

Влияние деформационно-термической обработки с применением равноканального многоугольного прессования на сверхпроводящие свойства сплава NbTi

В.А. Белошенко, В.В. Чишко, Н.И. Матросов, В.П. Дьяконов

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

R. Szymczak, J. Piętoza, R. Puźniak, and H. Szymczak

Institute of Physics, Polish Academy of Sciences, 32/46 Aleja Lotnikow, Warsaw 02-668, Poland

D. Gajda

International Laboratory of High Magnetic Fields and Low Temperatures, Wroclaw 53-421, Poland

A. Zaleski

Institute of Low Temperatures and Structure Research PAS, Wroclaw 50-422, Poland

Статья поступила в редакцию 22 марта 2010 г.

Исследовано влияние равноканального многоугольного прессования в комбинации с гидроекструзией и волочением, а также заключительной термообработкой на плотность критического тока, силу пиннинга и температуру сверхпроводящего перехода биметаллического провода на основе сплава Nb + 60 ат.% Ti.

Досліджено вплив рівноканального пресування у комбінації з гідроекструзією та волочінням, а також заключною термообробкою на щільність критичного струму, силу пінінгу та температуру надпровідного переходу биметалічного проводу на основі сплаву Nb + 60 ат.% Ti.

PACS: 81.40.Ef Холодная обработка, механическое упрочнение, отжиг, постдеформационный отжиг, закалка, обратимый отпуск, кристаллизация;
61.72.Mm Границы зерен, двойниковые границы;
74.25.Uv Вихревые фазы, включая вихревые решетки, вихревые жидкости и вихревые стекла.

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

Введение

Успехи развития технической сверхпроводимости неразрывно связаны с созданием сверхпроводящих материалов с высокими критическими параметрами: критической температурой T_c , критическим магнитным полем B_c , критическим током J_c . Их максимальный уровень определяется электронным строением и химическим составом сверхпроводящего материала. При этом большое влияние оказывают степень совершенства кристаллической структуры, условия получения, режимы деформационно-термической обработки, в частности величина холодной деформации, температура и длительность термообработки (ТО).

Оптимизация деформационно-термической обработки является определяющей в технологии получения сверхпроводников с повышенными критическими параметрами [1,2]. Ранее нами отмечалось [3,4], что включение равноканального многоугольного прессования (РКМУП) в технологическую схему получения сверхпроводящего провода на основе сплава 60Т позволяет значительно улучшить его функциональные свойства. Установлены рациональная степень деформации РКМУП ($e = 9,84$) и температура заключительной термообработки ($T = 400$ °С) [5]. Обнаружены различия в характере зависимости количества α -фазы от длительности термообработки для сверхпроводника, полученного с использованием РКМУП и без него [6,7].

В связи с этим представляет интерес исследовать влияние длительности заключительной термообработки на плотность критического тока и деформации РКМУП на температуру перехода сверхпроводящей проволоки на основе сплава NbTi.

Материалы и методы исследований

В качестве исходных заготовок использовали биметаллические горячепрессованные прутки сплава Nb + 60 ат.% Ti (60Т) в медной оболочке (МОБ) диаметром 15 мм.

Часть заготовок деформировали методом гидроэкструзии (ГЭ) в 3 перехода до диаметра 3,6 мм с единичной степенью деформации $e \leq 1,2$, а затем волочили с разовыми деформациями $e \leq 0,2$ для получения сверхпроводящей проволоки диаметром 0,3 мм. Другую часть заготовок подвергали РКМУП с накопленной величиной деформации $e = 9,84$, после чего деформировали ГЭ и волочением по указанным выше режимам и маршрутам с суммарной величиной монотонного формоизменения $e = 7,82$. Коэффициент заполнения по сплаву составлял соответственно 0,5048 и 0,4547. Методика деформирования РКМУП и технологическая оснастка подробно описаны в работах [4,5].

Размер областей когерентного рассеяния (ОКР) D_{CSR} , 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%. Медная оболочка перед приготовлением образцов для рентгеновских исследований стравливалась.

