

冷旋压-热处理对亚共析铀铌合金显微组织的影响

张新建, 汪小琳, 罗超, 周南强

(表面物理与化学国家重点实验室, 四川 绵阳 621907)

摘要: 在室温条件下用正旋压工艺对一种管状亚共析 U-Nb 合金施加减薄率为 15% 的变形。然后分别在 700、655 和 600 °C 进行真空退火处理。采用光学金相(OM)、扫描电镜(SEM)和 XRD 研究了冷旋压及不同温度退火引起的显微组织变化。结果表明: 冷旋压变形通过机械破碎使原始组织得到细化。700 °C 退火后得到棒状珠光体组织, 655 °C 退火得到层片状珠光体组织, 600 °C 退火得到粒状珠光体组织。

关键词: 亚共析铀铌合金; 冷旋压; 热处理; 显微组织

中图分类号: TG113.1; TG146.8

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)08-1414-04

含 Nb 量较少的 U-Nb 二元系合金具有较好的力学性能和抗腐蚀性能, 是核工程中应用较多的一种结构材料。从 U-Nb 二元系的温度-成分平衡相图知道, Nb 元素在高温下与 U 完全互溶, 而在室温下仅能有限溶解, 这为采用热处理方法调节合金的力学性能提供了较好的物理基础。因此, 科研和生产中多采用高温固溶-淬火或其它热处理工艺来获得所需的力学性能。迄今为止, 热处理对 U-Nb 合金显微组织和力学性能的影响已得到了比较系统和深入的研究^[1~5]。众所周知, 冷变形-热处理是调节合金力学性能的另一主要途径, 但遗憾的是在此领域开展的研究相对较少。探索冷变形-热处理工艺制度对合金显微组织和力学性能的影响, 不仅可以加深对合金物理基础的了解, 还可以为制备满足力学性能要求的合金提供一条新的途径。本实验以一种亚共析铀铌合金为研究对象, 采用室温下正旋压方法对毛坯管施加塑性变形, 并进行不同温度的退火处理, 研究合金在此过程中的显微组织变化。

1 实验

采用真空感应熔炼的方法制备该亚共析合金。重熔后浇铸成壁厚为 12 mm, 内径为 $\phi 80$ mm 的管状坯料。之后在 1000 °C 进行 4 h 均匀化处理, 消除铸造过程带来的成分偏析。然后冷却到室温, 采用机加方法去除表层的氧化皮。采用正旋压方式于室温下在 ZK300 型旋压机上将管壁减薄至 10 mm, 实际减薄率为 15%。具体的旋压过程示意图如图 1 所示。旋压后

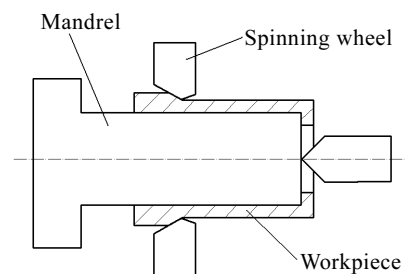


图 1 正旋压示意图

Fig.1 Scheme of Spinning Processing

将管子解剖成瓦块, 分别在 $\beta+\gamma_1$ 两相区(700 °C)、 $\alpha+\gamma_1$ 两相区(655 °C)和 $\alpha+\gamma_2$ 两相区(600 °C)进行 1 h 的真空退火处理, 之后缓慢冷却至室温。

将不同状态下的样品切割成 10 mm×10 mm 的小块, 用于显微组织分析。金相试样经逐级打磨到 1000# 砂纸, 然后用粒度为 2.5 μm 的金刚砂研磨剂进行机械磨抛, 在 1:1 的磷酸水溶液中蚀刻后, 用 MEF-2 金相显微镜和 KYKY-1010B 扫描电镜进行显微形貌观察。采用 Philips 公司生产的 X'Pert Pro 型 X 射线衍射仪对试样进行 XRD 分析。X 射线为 Cu K α , 电压 50 kV, 电流 40 mA, 扫描速度 2.4°/min, 扫描范围 25°~82°。

2 结果与讨论

2.1 旋压对显微组织的影响

图 2 是旋压前的组织, 为双相层片状形貌。图 3a、3b 和 3c 分别为旋压管内壁、中部和外壁的 SEM 组织。

收稿日期: 2008-07-28

基金项目: 中国工程物理研究院双百人才基金(双 2008-6)

