

变形工艺对低密度铌合金组织及性能的影响

史茜霜¹, 白润^{1,2}, 华兴江¹, 李世磊¹, 胡卜亮¹,
张文², 胡平¹

(1. 西安建筑科技大学 冶金工程学院 功能材料加工国家地方联合工程研究中心, 陕西 西安 710055)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 低密度铌合金具有密度低、熔点高、耐腐蚀性好等特点, 应用于航空航天、核工程、高温结构等领域。为研究不同变形工艺对低密度铌合金组织及性能的影响, 本研究分别对低密度铌合金进行了轧制和挤压变形, 通过 OM、SEM 观察, 力学性能测试等方法进行探究。结果表明: 采用轧制变形时, 变形量大, 微观组织较均匀, 第二相弥散分布, 强度较高的同时塑性较好, 断后伸长率可达 37%; 采用挤压变形时, 易应力集中而开裂, 变形不易深入, 微观组织不均匀, 强度较高, 但塑性仅为 15%; 不同加工工艺对低密度铌合金性能的影响显著。

关键词: 低密度铌合金; 轧制变形; 挤压变形; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.4⁺16

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)11-3169-06

铌是一种银灰色、质地较软且具有高延展性的金属, 在单质状态下铌的熔点较高 (2468 °C), 但密度 (8.57 g/cm³) 是难熔金属中最低的, 因其具有导电性高、焊接性能好、耐腐蚀、耐磨等特点, 在航空航天、高温结构、超导材料等先进技术领域有广泛的应用前景^[1-7]。

研究表明, 在 1000 °C 以上的工作条件中, 纯铌合金的强度会迅速恶化, 为提高铌合金的强度, 学者们在溶质中加入 W、Mo、Ta、Zr 等难熔元素, 对铌合金进行固溶强化, 除此之外, 引入硅化物、碳化物等第二相, 通过第二相强化铌合金亦是非常有效的手段^[7-10]。自 20 世纪 70 年代以来, 针对于航空航天等高需求领域, 国外陆续研发了 20 多种铌合金, 主要是在铌合金中添加 W、Mo、Hf 和 Zr 等元素, 以提升合金的使用强度, 其中应用较为广泛的是 C-103 合金, 使用温度高达 1200~1400 °C, 以及 5BMLQ (Nb-5W-2Mo-1Zr) 合金, 该合金的密度与 C-103 相近, 使用温度可以达到 1200~1650 °C, 短时间甚至可以达到 2000 °C^[6]。

我国在国外研究的铌合金基础上, 仿制研发了 C-103、Cb-752、C-129Y、D43、SCb-291 和 Nb521 等铌合金材料^[5-6,11-12]。其中, 应用最为广泛的是 C-103 和 Nb521 合金^[13]。但此类铌合金材料的密度大, 并不能满足航空航天装备对轻量化的需求, 因而新型高性能轻质

铌合金成为了近年来研究的重中之重。

西北有色金属研究院研发的低密度铌合金密度小于 7.0 g/cm³, 同时 1200 °C 时, 强度可达 250 MPa, 焊接性能良好, 能满足高温结构件小密度、易加工和焊接的要求^[14-17]。低密度铌合金由于其密度和高温强度的不同, 合金化元素相对较多, 材料对加工应力十分敏感, 不同的变形工艺对合金的组织及性能有明显的差异, 本研究对不同变形工艺的低密度铌合金材料进行了研究, 探讨变形工艺对合金组织及性能的影响, 以改善低密度铌合金产品的加工工艺。

1 实验

试验所用材料为西北有色金属研究院的低密度 Nb-Ti-Al 系合金, 名义成分如表 1 所示。

取原始坯料分别进行轧制变形 (1200 °C) 及二次挤压变形 (一次挤压 1200 °C, 二次挤压 1100 °C), 对变形后的样品进行退火处理, 随后打磨、清洗, 从样品上切取 $\phi 8$ mm \times 1 mm 的金相及扫描试样, 并按国标制备拉伸试样。采用金相显微镜 (Axio Observer 3 materials, 德国) 进行金相组织观察, 利用场发射扫描电子显微镜 (Gemini SEM 300, 德国) 进行第二相和拉伸断口分析。力学性能测试在电子万能试验机 (力试 LD26.105, 上海) 上进行。