Измерения критического тока I_c осуществляли на образцах в деформированном и отожженном состояниях. Термообработку деформированных образцов проводили в вакууме 10^{-5} мм рт.ст. при температуре 400 °С с выдержкой до 40 ч. Критический ток проволочных

(длиной до 200 мм и диаметром 0,3 мм) образцов измеряли четырехзондовым резистивным методом при температуре 4,2 К в поперечном внешнем магнитном поле до 12 Тл (критерий — 0,1 мкВ/см). Величину плотности критического тока J_c рассчитывали по формуле

$$J_c = \frac{I_c}{S},$$

где I_c — критический ток, S — площадь сверхпроводящего сплава NbTi.

Температуру перехода в сверхпроводящее состояние оценивали из температурных зависимостей намагниченности исследуемого образца. Намагниченность измеряли с помощью SQUID магнитометра. Точность измерения температуры перехода — 0,05 К.

Результаты и их обсуждение

Влияние длительности термообработки (1–40 ч) при температуре 400 °С на плотность критического тока биметаллического сверхпроводящего провода, полученного с применением РКМУП ($e = 9,84$), показано на рис. 1. Для сравнения на рис. 2 приведены зависимости $J_c(B)$ для сверхпроводящего провода, полученного с применением РКМУП и без него, после ТО при температуре 400 °С с выдержкой 1 и 8 ч. Видно, что плотность критического тока образцов, полученных с применением РКМУП, по сравнению с образцами, не подвергавшимися такой обработке, выше практически во всем исследованном диапазоне магнитных полей независимо от длительности термообработки. Наблюдаемое при комбинированной с использованием РКМУП деформационно-термической обработке повышение J_c связывается с формированием при этом наноструктурного состояния с равноосными зёрнами β -фазы и нанодисперсными выделениями вторичной α -фазы [5].

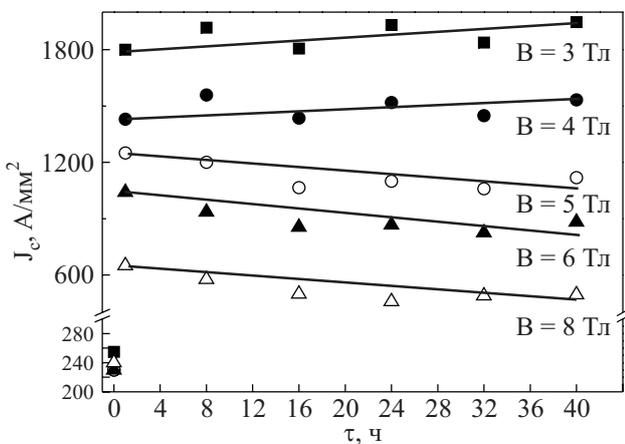


Рис. 1. Зависимости плотности критического тока сверхпроводника на основе сплава 60Т, полученного с применением РКМУП ($e = 9,84$), от длительности термообработки.

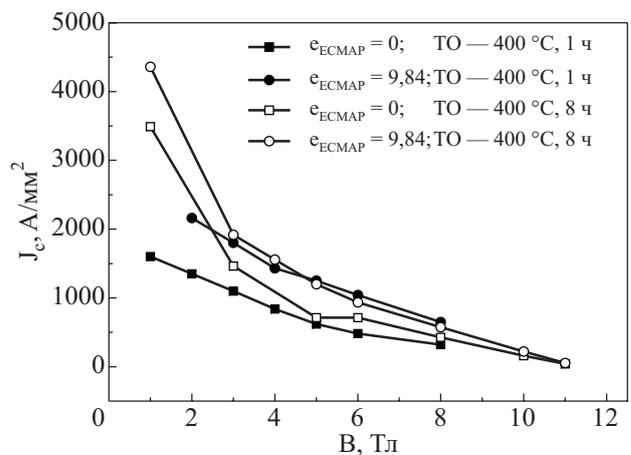


Рис. 2. Зависимости плотности критического тока сверхпроводника на основе сплава 60Т от индукции магнитного поля при различных схемах деформационно-термической обработки.

