

PACS: 81.40.Ef, 61.72.Mm

Н.И. Матросов, В.В. Чишко, В.Ю. Дмитренко, Е.А. Павловская,  
Л.Ф. Сенникова, В.З. Спусканюк, В.В. Чабаненко, С.В. Васильев,  
Э.А. Медведская, Б.А. Шевченко

## ВЛИЯНИЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО МНОГОУГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СВОЙСТВА СПЛАВА Nb–Ti

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина  
E-mail: chishko@ukr.net

*Исследовано поведение сплава ниобий–титан, изменение его структурного, фазового состояний и свойств при обработке равноканальным многоугловым прессованием (РКМУП). Показана возможность формирования в сплаве структуры, благоприятной для повышения токонесущей способности.*

### Введение

Согласно литературным данным [1–4] изменение критического тока сверхпроводников на основе сплава Nb–Ti после деформации и термообработки связано с изменением внутреннего строения сверхпроводящего материала, размеров субструктурных элементов и плотности дефектов. При этом наибольшее влияние на увеличение критического тока оказывает распад  $\beta$ -твердого раствора с выделением  $\alpha$ -фазы.

Настоящая работа посвящена изучению поведения материала, изменений его структурного и фазового состояний и свойств при РКМУП, когда большая пластическая деформация приводит к формированию специфической субмикроструктурной (СМК) структуры.

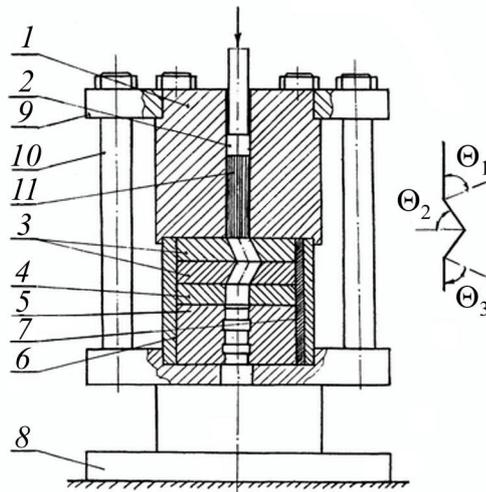
Цель данной работы – выяснение условий получения СМК-структуры и исследование ее влияния на степень  $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения сплава Nb–Ti и его физические свойства.

### Материалы и методы исследования

В качестве объектов исследований использовали биметаллические прутки сплава ниобий–титан (Nb–60 at.% Ti) в медной (МОб) матрице. Выбор материала обусловлен широтой его применения и тем, что деформация при комнатной температуре не вызывает в нем релаксацию по механизмам динами-

ческой рекристаллизации, поэтому обеспечены условия для непрерывного накопления дефектов и соответствующего изменения структуры.

Прутки из сплава 60Т, полученные горячим прессованием при  $750^{\circ}\text{C}$ , диаметром 15 мм подвергали РКМУП без изменения сечения заготовки на лабораторной установке, смонтированной на базе гидравлического прессы усилием 250 tf (рис. 1).



**Рис. 1.** Установка для РКМУП и ее угловая схема: 1 – контейнер, 2 – пуансон, 3 – рабочая втулка с наклонным каналом, 4 – рабочая втулка с вертикальным каналом, 5 – калибрующая втулка, 6 – обойма, 7 – шпонка, 8 – подставка, 9 – фланец, 10 – шпилька, 11 – заготовка.  $\Theta_1 = \Theta_3 = 80^{\circ}$ ,  $\Theta_2 = 70^{\circ}$

Образцы для деформации вырезали высотой от 45 до 80 мм. Исследовали схему прессования с четырьмя каналами с единичной интенсивностью деформации за один цикл  $\Delta\Gamma = 1.42$  и эквивалентной степенью деформации  $e_1 = 0.82$ . Степень единичной истинной деформации  $e$  определяли согласно рекомендациям работы [5]. Накопление деформации при указанных выше условиях осуществляли повторением циклов прессования в интервале от 1 до 20.

Для целенаправленного формирования структуры сплава в каждом последующем цикле прессования прутковую заготовку переворачивали на  $180^{\circ}$  вокруг оси поперечного направления и поворачивали на  $90^{\circ}$  вокруг ее продольной оси. Давление прессования составляло 600–800 МПа. Структуру образцов исследовали методом оптической микроскопии с помощью металлографического микроскопа «Неофот». Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 50 г.

