

显微组织对 Zr-Sn-Nb 新锆合金 拉伸性能的影响

张建军, 李中奎, 王文生, 田 锋, 周 军, 石明华

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 分别采用 1 045 °C/40 min + 500 °C/1.5 h、1 045 °C/40 min + 40% 冷加工 + 500 °C/1.5 h、1 045 °C/40 min + 70% 冷加工 + 500 °C/1.5 h 工艺, 将 Zr-Sn-Nb 新锆合金加工成厚度为 1.4 mm 的试样, 用透射电镜观察它们的显微组织, 对各种条件处理的试样进行拉伸性能研究。结果表明: 在本试验所有的形变和热处理中, 1 045 °C/40 min + 70% 冷加工 + 500 °C/1.5 h 处理的样品的拉伸性能最好, 这归因于经此工艺处理后的析出相细小、弥散、均匀分布, 使材料得到第二相较理想的强化效果。

关键词: Zr-Sn-Nb 新锆合金; 拉伸性能; 显微组织

中图分类号: TG146.414

文献标志码: A

文章编号: 1000-6931(2008)S0-0202-03

Effect of Microstructure on Stretch Property for Zr-Sn-Nb New Zirconium Alloys

ZHANG Jian-jun, LI Zhong-kui, WANG Wen-sheng,
TIAN Feng, ZHOU Jun, SHI Ming-hua

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

Abstract: The specimens of Zr-Sn-Nb new zirconium alloys were treated in different ways at 1 045 °C/40 min + 500 °C/1.5 h, 1 045 °C/40 min + 40% cooling work + 500 °C/1.5 h, 1 045 °C/40 min + 70% cooling work + 500 °C/1.5 h, respectively, the final thickness was 1.4 mm. Their microstructures were examined by transmission electron microscopy (TEM), the stretch property was investigated with stretching experiments. It is found that the stretch property of specimens worked at 1 045 °C/40 min + 70% cooling work + 500 °C/1.5 h is best among all specimens processed in different ways in this study. It is concluded that bigger deformation (70%) is adopted for Zr-Sn-Nb new zirconium alloy in the processing, which enables the grain size refiner. The strengthening effect of the precipitate phase is related to their size and shape, uniform dispersion of precipitate phase can achieve ideal strengthening effect.

Key words: Zr-Sn-Nb new zirconium alloys; stretch property; microstructure

随着核电站燃料燃耗的加深和燃料元件换料周期的延长,对燃料包壳材料的性能提出了更高要求,各国研究开发了新型锆合金^[1]。在 Zr-Sn-Nb 系列中有代表性的是美国的 Zirlo 和俄罗斯的 E635。从 20 世纪 80 年代末期开始,我国也进行了新锆合金的研究,并取得了实质性的突破,但在合金的微观组织及机理方面研究尚不够深入,特别是微观组织对拉伸性能的影响方面的研究较少^[2]。锆合金是有相变的合金,合金加工过程中不同的热处理温度和加工量会产生不同的组织,材料的性能会有较大差异。晶粒细小,析出的第二相大小为纳米级、呈弥散分布的组织对材料的性能是有利的。本工作主要研究组织中析出的第二相分布状态对新锆合金拉伸性能的影响。

1 材料与实验方法

1.1 材料

所研究的新型锆合金 NZ2 为西北有色金属研究院研制的 Zr-Sn-Nb 系锆合金,合金的名义成分为 Zr-1% Sn-0.3% Nb-0.3% Fe-0.1% Cr(质量百分比,下同)。试验所用材料采用真空自耗电弧炉进行 3 次熔炼制备 $\phi 280$ mm 合金铸锭,合金锭型大于 200 kg。从铸锭上切取约 20 kg,经 β 相区锻造、淬火后形成板坯。板材试样加工条件分别为 1 045 °C/40 min + 500 °C/1.5 h、1 045 °C/40 min + 40% 冷加工 + 500 °C/1.5 h、1 045 °C/40 min + 70% 冷加工 + 500 °C/1.5 h,其中,1 045 °C/40 min 为流动水淬火。加工后所有制度试验用板材厚度均为 1.4 mm。