Увеличение длительности ТО от 1 до 40 ч повышает значения плотности критического тока в магнитных полях $B < 5$ Тл, а в полях $B \geq 5$ Тл наблюдается его снижение (рис. 1). Плотность критического тока образцов, полученных с применением РКМУП ($e = 9,84$), после ТО длительностью 8 ч несколько выше ($\approx 9\%$) в магнитных полях 1–4 Тл и ниже (до 13%) в магнитных полях 5–8 Тл по сравнению с образцами, отожженными в течение 1 ч. Дальнейшее увеличение длительности ТО незначительно ($\approx 2\text{--}3\%$) повышает значения плотности критического тока в малых магнитных полях и снижает их в средних и высоких магнитных полях. Таким образом, можно сделать вывод, что рациональной для повышения плотности критического тока сверхпроводящей проволоки на основе сплава 60Т во всем диапазоне магнитных полей продолжительностью ТО является 1 ч. Повышение J_c связано с тем, что ТО приводит к увеличению объемного содержания α -фазы, являющейся наиболее эффективными центрами пиннинга в малых магнитных полях [8,9]. Наблюдаемое в средних и высоких магнитных полях (5–8 Тл) снижение плотности критического тока связано с ростом зерен и уменьшением плотности дислокаций при увеличении длительности термообработки (рис. 3).

Существует ряд моделей, с помощью которых объясняют высокую токонесущую способность таких сверхпроводников [8–12]. Одна из них — модель Андерсона–Кима [8] 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.

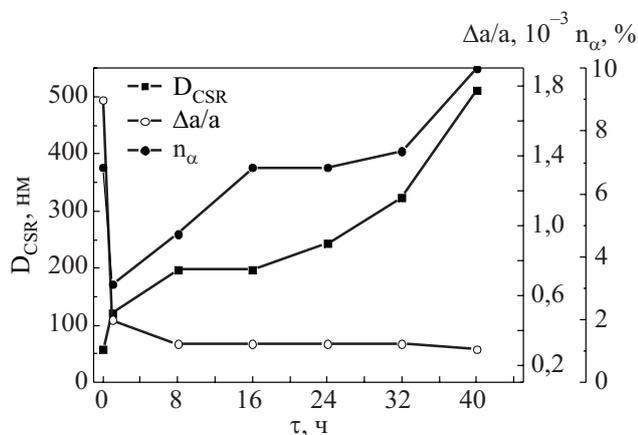


Рис. 3. Зависимости размера ОКР, уровня микронапряжений и объемного содержания α -фазы в сплаве 60Т от длительности термообработки.

В процессе ТО наблюдается конкуренция механизмов пиннинга — ослабление пиннинга на границах зерен и скоплениях дислокаций, связанное со снижением плотности границ зерен, перестройкой дислокационной структуры и аннигиляцией дислокаций, и усиление пиннинга, обусловленное выделением большого количества мелкодисперсной α -фазы в сплаве [8,9]. Максимум силы пиннинга F_p в зависимости от длительности ТО расположен при различных значениях приведенной магнитной индукции B/B_{c2} , где B_{c2} — верхнее критическое магнитное поле. Для сверхпроводника, полученного с применением РКМУП, максимум силы пиннинга F_{pmax} в интервале длительности ТО $\tau = 1\text{--}8$ ч расположен при $B/B_{c2} = 0,41$ и равен $5,99\text{--}6,25 \text{ ГН/м}^3$ (рис. 4). При термообработке в интервале $\tau = 16\text{--}40$ ч $F_{pmax} = 5,42\text{--}5,84 \text{ ГН/м}^3$ и расположен при $B/B_{c2} = 0,246$. В соответствии с существующими представлениями [8–12] значения F_{pmax} и положение ее максимума зависят от типа и размеров центров пиннинга. Центры пиннинга, связанные с выделениями вторичных несверхпроводящих фаз, эффективны в малых и средних полях. Центрам пиннинга, связанным с текстурой, границами зерен и дислокационной структурой, соответствуют максимумы в средних и высоких полях. Следовательно, в первом случае эффективными центрами пиннинга являются в фактически равной мере как границы нанозерен, так и нанодисперсные выделения α -Ti, во втором случае преимущественный вклад в пиннирование вносят выделения вторичной фазы [13]. Для образцов, полученных без применения РКМУП, в интервале длительности ТО $\tau = 1\text{--}8$ ч максимальные абсолютные значения силы пиннинга ниже ($F_{pmax} = 3,36\text{--}4,39 \text{ ГН/м}^3$) и для $\tau = 1$ и 8 ч находятся при $B/B_{c2} = 0,328$ и $0,246$ соответственно. В этом проявляются отличия в структурах исследуемых образцов, формируемых при различных технологических схемах деформации.