收稿日期: 2023-11-27

基金项目: 陕西省创新能力支持计划科技创新团队项目 (2022TD-30); 陕西省高校青年创新团队 (2019-2022)

作者简介: 史茜霜, 女, 1997 年生, 硕士, 西安建筑科技大学冶金工程学院, 陕西 西安 710055, E-mail: shiqianshuang@xauat.edu.cn

表 1 低密度铌合金的名义成分

Table 1 Nominal composition of the low density niobium alloy (wt%)

Nb	Ti	Al	V	Zr	C
~54	35	5	5	0.7	0.05-0.07

2 结果与讨论

2.1 变形工艺对低密度铌合金微观组织的影响

由于不同的变形机制和应力状态，轧制变形与挤压变形对合金组织的影响有所不同。轧制变形通常会引起更大的变形变量和更程度的塑性应变，能够有效地细

化晶粒^[18]，如图 1a、1b 所示，根据截距法统计数据显示，经轧制后的低密度铌合金，平均晶粒尺寸约为 25 μm；较快的冷却速率使得第二相能够在合金中均匀弥散析出，没有明显的聚集现象。而挤压变形的变形量较小，因此晶粒细化的程度相较轧制变形更弱，如图 1c、1d 所示，经挤压后的低密度铌合金，平均晶粒尺寸约为 100 μm；第二相数量较少，颗粒非常细小，低倍时几乎不可见，且多数分布于晶界处，有明显的聚集现象。除此之外，经挤压变形后，在合金的部分位置仍存在一些细小的孔隙，而经大变形的轧制后，能够有效减少合金中孔隙等缺陷的存在。

图 2a 及图 2b 分别为轧制及挤压变形后合金的反极

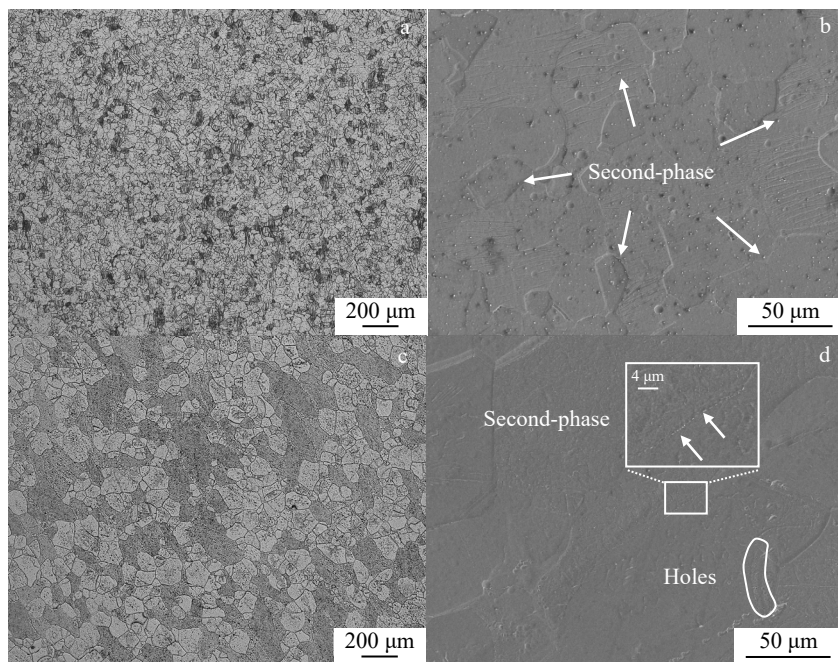


图 1 低密度铌合金经轧制及挤压变形后的显微组织

Fig.1 Microstructures of low density niobium alloy after rolling (a-b) and extruding (c-d) deformation

