10^{-7}$	$2.44 \text{ x } 10^{-6}$	4.68×10^{-4}	
	180	$4.08 \mathrm{x10}^{-7}$	8.90 x 10 ⁻⁶	$1.27 \ \mathrm{x} \ 10^{-3}$	
K4	50	$6.70 \mathrm{x10}^{-8}$	1.27×10^{-7}	1.15 x 10 ⁻⁷	
	100	$9.08 \mathrm{x10}^{-8}$	$3.71 ext{ x } 10^{-7}$	$7.56 \ { m x} \ 10^{-5}$	
	150	$1.11 \mathrm{x} 10^{-7}$	2.03×10^{-6}	3.42×10^{-4}	
	180	$4.36 \mathrm{x10}^{-7}$	6.67×10^{-6}	2.36 x 10 ⁻³	

Table 2. Steady state creep rates of K3 and K4 alloys

Table 3. Values of activation energy of creep(Qc) and stress exponent(n) for

I.D	Applied Stress(MPa)	Qc(cal/mole)	Testing Temp.(℃)	Stress Exponent(n)
K3	50	6,597	350	2.4
	100	6.769	400	2.9
	150	30,280	450	5.6
	180	30,040		
K4	50	10,565	350	1.2
	100	24,986	400	3
	150	29,985	450	5.7
	180	32,046		

Zr-based alloys(K3, K4)



Fig. 1 Microstructures of K3 and K4 alloy after final annealed at 510°C : (a) K3 alloy, (b) K4 alloy



Fig. 2 Inverse pole figures for creep test specimens : (a) K3-alloy and K4-alloy



Fig. 3 TEM micrographs showing the crept Zr-based alloys at 400°C for 240h : (a) K3 alloy, 50MPa, (b) K3 alloy, 100MPa, (c) K4 alloy, 150MPa, and (d) K4 alloy, 180MPa



Fig.4 Tensile properties for K3 and K4 alloy at room temperature



Fig.5 Tensile properties for K3 and K4 alloy at 400° C







Fig. 7 Creep curves of K4 alloy at 400°C under various applied stresses



Fig. 8 Creep curves of K3 alloy at 450°C under various applied streses



Fig. 9 Creep strain as function of time of K4 alloy under various applied stresses at 450°C



Fig. 10 Applied stress dependence of steady state creep rate of K3-alloy at various testing temperature



Fig. 11 Applied stress dependence of steady state creep rate of K4-alloy at various testing temperature



Fig. 13 Testing temperature dependence of steady state creep rate of K3 alloy under various applied stresses



Fig. 14 Testing temperature dependence of staedy state creep rate of K4 alloy under various stresses