

PACS: 81.40.Ef, 61.72.Mm

В.З. Спусканюк, Е.А. Павловская, В.В. Чишко, В.Ю. Дмитренко,  
Л.Ф. Сенникова, Н.И. Матросов

### ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ РАВНОКАНАЛЬНЫМ МНОГОУГЛОВЫМ ПРЕССОВАНИЕМ И ДЛИТЕЛЬНОЙ ТЕРМООБРАБОТКИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ 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

*Исследована возможность повышения функциональных свойств сплава ниобий–титан путем деформации равноканальным многоугловым прессованием (РКМУП) и длительной термообработки. Применение РКМУП приводит к активизации зародышеобразования вторичной  $\alpha$ -фазы и увеличению объемного содержания до ~ 3%. После длительной (~ 47 h) термообработки количество  $\alpha$ -фазы увеличивается с 3 до 9%.*

#### Введение

Функциональные свойства сверхпроводников на основе сплава Nb–Ti определяются в основном структурно-фазовым состоянием (характером структуры и размером зерен (субзерен), объемным содержанием, плотностью и размером вторичных фазовых выделений). Это состояние, в свою очередь, задается предварительной многомаршрутной обработкой (предысторией) материала: микролегированием на стадии металлургии  $\alpha$ - и  $\beta$ -стабилизаторами и нейтральными элементами, разнонаправленной механотермической обработкой слитков, совмещением легирования и механотермической обработки, гидропрессованием сборок, оптимизацией деформационных режимов традиционных методов обработки (прессования и волочения), деформацией в сочетании с длительными промежуточными термообработками [1–5].

РКМУП, осуществляемое без изменения сечения заготовки в дробном режиме с единичной за цикл интенсивностью ( $e < 1$ ), в силу своих технологических особенностей – немонотонной знакопеременной пластической деформации – способствует формированию особого, недостижимого традиционными методами структурного состояния [6,7].

Такая структура с практически отсутствующей текстурированностью, с градиентом плотности дислокаций, регулярным чередованием малоразмерных областей с высокой и низкой плотностью дислокаций способствует выделению на границах субзерен дисперсных вторичных фаз, являющихся центрами закреплений квантов магнитного потока.

С другой стороны, такая однородная дисперсная структура с малым уровнем микронапряжений обеспечивает удовлетворительную технологическую пластичность, достаточную для передела заготовки в проволоку (изделие) и, следовательно, возможность реализации предлагаемого способа повышения сверхпроводящих характеристик.

Другим значимым подходом в работе является применение на стадиях обработки заготовки РКМУП длительных термообработок в температурном диапазоне, соответствующем двухфазной области диаграммы состояний сплава Nb–Ti. Благодаря этому ожидается формирование еще более благоприятного для повышения токонесущей способности структурно-фазового состояния с увеличенными объемным содержанием и плотностью выделений  $\alpha$ -фазы.

Основным направлением исследований является определение влияния деформации РКМУП и термообработки на фазовый состав и структурное состояние сверхпроводника из сплава Nb–Ti.

### Материалы и методы исследований

В качестве объектов исследований в экспериментах использовали биметаллические прутки сплава ниобий–титан (Nb–60 at.% Ti) в медной (МОБ) матрице.

Прутки из сплава 60Т, полученные горячим прессованием при 750°C, диаметром 15 mm подвергали РКМУП без изменения сечения заготовки по четырехканальной схеме деформации с углами пересечения каналов  $Q_1 = Q_3 = 80^\circ$  и  $Q_2 = 70^\circ$ , единичной за цикл интенсивностью деформации сдвига  $\Delta\Gamma = 1.42$  и эквивалентной степени деформации  $e = 0.82$  [8].

Для целенаправленного формирования мелкодисперсной нетекстурированной структуры сплава в каждом последующем цикле прессования заготовку переворачивали на  $180^\circ$  вокруг оси поперечного направления и поворачивали на  $90^\circ$  вокруг ее продольной оси. Давление прессования составляло 600–800 МПа. Накопление деформации при указанных выше условиях осуществляли повторением циклов прессования в интервале 4–8–12–16–20. Полная накопленная деформация составляла  $e = 16.4$ .

