

热处理工艺参数对双相 Zr-2.5Nb 合金组织演变机制及力学性能的影响

章勋亮¹, 张聪惠¹, 朱文光¹, 宋慷慨¹, 蒲娇¹, 宋国栋¹, 周宣², 周军²

(1. 西安建筑科技大学 冶金工程学院, 陕西 西安 710055)

(2. 西安西部新核材料科技有限公司, 陕西 西安 710200)

摘要: 在 $\alpha+\beta$ 两相区高温区 (750~850 °C) 对热轧态 Zr-2.5Nb 合金板材进行加热, 保温不同时间 (1~10 h), 随后以不同方式冷却至室温, 研究热处理工艺参数对合金微观组织类型、显微组织特征 (相含量、晶粒尺寸等) 及力学性能的影响。结果表明, 与水冷时发生的切变型相变相比, 空冷和炉冷时均发生扩散型相变, 其中空冷过程中 β 相内部析出纳米级板条状 α_s 相, 形成双态组织; 炉冷过程中 α_p 相直接消耗 β 相长大, 形成等轴组织。随着热处理温度的升高和保温时间的延长, 炉冷等轴组织中 α_p 相含量基本保持不变、平均晶粒尺寸增加, 残余 β 相连续性增强; 空冷双态组织中 α_p 相含量逐渐减小, β_{trans} 相连续性增强, α_s 相片层宽度增大。与炉冷等轴组织相比, 空冷双态组织中纳米级 α_s 相使合金具有更高的强度、 α_p 相保证了良好的塑性, 降低热处理温度、减少保温时间可使双态组织合金获得优异的强塑性匹配。

关键词: Zr-2.5Nb 合金; 高温 $\alpha+\beta$ 两相区热处理; 组织演变机制; 显微组织特征; 力学性能

中图分类号: TG146.4⁺14

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)09-2571-09

锆合金因具有低的热中子吸收截面、优异的抗腐蚀、蠕变及辐照性能, 广泛应用于核工业中的结构材料^[1-3]。作为一种重要的 Zr 基合金, Zr-2.5Nb 合金由于具有更低的吸氢速率、更好的抗蠕变和断裂强度^[4-6], 在重水堆 (PHWRs) 中常用作压力管 (PT) 材料。压力管是决定反应堆寿命和安全运行的关键, 其微观组织 (相组成、晶粒尺寸、形状、体积分数) 决定了压力管的使用性能, 而微观组织又受到热机械加工工艺参数的显著影响^[7-10]。因此, 深入研究热机械加工过程中 Zr-2.5Nb 合金的微观组织及力学性能, 对于优化压力管工艺具有理论指导意义。

Zr-2.5Nb 合金由 hcp 结构的 α 相与 bcc 结构的 β 相组成^[11-12]。压力管用 Zr-2.5Nb 在 $\alpha+\beta$ 两相区进行高温加工, 呈现 $\alpha+\beta$ 双相分布^[3,13]。由于 Zr-2.5Nb 合金的相变、组织演变过程具有复杂性^[14-20], 改变热机械加工参数将对其最终组织产生显著影响, 同时也为优化热处理工艺获得优异的综合性能提供了可能性。研究表明^[21], 经热处理强化的 Zr-2.5Nb 合金压力管在 FUGEN 反应堆中表现出优异的性能, 压力管的变形率不超过设计标准。近年来, 印度

核电项目也开展了热处理强化 Zr-2.5Nb 压力管的开发, 开发压力管具有优异的机械性能和微观结构稳定性^[22]。

对于 Zr-2.5Nb 合金而言, 控制相变是一种将非均匀的相结构引入材料并获得优异力学性能的有效方法。Zhang 等^[20]研究了冷却方式对 Zr-2.3Nb 合金微观组织及力学性能的影响, 通过空冷获得综合力学性能优异的双态组织; Devi 等^[14]研究了热处理温度及保温时间对双态组织形成过程的影响, 认为 $\alpha_p+\beta_{trans}$ 相组合结构可获得较好的综合力学性能; Kulkarni 等^[23]研究提出, 通过加快冷却速度可细化 β_{trans} 相内部的析出相从而获得更高的强度。上述工作表明双态组织具有优异的综合性能并提出热处理工艺, 但是 $\beta\rightarrow\alpha$ 相变对于冷却速率的响应机制、热处理工艺参数对显微组织特征 (相含量、晶粒尺寸等) 的影响规律以及显微组织特征对力学性能影响机制仍需进一步深入揭示。

为此, 本研究改变 Zr-2.5Nb 热处理温度、保温时间和冷却方式, 深入研究热处理工艺参数对显微组织特征的影响机制以及显微组织特征对于材料力学性能的影响规律。

收稿日期: 2023-09-10

基金项目: 国家自然科学基金面上项目 (52275161); 陕西省重点产业创新链 (群)-工业领域项目 (2023-ZDLGY-20); 陕西省创新人才推进计划-科技创新团队项目 (2023-CX-TD-50)

作者简介: 章勋亮, 男, 1997 年生, 硕士生, 西安建筑科技大学冶金工程学院, 陕西 西安 710055, E-mail: 46645560@qq.com

1 实验

本工作所研究的材料为压力管用 Zr-2.5Nb 合金，其铸锭在 β 单相区 (1000 °C) 进行热锻造以破坏铸锭组织获得细小晶粒，随后进行 β 单相区 (1000 °C) 均匀化淬火促进 Nb 元素均匀分布，最后进行 850 °C 热轧。本研究以该热轧板材为初始材料进行相关热处理试验。

将初始板材加热至 $\alpha+\beta$ 两相区高温区，分别在 750、800 和 850 °C 保温 1、3 和 10 h，随后以水冷、空冷和炉冷的方式冷却至室温。此外，由于炉冷过程中冷却速率较慢，易于实现精确调控，本研究将初始材料加热至 850 °C 保温 1 h 后分别炉冷至 825~500 °C，随后立即将试样进行水淬以保留材料的高温亚稳状态，以便深入分析 $\beta \rightarrow \alpha$ 扩散相变机制。

