

135°周向轧制对高纯铌组织均匀性的优化

曹招¹, 谭敦强¹, 唐晔¹, 冯美兵², 朱芳², 刘俊荣²,
聂腾飞², 朱楹楹¹, 侯肖¹

(1. 南昌大学 物理与材料学院, 江西 南昌 330031)

(2. 九江有色金属冶炼有限公司, 江西 九江 332014)

摘要:传统工业上获取铌板多采用单向轧制(unidirectional rolling, UR), 该工艺下获得的铌板在晶粒尺寸和织构分布上常表现出强烈的不均匀性, 导致其在现代工业的使用上具有一定局限性。本实验采用 135°周向轧制(135°clock-rolling, CR)和单向轧制获得铌板, 研究了 2 种工艺条件下获得的铌板在厚度方向上的组织差异。结果表明, 135°周向轧制有助于减小高纯 Nb 板材在厚度方向上的织构梯度。此外, 135°周向轧制工艺条件下可以获得具有更高{001}<uvw>择优取向程度的铌板, 且再结晶后, 仍然具有较强的{001}<uvw>择优取向, 该织构的占有有助于获得微观组织更均匀的铌板, 本实验的显微硬度曲线、再结晶显微组织表征、储存能的半定量计算结果都印证了这一点。还有一点值得注意, 相比于单向轧制, 135°周向轧制下获得的 Nb 板材在厚度方向上{111}、{100}取向的储存能差异较小, 不会显示明显的能量梯度, 这一点同样有助于对高纯铌组织均匀性的优化。

关键词:高纯 Nb; 135°周向轧制; 织构; 储存能

中图分类号: TG146.4⁺16

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)05-1705-08

在开发新生物移植材料时, 纯铌是候选材料之一^[1]。高纯铌还因其耐腐蚀性及超导性等特性被应用于电极、超导微波共鸣加速器、空腔体^[2]。此外, 高纯铌还作为靶材被广泛应用于显示器、化工、摄像头、表面改性等行业及其它耐热耐腐蚀产品和高导电产品^[3,4]。近来, 用于沉积集成电路的布线技术中用作 Al 布线膜的衬垫材料的 Nb 膜和射频超导腔中 Cu 腔上的优质 Nb 膜所需的高品质溅射 Nb 靶也逐渐被开发和使用^[5]。值得注意的是, 优质的铌靶材优选的在厚度方向上具有均匀化的组织, 而传统 UR 轧制条件下获得的铌靶材, 通常在厚度方向上表现较强的不均匀性, 这会直接影响成膜速率的稳定性和膜厚的均匀性^[6,7]。

应变路径的变化会影响变形的力学及再结晶行为^[8], 就轧制方式来说, 单向轧制通常会导致显著的各向异性, 例如形成某种极强的织构类型。因此, 工业上发展了异步轧制、交叉轧制、等径角轧制等轧制方式来改善材料的各向异性或提高材料显微结构的均匀性。其中, 交叉轧制由于实施简便而被广泛应用。Narayanswamy 等人^[9]对超细珠光体的研究发现, 在不同的交叉轧制试样中, TSCR(90°)和 TSCR(45°)试样沿 RD-fiber 的强度大部

分集中在{001}<110>, 而 MSCR 试样显示出一定程度的弥散且较弱的织构, 在所有交叉轧制试样中, RD-fiber 的{001}<110>成分均通过退火得到增强。Oertel 等人^[10]对 bcc 结构钼也进行了交叉轧制研究, 发现进行了 RD 变化为 45°、90°、135°复杂轧制路线的试样组在厚度方向上的强度和织构没有出现明显的梯度变化, 且交叉轧制会增强单向轧制中的{100}<110>织构。此前, Brekailo 等人^[11]对粗晶铌也进行了交叉轧制研究, 其研究目的是调查取向和轧制方式对再结晶过程中突出物形成的影响, 研究证明, 交叉轧制是一种可靠且可重现的方法来研究突出物, 且突出物的数量、形状和大小在不同热处理条件下不同, 在同一样品内也不同。近来, 有学者研究发现, 135°周向轧制作为一种新型的交叉轧制工艺, 可以用来控制 bcc 结构 W 的{111}织构^[12], 还被证实可以优化 bcc 结构 Ta 的厚度方向的组织^[13,14]。Nb 是 Ta 的共生元素, 且在很多性质上与 Ta 颇为类似, 但在层错能、各取向 Young's 模量、Poisson 比等影响材料变形及回复再结晶进程的物理量或性质上具有一定程度的差异, 将 135°周向轧制引入 Nb 制品的加工有望改善铌材组织在厚度方向上的不均匀性。

收稿日期: 2021-04-28

基金项目: 国家自然科学基金(51564036); 江西省重点研发计划(20192BBE50034)

作者简介: 曹招, 男, 1997 年生, 硕士, 南昌大学物理与材料学院, 江西 南昌 330031, 电话: 0791-83968963, E-mail: 401329119002@email.ncu.edu.cn

本工作通过对比传统单向轧制和 135° 周向轧制工艺条件下 Nb 板在厚度方向上的微观组织差异, 尝试改善传统工艺获得的 Nb 板在厚度方向上微观组织的梯度现象, 对于国内外 Nb 制品生产工艺的优化和产品的改良具有现实的指导意义。