1.2 透射电镜组织观察

透射电镜分析在 Philips EM400 透射电镜上进行,电镜工作电压为 100 kV。主要观察合金的显微组织、位错组态等。采用电火花线切割分别对拉伸试样标距内的均匀变形部位和非应变部位切取 0.5 mm 薄片,经机械减薄至 0.05 mm 后,在 MTP-1 型双喷电解减薄机上最终减薄。电解液为 V(甲醇):V(乙二醇):V(硝酸)=200:20:10 混合液。

1.3 拉伸性能测试

室温拉伸试验在 Instron1185 拉伸试验机上进行,按照 GB 228—2002 标准执行;高温拉

伸试验设备为 UTM-I 型 5 吨万能试验机,按照 GB/T 4338—1995 标准执行,炉温波动控制在 ± 3 °C,屈服前的拉伸速度为 0.5 mm/min,屈服后为 3 mm/min,放大倍数为 50 倍,用 X-Y 仪自动记录拉伸曲线图,以确定力学性能结果。

2 实验结果和讨论

表 1 列出了 500 °C 退火后 3 种加工工艺板材的拉伸性能实验结果。从表 1 可看出:未加工退火后板材的室温、高温拉伸强度和延伸率均比冷加工板材的低,经 40% 加工量退火后,板材的室温、高温拉伸强度分别高出 7% 和 20%,延伸率分别高出 57% 和 78%,说明退火前的冷加工对提高板材的拉伸性能非常有效。

表 1 500 °C 退火后板材的拉伸性能
Table 1 Stretch property at 500 °C annealing

| 处理过程 | 试验温度 | 抗拉强度 | 屈服强度 | 延伸率 |
|--------|------------|------------|-----------------|-----|
| | | R_m /MPa | $R_{p0.2}$ /MPa | A/% |
| 70%冷加工 | 室温 | 428 | 245 | 38 |
| | 高温(375 °C) | 205 | 124 | 53 |
| 40%冷加工 | 室温 | 408 | 238 | 33 |
| | 高温(375 °C) | 197 | 84 | 50 |
| 未加工 | 室温 | 380 | 235 | 21 |
| | 高温(375 °C) | 165 | 100 | 28 |

从合金的显微组织(图 1)可观察到,未加工的板材试样 500 °C 退火处理的 TEM 组织在晶内有大量第二相析出,晶内析出相大小形状分布不均,有针状的,有颗粒状的,且有较大颗粒第二相的偏聚,而晶界未发现第二相的存在(图 1a),这主要是因为退火前未经组织的压力加工(或晶粒的细化过程)而使第二相析出时呈随机析出,因而产生不同形状的第二相分布,这种组织对拉伸性能是不利的;经 40%、70% 冷轧后的组织中,第二相均匀、细小、弥散分布于晶界和晶内,且显示有第二相钉扎位错和位错线与第二相缠结(图 1b、c、d、e),这种情况对合金的拉伸性能提高均为有利。

新锆合金中的元素 Fe、Cr、Nb 等固溶度较低,随温度的降低,基体中的合金元素以第二相的形式析出。有研究^[3-5]表明,新锆合金中合金元素以六方 $ZrFe_2$ 或 $Zr(NbFeCr)_2$ 形式存在,