采用 Gemini SEM 300 场发射扫描电子显微镜对实验材料的微观组织结构进行表征，采用 EDS 探测器对晶粒内部 Nb 元素含量进行统计，选用点扫描方式、每组采集 10 个数据并求平均值。对热处理后的样品依次经过 400#、1000#、1500#、2000#、3000# 的金相砂纸进行研磨，随后使用 HF:HNO₃:C₃H₆O₃=1:3:3 的溶液进行金相腐蚀，制备出 SEM 样品。

利用 Image-Pro plus 软件对热处理样品的 SEM 图进行相的相对量定量统计，利用 Nano Measurer 对热处理样品的 SEM 图进行晶粒尺寸的定量统计，每组样品选取 5 张倍数较低的 SEM 图进行统计，以保证统计区域

具有代表性。在进行晶粒尺寸统计时，保证每张 SEM 图中统计 300 个以上晶粒，以保证统计的准确性。

从热处理获得的块状 Zr-2.5Nb 合金样品的中心切取狗骨状拉伸试样，取样方式及样品的形状尺寸设计如图 1 所示，狗骨状试样的拉伸平行段所在平面平行于 RD-TD 平面，以研究 Zr-2.5Nb 合金样品轧向的力学性能。

每个热处理参数制备 3 个拉伸试样进行重复试验，狗骨状拉伸试样的标距为 15 mm，平行段宽度为 3 mm，厚度为 2 mm。采用 Instron 5969 试验机，在室温下以 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的应变率进行准静态拉伸试验。

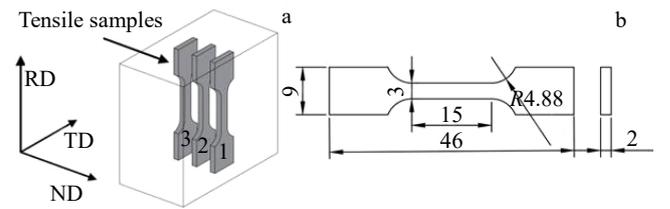


图 1 拉伸试样取样方式及尺寸

Fig.1 Sampling method (a) and size (b) of tensile specimen

2 结果与讨论

2.1 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变对于冷却速率的响应机制

热轧后的初始微观组织如图 2a 所示，由完全再结晶的等轴 α 相以及未完全动态再结晶的拉长条形 α 相，以及 β_{trans} 相内部细小的 α_s 板条组成。图 2b~2d 显示了热轧

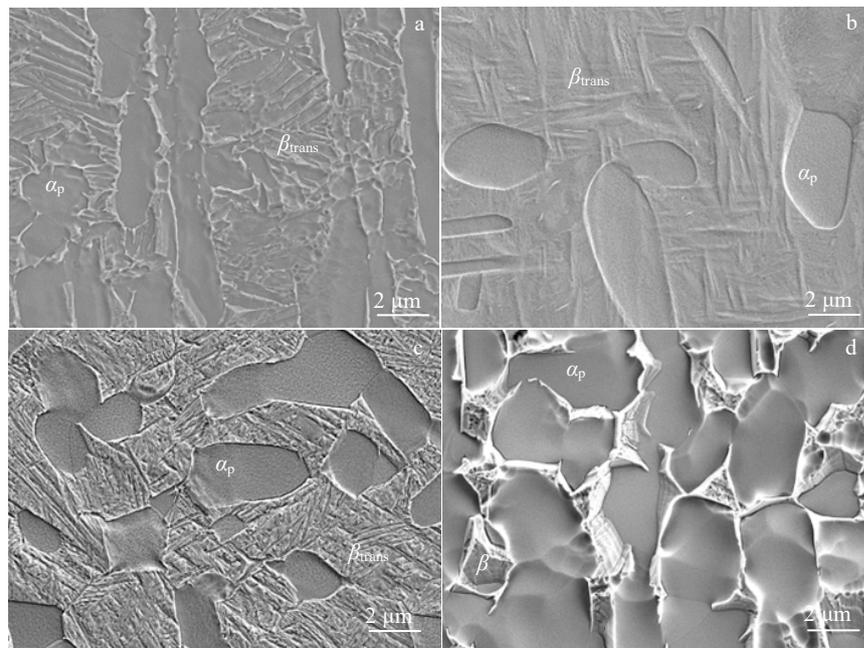


图 2 原始热轧态及 850 °C 保温 1 h 不同方式冷却的试样显微组织

Fig.2 Microstructures of the initial hot-rolled sample and the samples heat treated at 850 °C for 1 h and then cooled different methods: (a) original hot-rolled, (b) water-quenching, (c) air-cooling, and (d) furnace-cooling

态样品加热至 850 °C 保温 1 h 后分别以水冷、空冷和炉冷 3 种方式得到的显微组织, 3 种组织的 α_p 相均为完全再结晶的等轴状, 但是 $\beta/\beta_{\text{trans}}$ 相的特征具有明显差异, 其中水冷样品组织中 β_{trans} 相内部析出稀疏的针状组织如图 2b 所示, 空冷样品组织中 β_{trans} 相内部析出密集的小片层组织如图 2c 所示, 而炉冷组织中 β 相内部则没有发生转变, 分布于 α_p/α_p 晶界或三角晶界处, 且其体积分数显著降低如图 2d 所示。

当 Zr-2.5Nb 合金经过 850 °C 热处理后, α_p 相呈完全再结晶的等轴状。水冷使得 Zr-2.5Nb 合金 β 相发生典型的无扩散型 $\beta \rightarrow \alpha'$ 马氏体相变^[20], 因此水冷样品中的针状组织为 α' 马氏体, 水冷过程发生马氏体相变同样说明, 在加热至 850 °C 保温 1 h 后, 热轧后形成的 β_{trans} 相完全溶解, 保温过程中形成 $\alpha+\beta$ 双相分布, 并且由于马氏体相变的无扩散性, 水冷组织中 $\alpha_p/\beta_{\text{trans}}$ 相相对含量、 α_p 相平均晶粒尺寸以及 β_{trans} 相内部 Nb 元素的含量保留了保温过程中的亚稳状态。而空冷和炉冷则发生 $\beta \rightarrow \alpha$ 扩散型相变^[13,20], 因此空冷组织中 β_{trans} 相内部密集的小片层组织为冷却过程中 β 相发生扩散型相变的重新析出的 α_s 相。