1 实验

实验材料为通过 EBM 技术生产的高纯 Nb 锭, 其化学成分见表 1。将原始铌锭开坯后取 7 mm 铌板统一进行热处理, 将取得的厚度为 7 mm 的高纯铌板分为 2 组, 第 1 组在单向轧制工艺下轧制, 第 2 组在连续换向轧制工艺下轧制, 其中, 每道次轧制完成后单向旋转 135° 进行下一道次轧制, 即为 135° 周向轧制 (135° CR)。2 组轧制均进行了 8 道次, 每道次的压下量一致。其具体轧

制方式见图 1。

实验中的热处理方式为, 随炉升温, 随炉降温。本实验的热处理过程在分析纯 Ar 气氛下进行, 300 °C 以下升温速率 5 °C/min, 300 °C 保温 30 min, 300 °C 以上升温速率 8 °C/min, 升温至 950 °C 保温 80 min 后, 开始降温, 降温速率与升温速率保持一致。实验选取试样的 RD-ND 面在配有 Oxford EBSD 探头的 Gemini SEM 设备进行观察, XRD 测试在 Bruker D8 Advance X 射线衍射仪完成。实验中的在厚度方向的表征区域如图 2 所示。

本实验中, UR 代表单向轧制, UR-S 代表单向轧制的近表面部分, UR-C 代表 UR 轧制的中心层部分。135° CR 代表 135° 周向轧制 (135° CR), CR-S 代表 135° 周向轧制的近表面部分, CR-C 代表 135° CR 轧制的中心层部分。

表 1 样品的化学成分

Table 1 Chemical composition of specimen (µg/g)

Ta	F	Al	Mo	Zr	W	Fe	Hf	Na	Ge	Nb
215.34	47.74	32.45	22.91	8.23	8.18	4.70	3.38	2.68	1.02	Bal.

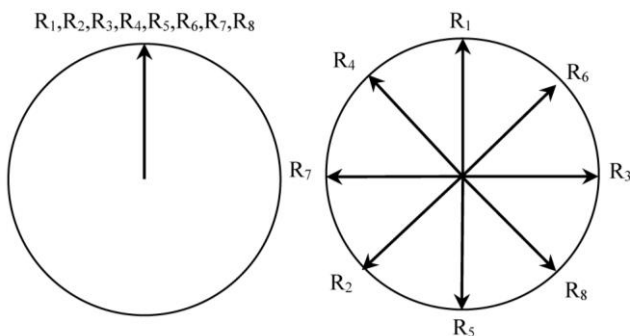


图 1 Unidirectional rolling 及 135° clock rolling 示意图
Fig.1 Schematic of unidirectional-rolling and 135° clock rolling

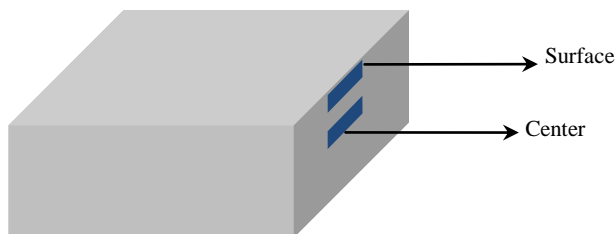


图 2 样品分析取样示意图
Fig.2 Schematic diagram of sampling

2 实验结果

2.1 变形组织

bcc 结构的金属在轧制后, 其典型的组织信息一般会呈现在 $\Phi_2=45^\circ$ 的 ODF 图中, 图 3 为本次实验中 2 种轧制方式下变形态试样不同厚度处的 ODF 图, 所取为 $\Phi_2=45^\circ$ 部分。图 4 为其分别沿着 α 、 γ 和 η 取向线的取向密度分布。

可以看出, UR 轧制工艺下获取的 Nb 板在不同厚度层的组织组分存在较大的差异。UR 轧制工艺下 Nb 板表面层形成了比较强烈的 α -fiber, 表现在具有较强的 $\{001\}\langle 110\rangle$ 、 $\{115\}\langle 110\rangle$ 、 $\{112\}\langle 110\rangle$ 、 $\{111\}\langle 110\rangle$ 织构, 其极密度最大值为 7.77, 其中心层形成了非常强烈的 γ -fiber, 此外, 极密度最大值为 39.4, 该极密度最大值对应的欧拉空间在 $(14^\circ; 55^\circ; 45^\circ)$ 附近, Miller 换算后确定为 $\{111\}\langle 341\rangle$ 织构。可见, UR 轧制工艺条件下, 其表面层和中心层的微观组织组分表现出强烈的差异。值得注意的是, 135° CR 轧制工艺条件下, Nb 板表面层和中心层近似同步的表现出较强的 η -fiber、完整但强度较弱的 γ -fiber 和较弱的 $\{111\}\langle 110\rangle$ 织构, 其中, 根据图 4c, 135° CR 轧制工艺条件下出现了较强的区别于 UR 轧制工艺的 $\{001\}\langle 100\rangle$ 织构。