О степени  $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения судили по объемной доле гексагональной  $\alpha$ -фазы, образовавшейся при деформации, на основании результатов измерений микротвердости и рентгеноструктурных исследований. Рентгеновский фазовый анализ и изучение параметров тонкой структуры ( $D_{\text{окт}}$ ,  $\Delta a/a$ ) проводили на дифрактометре ДРОН-УМ1 с применением методов качественного и количественного анализов.

Токонесущую способность исходного и деформированного РКМУП сплава оценивали пересчетом кривых намагничивания образцов, вырезанных из заготовок в виде куба со стороной 5 мм, снятых при 4.2 К во внешнем магнитном поле до 15 Т и ориентацией образца в нем по трем главным направлениям.

Результаты эксперимента и их обсуждение

В исходном горячепрессованном состоянии сплава 60Т наблюдается (рис. 2,а,б) типичная текстурированная полосчатая структура с поперечным размером зерен 1.1  $\mu\text{m}$ , в поперечном сечении образца видна вихревая структура линий течения. Сплав имеет однофазный состав, представляющий  $\beta$ -твердый раствор с ОЦК-решеткой, хотя согласно равновесной фазовой диаграмме при достаточно медленном охлаждении состав сплава может быть двухфазным. По результатам измерений микротвердости сплава в исходном состоянии  $H_{\mu} = 1400$  МПа можно предположить о наличии малой объемной доли (следов) второй гексагональной  $\alpha$ -фазы. Рентгенографическим методом при съемке образца обнаруживается только  $\beta$ -фаза, выделения  $\alpha$ -фазы не выявляются ввиду малого ( $< 1\%$ ) объемного содержания при выбранной чувствительности измерений.