作者简介: 张新建, 男, 1979 年生, 博士生, 表面物理与化学国家重点实验室, 四川 绵阳 621907, 电话: 0816-3626386, E-mail: zxjkef@yahoo.com.cn

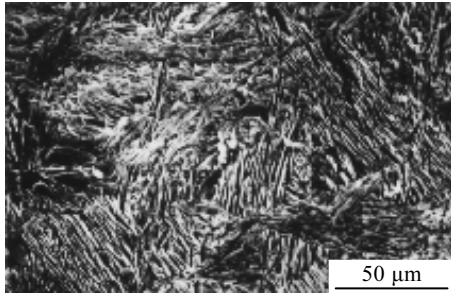


图 2 旋压前的合金组织

Fig.2 Microstructure of the alloy before spinning

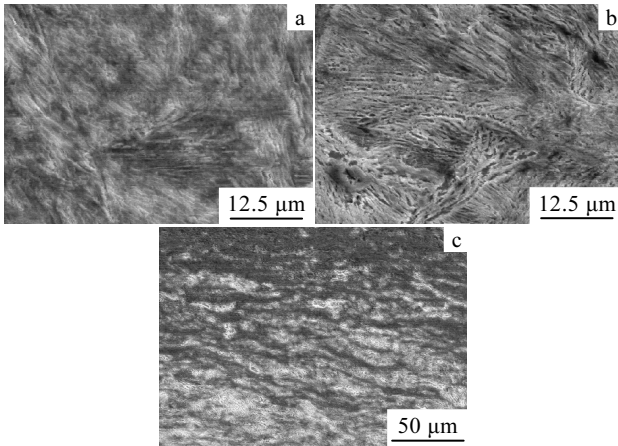


图 3 旋压后合金的 SEM 形貌

Fig.3 SEM morphologies of the alloy after spinning:

(a) inner wall, (b) middle, and (c) outer wall

可以看出不同部位的显微组织有所不同，靠近内壁的双相组织呈现紊乱无规律的特征；中间部位的双相组织仍很清晰，与初始组织相比变化不大；外壁处原有的较长层片组织被破碎，且形成了由黑色区域表征的条带状组织，这种条带状组织是旋压变形后材料显微组织的典型特征。总体而言，旋压后合金显微组织由于机械破碎而得到一定程度的细化。

沿径向的组织差异可根据旋压变形的特点及金属流动规律予以解释^[6]。旋压变形是一种点接触的塑性变形，旋轮在转动的同时作轴向进给，与旋转的芯模共同作用使金属产生变形。在变形过程中变形点实际以螺旋线形式推进。就旋压管的不同部位而言，与旋轮接触处的金属处于变形区，金属沿外管壁向已变形区流动，而在管壁中间处金属基本保持不流动的状态。因此形成了外管壁特有的条带状组织，且由表面向内条带间隙逐渐变宽；与芯模接触的内壁金属除向未变形区流动外，还在摩擦力的作用下沿周向流动，因此其变形状态颇为复杂，使得显微形貌呈现杂乱无章的特征。此外，强力旋压还存在另一变形特点，即与旋轮接触的旋压管外壁变形量最大，而与芯模接触的内

壁变形量相对较小，这在旋压加工的数值模拟中已得到证明^[7,8]。

2.2 退火处理对显微组织的影响

图 4 给出了不同退火温度下旋压管壁中部的光学显微照片。600 °C 退火 1 h 后(图 4a)，原有的层片不复存在，组织呈现极细密的粒状特征；655 °C 退火 1 h 后(图 4b)，组织为层片状的两相珠光体，且可看到沿晶界处有棒状物质出现；700 °C 退火 1 h 后(图 4c)，两相组织非常清晰，黑色部分是腐蚀过程中不耐腐蚀的贫 Nb 的 α 相，白色的棒状组织为 Nb 含量较高的耐腐蚀 γ 相。

从不同温度下的平衡相图来分析不同退火温度下的组织形貌。将 U-Nb 二元相图的富 U 端部分放大，如图 5 所示。可以根据杠杆定律大致确定几种退火温度下的平衡态相组成的相对含量。尽管退火温度下的平衡组织不能代表退火后的组织，但 Pfeil^[9]的研究结果表明，铀钨合金在由高温平衡相向低温平衡相的转变过程要比其逆转变慢得多，据此推测，最终得到的室温组织在一定程度上保留了高温下的组织特征。