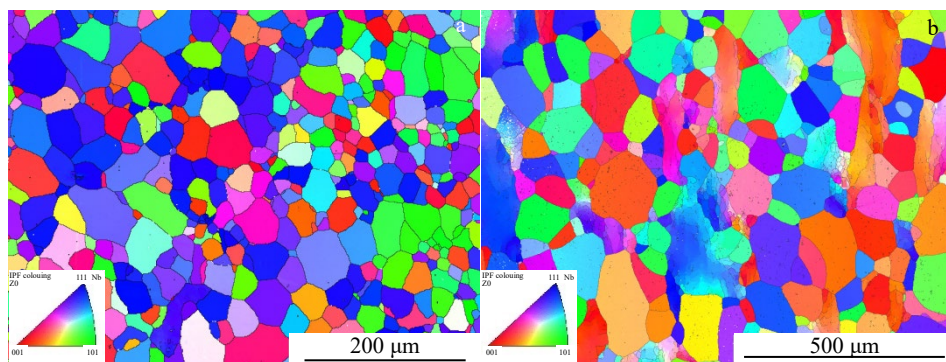


图 2 低密度铌合金经轧制及挤压变形后的 IPF 图

Fig.2 IPF maps of low density niobium alloy after rolling (a) and extruding (b) deformation

图 (inverse pole figure, IPF), 图中不同颜色代表不同的晶粒取向, 可以看出无论是轧制变形还是挤压变形, 都没有明显的择优取向, 取向分布没有明显的集中趋势。

图 3a 和图 3b 为分别为轧制及挤压变形后合金的晶界图, 其中红色代表大于 15° 的大角度晶界, 绿色代表小于 15° 的小角度晶界; 图 3c、3d 为合金的再结晶图, 图中蓝色部分代表再结晶晶粒, 红色部分代表变形晶粒, 黄色部分为亚结构。金属材料在变形后加热会发生静态回复或再结晶, 直接进行热加工则发生动态回复或再结晶, 变形晶粒内部的位错发生多边化并进一步转化为等轴亚晶, 多边化的过程中原来的变形晶粒内部逐渐出现亚晶界, 相邻亚晶之间晶界取向差一般在 $2\sim 15^\circ$ 之间, 再结晶后相邻晶粒之间的取向差进一步增大, 变成大角度晶界 (大于 15°)。经轧制变形后, 低密度铌合金发生了较为完全的动态回复再结晶过程, 组织转变为再结晶后典型的等轴晶组织, 晶界主要以大角度晶界为主, 同时合金中存在的第二相在再结晶晶粒周围钉扎, 起到抑制晶粒生长的作用, 使得轧制后的合金具有较小的晶粒组织。经挤压变形后, 低密度铌合金棒材的尺寸较大, 在退火过程中受热不均, 使得应力释放和位错的消除程度有限, 在组织中保留了一定数量的小角度晶界; 此外, 由于挤压变形的变形量较小, 原始坯料内

较大的晶粒未产生明显的打碎作用, 部分晶粒仍保持铸态的粗晶粒状态, 再结晶的过程进行不完全, 仍有大量晶粒处于亚结构状态。

图 4a 及 4b 为合金的取向波动图 (kernel average misorientation, KAM), 一般来说, KAM 值可用来表示材料内部的应力状态, KAM 越低, 表示该区域为应力值越低, KAM 值高则表示其处于高应力状态。经过统计可知, 轧制变形后的低密度铌合金的平均 KAM 值约为 0.21° , KAM 值较低, 说明在合金中没有应力集中的现象。挤压变形后的低密度铌合金的平均 KAM 值约为 0.33° , 相较轧制变形有所提高, 应力集中的位置与小角度晶界的位置重合, 同时在合金的孔隙处也有对应的应力分布。

2.2 变形工艺对低密度铌合金力学性能的影响

低密度铝合金经轧制及挤压变形后拉伸曲线如图 5 所示。表 2 为低密度铌合金经不同变形工艺处理后的力学性能, 经轧制变形后的合金强度为 875 MPa , 其延伸率可达 37% 。经挤压变形后的合金, 抗拉强度较轧制后略有增强为 915 MPa , 但其延伸率仅有 15% , 不足轧制变形的一半。说明变形工艺对低密度铌合金的力学性能影响显著。