2.2 再结晶组织

图 5 为本次实验中 2 种轧制方式下 950 °C/80 min 退

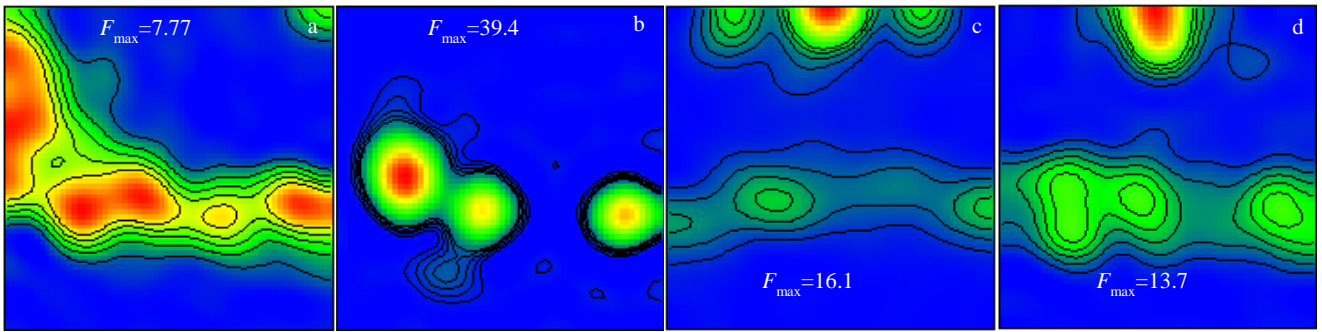


图 3 UR 及 135 °CR 轧制态不同厚度层的 $\Phi_2=45^\circ$ ODF 图

Fig.3 $\Phi_2=45^\circ$ ODF diagrams of as rolled layers with different thickness (a) UR-S, (b) UR-C, (c) CR-S, and (d) CR-C

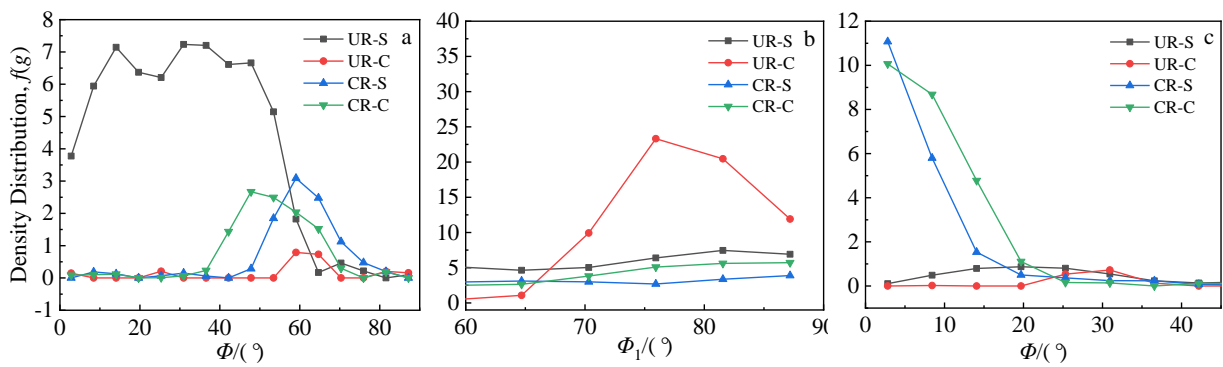


图 4 UR 及 135 °CR 轧制态不同厚度层的各取向线密度分布

Fig.4 Density distribution $f(g)$ of each orientation line of different thickness layers in the unannealed state of unidirectional rolling and 135 ° clock rolling: (a) α , (b) γ , and (c) η

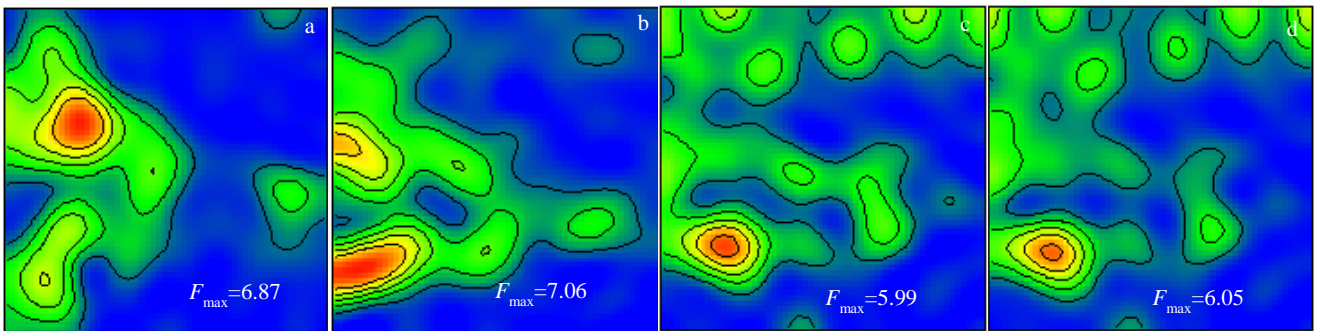


图 5 UR 及 135 °CR 退火态不同厚度层的 $\Phi_2=45^\circ$ ODF 图

Fig.5 $\Phi_2=45^\circ$ ODF diagrams of annealed layers with different thickness: (a) UR-S, (b) UR-C, (c) CR-S, and (d) CR-C