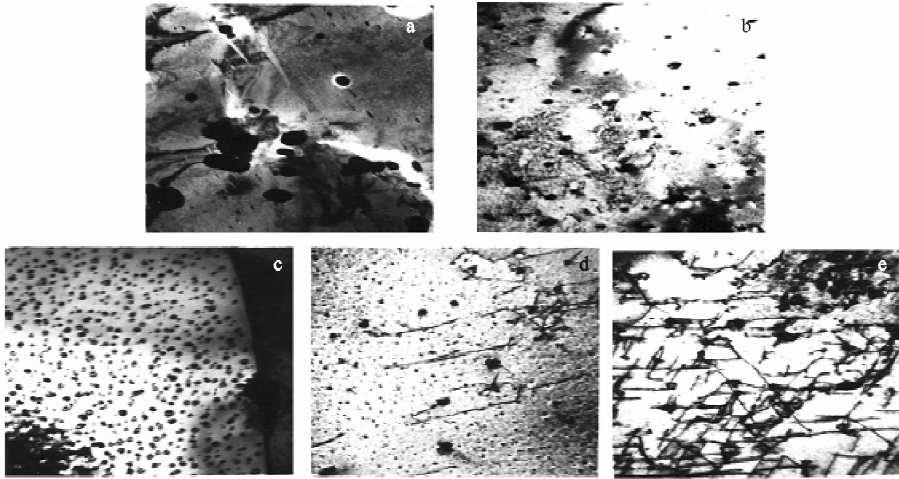


图1 两种加工量及未加工板材 500 °C 退火后的 TEM 组织

Fig. 1 Microstructure of specimens in different ways at 500 °C annealing

a——未加工退火组织,41 000×;b——40%加工量退火组织,41 000×;c——70%加工量退火组织,27 000×;
d——70%加工量位错钉扎组织,50 000×;e——70%加工量位错缠结组织,27 000×

它们为难于变形的硬脆相,因此,合金的强度主要取决于相的存在情况。当第二相呈等轴状、细小、均匀弥散分布时,强化效果最好;当第二相粗大、沿晶界分布或呈粗大针状时,强化效果不好,合金明显变脆。

强化机制遵从奥罗万机制,第二相对位错的阻碍作用形成位错环,每个位错经过微粒时均留下 1 个位错环,此环作用一反向应力于位错源,增加了位错滑移的阻力,使强度迅速提高,并符合公式 $\tau = Gb/\lambda$,即强化作用与第二相微粒间距成反比。所以,减小微粒尺寸和提高第二相微粒体积分数均可使合金的强度提高。未进行轧制板材的拉伸强度较低,主要原因是在退火前其第二相未经破碎,保持了原有的第二相形态,在退火过程中第二相长大,偏聚,分布也不均匀(图 1a),造成其强化作用减弱;经 70%冷轧后,板材组织在晶粒破碎的同时第二相也得以破碎,在随后的时效过程中析出相细小、弥散(图 1c、d),从而使板材拉伸性能得以强化。观察到 70%冷轧成品板组织中晶内存在大量的位错缠结(图 1e),说明冷加工使新锆合金得到较好的强化作用。

3 结论

Zr-Sn-Nb 新锆合金经不同加工工艺处理后进行拉伸性能的测试结果表明,1 045 °C/

40 min+70%冷加工处理的样品的拉伸性能最好。原因是经该工艺处理后,析出相细小、弥散、均匀分布,组织中晶内存在大量的位错,使材料得到相对较理想的强化效果。

参考文献:

- [1] 赵文金. 我国高性能锆合金的发展及应用前景 [R]. 四川: 中国核动力研究设计院, 2000.
- [2] LI Zhongkui, LIU Jianzhang, ZHOU Lian, et al. Research on out-of pile properties of Zr-1Sn-0.2Nb-0.3Fe-0.1Cr alloys [C]//Proceeding of the Fifth China-Japan Symposium on Materials for Advance Energy System and Fission and Fusion Engineering. Beijing: New World Press, 1998: 53-55.
- [3] LI Zhongkui. Effect of intermediate annealing and control of microstructure during hot deformation of zirconium-base alloys [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2001, 30 (Suppl.): 52-54.
- [4] CHEN H L. Intrinsic workability and metal forming analysis [D]. Missouri: University of Missouri-Rolla, 1990.
- [5] MASSIH A R, ANDERSSON T, WITT P, et al. Effect of quenching rate on the b to a phase transformation structure in zirconium alloy [J]. Journal of Nuclear Materials, 2003, 322: 138-151.