经轧制变形后, 动态回复再结晶的过程, 使合金组织逐渐均匀细小, 在一定体积内, 晶粒越细, 晶粒数目

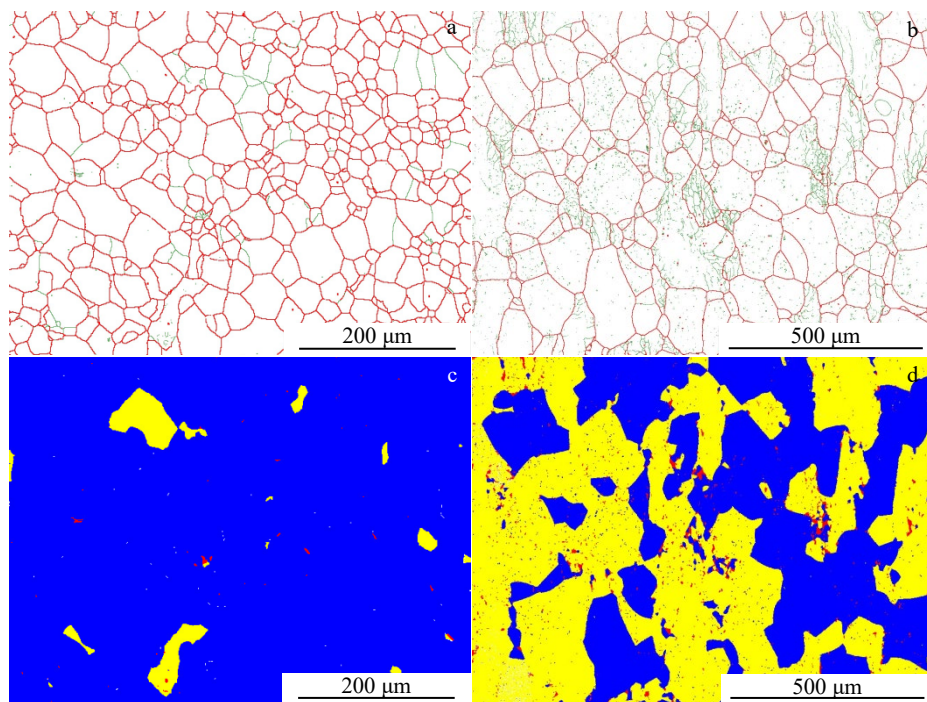


图 3 低密度铌合金经轧制及挤压变形后的晶界、再结晶图

Fig.3 Grain boundaries maps (a-b) and recrystallization fraction maps (c-d) of low density niobium alloy after rolling (a, c) and extruding (b, d) deformation

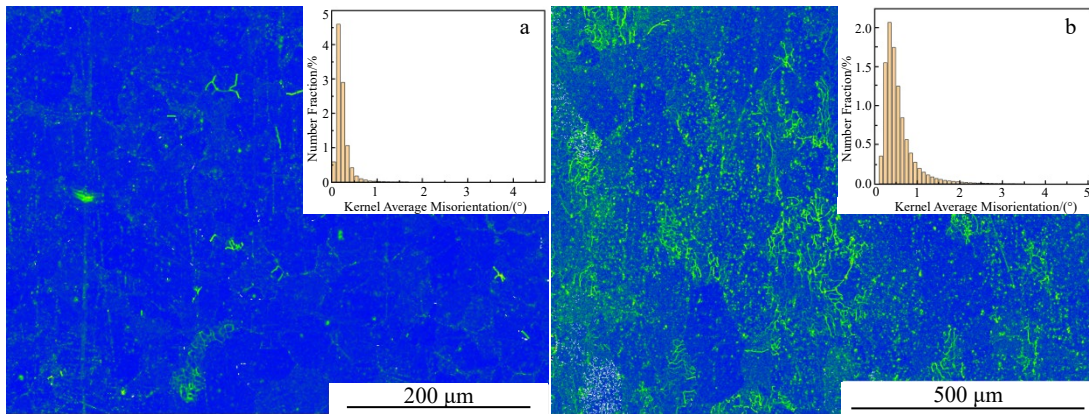


图 4 低密度铌合金经轧制及挤压变形后的 KAM 图

Fig.4 KAM maps of low density niobium alloy after rolling (a) and extruding (b) deformation