火态试样不同厚度处的 ODF 图，所取为 $\Phi_2=45^\circ$ 部分。图 6 为其分别沿着 α 、 γ 和 η 取向线的取向密度分布。如图 6 所示，UR 工艺下退火态 Nb 板不同厚度层组织组分仍然存在一定程度的差异，相比之下，135 °CR 工艺下退火态 Nb 板不同厚度层组织组分差异较小。UR 条件下，退火态 Nb 板表面层形成了比较强烈的 $\{110\}<110>$ 结构，

但其中心层该织构强度较小，另外，根据图 6b，其中心层 $\{111\}<112>$ 织构强度高于表面层。根据图 6a，6c，135 °CR 条件下，铌材表面层和中心层都表现出较强 $\{001\}<110>$ 和 $\{001\}<100>$ 织构，可以看出，135 °CR 条件下变形的较强 $\{001\}<100>$ 织构得以保留，并在 135 °的转动下部分转变为 $\{001\}<110>$ 织构。

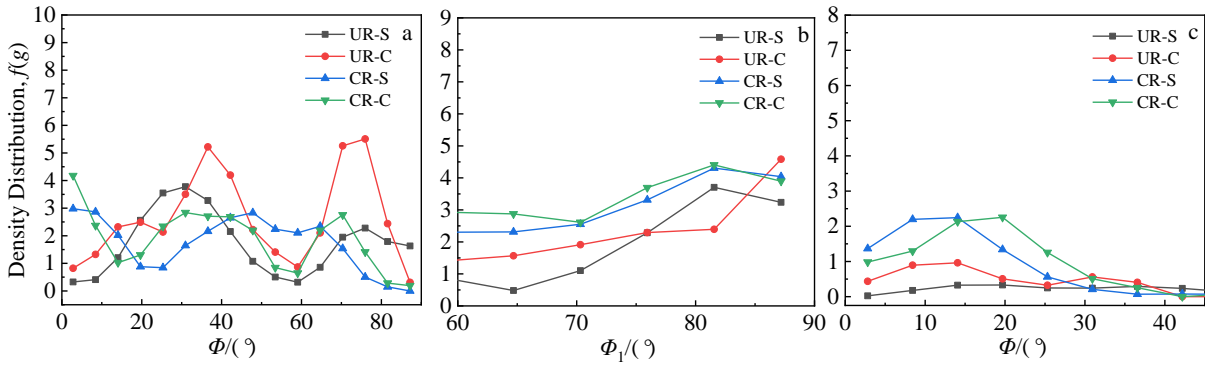


图 6 UR 及 135 °CR 退火态不同厚度层的各取向线密度分布

Fig.6 Density distribution $f(g)$ of each orientation line of different thickness layers under the annealed state of unidirectional rolling and 135° clockwise rolling: (a) α , (b) γ , and (c) η

2.3 织构系数

TC 方程通常称为哈里斯公式,该方程式由 Mueller, Chernock 和 Beck 进行了改进,并给出如下公式。根据以下公式,参照 XRD 光谱可以确定每个 (hkl) 平面的织构系数 TC (texture coefficient)^[15,16]。

$$TC_{(hkl)} = \frac{I_{(hkl)}}{I_{0(hkl)}} \left[\sum_{n=1}^n \frac{I_{(hkl)}}{I_{0(hkl)}} \right]^{-1} \quad (1)$$

其中 $I_{(hkl)}$ 是测量的平面相对强度, $I_{0(hkl)}$ 是取自 JCPDS 数据的平面标准强度。 $TC_{(hkl)}=1/n$ 表示试样在给定 (hkl) 方向晶粒没有出现择优取向,较高的 TC 值则表示在给定 (hkl) 方向晶粒择优取向程度较高。实验选取了 2 种轧制工艺下的变形态试样(S_1, C_1)和在 950 °C 热处理温度下保温 20 (S_2, C_2)、40 (S_3, C_3)、80 min (S_4, C_4) 的试样进行测量,其中 S 代表表面层, C 代表中心层,图 7a 和 7b 分别为 UR 和 135 °CR 轧制下铝板不同厚度层的织构系数随热处理时间延长的变化趋势。

如图 7 所示, UR 轧制工艺得到的铝板随着热处理

时间的延长,中心层的(222)晶面择优取向程度呈缓慢提高的趋势,但是其表面层在 80 min 的热处理时间条件下(222)晶面择优取向程度突降,未能与中心层同步。另外, UR 工艺下轧制态和在 950 °C/80 min 下热处理得到的退火态铝板中心层和表面层的各晶面的择优取向程度差异较大。相比之下, 135 °CR 工艺得到的铝板随着热处理时间的延长,中心层和表面层(222)晶面的择优取向程度呈现同步提高的趋势,(200)晶面的择优取向程度呈现同步降低的趋势。此外, 135 °CR 得到轧制态铝板的中心层和表面层的各晶面的择优取向程度差异较小,这一方面可以反映出铝板在 135 °CR 工艺处理后,其织构在厚度方向上分布较为均匀,并且,在经过热处理后,其厚度方向的织构转变也会相对更同步地进行。还有一点值得注意,相比于传统 UR 工艺, 135 °CR 工艺可以获得具有更高 $\{001\}\langle uvw \rangle$ 择优取向程度的铝板,且完全再结晶后,仍然具有较强的 $\{001\}\langle uvw \rangle$ 择优取向,根据金属材料本身所具有的组织遗传性,在后续的加工中,这一特点也得以保留,图 4c 和图 6c 可以证明这一点。