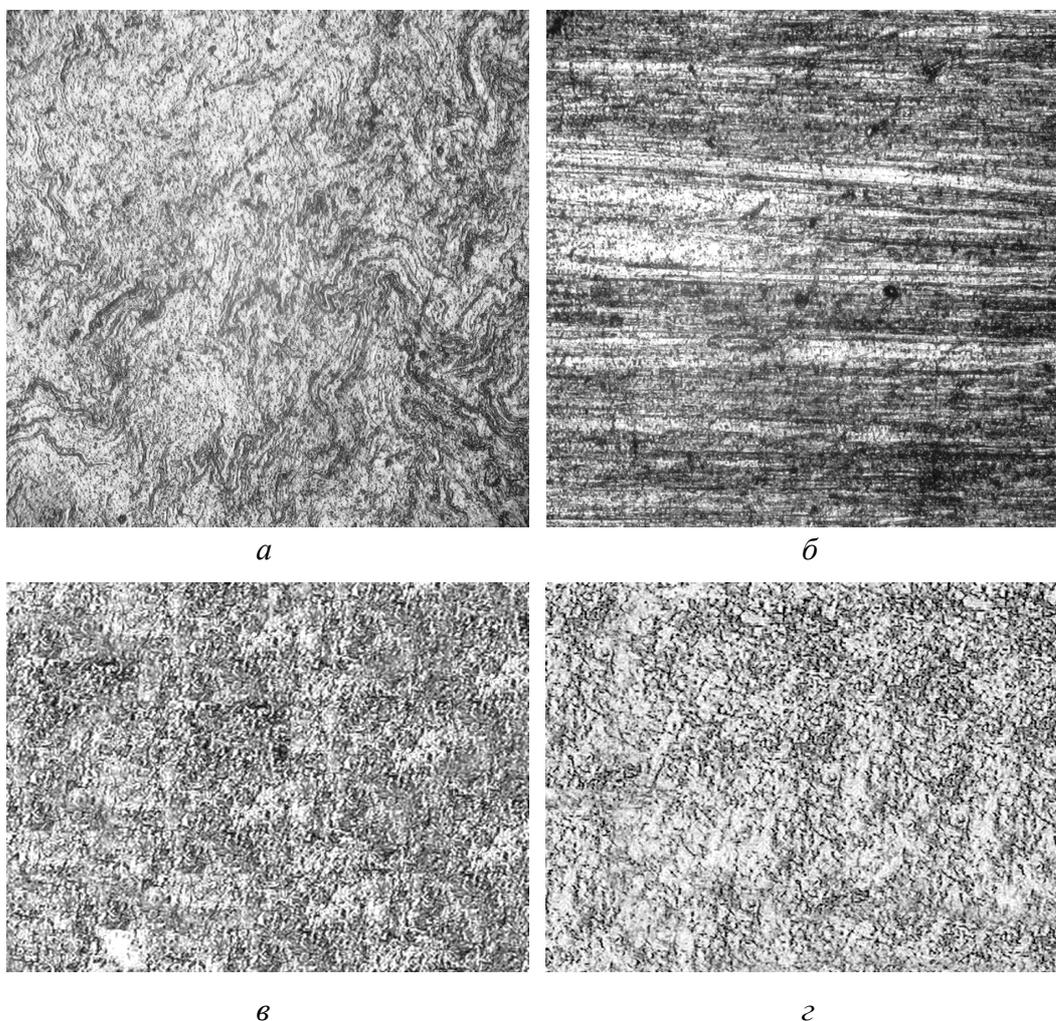


Рис. 2. Микроструктура сплава 60Т после РКМУП ( $\times 500$ ): а, б – исходный образец, соответственно поперечное и продольное сечение; в, г – деформированный ( $e = 16.4$ ), соответственно поперечное и продольное сечение

Исследуемая схема РКМУП и маршрут обработки заготовок формируют в сплаве 60Т СМК-структуру, которая характеризуется сильно размытой текстурой или практически ее отсутствием (рис. 2, в, г).

Степень деформации  $e = 3.28$  (4 цикла прессования) соответствует началу формирования СМК-структуры. Ленточные зерна становятся намного уже, вытянутость менее выраженной; скопления дислокаций как бы разбивают длинные зерна на короткие участки. По мере увеличения суммарной деформации размерная структурная однородность повышается. При  $e \geq 10$  формируется стабильная однородная СМК-структура при размытой текстуре.

В деформированном РКМУП образце уровень напряжений II рода повышается и составляет  $1.18 \cdot 10^{-3}$  для степени деформации  $e = 3.28$  и  $1.22 \cdot 10^{-3}$  – для  $e = 16.4$  (рис. 3). Из этого следует, что с увеличением степени деформации в интервале  $e = 3.28-16.4$  уровень микронапряжений  $\Delta a/a$  изменяется незначительно. Другой параметр тонкой структуры – величина блоков  $D_{окр}$  – в интервале степени деформации до  $e = 3.28$  резко уменьшается с 1088 до 162 nm, затем стабилизируется, выходя на насыщение до 151 nm вплоть до степени деформации  $e = 16.4$ . Аналогичный характер влияния накопленной деформации РКМУП наблюдается и для изменения микротвердости сплава (рис. 4). При деформации  $e = 3.28$  значение микротвердости возрастает с 1400 до 1700 МПа, при накоплении деформации  $e = 16.4$  величина микротвердости мало изменяется, что отражает особенности влияния знакопеременной немонотонной деформации на механизмы и интенсивность упрочнения.

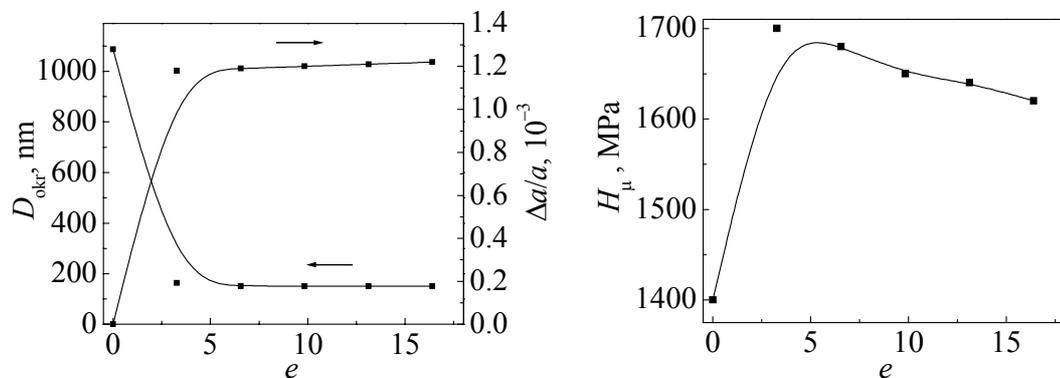


Рис. 3. Изменение параметров тонкой структуры  $D_{окр}$ ,  $\Delta a/a$  при деформации сплава

Рис. 4. Изменение микротвердости в процессе деформации сплава

Для монотонной деформации, например традиционного гидропрессования по данным работ [6,7], характерна иная (с монотонным ростом) зависимость микротвердости от степени деформации. Для гидропрессования с  $e = 3.28$  микронапряжения  $\Delta a/a$  достигают значений  $\sim 4.3 \cdot 10^{-3}$ . При РКМУП в дробном режиме интенсивность увеличения микроискажений кристаллической решетки меньше ввиду некоторой релаксации микронапряжений в результате как более интенсивного дробления структуры, так и прерывистого знакопеременного протекания процесса деформирования [8].