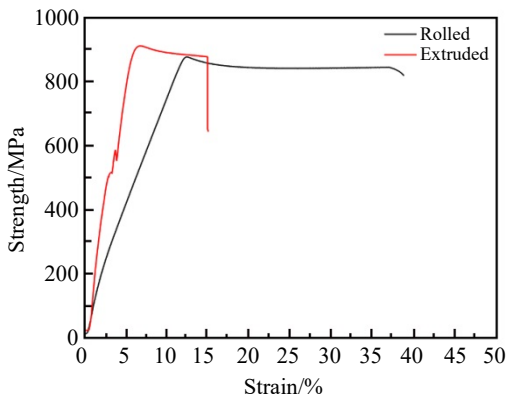


图 5 低密度铌合金经轧制及挤压变形后的拉伸曲线

Fig.5 Stress-strain curves of low density niobium alloy after rolling and extruding deformation

表 2 轧制及挤压变形后低密度铌合金的性能

Table 2 Properties of the low density niobium alloy after rolling and extruding deformation

Method	R_m /MPa	δ /%
Rolling deformation	875	37.0
Extruding deformation	915	15.0

越多, 塑性变形时位向有利的晶粒越多, 变形能够均匀分散到各个晶粒上; 弥散分布在晶粒内的第二相颗粒, 在塑性变形中充当位错启动后的第一道防线, 减慢位错在晶界处积聚的速度, 提升材料对位错的存储能力, 同时能启动更多的滑移系, 总的位错密度升高, 但在晶界处的应力集中不会迅速增大, 从而在弥散增强材料的同时, 对材料的塑性也能够起到正向的作用。

经过挤压变形后, 由于挤压变形的变形量较小, 并未对原始坯料内较大的晶粒产生明显的打碎作用, 所得的棒材尺寸也较轧制板材更大, 冷却速率较慢, 使得晶粒快速长大, 在一定体积内的晶粒数目减少, 塑性变形时位向有利的晶粒较少; 晶粒内的第二相颗粒数量相较于轧制变形大幅度减少, 在塑性变形中对位错的阻碍作用减少, 使得弥散强化的效果大大减弱, 主要以形变强化为主, 应力的集中使材料的塑性有所降低。此外, 挤压变形的变形量较小, 不能有效地减少合金中的孔隙, 造成应力在孔隙处的集中, 在塑性变形过程中, 容易在应力集中的地方萌生裂纹, 造成宏观层面材料的断裂。相较于轧制变形的低密度铌合金, 经挤压变形后的合金强度略有提高, 但在塑性方面, 损失较大。

2.3 变形工艺对低密度铌合金断口形貌的影响

拉伸断口能够真实地反映整个材料断裂的过程和特征。采用扫描电子显微镜对室温拉伸试样断口进行微观形貌扫描, 如图 6 所示。从宏观上观察不同变形工艺处理后的拉伸断口, 如图 6a 及图 6d 所示, 经轧制变形的试样有明显的缩颈, 为杯锥状断口, 而经挤压变形的试样未出现明显的颈缩现象, 断口平整。

图 6b 及图 6c 为低密度铌合金经轧制变形后的拉伸断口形貌, 可以看出, 合金在正应力作用下被均匀地拉伸, 断裂之后形成近似圆形的等轴韧窝, 且韧窝周围存在明显的撕裂棱, 表现出非常典型的韧窝聚合型延性断裂的特征, 说明经轧制变形后的低密度铌合金是典型的韧性断裂。图 6e 及图 6f 为挤压变形后的拉伸断口形貌, 断口中有明显的沿晶断裂区域, 并出现了大量的河流状花样, 高倍下发现在部分解离面上有韧窝的出现, 为典型的准解理断裂特征, 由此可见, 经挤压变形的低密度铌合金断裂机制为混合型断裂, 宏观上表现为脆性断裂。