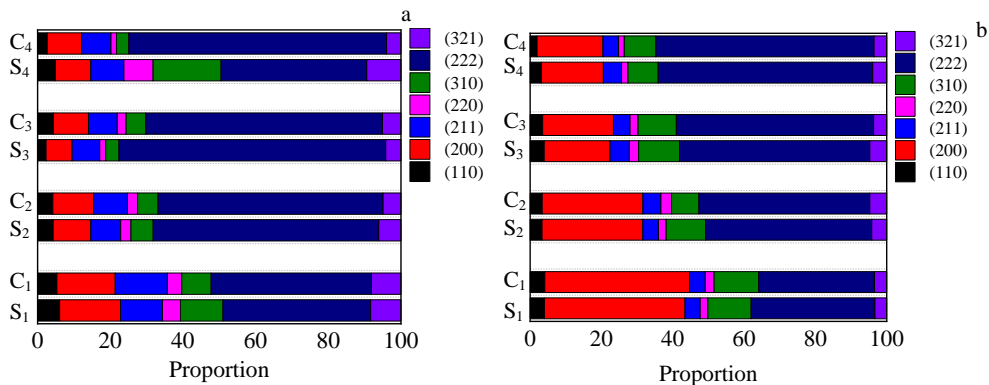


图 7 UR 和 135 °CR 铝板不同厚度层的织构系数随热处理时间延长的变化趋势

Fig.7 Change trend of the texture coefficient of the near surface layer and the center layer after unidirectional rolling (a) and 135° clockwise rolling (b): (S_1, C_1) unannealed, (S_2, C_2) 20 min, (S_3, C_3) 40 min, and (S_4, C_4) 80 min

2.4 再结晶组织

图 8 是 UR 和 135 °CR 条件下表面层和中心层的再结晶组织添加 IPF colouring 和 Grain Boundaries 的再结晶组织示意图，表 2 为相应再结晶组织晶粒尺寸统计。可以得出，相比于 135 °CR，UR 工艺获得的铌板表面层与中心层的晶粒尺寸差距较大，平均晶粒尺寸相差 3.58 μm，而 135 °CR 获得的铌板表面层与中心层的平均晶粒尺寸仅相差 0.5 μm。值得注意的是，UR 工艺获得的铌板表面层出现了数量众多的大尺寸晶粒，晶粒尺寸最大达到 41.02 μm，20 μm 以上的晶粒数量占比为 11.69%，而其中心层则出现了数量众多的小尺寸晶粒，尺寸在 4 μm 以下的晶粒数量占比为 25.09%。与 UR 工艺相比，135 °CR 获得的铌板表面层与中心层的晶粒主要集中在 4~20 μm，其中表面层晶粒在此范围内的占比为 78.27%，中心层为 79.28%。此外，根据各区域标准差结果显示，135 °CR 获得的铌板表面层与中心层晶粒组织均匀性均优于 UR 轧制工艺获得的铌板，其中，UR 轧制工艺获得的铌板表面层晶粒组织均匀性均最差。图 9 是

UR 和 135 °CR 轧制工艺下铌板材的表面层与中心层晶粒尺寸分布图。也可以看出，UR 轧制工艺下表面层与中心层的晶粒尺寸分布更分散，其中表面层出现了占比较大的区别于中心层的大尺寸晶粒，而中心层又出现了占比较大的区别于表面层的小尺寸晶粒。相比之下，135 °CR 轧制工艺下的 Nb 板材的表面层与中心层在晶粒尺寸分布上更为集中且趋同，不同厚度层的晶粒主要分布在 4~20 μm 之间。

2.5 硬度

Vickers 硬度被广泛用于分析材料的变形行为、变形后热处理的回复与再结晶程度，图 10 是 UR 和 135 °CR 工艺条件下铌材的表面层和中心层随着热处理时间延长的 Vickers 硬度曲线。可以看出，UR 工艺获得的 Nb 板硬度离散程度较高，相比之下，135 °CR 工艺下的 Nb 板硬度离散程度较低。其中，UR 工艺下得到的 Nb 板表面和中心层的平均硬度 HV 相差 230 MPa，135 °CR 工艺 Nb 板表面层和中心层的平均硬度相差仅约 67 MPa。由此可进一步表明，135 °CR 有利于改善 Nb 板材沿厚度方

