

NbTi 合金棒材锻造工艺的优化研究

杜予暄, 郝芳, 付宝全, 雷锦文, 冯勇, 刘向宏, 李少强

(西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710018)

摘要: 通过模拟仿真(DEFORM 计算)结合实际生产, 研究了 NbTi 合金的锻造这一复杂动态的接触过程, 得到了 NbTi 合金锻造组织的演化规律, 确定了组织均匀的 NbTi 合金锻造工艺。结果表明: 通过模拟仿真发现, 采用小变形量, 三分之一边长下镦的方式并增加换向拔长, 可使 NbTi 合金的不同位置的变形较为均匀, 大面积消除满砧镦拔带来的变形死区, 通过实验验证最终生产出符合技术标准的 NbTi 合金棒材。与美国华昌公司(ATI)的 NbTi 合金棒材成分、微观组织和 XRE (无损检伤) 作对比, 发现成分的极差、微观组织的均匀性和无损探伤均优于美国华昌公司生产的 NbTi 棒材, 为 NbTi 合金的生产提供实际参考。

关键词: NbTi 合金; 锻造; ATI; 超导材料

中图分类号: TG314.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)10-2752-05

超导材料已广泛应于高技术领域, NbTi 合金作为一种典型的低温超导材料, 在高技术领域(高能物理、受控热核聚变、储能、磁悬浮等)中占有极其重要的地位, 已成为一种不可替代的新材料广泛应用于能源、交通、医疗、高能物理等重要领域。国际热核聚变实验堆(ITER)计划, 是目前全球规模最大的国际科研合作项目之一^[1,2]。

在 ITER 项目中, 由于 NbTi 超导线具有很好的加工性能和高的临界电流密度, 被广泛应用于大型加速器项目中^[3,4]。ITER 用 NbTi 超导线材的性能指标要求很高, 在 5 T/4.2 K 时临界电流密度须大于 2900 A/mm², 超出了目前国际上商用 NbTi 超导线材的临界电流密度仅为 2000 A/mm² 的标准, 这就需要 NbTi 超导线材加工所用的原材料具有高的均匀性和低的杂质含量, 增加了 NbTi 超导线材批量化生产的难度。目前, 包括法国、意大利、日本、美国等很多国家都已投入大量人力、物力和财力对 NbTi 合金的工程化技术进行深入研究。ITER 项目中 NbTi 线材用量约为 240 t, 价值 3 亿人民币左右, 主要用来制作大型环形磁体并利用其产生的高强磁场来约束高能量的等离子体^[5-10]。西部超导材料科技股份有限公司(Western Superconducting Technologies Co. Ltd, WST)从 1965 年至今一直致力于超导用 Nb47Ti 合金生产工艺技术等方面的研究, 取得了一批具有自主知识产权的研究成果, 实现了 NbTi 合金材料的工程化生产。鉴于此, 根据 ITER 项目要求, 全部的 NbTi 超导线材由中国西

部超导材料科技股份有限公司提供。

本实验针对 NbTi 合金材料的锻造工程化生产展开相关研究, 主要通过数值模拟来优化工艺参数, 最终与美国华昌公司的 NbTi 合金棒材成分、微观组织和 XRE 作对比, 发现优于美国华昌公司生产的 NbTi 棒材, 为 NbTi 合金的生产提供理论依据。

1 实验

本实验所采用的 Nb47Ti 合金样品均为采用真空电弧熔炼(VAR)的 $\Phi 280$ mm 和 $\Phi 520$ mm 规格铸锭, 热变形主要采用自由锻的方式进行。铸锭开坯加热、中间坯、成品棒材锻造加热设备均为电炉。不同锭号或不同规格的 NbTi 合金锭(坯)需做均匀化热处理, 均匀化热处理制度见表 1。