Меньшую величину остаточных микронапряжений можно объяснить многократным перераспределением микроискажений кристаллической решетки и остаточных напряжений II рода при каждом последующем очаге и цикле деформации в результате появления большого числа направлений, по которым может произойти элементарный сдвиг в микрообъемах деформируемого сплава. Одновременно с этим перераспределение микроискажений между отдельными микрообъемами сплава, пластически деформируемого по дробному режиму РКМУП, способствует интенсивному процессу дробления блоков мозаики, интенсивному деформированию отдельных кристаллитов, в результате чего и наблюдается мелкодисперсная СМК-структура.

Эффективность границ СМК-структуры как центров пиннинга магнитного потока может быть значительно усилена образованием на них выделений  $\alpha$ -фазы. Специфическая структура, созданная при РКМУП сплава, с ее высокой однородностью и плотностью границ обуславливает облегченное зародышеобразование за счет уменьшения диффузионных путей атомов титана к границам. Нагрев и деформация такой структуры приведут к ускорению  $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения и повышению полноты его протекания. Стабильность параметров тонкой структуры, сформированной РКМУП, сохраняется в диапазоне температур до 400°C.

Анализ изменения относительной интенсивности рентгеновских линий  $\alpha$ -фазы образцов, свидетельствующей о ее количестве, показывает, что в деформированном РКМУП ( $e = 16.4$ ) образце присутствует до 3%  $\alpha$ -фазы.

На рис. 5 приведены результаты изменения в зависимости от магнитного поля токнесущей способности массивного образца, прошедшего РКМУП ( $e = 16.4$ ), в сравнении с образцом, не подвергавшимся такой обработке. Как следует из рисунка, РКМУП приводит к более высокому уровню токнесущей способности во всем диапазоне магнитных полей. После деформации РКМУП наблюдается отчетливое повышение намагничивания сплава вследствие закрепления магнитного потока на границах кристаллитов и выделениях  $\alpha$ -фазы.

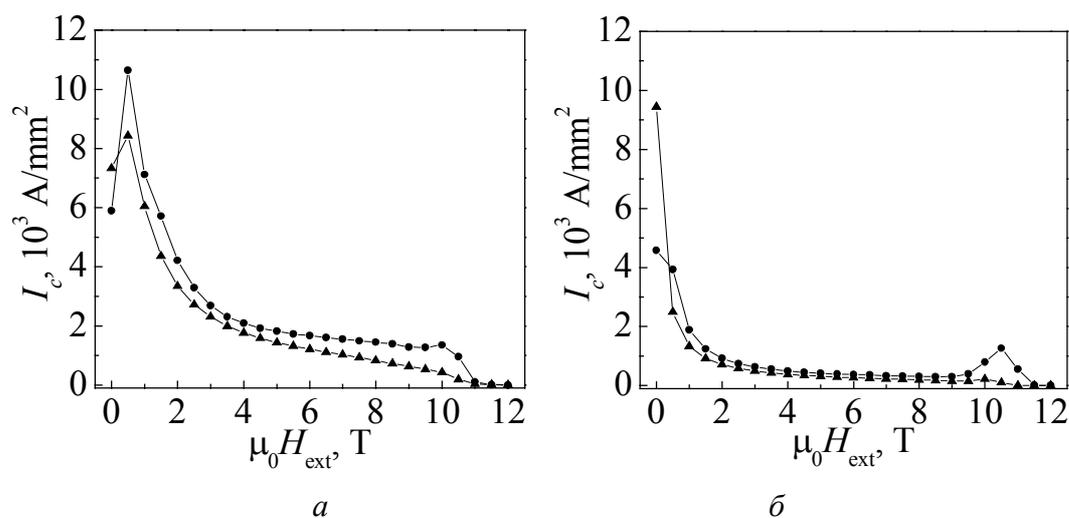


Рис. 5. Токнесущая способность сплава 60Т в исходном (—▲—) и деформированном РКМУП (—●—) состояниях: *a* – направление 1, *б* – направления 2 и 3

### Выводы

1. Обработка сверхпроводящего сплава 60Т методом РКМУП приводит к формированию СМК-структуры с рассеянной текстурой (при большой плотности границ зерен) и высокой однородностью, облегчающей зарождение выделений  $\alpha$ -фазы.