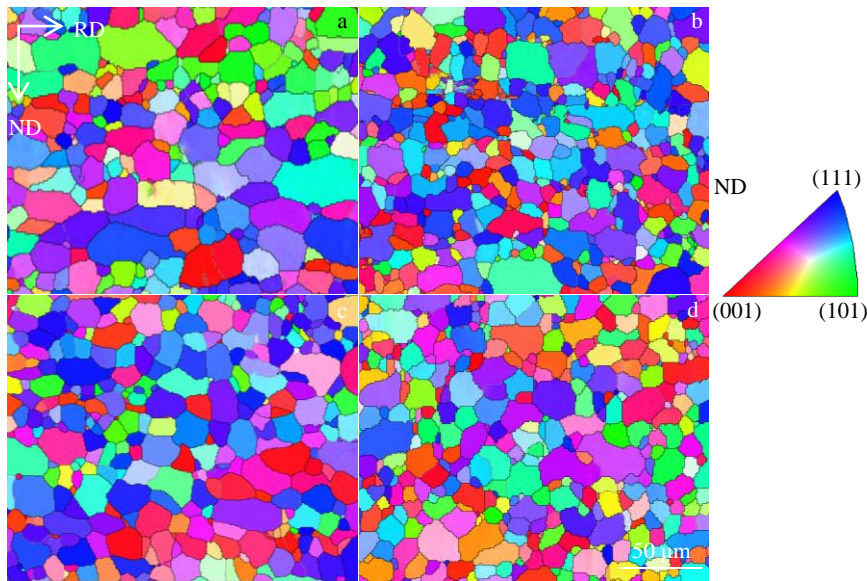


图 8 UR 和 135 °CR 工艺下表面层和中心层添加 IPF colouring 和 Grain Boundaries 的再结晶组织

Fig.8 Recrystallized s microstructure of the surfaces layer and the center layer under unidirectional rolling and 135 °clock rolling conditions with IPF colouring and grain boundaries added: (a) UR-S, (b) UR-C, (c) CR-S, and (d) CR-C

表 2 UR 和 135 °CR 工艺下铌板材的表面层和中心层晶粒尺寸统计数据

Table 2 Statistical data of the grain sizes of the surface layer and the center layer of the niobium sheet under the unidirectional rolling and 135 °clock rolling processes (μm)

Position	Equivalent circle diameter	Maximum	Minimum	Standard deviation
UR-S	12.34	41.02	4.04	6.52
UR-C	8.76	35.53	1.66	5.85
CR-S	11.07	33.21	2.03	5.31
CR-C	10.57	34.38	2.40	5.45

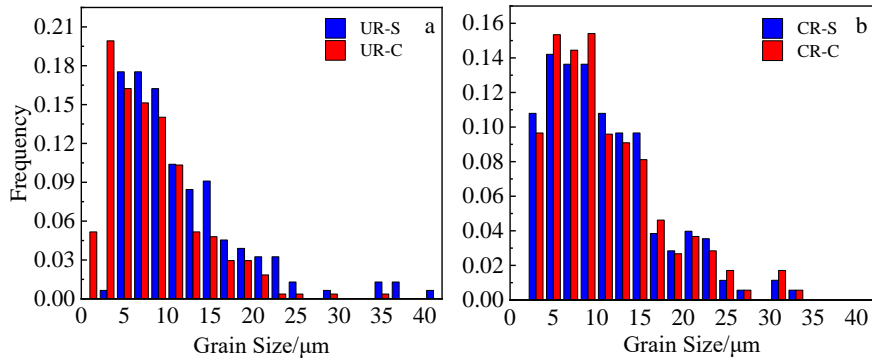


图 9 UR 和 135 °CR 工艺下铌板材的表面层和中心层晶粒尺寸分布

Fig.9 Grain size distribution of surface layer and center layer of niobium sheet under unidirectional rolling and 135 ° clock rolling process: (a) UR-S and UR-C; (b) CR-S and CR-C

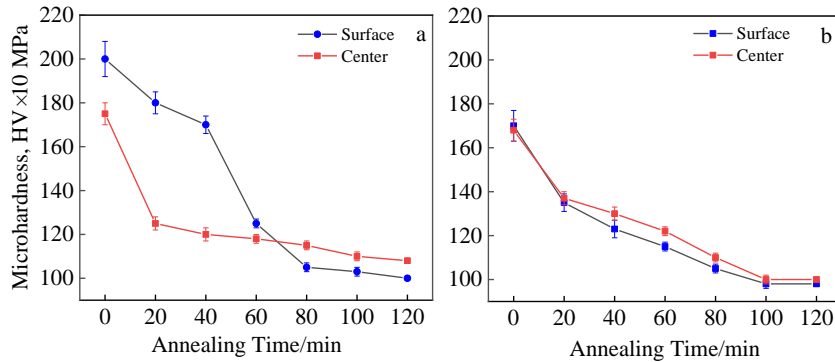


图 10 UR 及 135 °CR 工艺下 Nb 板表面层与中心层在 950 °C 退火不同时间后的显微硬度曲线

Fig.10 Microhardness curves of the surface layer and the center layer of the unidirectional rolling (a) and 135 ° clock rolling (b) Nb plate after annealing at 950 °C for different time

向的微观组织。

对于 UR 工艺下得到的 Nb 板而言，在热处理时间达到 20 min 时，其中心层已发生再结晶，导致硬度急剧下降，此后随着热处理的时间延长，其中心层硬度处于缓慢下降的趋势，而其表面层则是在 40 min 后，硬度下降趋势更明显，其表面层和中心层的回复再结晶过程有着明显的不同步性。值得注意的是，UR 工艺下得到的 Nb 板在 950 °C 的热处理温度下，在保温时间达到约 67 min 之前，其表面层的硬度明显大于中心层，此后，表面层的硬度呈现小于中心层的趋势。相比之下，135 °CR 工艺下铌材的中心层和表面层随着热处理时间的延长，其硬度下降趋势较为同步。

3 讨论

3.1 织构转变

图 4 表明，UR 轧制工艺下的铌板表面层形成了较弱的 $\{001\}\langle 110\rangle$ ($F=3.7$)，在其中心层该织构近乎消失，但 2