在空冷过程中, 由于较快的冷速, Nb 元素在较大体积的 β 相内部发生溶质再分配, 尤其在 α/β 相界面缺陷处产生贫溶质区并形核析出 α_s 相, 析出的 α_s 相与母相 β 保持特定的 Burgers 取向关系与惯习面, 并呈板条状以降低应变能, 同时产生的共格界面不易于接受 Zr 原子且冷速较快经历相变时间短, 使得 α_s 相尺寸保持在纳米级^[17-18,23], 因此板条间残余 β 相内部 Nb 元素的含量难以精确测量。

区别于空冷过程中 α_s 的形核长大过程, 炉冷过程中 β 相内部无 α_s 相析出, 且 α_p 相相含量显著提升, 因此炉冷过程中的相变机制为保温过程中未完全溶解的 α_p 相消耗 β 相直接长大^[15-16]。

因此, 相较于空冷和水冷组织, 炉冷后 α_p 相晶粒尺寸增大、体积分数显著升高。伴随着 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变的进行, 虽然残余 β 相体积分数显著降低, 但由于 Nb 元素在 β 相中具有更高的扩散速率和固溶度^[24-25], 导致 Nb 元素向

残余 β 相内部扩散, 其含量显著升高至 12.93%(见表 1)。

不同冷却速率导致的 2 种不同类型扩散相变可以采用经典的固态相变理论解释。固态相变驱动力为母相 β 与新相 α 的自由能差, 阻力为新相的表面能。析出针状 α_s 相虽应变能较低, 但其表面能较高, 因此 α_s 相的形核长大需要更大的过冷度。而炉冷过程冷却速率较低, 过冷度小, α_s 相无法形核, 未溶解的 α_p 相直接长大降低了界面能。空冷可获得较大过冷度致使 β 相中析出 α_s 相^[26-27]。

2.2 热处理工艺参数对显微组织特征的影响

2.2.1 炉冷过程组织演化规律

为了对炉冷过程中的组织演变规律进行分析, 对试样进行 850 °C 保温 1 h 后, 炉冷至一定温度后立即淬入水中, 以反映炉冷至某一温度下组织中的 α_p 相含量和 β 相内 Nb 元素含量。水淬后显微组织如图 3 所示, 随着冷却温度的降低, α_p 相含量逐步升高, 当冷却温度高于 775 °C 水淬时, β 内部会出现明显的马氏体组织(如图 3 黄色箭头所示), 但冷却温度继续降低, 在 SEM 下无法观测到马氏体组织。这是由于, 随着温度降低, β 相体积分数减小致使其内部 Nb 元素富集, 从而导致 β 相更加稳定、水冷过程中不再发生马氏体相变。

图 4 统计了炉冷过程中随温度降低亚稳组织中的 α_p 相的体积分数、 α_p/β 相内部 Nb 元素含量的变化情况。降温初期, α_p 相的体积分数和 β 相内 Nb 元素含量的升高都近似呈线性增加, 当温度降低至 700 °C 时, α_p 相的体积分数升高至 70% 以上并在后续冷却过程中保持稳定, β 相内部 Nb 元素的扩散过程与之对应, 当温度降低至 700 °C 以下时, Nb 元素含量升高至 10% 以上并在后续冷却过程中保持稳定。Nb 元素在 β 相内含量的变化波动较大, 原因可能在于以下两方面: 第一, EDS 对于元素含量的定量分析可能存在一定误差; 第二, 由于 Nb 元素的扩散特性, 三叉晶界处 Nb 元素的含量可能比 α_p/α_p 晶界处更高。此外, 在炉冷过程中, α_p 相内 Nb 元素含量基本没有变化, α_p/β 相内部 Nb 元素含量的变化情况符合 Nb 元素在 β 相中具有更高的扩散速率和固溶度的特征^[24-25]。

根据炉冷过程中随温度降低 α_p 相的体积分数、 α_p/β

表 1 3 种不同冷却方式得到的相关显微组织特征统计

Table 1 Statistics of related microstructure characteristics obtained by three cooling methods

	Water quenching	Air cooling	Furnace cooling
Composition	$\alpha_p+\beta+\alpha'$	$\alpha_p+\beta+\alpha_s$	$\alpha_p+\beta$
α_p phase content, $\omega/\%$	13.53	31.03	74.90
Average grain size of α_p phase/ μm	2.37	2.91	4.56
Nb content in α_p phase, $\omega/\%$	2.18	2.19	1.62
Nb content in $\beta/\beta_{\text{trans}}$ phase, $\omega/\%$	4.66	-	12.93