Термостабильность структуры, сформированной в сплаве РКМУП с накопленной  $e = 16.4$ , изучали при температурном воздействии в течение 1 h в диапазоне температур 300; 350; 400 и 450°C.

Нагрев деформированных образцов с выдержкой длительностью от 1 до 47 h проводили в вакууме  $10^{-5}$  mm Hg.

Микроструктуру, тонкую структуру, физико-механические свойства сплава после деформационно-термической обработки исследовали методами

оптической микроскопии, рентгеноструктурного анализа и микроиндентирования. Химический состав изучали на растровом электронном микроскопе JSM-T300 с энергодисперсионной приставкой для локального анализа Link 860–500.

### Результаты и их обсуждение

Результаты оптической микроскопии, рентгеновских исследований тонкой структуры свидетельствуют о том, что в образцах, подвергнутых деформации РКМУП в дробном режиме без изменения сечения заготовки, структура более однородная и мелкодисперсная, с более низкой степенью текстурированности, чем в случае обработки традиционным горячим прессованием. Характерные размеры элементов структуры (субзерен) составляют 100–200 nm в отличие от этой же характеристики  $\sim 1100$  nm для горячепрессованных образцов.

Последующий нагрев с выдержкой при температуре 300–450°C не приводит к существенному изменению характерного размера структуры (субзерен) деформированного РКМУП сплава. Это можно объяснить тем, что по границам субзерен выделяются дисперсные частицы второй  $\alpha$ -фазы, препятствующие их росту. Вместе с тем наблюдаемое уменьшение ширины рентгеновских линий и уровня микронапряжений  $\Delta a/a$  свидетельствует об активизации полигонизации сплава в процессе термического воздействия в указанном диапазоне температур и снижении при этом плотности дислокаций в теле субзерен (рис. 1).

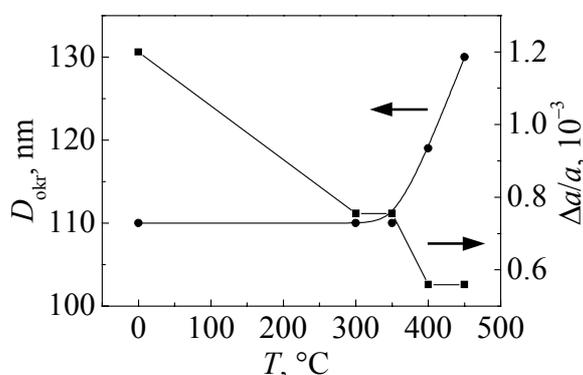
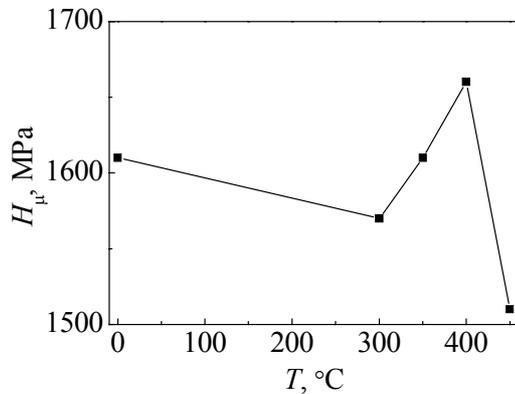


Рис. 1. Термостабильность тонкой структуры сплава 60Т, сформированной РКМУП

Результаты рентгеновских исследований показывают, что предварительное воздействие РКМУП при полной структурной проработке материала по сечению и высоте заготовки привело к активизации зародышеобразования вторичных фаз и увеличению объемного содержания  $\alpha$ -фазы до 3%. Соответствующая структура с большой плотностью и содержанием мелкодисперсных частиц  $\alpha$ -фазы формируется в процессе деформации и многократных длительных промежуточных отжигов.

На основании результатов рентгеноструктурного анализа и микроиндентирования установлена оптимальная температура термообработки (400°C).

Исследование микротвердости (рис. 2) деформированных образцов после нагрева при температурах в диапазоне 300–450°C позволяет косвенным образом оценить процессы, происходящие при распаде  $\beta$ -твердого раствора, и роль СМК-структуры, сформированной РКМУП.