个厚度层都产生了较强的 $\{111\}\langle uvw\rangle$ 织构，而 135 °CR 轧制的表面层和中心层均形成了较强的 $\{001\}\langle 100\rangle$ 织构 ($F=12, F=15$)， $\{111\}\langle uvw\rangle$ 织构较弱。从织构转动的角度来说，如表 3 所示， $\{001\}\langle uvw\rangle$ 系的 $\{001\}\langle 100\rangle$ 和 $\{001\}\langle 110\rangle$ 织构在 135 °CR 工艺变换角度的过程中，一次旋转理想情况下就可以互相转变。值得注意的是， $\{001\}\langle 100\rangle$ 和 $\{001\}\langle 110\rangle$ 在 bcc 结构材料的轧制过程中均为较稳定的取向，该取向及其附近的取向相较于其他轧制织构具有变形储能最小、微观结构较均匀的特点。而 $\{111\}\langle uvw\rangle$ 系的 γ -fiber 在常规轧制的过程会转变成其他取向，该取向是不稳定的^[17]。因此，在轧制的过程中，连续采用 UR 轧制工艺，织构的控制在一定程度上将会较为困难。但是，在 135 °CR 连续转向轧制的过程中， γ -fiber 取向线上出现的 $\{111\}\langle 011\rangle$ 和 $\{111\}\langle 112\rangle$ 织构在 4 次转动后，理想情况下均可转变成成为初始织构。这一特点可以让 135 °CR 工艺条件下的 γ -fiber 上的极密度值变得更加均匀，见图 4b。

表 3 本实验相关轧制织构随转动角度的演变

Table 3 Evolution of related rolling texture with rotation angle in this experiment

R ₀ (0°)	R ₁ (135°)	R ₂ (270°)	R ₃ (405°)	R ₄ (540°)	R ₅ (675°)	R ₆ (810°)	R ₇ (945°)	R ₈ (1080°)
{001}<110>	{001}<100>	{001}<110>	{001}<010>	{001}<110>	{001}<100>	{001}<110>	{001}<010>	{001}<110>
{001}<010>	{001}<110>	{001}<100>	{001}<110>	{001}<010>	{001}<110>	{001}<100>	{001}<110>	{001}<010>
{111}<011>	{111}<341>	{111}<211>	{111}<314>	{111}<011>	{111}<341>	{111}<211>	{111}<314>	{111}<011>
{111}<112>	{111}<143>	{111}<110>	{111}<413>	{111}<112>	{111}<143>	{111}<110>	{111}<413>	{111}<112>

3.2 局部储存能

局部储存能的评估对研究铌板在变形及再结晶过程有重要的意义。HKL 公司的 EBSD 软件 Channel5 使用 BC (band contrast) 来表示花样质量的高低, Houhg 变换后, 各菊池带的强度与整个花样强度的比值比例化到 0~255 之间的灰度值, 就是 BC 值^[18]。菊池花样质量与微观组织畸变的程度有着紧密的关系, 当晶粒内部应变较小时, 其畸变程度也越小, 对应的菊池花样的质量越高, 同时反映出其内部较小的储存能。利用下式可对本不同取向的晶粒进行局部储存能的显微表征:

$$H_i = 10 \left[1 - \frac{Q_i(g_i) - Q_{\min}}{Q_{\max} - Q_{\min}} \right] \quad (2)$$

公式中, $Q_i(g_i)$ 为 g 取向扫描 i 位置的花样质量, Q_{\max} 、 Q_{\min} 分别为扫描区域花样质量的最大值与最小值^[19,20]。本实验的相关数据如表 4 所示。相关数据显示, UR 工艺下得到的铌板表面层的储存能远高于心部, 这为该变形区域的再结晶过程提供了较大的驱动力, 一方面也导致 UR 工艺铌板的表面层出现了数量较多的大尺寸晶粒, 见图 8a。值得注意的是, 135 ° CR 工艺条件下的铌板表面层和中心层储存能差异较小, 使得其中心层与表面层再结晶过程速率相近, 因此可以获得厚度方向上较均匀的再结晶组织。

表 4 UR 和 135 ° CR 工艺下铌板的表面层和中心层{111}及{100}取向晶粒储存能的相关参数

Table 4 Relevant parameters of the storage energy of {111} and {100} oriented grains of the surface layer and center layer of niobium sheet under unidirectional rolling and 135 ° clock rolling process

Position	Grain orientation	Q_{\max}	Q_{\min}	$Q_i(g_i)$	$H_i/J \text{ mol}^{-1}$
UR-S	{111}	194.5	75.5	121.87	6.10
	{100}	165.5	60.5	115.9	4.72
UR-C	{111}	161.5	63.5	128.65	3.35
	{100}	154.5	60.5	130.03	2.60
CR-S	{111}	193.5	100.5	155.71	4.06
	{100}	190.5	78.5	148.98	3.71
CR-C	{111}	214.5	87.5	169.58	3.54
	{100}	198.5	86.5	161.9	3.27

