

Влияние комбинированной деформации и термообработки на сверхпроводящие свойства сплава ниобия с титаном

В.А. Белошенко, Н.И. Матросов, В.В. Чишко, О.Н. Миронова,
Э.А. Медведская

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

Д. Гайда

Международная лаборатория сильных магнитных полей и низких температур, 53-421, Вроцлав, Польша

А. Залеский

Институт низких температур и структурных исследований ПАН, 50-422, Вроцлав, Польша

В.П. Дьяконов, Р. Пужняк, Г. Шимчак

Институт физики, ПАН, Ал. Лотников 32/46, 02-668 Варшава, Польша

Статья поступила в редакцию 12 декабря 2007 г., после переработки 18 марта 2008 г.

Исследовано влияние комбинированной деформации, включающей равноканальное многоугловое прессование (РКМУП), и термообработки на плотность критического тока проволочного сверхпроводника на основе сплава Nb + 60 ат. % Ti. Установлено, что комбинированная деформация, включающая РКМУП, позволяет до двух раз повысить плотность критического тока. Произведена оценка связи между характером структурных неоднородностей и силой пиннинга. Эффективность пиннинга связывается с наноструктурным состоянием сплава.

Досліджено вплив комбінованої деформації, що включає рівноканальне багатокутове пресування (РКБКП), і термообробки на щільність критичного струму дрового надпровідника на основі сплаву Nb + 60 ат. % Ti. Встановлено, що комбінована деформація, що включає РКБКП, дозволяє до двох разів підвищити щільність критичного струму. Зроблено оцінку зв'язку між характером структурних неоднорідностей і силою пінінгу. Ефективність пінінгу зв'язується з наноструктурним станом сплаву.

PACS: 81.40 Ef Холодная обработка, упрочнение; отжиг, регенерация, перекристаллизация; текстуры;
61.72 Mm Границы зерен, двойниковые границы.

Ключевые слова: NbTi, равноканальное многоугловое прессование, плотность критического тока, сила пиннинга.

Введение

Наиболее благоприятной комбинацией механических, технологических и электрических свойств в магнитных полях до 10 Тл при 4,2 К среди сверхпровод-

ников обладают двойные сплавы ниобия с титаном. Повышение токонесущей способности этих сплавов достигается подбором соответствующих способов и режимов холодной деформации и термообработки,

что приводит к созданию структурно-фазового состояния, характеризующегося эффективными центрами пиннинга оптимального размера, количества и геометрии. Существует ряд моделей, с помощью которых объясняют высокую токнесущую способность таких сверхпроводников [1–3]. Одна из них — модель Андерсона–Кима [4] — основана на представлениях о вихревой неустойчивости в присутствии транспортного тока и пиннинге вихрей на неоднородностях структуры сверхпроводника. Указанная модель наиболее применима для случая пластически деформированных однородных сверхпроводников II рода, а также для сверхпроводников с дисперсными выделениями несверхпроводящей фазы, чему соответствует исследуемый сплав.

В данной работе при решении задачи повышения критического тока для формирования структурно-фазового состояния на этапе обработки прутковой заготовки сплава применяется метод немонотонного, без изменения сечения, пластического деформирования равноканальным многоугловым прессованием (РКМУП).

Ранее нами отмечалось [5–7], что немонотонная холодная деформация методом РКМУП в сочетании с последующим монотонным деформированием гидроэкструзией (ГЭ) и волочением (В), а также термообработкой, обеспечивая создание в сплаве Nb–Ti однородной по объему наноструктуры с равноосными зёрнами β -фазы и нанодисперсными выделениями вторичной α -фазы, позволяет улучшить функциональные свойства сверхпроводящей проволоки.

Цель настоящей работы — исследовать влияние величины деформации РКМУП на плотность критического тока сверхпроводящей проволоки и оценить связь между характером центров пиннинга и силой пиннинга.

Материал и методы исследований

В качестве исходных заготовок использовали биметаллические горячепрессованные прутки сплава ниобий–титан (Nb – 60 ат.% Ti) в медной (M06) матрице диаметром 15 мм. Часть заготовок деформировали ГЭ до диаметра 3,6 мм с единичной степенью деформации $e \leq 1,2$, а затем волочили с частными деформациями $e \leq 0,2$ для получения сверхпроводящей проволоки диаметром 0,3 мм. Другую часть заготовок подвергали РКМУП с накопленной величиной деформации $e = 3,28$ (4 прохода); 6,56 (8 проходов) и 9,84 (12 проходов), после чего деформировали ГЭ и В по указанным выше режимам и маршрутам с суммарной величиной монотонного формоизменения $e = 7,82$.

