

超导用铌板的轧制工艺研究

刘倚天, 胡淑娟, 王飞, 郝小雷, 李浩

西安诺博尔稀贵金属材料股份有限公司 陕西西安 710201

摘要: 金属铌是超导线材重要的阻隔层材料, 铌板通过卷筒焊接后, 装入 Nb_3Sn 、 NbTi 等超导芯部材料, 经过挤压、集束拉拔等工序得到超导线材。铌板在加工过程中经过多道次变形、多次退火, 最终以超导线材阻隔层的形式存在。因此, 对超导线材用铌板的晶粒度、力学性能及均匀性等方面提出较高要求。对铌板的轧制工艺、热处理制度设计了对照试验并进行了深入研究。通过对比成品板材的晶粒度、力学性能差异, 分析并得到了最优方案。开坯锻造、热轧、中间轧制以及成品轧制温度分别为 1300°C 、 1050°C 、 960°C 以及 860°C 工艺下, 所生产的超导用铌板晶粒度为 ≥ 5.0 级(以 $6.0\sim 7.0$ 级为佳)、再结晶率 $\geq 95\%$ 、 $R_{p0.2} \geq 72\text{MPa}$, 其再结晶率与屈服强度合格率较高, 晶粒度分布均匀且评级合格。在稳定生产工艺与产品质量的基础上, 对比总结的铌板轧制工艺对提高产品质量、积累超导铌材加工经验具有重要意义。

关键词: 超导铌板; 轧制; 热处理; 晶粒度; 力学性能

Study on the rolling process of niobium plate for superconducting

LIU Yitian, HU Shujuan, WANG Fei, HAO Xiaolei, LI Hao

Xi'an Noble Rare Metal Materials Co., Ltd., Xi'an 710201, Shaanxi, China

Abstract: Niobium is an important barrier layer material for superconducting wires. Niobium plates are welded by rolls and loaded with superconducting core materials such as Nb_3Sn and NbTi , and then superconducting wires are obtained through extrusion, cluster drawing and other processes. Niobium plate is deformed and annealed in multiple fires during processing, and finally exists in the form of a superconducting wire barrier layer. Therefore, the niobium plate for superconducting wires has high requirements on grain size, mechanical properties and uniformity. In this paper, the rolling process and heat treatment system of niobium plate were designed and thoroughly studied in a controlled test. By comparing the differences in grain size and mechanical properties of the finished plates, the results were analyzed and the optimal solution was obtained. Niobium plates for superconducting use were produced at the temperatures of 1300°C , 1050°C , 960°C and 860°C for forging, hot rolling, intermediate rolling and finished rolling, respectively. The Nb plates produced at these temperatures have a grain size of ≥ 5.0 (preferably $6.0\sim 7.0$), a recrystallization rate of $\geq 95\%$, and a $R_{p0.2}$ of $\geq 72\text{MPa}$. The recrystallization rate and yield strength pass rate are high, the grain size distribution is uniform and the rating is consistent. On the basis of stable production process and product quality, the rolling process of niobium plate summarized in this paper is of great significance for improving product quality and accumulating superconducting niobium processing experience.

Keywords: superconducting niobium plate; rolling; heat treatment; grain size; mechanical properties

第一作者: 刘倚天, 工程师, 主要研究方向为钨、钼、钽、铌、钎等难熔金属及其合金的工程化课题, E-mail: liuyitian2018@163.com。

1 金属铌的性质

铌（Niobium），是原子序数为41的化学元素，与钒、钽同属于VB族，具有bcc晶体结构。铌的熔点为2468℃，为稀有难熔金属^[1]。

金属铌的物理及力学性能会受到其成分的影响，残留于材料内部的间隙元素对其加工过程及材料性能均会产生负面影响，因此铌的纯度应按产品需要严格控制；此外，变形量也会对铌的力学性能产生影响，伴随变形量的增加，铌的抗拉强度与硬度均会提高^[2]。

金属铌一般采取真空电子束熔炼和真空电弧双联熔炼两种方法，其熔炼铸锭一般晶粒粗大，需要通过挤压、锻造或两者并存的方法开坯破碎晶粒。由于铌在高温环境容易与空气中的氧气发生氧化反应，所以铌的热加工需在真空或有保护气氛（如氩气等）条件下进行，或者涂有保护涂层。金属铌的塑性较好，其有轧制、拉伸、冲压、旋锻及弯曲等多种加工变形方式，单火次加工率可达90%以上，道次加工率一般为10%~50%。当加工率较大时，铌会损失部分延展性，延展率降至10%以下，但不会发生韧-脆转变^[3, 4]。