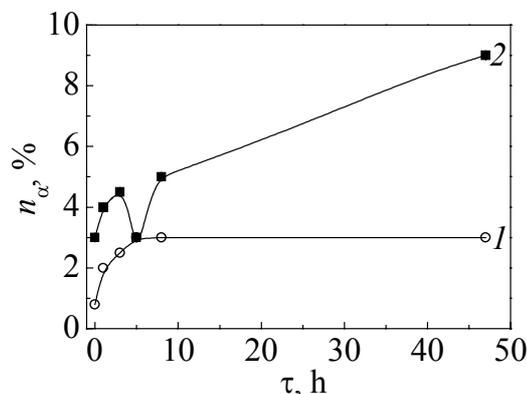


**Рис. 2.** Величина микротвердости в зависимости от температуры отжига при выдержке 1 h

Увеличение температуры отжига для сплава в интервале двухфазной области диаграммы состояния приводит к повышению интенсивности процесса распада с выделением второй фазы, образованию которой способствует сформированная в процессе РКМУП структура с высокой плотностью границ. Этим можно объяснить увеличение микротвердости с повышением температуры отжига вплоть до температуры 400°C.

Превышение этой температуры приводит сплав данного состава в однофазную область. Уменьшение микронапряжений, разрушение оптимальной структуры не способствуют активному зародышеобразованию при медленном охлаждении сплава из однофазной области. В связи с этим, как видно из рис. 2, микротвердость при температуре старения 450°C уменьшается. Эти изменения подтверждаются усилением или ослаблением на рентгенограммах линий  $\alpha$ -фазы.

На рис. 3 приведены результаты исследований влияния деформации РКМУП и последующей термообработки на изменения фазового состава сплавов 60Т. После проведения длительных (до 47 h) термообработок образцов, деформированных РКМУП, объемное содержание  $\alpha$ -фазы при однородном распределении увеличивается от 3 до 9%.



**Рис. 3.** Зависимость объемного содержания  $\alpha$ -фазы от длительности отжига при 400°C: 1 – исходный образец, 2 – обработанный РКМУП

Зависимость количества  $\alpha$ -фазы от увеличения длительности выдержки при температуре 400°C является немонотонной. Наличие двух участков возрастания количества  $\alpha$ -фазы, разделенных заметным минимумом, предполагает и отражает механизмы выделения и роста  $\alpha$ -фазы. Вначале количество  $\alpha$ -фазы возрастает, вероятно, за счет увеличения числа зародышей, которые образуются на дислокациях и практически не растут. Затем механизм исчерпывается в связи с уменьшением плотности дислокаций в теле ячеек и образованием более четкой ячеистой структуры. Минимум на зависимости количества  $\alpha$ -фазы от времени отжига в промежутке 3–5 h можно объяснить процессом растворения частиц с размером, меньшим критического, которые при уходе или аннигиляции дислокаций остались в объеме ячеек, не попав на субграницы, а стабильные зародыши еще не успели вырасти. Последующий значительный подъем объемного содержания  $\alpha$ -фазы происходит в таком случае за счет линейного роста зародышей, закрепленных на субграницах.

Резюмируя результат микроанализа сплава, можно отметить диффузионную природу фазовых превращений  $\beta \rightarrow \alpha$  в образцах, прошедших длительную термообработку. Наблюдается перераспределение элементов Ti и Nb, сплав становится неоднородным по составу, формируются участки, обедненные Ti и обогащенные Nb. Количественная оценка фазовой неоднородности в сплаве 60Т на отожженных образцах (400°C, 47 h) показывает изменение состава до 7.5%, что соответствует образованию вторичных фаз.

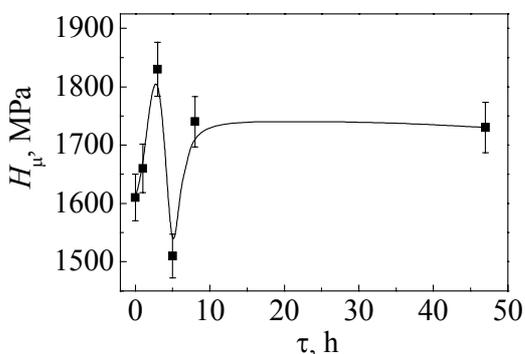


Рис. 4. Влияние длительности термообработки на микротвердость

микротвердости ( $H_{\max}/H_{\text{av}}$ ) составляет 1.06, что подтверждает полноту структурной проработки и однородность структурного состояния.