РКМУП осуществляли по схеме продавливания заготовки через трехугольную деформирующую систему из четырех пересекающихся каналов одинакового

сечения с половинными углами пересечения $\theta_1 = 80^\circ$, $\theta_2 = 70^\circ$, $\theta_3 = 80^\circ$ (рис. 1) при степени деформации за проход $e_1 = 0,82$ [8].

Измерения плотности критического тока J_c осуществляли на образцах в деформированном и отожженном состояниях. Термообработку (ТО) деформированных образцов проводили в вакууме 10^{-5} мм рт. ст. в интервале температур 300–450 °С с выдержкой в течение 1 часа. Плотность критического тока проволоочных (длиной до 200 мм и диаметром 0,3 мм) образцов измеряли при температуре 4,2 К в поперечном внешнем магнитном поле до 12 Тл. Для оценки силы пиннинга выбраны образцы сверхпроводящей проволоки, полученные по двум схемам: с применением РКМУП ($e = 9,84$) и без него. Коэффициент заполнения по сплаву V_{a1} исследуемых образцов составлял 0,4547 и 0,5048 соответственно.

Размер областей когерентного рассеивания (ОКР RCS) D_{RCS} , уровень микронапряжений кристаллической решетки $\Delta a/a$ и фазовый состав сплава изучали на дифрактометре ДРОН–УМ1 с применением методов количественного и качественного анализов, при этом ошибка измерений вторичной α -фазы составляла 1%, размера ОКР и уровня микронапряжений — 10%. Для определения плотности дислокаций использована модель, учитывающая только вклад микронапряжений кристаллической решетки [9]:

$$\rho_d = 8 \frac{\Delta a/a}{b^2},$$

где $\Delta a/a$ — уровень микронапряжений, b — вектор Бюргерса.

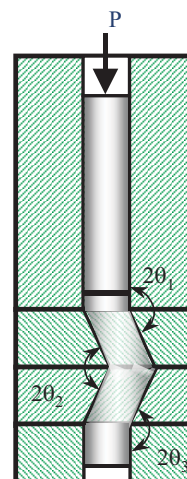


Рис. 1. Угловая схема деформирующей системы РКМУП.

Результаты и их обсуждение

Влияние величины деформации РКМУП на плотность критического тока

Образцы сверхпроводника, полученные с применением РКМУП, имеют более высокие токовые характеристики во всем диапазоне магнитных полей по сравнению со сверхпроводником, изготовленным без применения РКМУП (рис. 2). Накопление деформации РКМУП в исследованном диапазоне 0–3,28–6,56–9,84 в сочетании с заключительной термообработкой (400 °С, 1 ч) приводит к монотонному повышению плотности критического тока более чем в 2 раза.

Характер зависимостей плотности критического тока от величины деформации РКМУП, не достигающих насыщения в случае отожженных образцов (рис. 2), свидетельствует о необходимости продолжения исследований по оптимизации величины деформации РКМУП в технологии получения сверхпроводника.

Оценка объемной силы пиннинга.

В проволочных образцах, полученных по технологии, включающей РКМУП ($e = 9,84$), объемная сила пиннинга F_p с увеличением температуры ТО возрастает до максимума при 400 °С, достигая значений в поле 5 и 6 Тл соответственно 6,25 и 6,24 ГН/м³ (рис. 3). Для образцов, полученных без применения предварительной деформации РКМУП, при указанной температуре ТО (400 °С) наблюдается минимум F_p (рис. 4). Величина силы пиннинга таких образцов ниже и составляет 5,34 ГН/м³ в поле 6 Тл (ТО – 350 °С) и 5,5 ГН/м³ в поле 5 Тл (ТО – 450 °С).