600 °C 退火时，合金位于 $\alpha+\gamma_2$ (平衡状态下的 Nb 含量为 54%)两相区内的较高温度。此时温度尚未达到合金的相变点。但由于合金经受冷塑性加工，内部必然存在较高的应力。在其驱动下， α 相和 γ 相均发生再结晶，因此原有的条带状组织在重新形核-长大后形成了比较细小的组织。根据杠杆定律，此时 γ_2 相的相对含量较少，在随炉冷却到室温后显示出大部分的 α 相形貌。

655 °C 退火时，合金位于 $\alpha+\gamma_1$ (平衡状态下的 Nb 含量为 6.2%)两相区，已经超过相变温度。可以推断，加热与保温过程中将发生两种反应过程：其一为合金的再结晶，其二为 $(\alpha+\gamma_2)\rightarrow(\alpha+\gamma_1)$ 的相变。由于 γ_1 相的 Nb 含量远小于 γ_2 相，而 Nb 在 α 相中的溶解度随温度

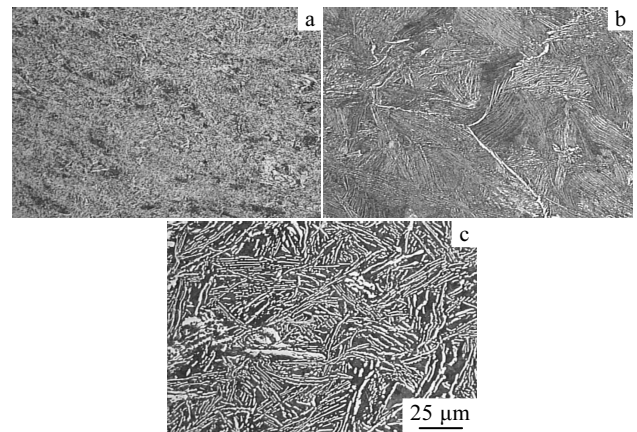


图 4 热处理态合金的显微组织

Fig.4 Microstructure of the alloy after heat treatment:

(a) 600 °C, 1 h, (b) 655 °C, 1 h, and (c) 700 °C, 1 h

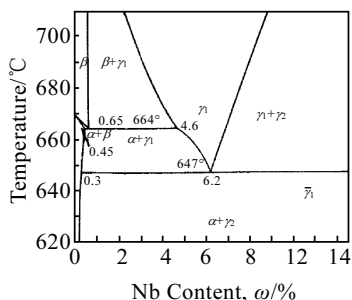


图 5 U-Nb 系富铀端相图

Fig.5 U-rich section of U-Nb binary phase diagram

的升高变化不大，因此 γ_1 相的增加是一种必然趋势。杠杆定律表明，此时平衡组织中 α 相的相对含量较 600 °C 退火时减少，相应的 γ_1 相含量增加，随炉冷却过程中，重又发生 $(\alpha+\gamma_1) \rightarrow (\alpha+\gamma_2)$ 相变，形成了类似于原始组织的双相层片状组织。

700 °C 退火时，合金已处于较高的 $(\beta+\gamma_1)$ 两相区温度范围内。在此温度退火，除发生再结晶外，还发生两次相变过程，即 $(\alpha+\gamma_2) \rightarrow (\alpha+\gamma_1) \rightarrow (\beta+\gamma_1)$ ，相变的进行使得再结晶组织形貌被掩盖。由于温度较高，原子可以获得足够的能量进行迁移。但由于 β 相溶解 Nb 原子的能力有限，更多的 Nb 原子进入 γ 相，并在随炉冷却过程中得到了较多保留。

实际上，退火过程及其后的随炉冷却很难达到平衡状态，得到的 γ 相并非严格意义上的 γ_1 和 γ_2 ，而是介于两者之间的 γ_{1-2} 相，上文的 γ_1 和 γ_2 更确切的意义是其 Nb 含量高低的表征 (γ_1 较低， γ_2 较高)。