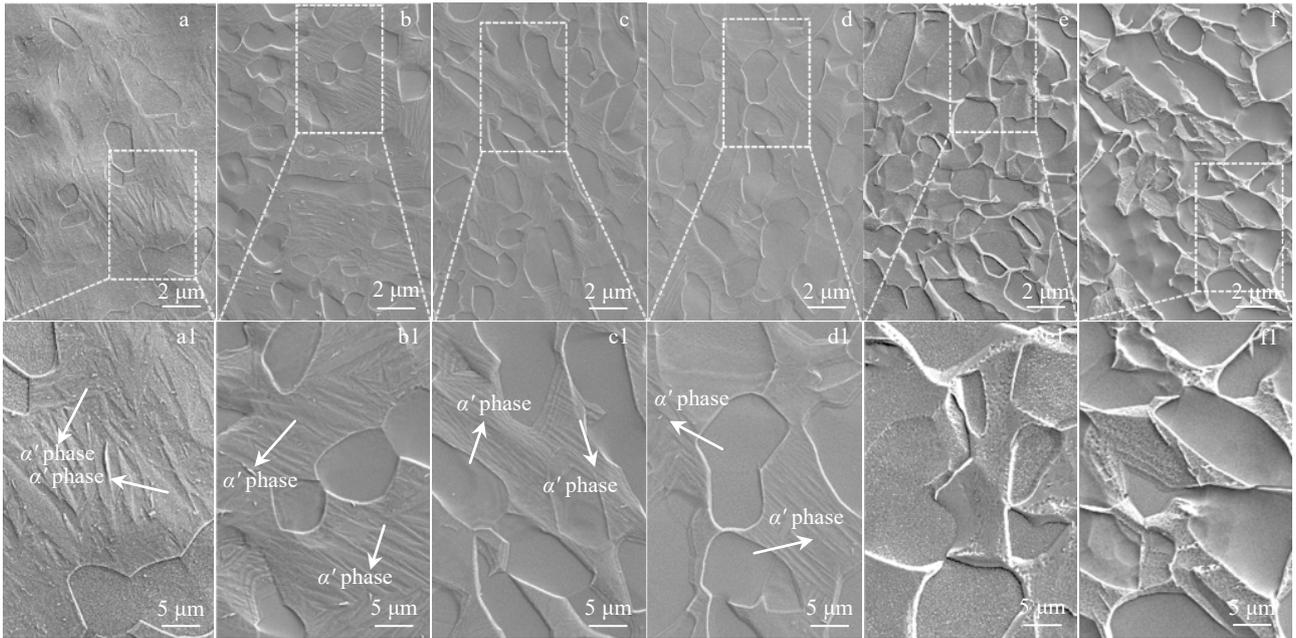


图 3 850 °C 保温 1 h 后冷却至一定温度水淬试样的显微组织

Fig.3 Microstructures of the sample heat treated at 850 °C for 1 h (a, a1) and then cooled to 825 °C (b, b1), 800 °C (c, c1), 775 °C (d, d1), 750 °C (e, e1), and 725 °C (f, f1) followed by immediate water quenching

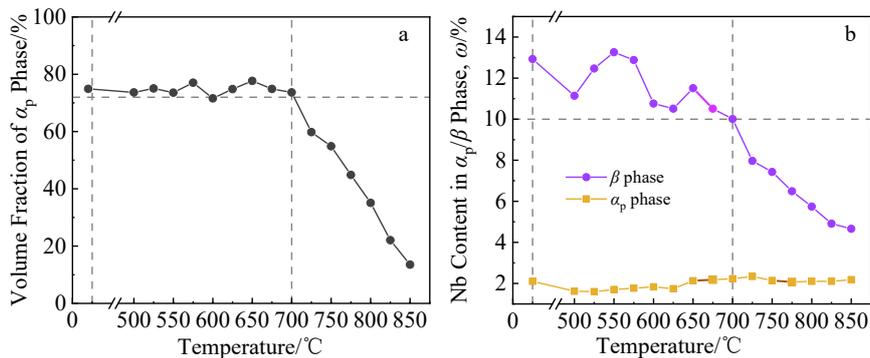


图 4 850 °C 保温 1 h 后冷却至一定温度水淬显微组织特征统计

Fig.4 Statistics of microstructure of the hot-rolled plate heat treated at 850 °C for 1 h and then cooled to specific temperatures followed by immediate water quenching: (a) volume fraction of α_p phase vs temperature and (b) Nb content in α_p/β phase vs temperature

相内部 Nb 元素含量的变化情况，绘制了 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变机制示意图（如图 5 所示）。在冷却初期（由 850 °C 降低至 700 °C），未溶解的 α_p 相消耗 β 相直接长大，同时大部分 Nb 原子向残余 β 相内部扩散，当 Nb 元素含量高至可使 β 相达到室温稳定态时，转变停止。图 6 为热轧态样品在 750、800 和 850 °C 保温一定时间后炉冷得到的显微组织，所有试样的组织均由 α_p 相和分布在 α_p/α_p 晶界和三叉晶界处的残余 β 相组成。当热处理温度较低时，残余 β 相连续性不强，部分呈“孤岛”状分布，随热处理温度升高和保温时间延长， β 相连续性增强。

表 2 为炉冷后显微组织特征统计表。结果表明，5

种热处理条件下组织中的 α_p 相含量以及 β 相内 Nb 元素含量几乎没有变化，表明两相达到稳定状态。但随着温度升高以及保温时间的延长， α_p 相平均晶粒尺寸有所增大。

热处理温度的升高和保温时间的延长显著影响加热和保温过程中的 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变，随着相变过程的进行， α_p 相逐渐被吞并，也使得晶粒数量减少且炉冷至室温后晶粒尺寸的增大。由于炉冷过程中 α_p 相不会重新形核，当晶粒数目少时 α_p 相连续性变差则导致残余 β 相连续性增强，并随热处理温度升高和保温时间延长，在炉冷后逐渐呈现连续的网络状分布。

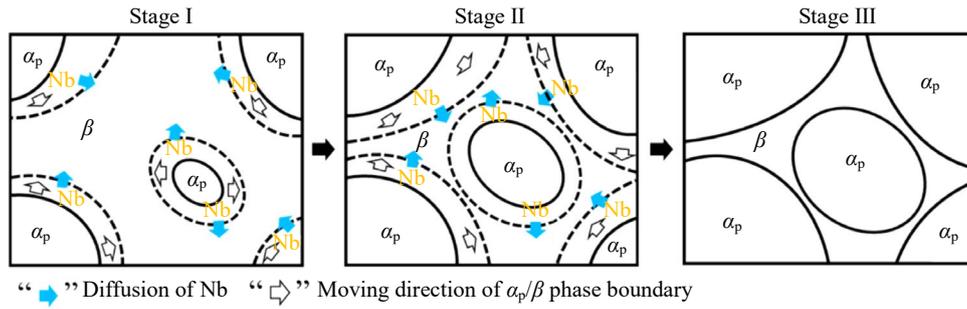


图 5 炉冷过程中 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变过程示意图

Fig.5 Schematic diagrams of $\beta \rightarrow \alpha$ phase transition during furnace cooling process