Как видно из результатов эксперимента, и в деформированном состоянии, и в термообработанном образцы, полученные без применения РКМУП, характе-

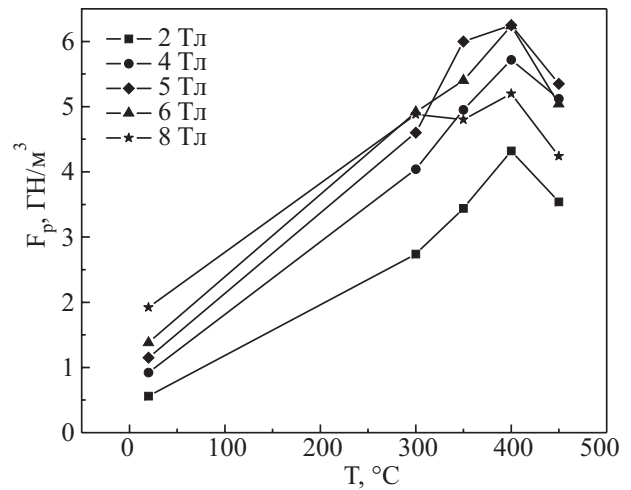


Рис. 3. Зависимости объемной силы пиннинга от приложенного магнитного поля и температуры ТО сплава 60Т при деформации с применением РКМУП.

ризуются более низкими значениями силы пиннинга. Только при температуре ТО 450 °С в поле 5 Тл сила пиннинга таких образцов превышает величину F_p образцов, полученных с применением РКМУП. Преимущества комбинированной обработки с применением РКМУП проявляются практически во всем исследованном интервале (2–8 Тл) приложенных внешних магнитных полей.

Полученные результаты свидетельствуют об эффективности преобразования структуры под воздействием комбинированной обработки и объясняются тем, что дополнительное накопление деформации вследствие применения РКМУП приводит к формированию более совершенной, однородной по объему структуры материала [7]. За высокую критическую плотность тока ответственны упорядоченное равно-

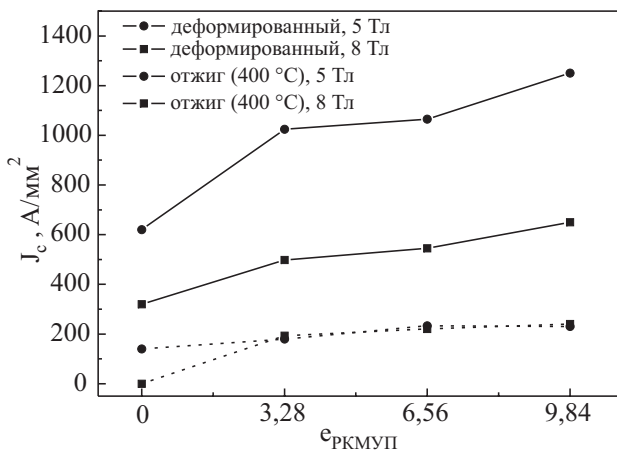


Рис. 2. Зависимости плотности критического тока сплава 60Т от величины предварительной деформации методом РКМУП.

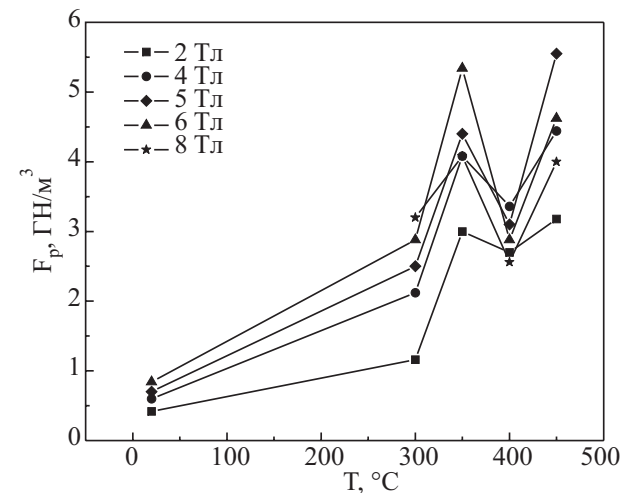


Рис. 4. Зависимости объемной силы пиннинга от приложенного магнитного поля и температуры ТО сплава 60Т при деформации без применения РКМУП.

весное структурное состояние β -матрицы сплава со следующими параметрами тонкой структуры: размер областей когерентного рассеяния $D_{RCS} = 120$ нм, уровень микроискажений кристаллической решетки $\Delta a/a \approx 0,5 \cdot 10^{-3}$, плотность дислокаций $\rho_d \sim 1,4 \cdot 10^{12}$ см $^{-2}$. При этом объемное содержание мелкодисперсных выделений вторичной α -фазы составляет $\approx 3,5$ %.