锻造火次 4~7, 火锻造方式; 镦粗和拔长相结合。开坯和中间坯拔长时每行程压下量 80~100 mm。

采用 $\Phi 520$ mm 的锭型, 直接采用 3 次真空熔炼经 $\Phi 360$ mm— $\Phi 440$ mm— $\Phi 520$ mm 的锭型演变, 最终得到 $\Phi 520$ mm 的 NbTi 合金铸锭如图 1 所示。铸锭制备完毕后进行扒皮取样, 最终合格(符合 N/WST 6201-2009 标准要求)后再转入到锻造工艺, 锻造之前在 1100~1200 °C 条件下高温均匀化处理, 锻造加热制度见表 2 所示, 然后进行 5 火 9 墩 9 拔热变形处理, 然后再经过表面机加、定尺、酸洗成为合格的成品棒坯, 后装包套以备生产 NbTi 超导合金线材。

收稿日期: 2015-10-09

基金项目: 国家国际科技合作专项(2013DFB50180); 陕西省科技统筹创新工程计划项目(2013KTLM-01)

作者简介: 杜予暄, 男, 1977 年生, 博士, 西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710018, 电话: 029-86538739, E-mail: 18591920265@163.com

表 1 NbTi 锭坯均匀化制度

Table 1 Homogenized measurement of semifinished NbTi

| ingot | | | |
|------------|---------------------|-----------------------------------|------------------|
| Φ /mm | Heating up time/min | Heating temperature/ $^{\circ}$ C | Holding time/min |
| 280 | 150~300 | 1000~1200 | 400~650 |

表 2 锻造加热制度

Table 2 Heating measurement of forging ($^{\circ}$ C)

| Ingot | Blank | Finished product forging |
|-----------|----------|--------------------------|
| 1000~1100 | 850~1000 | 850~930 |

2 结果与讨论

2.1 物料锻造实验结果分析

物料采用满砧压下, 应变的纵剖面云图如图 2 所示, 可以看出, 坯料存在变形死区、自由变形区和剧烈变形区, 而且变形死区较大, 部分区域未参与变形, 由于变形不均匀导致最终产品的组织出现较大差异, 如图 3 所示, 将锻造后的成品棒材纵剖后, 可以看出, 由于 NbTi 合金的强度和硬度较低, 变形过程中出现变形不充分, 造成最终的成品显微组织具有较大差异, 如图 4 所示, 纵剖低倍由于心部变形不充分导致存在明显的清晰晶粒, 边部变形相对充分, 与心部低倍上出现的清晰晶形成明显的对比。



图 1 Nb47Ti 成品酸洗后的状态

Fig.1 State of NbTi bar after acid-washing

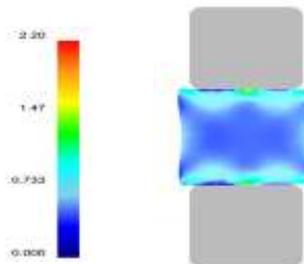


图 2 满砧压下物料应变场分布

Fig.2 Distribution of the equivalent strain during full length pressing of Hammer anvil



图 3 传统锻造方式生产的 NbTi 合金成品纵剖面宏观照片
Fig.3 Longitudinal dissection macro-organization results of NbTi alloy products by traditional forging

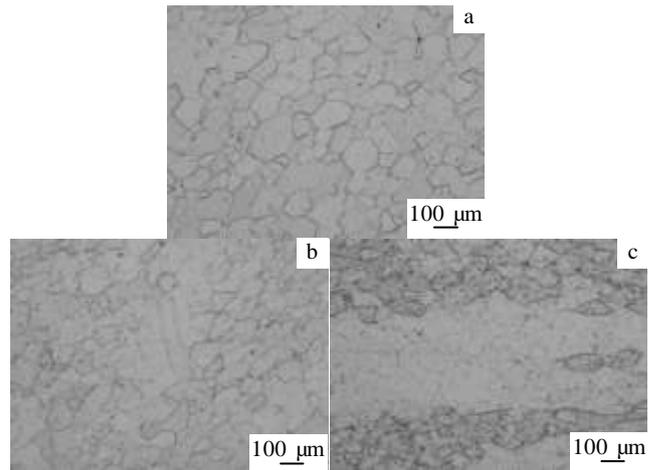


图 4 传统锻造方式生产的 NbTi 合金成品纵剖形貌

Fig.4 Longitudinal dissection microstructure results of NbTi alloy products by traditional forging: (a) edge, (b) 1/2R, and (c) center