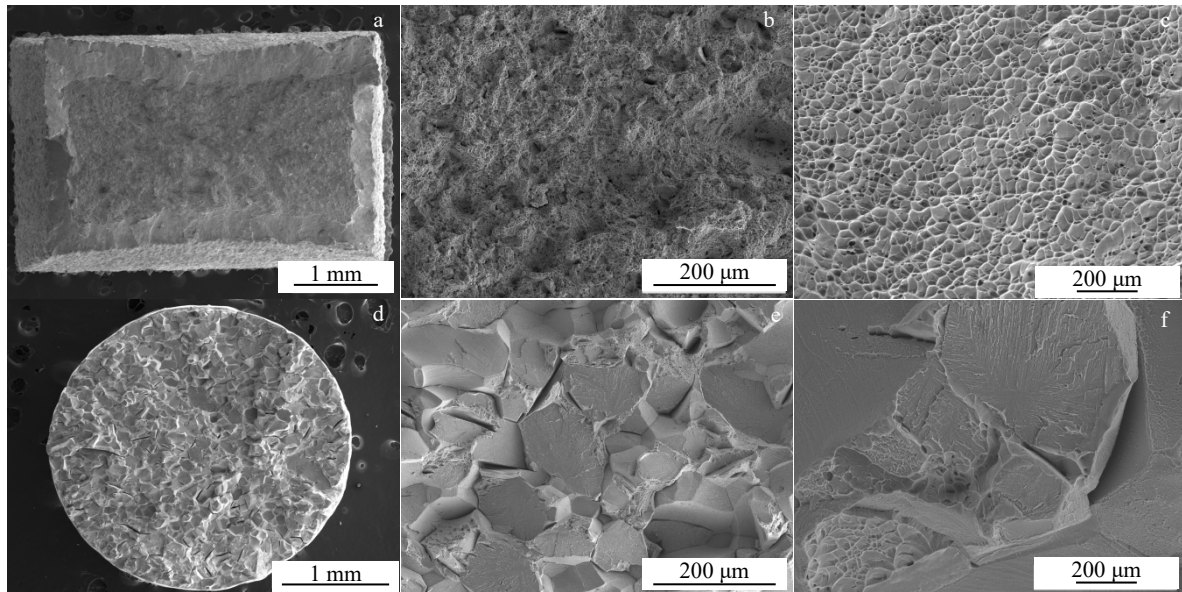


图 6 低密度铌合金经轧制及挤压变形后的拉伸断口形貌

Fig.6 Tensile fracture morphologies of low density niobium alloy after rolling (a-c) and extruding (d-f) deformation

3 结 论

1) 低密度铌合金经轧制变形后, 拉伸强度为 875 MPa, 延伸率达 37%; 组织均匀, 晶粒细小, 大量第二相颗粒弥散分布于合金材料中, 弥散强化的同时保证较高的塑性, 使得低密度铌合金板材的综合性能良好。

2) 低密度铌合金经挤压变形后, 拉伸强度为 915 MPa, 延伸率仅为 15%; 由于变形量的不足, 原始较大的晶粒未能有效破碎, 加工过程中使得晶粒长大, 降低塑性; 同时第二相数量较少, 且在晶界处聚集, 造成应力集中, 在塑性变形过程中易产生裂纹, 造成断裂。

3) 轧制变形后的低密度铌合金拉伸断口有明显的颈缩现象, 微观形貌主要以韧窝为主, 属于典型的韧性断裂; 挤压变形后的低密度铌合金拉伸断口平整, 微观形貌有河流状花样及沿晶断裂的特征, 属于混合型断裂机制, 宏观上表现为脆性断裂。