金属铌的轧制，根据工业生产经验，考虑到铌加工的遗传性，一般认为初轧开坯非常重要，通常采用包套热锻和热轧的方法，或者直接采用400~500℃温轧，然后再进行冷轧。铌在轧制过程中的热处理常采用退火处理，一般情况下，依据不同情况，铌板在开坯及冷热轧间的退火，即首次及第二次退火采用1200~1500℃的均匀化退火；铌板冷轧过程中可以在1100~1300℃下去应力退火，以消除加工硬化。

2 超导用铌板的传统加工工艺

基于杂质对金属铌的加工过程及材料性能的负面影响，本文所述的超导用铌板采用Nb1及以上纯度标准的铌锭作为原材料。传统的超导用铌板加工工艺见表1。

表1 传统超导用铌板加工工艺

序号	工序	加工后尺寸/mm	退火温度/℃
1	开坯锻造	$L \times W_1 \times \delta 45$	1300
2	热轧	$L \times W_2 \times \delta 7.5$	1100
3	中间轧制	$L \times W_2 \times \delta 2.5$	1100
4	成品轧制	$L \times W_2 \times \delta 0.6$	860

使用以上传统工艺加工的铌板普遍具有以下特点：铌板的晶粒度偏大，多集中于4.5~5.5级；铌板的屈服强度偏低，多集中于70~75MPa；存在少量因再结晶率≤95%而判废的铌板。具有以上缺点的超导用铌板会对超导线材的生产产生不良影响，导致线材拉拔过程中受力不均匀，甚至无法形成完整的铌阻隔层。

3 超导用铌板的试验方案

基于超导铌板传统工艺的若干问题，对其加工过程及热处理温度进行调整并设计4组对照试验，具体工艺参数见表2。

4组试验相较于传统工艺均降低除开坯锻造退火以外的退火温度，其中，试验1、试验2、试验3均调整中间轧制后的退火制度，分别采取960℃、1000℃、无退火处理，其他工艺参数相同；试验4较其他3组试验进一步降低热轧与中间轧制的温度。为保证成品的再结晶率，4组试验均采用860℃退火。

表2 超导用铌板的对照试验

工序		试验1	试验2	试验3	试验4
开坯锻造	加工后尺寸/mm	$W_1 \times \delta 45$	$W_1 \times \delta 45$	$W_1 \times \delta 45$	$W_1 \times \delta 45$
	退火温度/℃	1300	1300	1300	1300
热轧	加工后尺寸/mm	$W_2 \times \delta 7.5$	$W_2 \times \delta 7.5$	$W_2 \times \delta 6.5$	$W_2 \times \delta 7.5$
	退火温度/℃	1050	1050	1050	1000
中间轧制	加工后尺寸/mm	$W_2 \times \delta 2.5$	$W_2 \times \delta 2.5$	$W_2 \times \delta 2.5$	$W_2 \times \delta 2.5$
	退火温度/℃	1000	960	无退火	940
成品轧制	加工后尺寸/mm	$W_2 \times \delta 0.6$	$W_2 \times \delta 0.6$	$W_2 \times \delta 0.6$	$W_2 \times \delta 0.6$
	退火温度/℃	860	860	860	860

4 试验结果与分析

4组试验均按工艺投料生产50块成品铌板，每块取标准样测试晶粒度、室温拉伸性能。成品铌板结果以晶粒度为≥5.0级（以6.0~7.0级为佳）、再结晶率≥95%、 $R_{p0.2} \geq 72\text{MPa}$ 为合格。所得 $R_{p0.2}$ 与再结晶率结果见表3。

表3 成品铌板晶粒度和力学性能对比

试验编号	屈服强度/MPa		再结晶率 (%)		
	≥72	<72	100	95~100	<95
	件数/件				
第一组	45	5	48	2	0
第二组	49	1	49	1	0
第三组	50	0	41	4	5
第四组	50	0	49	0	1