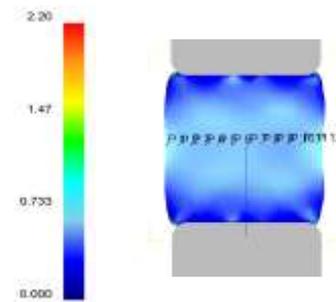


图 5 1/2 边长的宽度锤砧下压物料应变场分布

Fig.5 Distribution of the equivalent strain during 1/2 length pressing of Hammer anvil

针对坯料各个部分变形不均匀导致显微组织出现的差异问题, 将实际工艺进行虚拟实验仿真, 通过模拟上砧采用物料 1/2 边长的宽度下压^[11-13], 如图 5 所示, 发现变形死区的区域有所减小, 坯料各个部分的变形程度比图 2 所示较为均匀。

为了使得物料各个部分变形更加均匀，采用通过优化镦粗拔长变形方式的 NbTi 合金中间坯横截面应变分布云图如图 6 所示，可以看出，采用小变形量，三分之一边长下镦的方式使得最终产品的横截面变形较为均匀，大面积消除满砧镦拔带来的变形死区。

在物料的拔长的过程中，模拟传统的拔长方式如图 7 所示，从物料纵剖的应变云图可以看出，物料各个部分的变形程度存在较大差异，由于高温时 NbTi 合金的强度及硬度较小，造成了拔长时边部变形充分程度明显高于心部位置，使得不均匀程度较大，但是采用换向拔长的方式，使得物料的变形死区的位置发生改变，最终坯料各部分的变形程度基本趋于一致，如图 8 所示，物料变形后应变场可以看出，整个截面除锤痕处变形区域外的变形程度都较为均匀，将优化后的镦粗和拔长方式进行实物的验证，如图 9 所示，将验证的成品棒材纵剖后，可以看出整个纵剖截面低倍较为均匀，无明显亮斑和锻造流线，高倍显微组织如图 10 所示，边部和心部，1/2R 处组织无明显差异，均匀性较好，差别在 0.5 级以内，再结晶率 100%。

从最终物料纵剖的温度场分布结果(如图 11 所示)，可以看出锻造结束后，物料温度分布除了物料两端及边部外，温度场在物料内分布较为均匀，由于温度的一致性使得产品的各个部分的显微组织更加均匀，如图 10 所示。

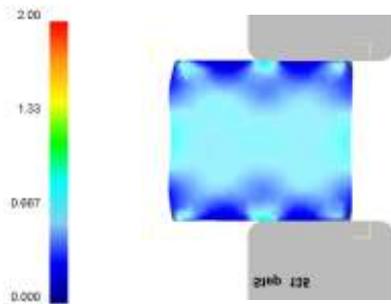


图 6 1/3 边长的宽度锤砧下压物料应变场分布

Fig.6 Distribution of the equivalent strain during 1/3 length pressing of Hammer anvil

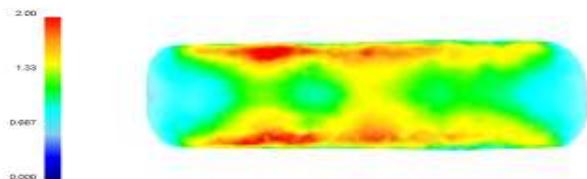


图 7 NbTi 合金传统拔长的应变场分布

Fig.7 Distribution of the equivalent strain during the traditionally forged NbTi alloy

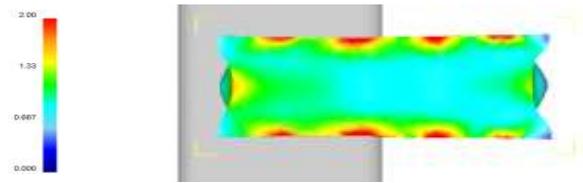


图 8 NbTi 合金对角拔长的应变场分布

Fig.8 Distribution of the equivalent strain during the reversal stretching of NbTi alloy



图 9 通过优化工艺后生产的 NbTi 合金成品纵剖面宏观照片

Fig.9 Longitudinal dissection macro-organization results of NbTi alloy products by process optimization