Связь между характером центров пиннинга и силой пиннинга в сверхпроводнике.

Форма зависимостей приведенной силы пиннинга $F_p/F_{p \max}$ от приведенной напряженности магнитного поля H/H_{C2} определяется технологической схемой изготовления сверхпроводника (рис. 5,6). Зависимости $F_p/F_{p \max}(H/H_{C2}, T)$ проволочных образцов, получаемых без применения РКМУП, имеют четко выраженный максимум (рис. 5). Каждой температуре ТО из исследованного диапазона и созданному при этом структурному состоянию соответствует свой полевой максимум. В соответствии с существующими представлениями [1,4,10] аналитическое выражение функции $F_p(H)$ и положение ее максимума зависят от типа и размеров центров пиннинга. Термообработка при 400 и 450 °С формирует центры пиннинга, связанные с выделениями вторичных несверхпроводящих фаз и интерметаллидов (N -центров), которые эффективны в малых и средних полях. Термообработка при 300 и 350 °С формирует центры пиннинга, связанные с текстурой и дислокационной структурой ($\Delta\chi$ -центры), которым соответствуют максимумы в средних и высоких полях.

Зависимости $F_p/F_{p \max}(H/H_{C2}, T)$ проволочных образцов, полученных с применением РКМУП, не имеют, за исключением деформированного состояния, резко выраженных максимумов (рис. 6). Участки кривых со значениями силы пиннинга, близкими к

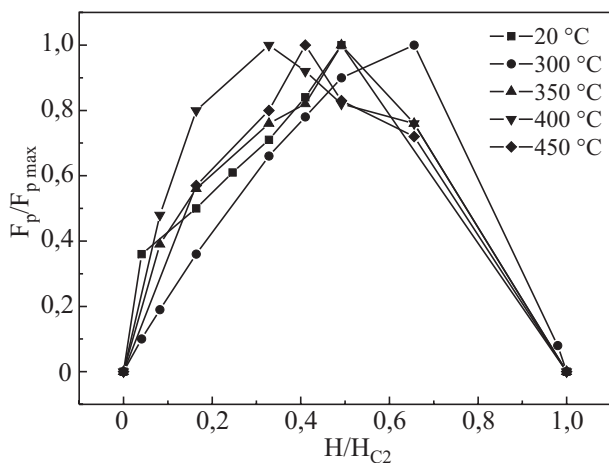


Рис. 5. Зависимости приведенной силы пиннинга от приведенной напряженности магнитного поля и температуры ТО сплава 60Т при деформации без применения РКМУП.

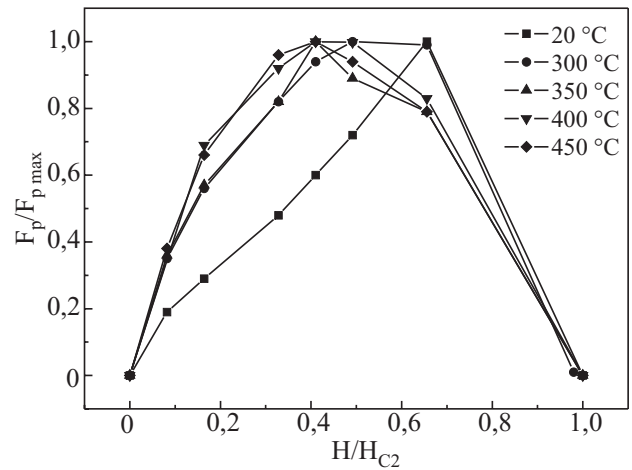


Рис. 6. Зависимости приведенной силы пиннинга от приведенной напряженности магнитного поля и температуры ТО сплава 60Т при деформации с применением РКМУП.

максимальному, более растянуты по полю. Это свидетельствует о высокой эффективности преобразования структуры сплава 60Т при комбинированной деформации, включающей РКМУП, в сочетании с термообработкой, а также о том, что границы зерен и нанодисперсные выделения α -Ti фактически в равной мере являются эффективными центрами пиннинга. При этом размеры дефектов, образованных в процессе деформации и термообработки, вероятно, соизмеримы с длиной когерентности.