为进一步分析试验结果，4组试验的晶粒度对比如图1所示。

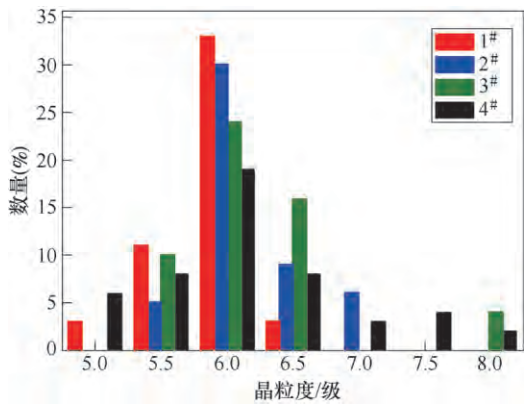


图1 4组试验晶粒度对比

由上述试验结果可看出，4组试验晶粒度多集中于6.0级，其中，试验1晶粒度分布为5.5~6.5级，且6.0级以下较多；试验2晶粒度分布为5.5~7.0级，且6.0级以上较多；试验3晶粒度主要分布于5.5~6.5级，有个别铌板晶粒度为8.0级；试验4晶粒度分布5.0~8.0级，其离散度较大。对比参考4组试验的屈服强度与再结晶率，试验1屈服强度不合格数量相对较多；试验3晶粒相对集中，其再结晶率不合格数量也相对较多；试验2与试验4的屈服强度与再结晶率结果相对较好。

分析以上结果，可得出以下结论：试验1相较于试验2晶粒度较大，导致其屈服强度偏低，合格率下降；试验3由于其省去中间轧制后的退火环节，两火次间的轧制加工率较大，860℃成品退火后有部分铌板达不到完全等轴化，因此其再结晶率合格情况较差，部分铌板因加工组织未完全消除而无法进行晶粒度评级；由于试验2的晶粒度依然集中在6.0级，为进一步得到更细的晶粒，采取试验4的工艺来进一

步降低热轧、中间轧制后的退火温度，该调整使得成品铌板的晶粒度较为离散，直接导致同批产品一致性较差，因此试验4工艺不可取。

综上所述，在4组试验中，试验2的工艺所生产的超导用铌板再结晶率与屈服强度合格率较高，晶粒度分布均匀且评级合格，因此试验2所采用的工艺为本次试验中的最优工艺，其剖面金相组织如图2所示。

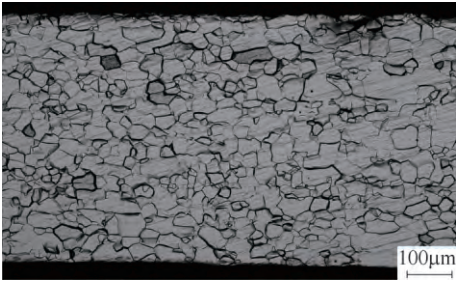


图2 试验2剖面金相组织

5 结束语

影响铌板性能的因素有很多，如开坯方式、轧制方式、加工率、热处理温度及火次分配等。本文开展了对铌板轧制及热处理工艺的研究，并深入探讨了其微观组织结构变化。结果显示，开坯锻造、热轧、中间轧制及成品轧制温度，分别为1300℃、1050℃、960℃及860℃工艺下，所生产的超导用铌板晶粒度为≥5.0级（以6.0~7.0级为佳）、再结晶率≥95%、 $R_{p0.2} \geq 72\text{MPa}$ ，其再结晶率与屈服强度合格率较高，晶粒度分布均匀且评级合格。上述试验结果，为我公司积累了宝贵的基础数据与理论依据，为提高超导用铌板生产成品率提供了技术支撑。

参考文献：

[1] 《稀有金属材料加工手册》编写组. 稀有金属材料加工手册[M]. 北京：冶金工业出版社，1984.

[2] WANG J D. Research on cold rolling niobium and titanium short slab with tension[D]. Shenyang: Northeastern University, 2008.

[3] 殷为宏，汤慧萍. 难熔金属材料与工程应用[M]. 北京：冶金工业出版社，2012.

[4] 吴孟海，赵洪章，李积贤，等. 辊模拉拔技术在铌锆合金丝材生产中的应用[J]. 宁夏工程技术，2008，7（4）：310-313.

MW 20240105