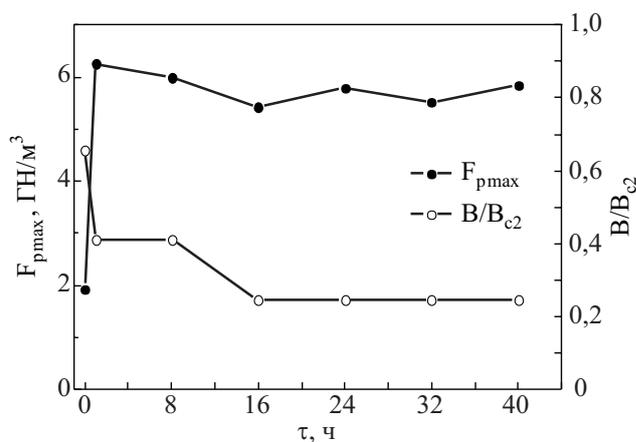


Рис. 4. Зависимости силы пиннинга (F_{pmax}) и положения ее максимума (B/B_{c2}) от длительности термообработки для сверхпроводящего провода на основе сплава 60Т, полученного комбинированной деформацией с применением РКМУП ($e = 9,84$).

Согласно литературным данным [14], можно ожидать, что включение в технологическую схему обработки сверхпроводника равноканального многоуглового прессования, приводящего к изменению структурно-фазового состояния сплава исследуемых образцов, должно повлиять также на температуру сверхпроводящего перехода.

Анализ температурной зависимости намагниченности проволочных образцов сплава 60Т, полученных по двум вышеуказанным технологическим схемам, позволяет сделать вывод об отсутствии изменений в значениях температуры перехода в сверхпроводящее состояние (рис. 5,а). T_c образцов в деформированном состоянии в обоих случаях равна 8,85 К. Термообработка (400 °С, 1 ч) приводит к незначительным изменениям температуры перехода (рис. 5,б). T_c сверхпроводника, полученного с применением РКМУП и без него, повышается до 8,9 и 8,95 К, что может быть связано с выделением вторичных фаз при термообработке [15]. Незначительные различия в температурах перехода исследуемых образцов, вероятно, обусловлены проявлением эффекта близости, характерного для наноструктурного состояния с мелкодисперсными выделениями вторичных фаз [15].