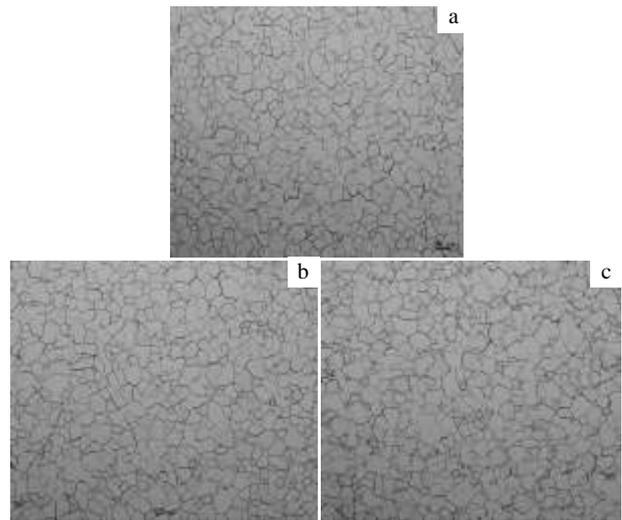


图 10 最终产品的的显微组织

Fig.10 Microstructure of the final product: (a) edge, (b) 1/2R, and (c) center

2.2 与国外相关产品的对比

表 3 是西部超导公司(WST)的 NbTi 合金成品棒材与美国华昌公司(ATI)的成品棒材成分对比表，在成品的棒材的头、中、尾 9 点取样进行成分分析。从表 3 可以看出，极差 (Δ) 0.2~0.51 级，美国华昌公司 NbTi 合金棒材的极差约 1.34，与美国华昌公司的 NbTi 合金棒材相比总体上不同位置的成分均匀性差异不大，但是成分的极差较小。

表 3 与国外相关产品的成分对比

Table 3 Composition comparison of WST products with foreign products

| Element | Ti transverse component of NbTi alloy, $\omega/\%$ | | | | | | | | | Max. | Min. | Ave. | Δ |
|------------|----------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | | | | |
| Top | 46.96 | 46.86 | 47.10 | 46.81 | 47.16 | 47.15 | 47.23 | 46.95 | 47.28 | 47.28 | 46.81 | 47.05 | 0.47 |
| WST Middle | 47.01 | 46.84 | 47.20 | 47.14 | 46.88 | 46.76 | 46.92 | 47.12 | 47.2 | 47.27 | 46.76 | 47.02 | 0.51 |
| End | 46.86 | 46.88 | 46.88 | 46.97 | 46.76 | 46.95 | 46.85 | 46.9 | 46.8 | 46.99 | 46.76 | 46.89 | 0.20 |
| ATI - | 45.16 | 44.70 | 44.83 | 45.15 | 45.94 | 45.39 | 44.60 | 45.91 | 45.38 | 45.94 | 44.60 | 45.24 | 1.34 |

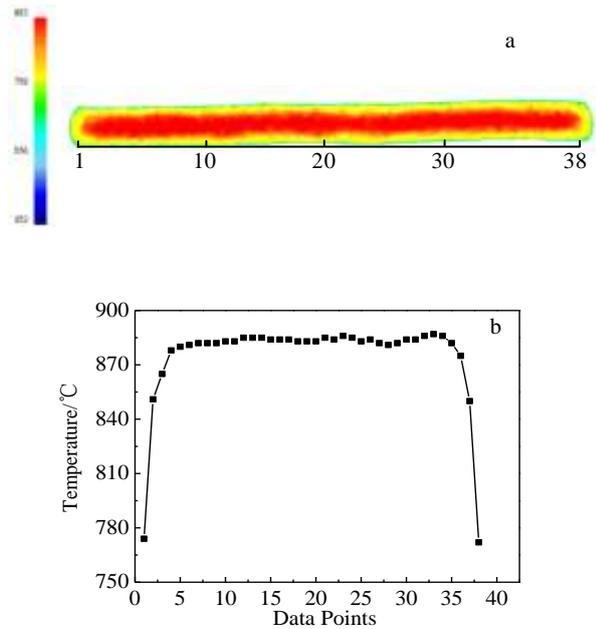


图 11 NbTi 合金锻造的物料纵剖温度场分布

Fig.11 Distribution of the temperature of NbTi alloy during the forging: (a) distribution of the temperature contours and (b) tracking point of temperature distribution