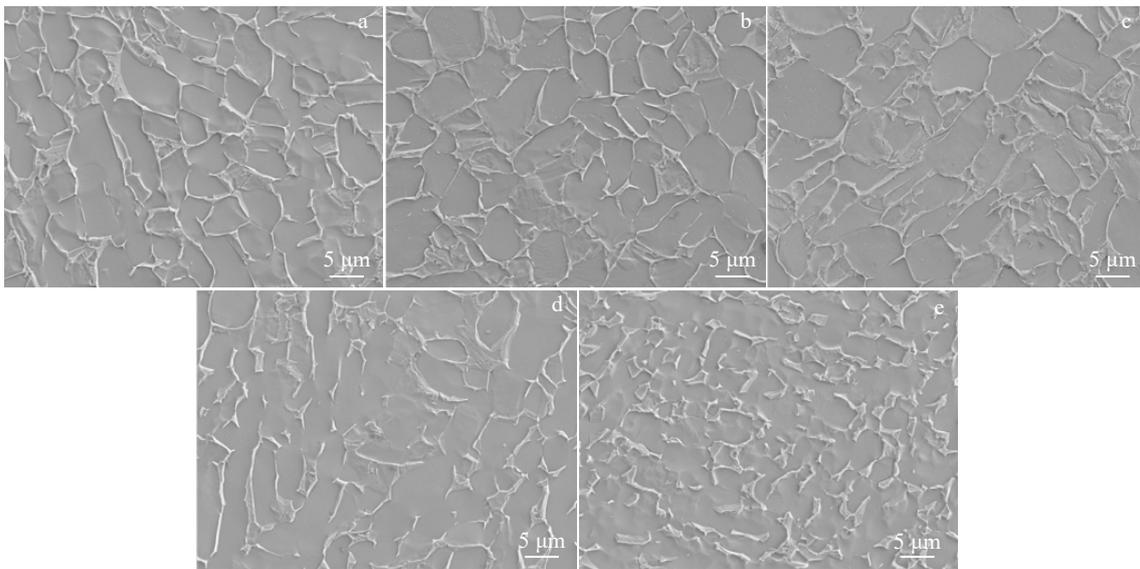


图 6 热轧态样品加热至 750、800 和 850 °C 保温一定时间后炉冷得到的显微组织

Fig.6 Microstructures of hot-rolled plates heat treated at 750, 800 and 850 °C for different durations followed by furnace-cooling: (a) 850 °C/1 h, (b) 850 °C/3 h, (c) 850 °C/10 h, (d) 800 °C/10 h, and (e) 750 °C/10 h

表 2 炉冷样品显微组织特征统计

Table 2 Statistics of microstructure characteristics of furnace-cooling samples

Parameter	850 °C/1 h	850 °C/3 h	850 °C/10 h	800 °C/10 h	750 °C/10 h
α_p phase content, $\omega/\%$	74.90	73.56	72.37	75.50	77.03
Nb content in β phase, $\omega/\%$	13.53	14.34	15.09	15.07	10.67
Average grain size of α_p phase/ μm	4.56	5.65	6.16	4.90	4.43

2.2.2 空冷过程组织演化规律

图 7 为在 750、800 和 850 °C 保温不同时间后空冷得到的显微组织，所有组织都是 $\alpha_p + \beta_{\text{trans}}$ 的组合，并且在 β_{trans} 内部可清晰观察到尺寸细小的板条状 α_s 相。值得注意的是，当热处理温度较低时， β_{trans} 相的连续性不强，随着温度升高连续性逐渐增强，并且温度达到 850 °C 时 β_{trans} 相已基本呈连续分布。

图 8a 中空冷样品 α_s 相平均片层宽度的统计结果表

明，当热处理温度由 750 °C 升高至 850 °C，或保温时间由 1 h 延长至 10 h 均使得 α_s 相平均片层宽度显著增加。随热处理温度的升高， β 相内部 Nb 元素含量减小，如图 8b 所示，由于 Nb 元素的特性使得 β 相稳定性降低，也使得 α_s 相的形核长大更加容易，最终使得 α_s 相平均片层宽度增大。而热处理温度不变时，在保温时间内 β 相含量以及其内部 Nb 元素含量将保持在平衡状态，因此延长保温时间导致 α_s 相粗化的原因并非 Nb 元素含量的

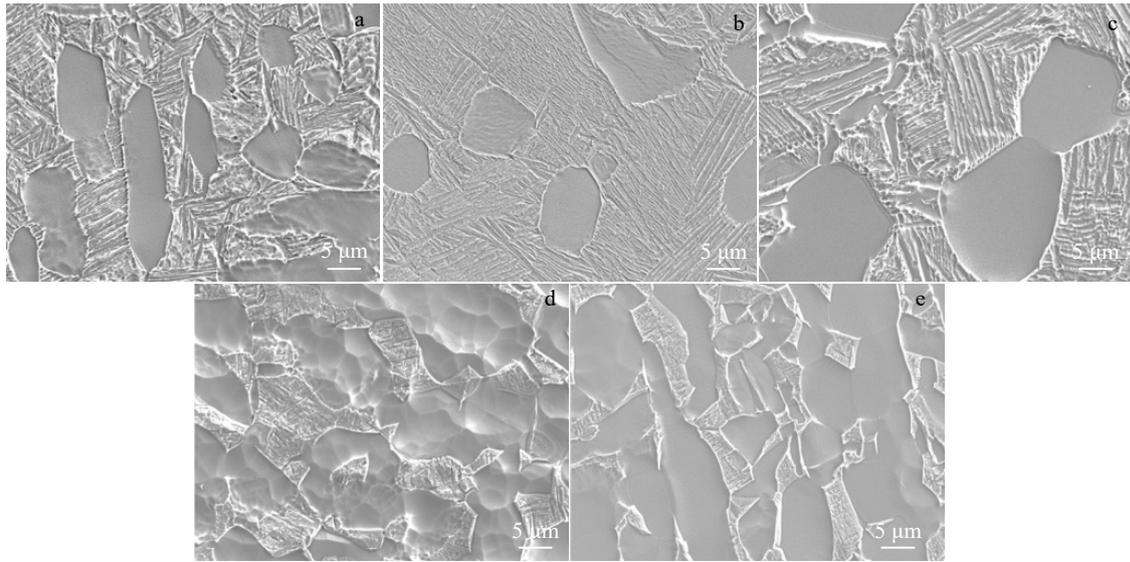


图 7 热轧态样品加热至 750、800 和 850 °C 保温不同时间后空冷得到的显微组织

Fig.7 Microstructures of hot-rolled plate heated at 750, 800 and 850 °C for different durations followed by air cooling: (a) 850 °C/1 h, (b) 850 °C/3 h, (c) 850 °C/10 h, (d) 800 °C/10 h, and (e) 750 °C/10 h