参考文献 References

- [1] Ying Weihong(殷为宏), Tang Huiping(汤慧萍). *Deep Processing Technology for Refractory Metal Materials(难熔金属材料深加工技术)*[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2015
- [2] Hao Xiaolei(郝小雷), Zhang Kunyu(张锟宇), Wen Lin(文琳) et al. *Shandong Industrial Technology(山东工业技术)*[J], 2016, 20: 25
- [3] Li Falun(李发伦). *Shandong Industrial Technology(山东工业技术)*[J], 2014, 9: 33
- [4] Liu Hui(刘辉), Bai Wei(白伟), Xia Mingxing(夏明星) et al. *China Molybdenum Industry(中国钼业)*[J], 2022, 46(6): 9
- [5] Zheng Xin(郑欣), Bai Run(白润), Cai Xiaomei(蔡晓梅) et al. *Materials China(中国材料进展)*[J], 2014, 33(S1): 586
- [6] Zhu Baohui(朱宝辉), Wu Xiangdong(吴向东), Wan Min(万敏) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2023, 33(1): 1
- [7] Awasthi P D, Agrawal P, Haridas R S et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 831: 142183
- [8] Chaudhuri A, Sarkar A, Kapoor R et al. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2019, 28(1): 448
- [9] Qiang Shen, Wu Xinting, Wei Qinqin et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2023, 882: 145448
- [10] Senkov O N, Rao S I, Butler T M et al. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2020, 92: 105321
- [11] Kathiravan S, Saravanan K G, Ranjan K R et al. *Materials Letters*[J], 2021, 302: 130336
- [12] Senkov O N, Rao S I, Butler T M et al. *Metals and Hard Materials*[J], 2020, 89: 105221
- [13] Zheng Xin(郑欣), Bai Run(白润), Wang Donghui(王东辉) et al. *Rare Metal Material and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2011, 40(10): 1871
- [14] Bai Run(白润), Zheng Xin(郑欣), Cai Xiaomei(蔡小梅) et al. *Rare Metal Material and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2016, 45(5): 1302

- [15] Cai Xiaomei(蔡小梅), Zheng Xin(郑欣), Bai Run(白润) *et al.* *Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2021, 50(19): 87
- [16] Wang Feng(王峰), Zheng Xin(郑欣), Bai Run(白润) *et al.* *Rare Metal Material and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(S2): 479
- [17] Wang Feng(王峰), Zheng Xin(郑欣), Bai Run(白润) *et al.* *Rare Metal Material and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(11): 1972
- [18] Cheng Sang(程桑), Zhang Yonggan(张勇敢), Wang Bingshu(汪炳叔) *et al.* *Rare Metal Material and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(1): 206

Effect of Deformation Process on Microstructure and Properties of Low Density Niobium Alloy

Shi Qianshuang¹, Bai Run^{1,2}, Hua Xingjiang¹, Li Shilei¹, Hu Boliang¹, Zhang Wen², Hu Ping¹

(1. National and Local Joint Engineering Research Center for Functional Materials Processing, School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

(2. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: Low-density niobium alloys have characteristics such as low density, high melting point, and good corrosion resistance, and are widely used in aerospace, nuclear engineering, high-temperature structures, and other fields. To study the effect of different deformation processes on the microstructure and properties of low-density niobium alloys, rolling and extrusion deformations were carried out on the low-density niobium alloys in this study, and the effects were investigated through OM, SEM, mechanical property testing, etc. The results indicate that when rolling deformation is used, the deformation is large, the microstructure is uniform, the second phase is dispersed, the strength is high, and the plasticity is good, with an elongation after fracture of up to 37%. When extrusion deformation is used, stress concentration can easily lead to cracking, and deformation is not easy to penetrate. The microstructure is not uniform, the strength is high, but the plasticity is only 15%. The impact of deformed microstructure on mechanical properties has been analyzed, which can guide the processing of niobium alloys.

Key words: low density niobium alloy; rolling deformation; extruding deformation; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Bai Run, Professor, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231082, E-mail: bairunhai@163.com