如图 12 所示,在成品棒材横向的边部,心部和 1/2R 处进行高倍检查后发现,美国华昌公司的棒材的不同位置的显微组织形态差异较大,边部显微组织较为均匀,再结晶完全,变形量相对充足;1/2R 处的显微组织的均匀性较差,同时存在 2 种极差较大的显微组织,再结晶较为均匀,晶粒的变形量较为不均匀;心部存在大量未完全再结晶的区域,心部没有得到充分的变形。西部超导公司成品 NbTi 棒材的横向高倍组织均匀,晶粒度极差在 0.5 级以内,未发现未完全再结晶的区域,总体来看,从边部到心部显微组织的一致性、均匀性和再结晶率都要优于美国华昌公司生产的 NbTi 合金成品棒材。

XRE 是检查试样内部质量重要的无损检伤手段之一,优点是形象直观的反映试样的内部的冶金缺陷,从 XRE 的照片(图 13)可以看出,美国华昌公司的 NbTi 合金棒材的横向试样整体的均匀性欠佳,不同位置的衬度存在较大差异,西部超导公司生产的 NbTi 的棒材的横向试样整体的均匀性较好,无明显衬度差异。

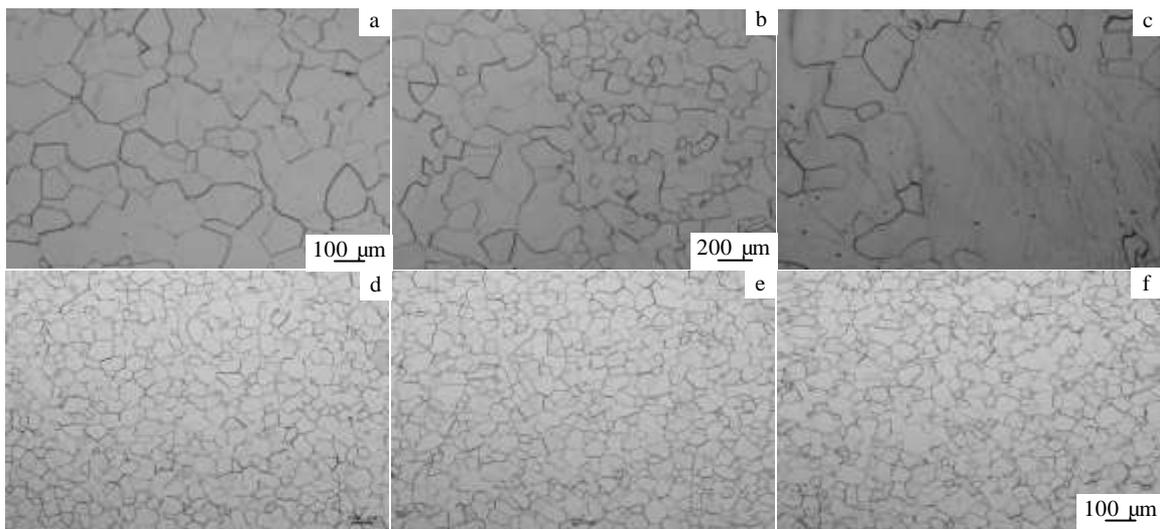


图 12 与国外相关产品的显微组织的对比

Fig.12 Microstructure comparison of WST products with foreign-related products: (a) edge-ATI, (b) 1/2R-ATI, (c) center-ATI, (d) Edge-WST, (e) 1/2R-WST and (f) center-WST