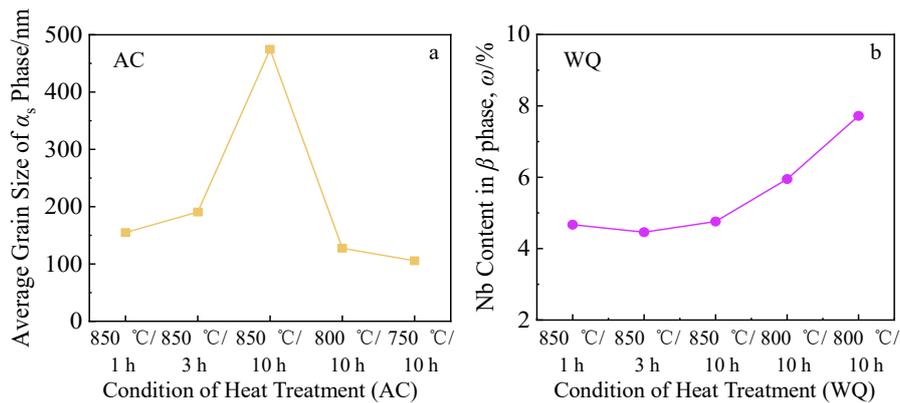


图 8 不同热处理条件下水冷样品和空冷样品中 α_s 的平均晶粒尺寸及 β 相中的 Nb 含量

Fig.8 Average grain size of α_s phase (a) and Nb content in β phase (b) of samples obtained by water cooling and air cooling under different heat treatment conditions

变化。2.2.1 节提到，高温保温过程将使得部分 α_p 相溶解并导致总 α_p/β 相界面面积减小，而 α_s 相的形核长大类似于魏氏组织转变^[10,20,23,28]，其形核强烈依靠相界面为基底，因此保温时间延长导致形核数量降低，最终导致 α_s 相粗化。

图 9 为直接水淬和空冷试样中 α_p 相含量及其平均晶粒尺寸的统计图。结果表明，5 种热处理条件下空冷试样中的 α_p 相含量及平均晶粒尺寸均高于水冷试样，如前所述空冷过程中的 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变为 β 相内部的 α_s 相形核长大过程，则空冷试样与空冷试样的 α_p 相含量及平均晶粒尺寸应该接近，造成这种差异的原因可能是在冷却初期过冷度较小， β 相内部 α_s 相无法形核，只能发生一定程

度的如 2.2 节所述的 α_p 相的直接长大。

根据以上分析绘制了空冷过程中 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变示意图(如图 10 所示)，空冷初期由于过冷度较小， α_s 相没有足够的驱动力形核，此时 α_p 相消耗一小部分 β 相直接长大，随着冷却过程的进行，相变驱动力增大， β 相内部形成贫 Nb 区，随后 α_s 相形核长大完成转变。

2.3 显微组织特征对力学性能影响机制

双相合金的力学性能受到多个因素综合的影响，如相形态、相含量、晶粒尺寸等。本研究中通过调整热处理工艺参数制备了具有不同显微组织特征的样品，样品的工程应力-应变曲线以及相应抗拉强度、延伸率的变化如图 11 所示。

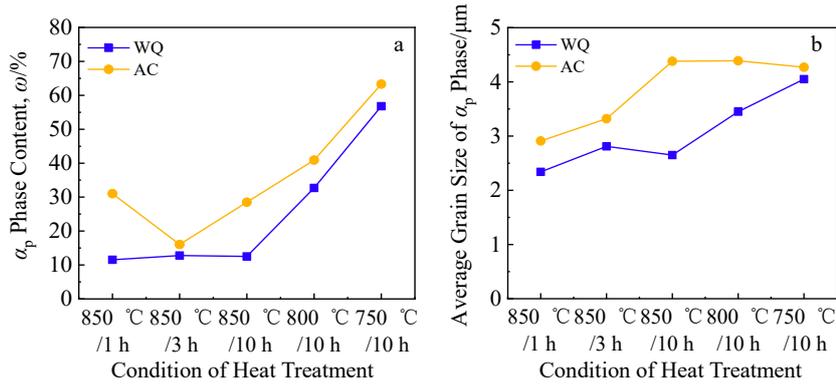


图 9 不同热处理条件下水冷样品和空冷样品 α_p 相含量及 α_p 相的平均晶粒尺寸

Fig.9 α_p phase content (a) and average grain size of α_p phase (b) of air cooling and water quenching samples under different heat treatment conditions

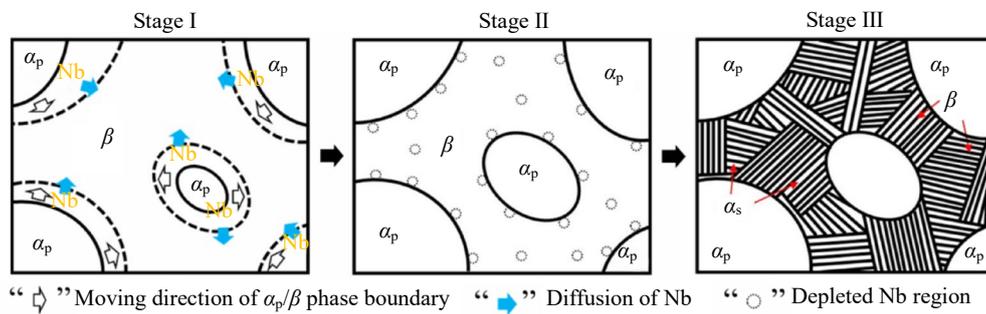


图 10 空冷过程中 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变过程示意图

Fig.10 Schematic diagrams of $\beta \rightarrow \alpha$ phase transition during air cooling process