### Выводы

1. Эффективным методом воздействия на структуру и фазовый состав сплава на этапах получения прутковых заготовок для проволоки является холодная, немонотонная, знакопеременная, пластическая деформация способом РКМУП без изменения сечения заготовки. Физическая основа воздействия состоит в создании при обработке РКМУП более благоприятной структуры (мелкодисперсной, с большей плотностью границ зерен), что впо-

Выделение дисперсных частиц  $\alpha$ -фазы и обеднение матрицы титаном вызывает изменение физических свойств. На рис. 4 приведены результаты измерений микротвердости деформированного РКМУП сплава в зависимости от длительности выдержки при температуре 400°C, которые коррелируют с изменениями количества  $\alpha$ -фазы. Величина микротвердости  $H_{\mu}$  по сечению и высоте образца существенно не изменяется, неравномерность

следствии при прочих равных технологических условиях приводит к повышению содержания  $\alpha$ -фазы в сплаве 60Т после длительных термообработок.

2. Термостабильность структуры, сформированной РКМУП, находится в диапазоне температур до 400°C.

3. Сочетанием различной по величине деформации РКМУП, температуры и длительности термообработки можно варьировать количество, размер и расположение выделений  $\alpha$ -фазы в широких пределах.

1. *А.Д. Никулин, В.П. Потанин, Н.А. Черноплеков и др.*, Сверхпроводящие материалы **4**, 5 (1977).
2. *О.В. Шевякова, А.П. Голубь, В.Ф. Гозуля и др.*, ВАНТ. Сер. «Атомное материаловедение» вып. 1(7), 6 (1981).
3. *Г.Ф. Тихинский, В.М. Ажажа, О.В. Черный и др.*, ВАНТ. Сер. «Атомное материаловедение» вып. 1(7), 19 (1981).
4. *А.Б. Дугадко, Е.А. Павловская, Б.А. Шевченко, О.Н. Миронова, О.В. Черный, Г.Е. Сторожилов, Н.Ф. Андриевская, Л.А. Удов, ФТВД 4*, № 3–4, 107 (1994).
5. *O.V. Cherney, G.P. Tichinskij, G.E. Storozhilov*, Supercond. Science Technology **4**, 318 (1991).
6. *Н.И. Матросов, Л.Ф. Сенникова, Е.А. Павловская, А.Б. Дугадко, Э.А. Медведская, Б.А. Шевченко*, Металлофиз. новейшие технол. **25**, 1321 (2003).
7. *А.Б. Дугадко, Н.И. Матросов, В.Н. Варюхин, В.З. Спусканюк, В.А. Белошенко, Э.А. Медведская, А.А. Давиденко, Б.А. Шевченко*, Патент Украины № 62615А, Бюл. № 12 (2003).
8. *В.З. Спусканюк, А.Б. Дугадко, В.М. Коваленко, Н.И. Матросов, А.В. Спусканюк, Б.А. Шевченко*, ФТВД **13**, № 3, 85 (2003).

*V.Z. Spuskanyuk, E.A. Pavlovskaya, V.V. Chishko, V.Yu. Dmitrenko, L.F. Sennikova, N.I. Matrosov*

#### INFLUENCE OF DEFORMATION BY EQUAL-CHANNEL MULTIPLE-ANGLE PRESSING AND OF DURABLE THERMAL TREATMENT ON PHASE COMPOSITION OF Nb–Ti ALLOY

A possibility of improvement of functional properties of niobium–titanium alloy at the expense of deformation by the equal-channel multiple-angle pressing (ECMAP) and of a durable thermal treatment has been investigated. The application of ECMAP results in activation of secondary  $\alpha$ -phase nucleation and in the increase of content by volume to about 3%. After a durable (~ 47 h) thermal treatment, the quantity of  $\alpha$ -phase increases from 3 to 9 %.

**Fig. 1.** Thermal stability of the 60Т-alloy fine structure formed by ECMAP

**Fig. 2.** Value of microhardness depending on the annealing temperature for 1 h holding

**Fig. 3.** Dependence of  $\alpha$ -phase content by volume on the duration of annealing at 400°C: 1 – initial sample, 2 – ECMAP-treated one

**Fig. 4.** Influence of thermal-treatment duration on microhardness