综上分析，随退火温度的升高，有更多的低 Nb 含量相 (α 相和含 Nb 较少的 γ 相) 转变为 Nb 含量较高的 γ 相，且由于热驱动力的增加，使得转变程度越来越高，即 γ 相逐渐长大，在金相照片上就表现为越来越明晰的两相组织，即从细密的粒状演变到层片状，最后转变为棒状形貌。

前面已经提到，旋压后沿旋压管截面不同部位处的显微组织不同，因此势必造成退火后不同部位处的组织形貌有所区别。下面以 700 °C 退火为例进行分析。图 6a 和 6b 分别为退火 1 h 后沿旋压管截面靠近内壁和外壁的显微组织。中间部位的显微组织已在图 4c 中给出。可以看出，在截面内外不同位置处，显微组织存在明显不同。靠近内壁的组织 α 相含量较多，白色的棒状 γ 相较长；靠近外壁处， γ 相含量较多，而且组织非常细小；中间部位的形貌介于两者之间，两相的相对比例与外壁处相差不多，但棒状 γ 相较外壁处长很多。

单从再结晶的角度而言，最终的组织形貌受应变

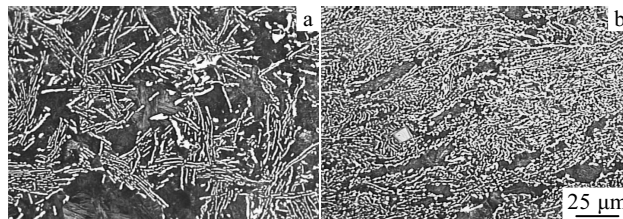


图 6 旋压+700 °C，1 h 退火后合金的显微组织

Fig.6 Microstructures of the alloy after spinning+annealing at 700 °C for 1 h: (a) inner wall and (b) outer wall

大小、初始组织、退火温度与时间等几个因素的影响。众所周知，再结晶的驱动力是冷旋加工后工件中残留的内应力，它在很大程度上影响再结晶的形核数目及其后组织的粗化过程。通常，旋压管外壁的冷变形应力最大，因此该处的能量较高，再结晶驱动力大，形核数目必然较多。此外，退火前的变形态组织不同，靠近内壁处的显微组织比较粗大，而外壁处组织由于较大的变形被破碎得更为细小。较多的形核数目及细小的初始组织使得最终相变组织也很细小。

为了更清楚地显示塑性变形对退火过程中组织变化的影响，图 7 示出了未旋压的亚共析合金在 700 °C 退火 1 h 后的组织形貌。可以看出，沿晶界分布着比较明显的条带状析出物，而晶粒内部为片状形貌，与旋压态合金相比明显粗大。其原因有三：首先，由于未受变形作用退火前的原始组织粗大；其次，由于合金内不存在冷加工应力，退火过程中无再结晶发生；最后，与变形态相比，相变驱动力由于应力的缺失而相应减小。晶界上的棒状析出与图 4b 有类似之处，为 Nb 含量较高的 γ 相。之所以在晶界出现是由于晶界缺陷使得能量增高，使其获得相当于旋压后内应力的驱动力。在晶粒内部由于不存在这种缺陷所致的能量，没有发生这种转变。可见，旋压加工带来的内应力对再结晶及相变驱动力的增加是非常明显的。