此外, 在 UR 轧制工艺条件下, {100}取向的储存能显著小于{111}取向, 135 ° CR 工艺则可以减小两者之间的差异。在轧制试样的热处理过程中, 形变的储存能为组织的再结晶提供驱动力, 虽然较大的应变提供的储存能可以为再结晶提供足够的驱动力, 但是局部区域的不均匀变形及储能对再结晶的形核及长大过程也有不利的影响, 这可能会导致多晶体组织内部出现明显的粗晶带或细晶带。此外, 这种材料本身的组织不均匀性也会对材料的各项性能有着显著的影响, 微观表征的选区不同也会导致对铌板性能的评估不具代表性, 最终导致铌制品的批次良品率和产品稳定性下降。

4 结 论

- 1) 135 ° 单向轧制有助于减小高纯 Nb 板材在厚度方向上变形织构和再结晶织构的织构梯度。
- 2) 135 ° 单向轧制可以获得具有更高{001}<uvw>择优取向程度的铌板, 且该工艺下变形态铌板再结晶后仍具有较强的{001}<uvw>择优取向, 实验证明, 该织构的占优将有利于获得微观组织更均匀的铌板。
- 3) 相比于单向轧制, 135 ° 单向轧制获得的 Nb 板在厚度方向上{111}、{100}取向的储存能差异较小, 且其表面层和中间层不会出现明显的能量梯度。

参考文献 References

[1] Yin Weihong(殷为宏), Tang Huiping(汤慧萍). *Refractory Metal Materials and Engineering Applications*(难熔金属材料与工程应用)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2012: 351

[2] Ren Junshuai(任军帅), Zhang Yingming(张英明), Guo Xuepeng(郭学鹏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(2): 688

[3] Kramynin S P. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*[J], 2020, 143: 109 464

[4] Canepa P, Firpo G, Mattera L *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2020, 389: 125 634

[5] Yang Yujia, Lu Xiangyang, Tan Weiwei *et al. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*[J], 2020, 964: 163 803

- [6] Fenker M, Kappl H, Petrikowsk K *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2005, 200: 1356
- [7] Wang Guodong(王国栋), Wang Yan(王艳), Li Gaolin(李高林) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(S4): 533
- [8] Li X, Al-Samman T, Gottstein G. *Materials and Design*[J], 2011, 32: 4385
- [9] Narayanswamy S, Sahab R, Bhattacharjee P P. *Materials Characterization*[J], 2021, 171: 1107557
- [10] Oertel C G, Hünsche I, Skrotzki W, Lorich A *et al. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2010, 28: 722
- [11] Brekailo T, Almeida D R, Jr Avalos M *et al. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*[J], 2019, 85: 105080
- [12] Zhang Xiaoxin, Yan Qingzhi, Lang Shaoting *et al. Materials & Design*[J], 2017, 126: 1
- [13] Zhang Zhiqing, Chen Dandan, Zhao Huan *et al. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2013, 41: 453
- [14] Liu S F, Fan H Y, Deng C *et al. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2015, 48: 194
- [15] Wang Yaqin, Tang Wu, Zhang Lan. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2015, 31: 175
- [16] Rafael Stylianou, Michael Tkadletz, Nina Schalk *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2019, 359: 314
- [17] Sandim H R Z, Martins J P, Padilha A F. *Scr Mater*[J], 2001, 45: 733
- [18] Yang Ping(杨平). *Electron Backscatter Diffraction Technique and Its Application*(电子背散射衍射技术及其应用)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2007: 130
- [19] Choi S H, Jin Y S. *Mater Sci Eng A*[J], 2004, 371: 149
- [20] Zhu Jialin(祝佳林), Liu Shifeng(刘施峰), Cao Yu(曹宇) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(8): 1019

Optimization of 135° Clock-Rolling for Microstructure Uniformity of High-Purity Niobium

Cao Zhao¹, Tan Dunqiang¹, Tang Ye¹, Feng Meibing², Zhu Fang², Liu Junrong², Nie Tengfei², Zhu Yingying¹, Hou Xiao¹

(1. College of Physics and Materials, Nanchang University, Nanchang 330031, China)

(2. Jiujiang Tanbre Co., Ltd, Jiujiang 332014, China)

Abstract: In traditional industries, niobium plates are usually obtained by unidirectional rolling. The niobium plates obtained by unidirectional rolling often show strong unevenness in grain size and texture distribution, which restricts their use in modern industries. In this experiment, 135° clock rolling and unidirectional rolling were used to obtain niobium plates, and the differences in the thickness direction of the niobium plates obtained under the two process conditions were studied. The results show that 135° clock rolling can help reduce the texture gradient of the high-purity niobium sheet in the thickness direction. In addition, niobium plates with a higher degree of {001}<uvw> preferred orientation can be obtained under the conditions of 135° clock rolling process, and after recrystallization, they still have a strong {001}<uvw> preferred orientation. The dominance of this texture helps to obtain a more uniform niobium plate, which is confirmed by the microhardness curve, microscopic characterization of recrystallized structure, and semi-quantitative calculation results of storage energy in this experiment. It is also worth noting that compared to unidirectional rolling, the niobium plate obtained under 135° clock rolling has a smaller difference in the storage energy of {111} and {100} orientations in the thickness direction, and does not show a significant energy gradient. This also helps to optimize the uniformity of high-purity niobium.

Key words: high purity niobium; 135° clock rolling; texture; storage energy

Corresponding author: Tan Dunqiang, Ph. D., Professor, College of Physics and Materials, Nanchang University, Nanchang 330031, P. R. China, Tel: 0086-791-83968963, E-mail: tdunqiang@ncu.edu.cn