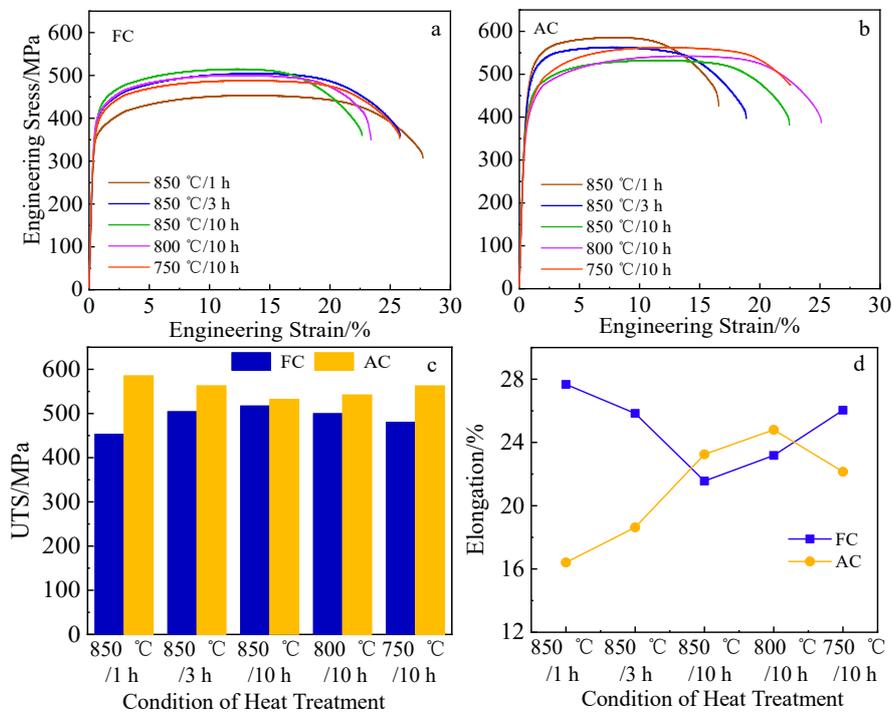


图 11 空冷和炉冷样品拉伸曲线及力学性能

Fig.11 Tensile curves and mechanical properties of air cooling and furnace cooling samples: (a) tensile curves of equiaxed structure alloys, (b) tensile curves of bimodal structure alloys, (c) ultimate tensile strength, and (d) elongation

对空冷和炉冷试样的抗拉强度进行对比分析表明, 所有具有双态组织的空冷样品的抗拉强度均高于具有等轴组织的炉冷样品, 如图 11c 所示, 且随热处理温度和保温时间的降低这种差值逐渐增大。对于 Zr-2.5Nb 合金, β_{trans} 相的性质显著影响力学性能^[14,20,23], 由于 bcc 结构的 β 相强度较低^[29], 而空冷过程中 β 相内部析出纳米级板条状的 α_s 相使得 β_{trans} 相强度提升从而使得试样整体的强度提升。炉冷试样的抗拉强度随热处理温度升高和保温时间延长而增加, 根据 2.2 节对于炉冷组织显微组织特征的统计, 所有炉冷试样的残余 β 相含量及其内部 Nb 元素的含量变化不大, α_p 相晶粒尺寸随热处理温度升高和保温时间延长而增大。炉冷等轴组织中 α_p 相占据了大部分体积分数, 根据 Hall-Petch 关系, 强度应随着 α_p 相晶粒尺寸的增大而降低, 这显然出现了矛盾。此外, β 相的连续性是随着热处理温度和保温时间延长而增强的, 残余 β 的存在虽使得材料整体强度降低, 但对于同一类型试样, 在 α_p/α_p 晶界处连续分布的 β 相能突破 α_p 相尺寸效应并使得材料的抗拉强度有所升高。研究表明^[30-32], 在锆合金中 α_p/α_p 晶粒间的滑移传递是很容易观察到的现象, 而晶粒间的滑移传递现象能够缓解界面处的应力集中并使得材料的强度降低, 而对于 α_p/β 相界面, 滑移难以穿过相界面。虽然 β 相为软相, 但连续分布的 α_p/β 相界面使得同一类型试样的抗拉强度在一定程度升高。双相合金的强度受到多因素的协同影响, 在等轴组织中主要包括残余 β 相的连续性和 α_p 相平均晶粒尺寸, 在本研究中具有等轴组织样品的强度与 α_p 相平均晶粒尺寸出现矛盾关系, 显然残余 β 相的连续性占主要影响地位, 但二者的协同影响仍需进行更深入的研究。空冷试样的抗拉强度变化呈现出随热处理度升高和保温时间延长而减小的趋势, 850 °C/1 h 与 750 °C/10 h 样品均表现出较高的抗拉强度, 而 850 °C/10 h 抗拉强度最低, β_{trans} 的连续性不再是其决定性因素。如同钛合金中典型的双态组织, 由于析出纳米级片层 α_s 相, 大量 $\alpha_s/\beta_{\text{trans}}$ 相界面有效地阻碍了位错滑移使得 β_{trans} 的强度显著提升, 并且强烈依赖于 α_s 相的尺寸效应^[14,33-34], 较小尺寸的 α_s 析出相使得变形过程中 β_{trans} 相内位错的平均自由程减小, 导致位错在 $\alpha_s/\beta_{\text{trans}}$ 相界面的堆积从而强化合金。

对空冷和炉冷样品延伸率的统计结果表明, 炉冷样品的延伸率表现出与强度的矛盾关系, 但空冷样品的延伸率却不同, 对比 850 °C/1 h 与 750 °C/10 h 空冷样品可以发现, 2 组样品都获得最高的抗拉强度但 750 °C/10 h 试样塑性却没有显著下降, 如上所述, α_s 相尺寸对强度具有决定性影响, 但是 750 °C/10 h 试样中 β_{trans} 相存在部分不连续分布的情况, 意味着其内部微观组织中仍包含大量 α_p/α_p 晶界, 晶界处的滑移传递行为可以避免应力集中,

除此之外, β_{trans} 相含量的降低也代表着 $\alpha_s/\beta_{\text{trans}}$ 相界面数量的降低, 有助于缓解应力集中导致的相界面开裂从而提升塑性, 因此较低温度和较短保温时间的热处理条件下空冷制备出双态组织有利于合金获得优异的强塑性匹配。

3 结 论

1) 将合金加热至高温 $\alpha+\beta$ 两相区保温后炉冷或空冷至室温, 使得 Zr-2.5Nb 合金发生 2 种不同类型的扩散相变, 其中空冷过程中 β 相内部析出纳米级板条状 α_s 相, 形成双态组织; 炉冷过程中 α_p 相直接消耗 β 相长大, 形成等轴组织。