Характер зависимости $F_p/F_{p \max}(H/H_{C2})$ и положение ее максимума для сверхпроводника, полученного с применением РКМУП, свидетельствуют о сильном влиянии на критический ток дислокаций, нанозерен, границ зерен, флуктуаций состава ($\Delta\chi$ -центры) в области сильных магнитных полей ($H/H_{C2} = 0,5-0,7$) и мелких, объемных, плоских и точечных нормальных частиц (N -центров) в области слабых ($H/H_{C2} = 0,2-0,4$) магнитных полей [11].

Полученные результаты укладываются в рамки известных представлений о характере влияния различных структурных неоднородностей на силу пиннинга в различных магнитных полях.

Заключение

1. Включение РКМУП в схему обработки сверхпроводящего сплава 60Т приводит к значительному (~ двухкратному) повышению плотности критического тока. При этом в интервале исследованных величин деформации РКМУП (0–9,84) насыщение не достигается.

2. Обнаружены различия в положениях максимума функции $F_p/F_{p \max}(H/H_{C2})$ для двух технологических схем получения сверхпроводников (с применением РКМУП и без него), отражающие связь между размером, геометрией и типом центров пиннинга и силой

пиннинга. Преимущества комбинированной обработки сверхпроводника с применением РКМУП, выявленные при оценке силы пиннинга, проявляются в широком (2–8 Тл) интервале приложенных внешних магнитных полей. Эффективность пиннингования связана с формированием в сплаве наноструктурного состояния.

Эта работа была частью исследовательской программы Polish National Scientific Network «Materials with strongly correlated electrons».

1. С.В. Сударева, *Физика металлов и металловедение* **30**, 915 (1970).
2. А. Кембелл, Д. Иветс, *Критические токи в сверхпроводниках*, Мир, Москва (1975).
3. M.T. Naus, R.W. Heussner, and D.C. Larbalestier, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **7**, 1122 (1997).
4. P.W. Anderson and Y.B. Kim, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 39 (1964).
5. В.А. Белошенко, Н.И. Матросов, В.В. Чишко, Е.А. Павловская, Л.Ф. Сенникова, О.Н. Миронова, *Металлофизика и новейшие технологии* **27**, 347 (2007).
6. Н.И. Матросов, Л.Ф. Сенникова, В.В. Чишко, Е.А. Павловская, Н.Ф. Андреевская, В.В. Макаренко, *Вопросы материаловедения* **4** (48), 19 (2006).
7. Н.И. Матросов, В.В. Чишко, Л.Ф. Сенникова, Е.А. Павловская, О.Н. Миронова, Э.А. Медведская, *Вопросы материаловедения* **2** (50), 60 (2007).
8. А.Б. Дугадко, Н.И. Матросов, В.Н. Варюхин и др. *Способ равноканального многоугольного прессования*, Патент Украины, Бюл. 12, № 62615 (2003).
9. В.М. Фарбер, О.В. Селиванова, *Металлы* **3**, 45 (2003).
10. E.J. Kramer, *Adv. Cryog. Engen. Materials* Vol. 28, R.P. Reed and H.F. Clark (eds.), Plenum Press, N.Y. (1982), p. 307.
11. *Физико-химические основы получения сверхпроводящих материалов*, Е.М. Савицкий, О. Хенкель, Ю.В. Ефимов (ред.), Металлургия, Москва (1981).

Influence of combined deformation and thermal treatment on superconductive properties of niobium-titanium alloy

V.A. Beloshenko, N.I. Matrosov, V.V. Chishko, O.N. Mironova, E.A. Medvedskaya, D. Gajda, A.J. Zaleski, V.P. Dyakonov, R. Puźniak, and H. Szymczak

The influence of combined deformation involving equal-channel multiangle pressing (ECMAP) and thermal treatment on critical current density of wire superconductor based Nb + 60 at.% Ti on the alloy has been investigated. It is found that the combined deformation involving ECMAP results in almost a two times increase of the critical current density. Relation between the character of structure nonuniformities and pinning force has been estimated. The pinning efficiency is related with the nanostructural state of the alloy.

PACS: 81.40. Ef Cold working, work hardening; annealing, post-deformation annealing, quenching, tempering recovery, and crystallization; 61.72. Mm Grain and twin boundaries.

Ключевые слова: NbTi, equal-channel multiangle pressing, critical current density, pinning force.