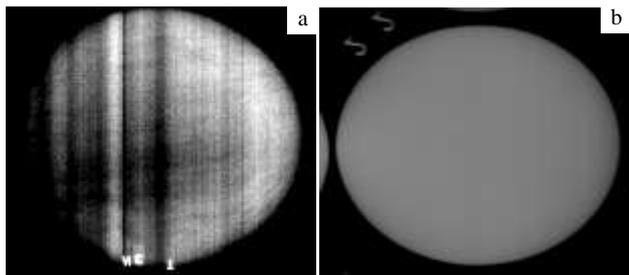


图 13 物料 XRE 照片

Fig.13 XRE photograph: (a) ATI and (b) WST

3 结 论

1) 通过模拟仿真发现,采用小变形量,三分之一边长下镦的方式并增加换向拔长,可使 NbTi 合金的不同位置的变形较为均匀,大面积消除满砧镦拔带来的变形死区,通过实验验证最终生产出符合技术标准的 NbTi 合金棒材。

2) 将最终的成品棒材纵剖后,可以看出整个纵剖面低倍较为均匀,无明显亮斑和锻造流线,边部和心部,1/2R 处高倍显微组织无明显差异,均匀性较好,差别在 0.5 级以内,再结晶率 100%。

3) 与美国华昌公司的 NbTi 合金棒材成分、微观组织和 XRE 作对比,发现成分的极差、微观组织的均匀性和无损探伤均优于美国华昌公司生产的 NbTi 棒材,为 NbTi 合金棒材的生产提供实际参考。

参考文献 References

[1] Wu Yishan(吴宜灿), Ke Yan(柯 严), Zheng Shanliang(郑善良)

et al. Chinese Journal of Nuclear Science and Engineering(核科学与工程)[J], 2004, 1: 72

[2] Pan Chuanhong(潘传红). *Physical(物理)*[J], 2010, 6: 375

[3] He Congxun(贺从训), Su Lanying(苏兰英). *Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*[J], 1990, 14(3): 21

[4] Wilson M N. *Cryogenics*[J], 2008, 48: 381

[5] Chen Zili(陈自力), Xie Baohai(谢宝海), Jiao Gaofeng(焦高峰) *et al. Chinese Journal of Low Temperature Physics(低温物理学报)*[J], 2005, 27(5): 791

[6] Li Jianfeng (李建峰), Zhang Pingxiang (张平祥), Liu Xianghong (刘向宏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2009, 38(2): 263

[7] Zhou Lian (周 廉), Li Chengren (李成仁). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 1983(5): 15

[8] Kaname K, Katsuhiko T, Tetsuhiro O *et al. Fusion Engineering and Design*[J], 2009, 84(2-6): 1058

[9] Zhou Nong(周 农), Li Chengren(李成仁), Wu Xiaozu(吴晓祖) *et al. Chinese Journal of Low Temperature Physics(低温物理学报)*[J], 1980, 2(2): 159

[10] Zhang Pingxiang(张平祥), Li Jianfeng(李建峰), Tang Xiande(唐先德) *et al. Materials China(中国材料进展)*[J], 2009(4): 10

[11] Srinivasu G, Rao R N, Nandy T K *et al. Procedia Engineering*[J], 2012, 38: 3709

[12] Ozerdem M S, Kolukisa S. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2008, 199(1): 437

[13] Seshacharyulu T, Medeiros S C, Frazier W G. *Materials Science and Engineering A*[J], 2002, 325: 112

Optimization of NbTi Alloy Bar Forging Process

Du Yuxuan, Hao Fang, Fu Baoquan, Lei Jinwen, Feng Yong, Liu Xianghong, Li Shaoqiang
(Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

Abstract: The dynamic behavior of the forging process for NbTi alloy was investigated by simulated DEFORM calculation combined with actual production. Then the evolution of the forged microstructure was achieved and the forging processing of NbTi alloy with uniform microstructure was determined. Results show that according to simulated calculation the NbTi alloy is deformed homogeneously under the condition of a small deformation range, the 1/3 length press and the reversal stretch, which eliminates effectively the deformation dead zone. It is verified by experiments that the processing can produce NbTi alloy bars meeting the related standards. The bars produced by WST (Western Superconducting Technologies Co., Ltd) are superior to those produced by ATI (Allegheny Technologies Incorporated) in composition range, microstructure uniformity and nondestructive inspection.

Key words: NbTi alloy; forging; ATI; superconductor

Corresponding author: Li Shaoqiang, Ph. D., Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710018, P. R. China, Tel: 0086-29-86518739, E-mail: 18591920265@163.com