2. В образцах, изготовленных из деформированных РКМУП заготовок,  $\alpha$ -фазы больше, чем в горячепрессованных, а степень текстурированности ниже или практически отсутствует.

3. Величина микротвердости и микронапряжений у образцов, обработанных РКМУП и традиционными методами, по-разному зависит от степени накопленной деформации. Применение РКМУП на начальной стадии передела заготовок сплава 60Т в изделие улучшает деформируемость материала.

4. Повышения функциональных свойств сплава Nb–Ti можно достичь сочетанием оптимизированных деформационно-термических методов обработки, реализацией комбинации немонотонной знакопеременной деформации РКМУП и монотонной деформации традиционным гидропрессованием и волочением, обеспечивающим возможность варьирования размером и плотностью выделений в более широких пределах.

1. А.А. Галкин, В.И. Трефилов, В.П. Буряк, В.Н. Минаков, Е.В. Турцевич, А.И. Байков, Г.А. Корнеева, С.А. Фирстов, *Металлофизика* вып. 68, 55 (1977).
2. В.П. Буряк, А.Б. Дугадко, Е.А. Павловская и др., в сб.: Вопросы технической сверхпроводимости, Черногловка (1979), вып. 3, с. 76–80.
3. M.T. Naus, R.W. Henssner, D.C. Larbalestier, *JEEE Trans. Appl. Supercond.* 7, 1122 (1997).
4. А.И. Скворцов, Ю.Н. Сокурский, Б.Н. Левитский и др., в кн.: Сверхпроводимость, Атомиздат, Москва (1977), т. IV, с. 115–123.
5. В.М. Сегал, *Металлы* № 1, 115 (1981).
6. В.П. Буряк, Е.А. Павловская, А.И. Петрусенко, Г.А. Корнеева, *ФТВД* вып. 30, 73 (1989).
7. В.П. Буряк, Е.А. Павловская, А.Б. Дугадко, *ФТВД* вып. 32, 99 (1991).
8. В.П. Северденко, *Теория обработки металлов давлением*, Высшая школа, Минск (1986).

*N.I. Matrosov, V.V. Chishko, V.Yu. Dmitrenko, E.A. Pavlovskaya, L.F. Sennikova, V.Z. Spuskanyuk, V.V. Chabanenko, S.V. Vasilyev, E.A. Medvedskaya, B.A. Shevchenko*

### INFLUENCE OF DEFORMATION BY EQUAL-CHANNEL MULTIPLE-ANGLE PRESSING ON STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND PROPERTIES OF Nb–Ti ALLOY

Behavior of niobium-titanium alloy, changes in its structural, phase states and in properties have been investigated for the case of treatment by equal-channel multiple-angle

pressing (ECMAP). A possibility of structure formation favorable for increasing the current-carrying capacity has been shown.

**Fig. 1.** ECMAP plant and its angular scheme: 1 – container, 2 – punch, 3 – operating bush with inclined channel, 4 – operating bush with vertical channel, 5 – calibrating bush, 6 – holder, 7 – key, 8 – support, 9 – flange, 10 – stud, 11 – billet

**Fig. 2.** Microstructure of alloy 60T after ECMAP ( $\times 500$ ):  $a$ ,  $b$  – initial sample, cross-section and longitudinal section, respectively;  $\bar{a}$ ,  $\bar{b}$  – deformed ( $e = 16.4$ ), cross-section and longitudinal section, respectively

**Fig. 3.** Changes in parameters of fine structure  $D_{\text{окр}}$ ,  $\Delta a/a$  during alloy deformation

**Fig. 4.** Changes in microhardness in the process of alloy deformation

**Fig. 5.** Current-carrying capacity of alloy 60T in the initial state ( $-\blacktriangle-$ ) and ECMAP-deformed state ( $-\bullet-$ ):  $a$  – direction 1,  $b$  – directions 2 and 3.  $\Theta_1 = \Theta_3 = 80^\circ$ ,  $\Theta_2 = 70^\circ$