2) 随着热处理温度的升高和保温时间的延长, 空冷得到的双态组织中 α_p 相含量逐渐减小, β_{trans} 相连续性增强, α_s 相片层宽度增加; 炉冷得到的等轴组织中 α_p 相含量基本保持不变、平均晶粒尺寸增加, 残余 β 相连续性增强。

3) 与炉冷等轴组织相比, 空冷双态组织中纳米级 α_s 相使合金具有更高的强度、 α_p 相保证了良好的塑性, 降低热处理温度、减少保温时间可使双态组织合金具有优异的强塑性匹配。

参考文献 References

- [1] Adamson R B, Rudling P. *Properties of Zirconium Alloys and Their Applications in Light Water Reactors(LWRs)*[M]. Sawston: Woodhead Publishing, 2013: 151
- [2] Krishnan R, Asundi M K. *Proceedings of the Indian Academy of Sciences Section C: Engineering Sciences*[J], 1981, 4(1): 41
- [3] Srivastava D, Dey G K, Banerjee S. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1995, 26(10): 2707
- [4] Hayes T A, Kassner M E. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2006, 37(8): 2389
- [5] Jovanovi M T, Eadie R L, Ma Y *et al. Materials Characterization*[J], 2001, 47(3): 259
- [6] Rodgers D K, Coleman C E, Griffiths M *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2008, 383(1): 22
- [7] Bickel G A, Griffiths M. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2008, 383: 9
- [8] Griffiths M, Christodoulou N, Donohue S. *Journal of ASTM International*[J], 2005, 2: 12432
- [9] Griffiths M, Wang N, Buyers A *et al. Journal of ASTM International*[J], 2009, 5: 1
- [10] Saibaba N, Jha S K, Tonpe S *et al. Journal of ASTM International*[J], 2011, 8: 1
- [11] Perovic V, Perovic A, Weatherly G C *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 1993, 205: 251
- [12] Tewari R, Krishna K V M, Neogy S *et al. Comprehensive Nuclear Materials*[J], 2020, 2: 217

- [13] Zhao P Z, Holt R A. *Materials Science Forum*[J], 2005, 475-479: 1421
- [14] Devi Y P, Donthula H, Keskar N *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2020, 530: 151978
- [15] Fong R W L, Saari H, Miller R *et al. Materials Science Forum*[J], 2012, 706-709: 853
- [16] Griffiths M, Winegar J E, Buyers A. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2008, 383(1): 28
- [17] Perovic V, Weatherly G C. *Acta Metallurgica*[J], 1989, 37(3): 813
- [18] Tewari R, Srivastava D, Dey G K *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2008, 383(1): 153
- [19] Yan K, Carr D G, Kabra S *et al. Advanced Engineering Materials*[J], 2011, 13: 882
- [20] Zhang M, Zhang F C, Yang Z N *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 651: 316
- [21] Sajjad Z M, Iqbal A J, Ejaz A *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 1996, 232(2): 248
- [22] Saibaba N, Vaibhaw K, Neogy S *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2013, 440(1): 319
- [23] Kulkarni R V, Krishna K V M, Neogy S *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2014, 451(1): 300
- [24] Popov S G, Proselkov V N. *Atomic Energy*[J], 2005, 99(1): 451
- [25] Tuijn C, Neumann G. *Self-Diffusion and Impurity Diffusion in Pure Metals: Handbook of Experimental*[M]. Amsterdam: Elsevier, 2009: 349
- [26] Ruch M, Arias D. *Scripta Metallurgica et Materialia*[J], 1990, 24(8): 1577
- [27] Zhang M X, Kelly P M. *Progress in Materials Science*[J], 2009, 54(8): 1101
- [28] Fong R W L, Miller R, Saari H J *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2012, 43(3): 806
- [29] Sahoo S K, Hiwarkar V D, Jain L *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2010, 404(3): 222
- [30] Song S G, Gray G T. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1995, 26(10): 2665
- [31] Yoo M H, Agnew S R, Morris J R *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 319-321: 87
- [32] Zeng X K, Zhang C H, Zhu W G *et al. International Journal of Fatigue*[J], 2022, 161: 106894
- [33] Zhu W G, Lei J, Zhang Z X *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 762: 138086
- [34] Zhu W G, Tan C S, Xiao R Y *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2020, 57: 188

Effect of Heat Treatment Conditions on Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Zr-2.5Nb Alloy

Zhang Xunliang¹, Zhang Conghui¹, Zhu Wenguang¹, Song Kangkai¹, Pu Jiao¹, Song Guodong¹, Zhou Xuan², Zhou Jun²

(1. College of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

(2. Xi'an Western Energy Material Technologies Co., Ltd, Xi'an 710200, China)

Abstract: The hot-rolled Zr-2.5Nb alloys plates were heated in the high temperature region (750–850 °C) of $\alpha+\beta$ two-phase region for different holding time (1–10 h) and then cooled to room temperature in different ways. The effects of different heat treatment conditions on the microstructure type, microstructure characteristic (phase content, grain size, etc.) and mechanical properties of the alloy were studied. The results show that there are two different diffusion transformation types in the air cooling and furnace cooling process compared with water cooling. In the air cooling process, nano-scale lath α_s phase is precipitated inside the β phase to form the bimodal microstructure. During the furnace cooling process, α_p phase directly consumes β phase and grows up to form equiaxed microstructure. With the increase of heat treatment temperature and the prolongation of holding time, the volume fraction of α_p phase decreases, the continuity of β_{trans} phase increases and α_s phase coarsening occurs in air cooling process. The volume fraction of α_p phase in the equiaxed microstructure in furnace cooling process remains basically unchanged, the average grain size increases, and the continuity of the residual β phase is enhanced. Compared with the equiaxed microstructure, the nano- α_s phase in the bimodal microstructure improves the strength of the alloy and the α_p phase ensures that the alloy has good plasticity. Reducing the heat treatment temperature and holding time can make the bimodal structure alloy have excellent combination of strength and plasticity.

Key words: Zr-2.5Nb alloy; high temperature region of $\alpha+\beta$ phase heat treatment; microstructure transformation mechanism; microstructure characteristics; mechanical properties