2.3 XRD 分析

图 8 为旋压及旋压后不同温度退火的 U-Nb 亚共

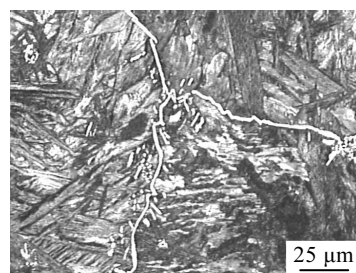


图 7 未变形合金在 700 °C 保温 1 h 后的组织

Fig.7 Microstructure of the undeformed alloy after annealing at 700 °C for 1 h

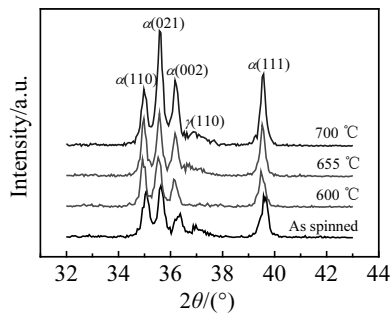


图 8 不同状态下合金的 XRD 图谱

Fig.8 XRD patterns of the alloy

析合金 XRD 图谱。从相组成来看, 除 600 °C 退火状态没有 γ 相衍射峰外, 其它几种状态基本相同。在图 4 的显微组织分析中已指出, 600 °C 退火时, 合金趋向 $\alpha+\gamma_2$ 平衡态变化, 该状态下 γ 相含量很少, 以至于其衍射峰在衍射图谱上基本表现不出来; 而在 655 和 700 °C 退火时, γ_1 相的百分含量相对较大, 在保温结束后的炉冷过程中有较多的 γ 相得以保留。此外, 从衍射图谱还可以看出, 相比退火状态, 旋压状态的衍射角有一定偏移, 表明经过旋压塑性变形后, 晶格发生了畸变, 但在旋压过程中合金的相组成并未发生变化。

3 结 论

1) 经旋压变形后, 沿旋压管截面显微组织不均匀, 这种不均匀组织使得退火组织也不均匀。

2) 旋压后在不同相区温度退火, 合金发生再结晶和相变两个物理过程, 并得到具有不同形貌的 $\alpha+\gamma$ 两相珠光体组织。600 °C 退火时, 得到细密的粒状组织,

655 °C 退火时, 得到细密的层片状组织, 700 °C 退火时得到棒状组织。

致 谢: 作者所在单位的热加工班组完成了试样的制备, 样品的组织表征得到了本组陈向林工程师和郎定木高级工程师的大力帮助, 张延志硕士完成了试样的 XRD 表征。在此向他们表示感谢!

参考文献 Reference

- [1] Jackson R J *et al.* *ASM, Trans Quart*[J], 1968, 61: 363
- [2] Jackson R J *et al.* *Mechanical Properties of Uranium Based Niobium Alloys*, RFP-1703[R]. Colorado: Rocky Flats Plant, 1971
- [3] Eckelmeyer K H. *The Effect of Quench Rate on the Mechanical Property of U-6Nb*, Sand-80-0132[R]. New Mexico: Sandia National Laboratory, 1980
- [4] Jackson R J. *Mechanical Properties of Continuously Cooled Uranium-2.4 Weight Percent Niobium Alloy*, RFP-3040[R]. Colorado: Rocky Flats Plant, 1981
- [5] Eckelmeyer K H. *Metallurgical Transactions A*[J], 1984, 15A: 1319
- [6] Xu Hongliet(徐洪烈). *Technology of Power Spinning(强力旋压技术)*[M]. Beijing: National Defense Industrial Press, 1984
- [7] Zhou Zhaoyao(周照耀), *et al.* *Journal of Plasticity Engineering(塑性工程学报)*[J], 1994(3): 37
- [8] Li Chaoling(李超玲). *FEM Numerical Simulation on Power Spinning of Cylindrical Workpiece(筒形件强力旋压过程的有限元数值模拟)*[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2004
- [9] Pfeil P C L *et al.* *J Inst Metals*[J]. 1958, 87: 204

Effect of Cold-Spinning and Heat Treatment on the Microstructure of Sub-Eutectoid U-Nb Alloys

Zhang Xinjian, Wang Xiaolin, Luo Chao, Zhou Nanqiang

(National Key Laboratory for Surface Physics and Chemistry, Mianyang 621907, China)

Abstract: The sub-eutectoid U-Nb alloy tube was spun with reduction ratio of 15% at room temperature. The samples sectioned from the spun tube were annealed at 700, 655 and 600 °C in the vacuum for 1 h, respectively. The effects of cold-spinning and different temperature annealing on the microstructure evolution were studied by means of optical metallography(OM), scanning electron microscopy(SEM) and X-ray diffraction (XRD). The results indicate that cold-spinning deformation can refine the initial microstructure by mechanical breaking. The alloy after different-temperature annealing had different $\alpha+\gamma$ binary phase pearlite microstructure, i.e. particle-like at 600 °C, layer-like at 655 °C and stick-like at 700 °C.

Key words: sub-eutectoid U-Nb alloy; cold spinning; heat treatment; microstructure

Biography: Zhang Xinjian, Candidate for Ph. D., National Key Laboratory for Surface Physics and Chemistry, Mianyang 621907, P. R. China. Tel: 0086-816-3626386, E-mail: zxj kf@yahoo.com.cn