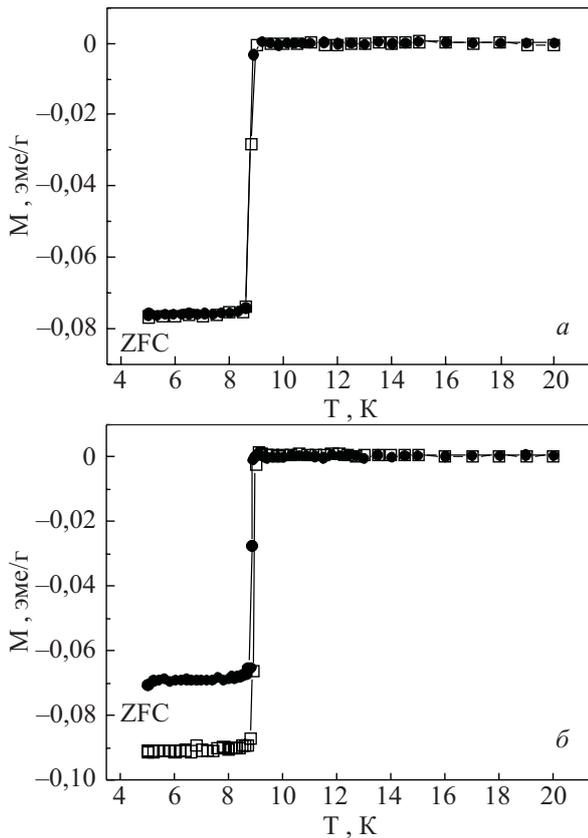


Рис. 5. Зависимости намагниченности от температуры биметаллических проволочных образцов сверхпроводника на основе сплава 60Т в деформированном (а) и термообработанном (б) состояниях для различных схем обработки: □ — ГЭ + волочение ($e = 7,82$); ● — РКМУП ($e = 9,84$) + ГЭ + волочение ($e = 7,82$).

Выводы

Включение равноканального многоуглового прессования в технологию получения биметаллической сверхпроводящей проволоки на основе сплава 60Т позволяет повысить плотность критического тока и несущественно влияет на температуру перехода в сверхпроводящее состояние. При этом проведение длительной заключительной термообработки для улучшения токонесущей способности сверхпроводника во всем исследованном диапазоне магнитных полей нецелесообразно.

Работа была выполнена при частичной поддержке Ministry of Science and Higher Education (Poland) (проект NN 508 392035).

1. А.Б. Дугадко, Е.А. Павловская, Б.А. Шевченко, О.Н. Миронова, О.В. Черный, Г.Е. Сторожилов, Н.Ф. Андриевская *ФТВД* **3–4**, 107 (1994).
2. O.V. Chernyi, N.F. Andrievskaya, V.O. Ilicheva, G.E. Storozhilov, P.J. Lee, and A.A. Squitieri, *Adv. Cryog. Eng.: ICMC* **48**, 833 (2002).
3. В.А. Белошенко, Н.И. Матросов, В.В. Чишко, О.Н. Миронова, Э.А. Медведская, Д. Гайда, А. Залеский, В.П. Дьяконов, Р. Пужняк, Г. Шимчак, *ФНТ* **34**, 768 (2008) [*Low Temp. Phys.* **34**, 606 (2008)].
4. Н.И. Матросов, В.В. Чишко, Л.Ф. Сенникова, Е.А. Павловская, О.Н. Миронова, Э.А. Медведская, *Вопросы материаловедения* **50**, 60 (2007).
5. V.A. Beloshenko, T.E. Konstantinova, N.I. Matrosov, V.Z. Spuskanyuk, V.V. Chishko, D. Gajda, A.J. Zaleski, V.P. Dyakonov, R. Puźniak, and H. Szymczak, *J. Superconduct. Novel Magnetism* **22**, 505 (2009).
6. В.З. Спусканюк, Е.А. Павловская, В.В. Чишко В.Ю. Дмитренко, Л.Ф. Сенникова, Н.И. Матросов, *ФТВД* **15**, №1, 133 (2005).
7. В.А. Белошенко, Н.И. Матросов, В.В. Чишко, Е.А. Павловская, Л.Ф. Сенникова, Э.А. Медведская, *ФТВД* **18**, №1, 63 (2008).
8. P.W. Anderson and Y.B. Kim, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 39 (1964).
9. E.J. Kramer, *Adv. Cryog. Engneen. Mater.*, R.P. Reel and H.F. Clark (eds.), Plenum Press, N.Y. (1982), v. 28, p. 307.
10. С.В. Сударева, *ФММ* **30**, 915 (1970).
11. А. Кембелл, Д. Иветс, *Критические токи в сверхпроводниках*, Мир, Москва (1975).
12. M.T. Naus, R.W. Heussner, and D.C. Larbalestier, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **7**, 1122 (1997).
13. Е.М. Савицкий, Ю.В. Ефимов, Я. Кругляк, *Физико-химические основы получения сверхпроводящих материалов*, Металлургия, Москва (1981).
14. В.М. Сегал, В.Н. Резников, В.И. Копылов, Д.А. Павлик, В.Ф. Малышев, *Процессы пластического структурообразования металлов*, Наука и техника, Минск (1994).
15. E.W. Collings, T.S. Kreilick, E. Gregory, P.I. Lee, and J.C. Ho, *Adv. Gryog. Eng. Mater.* **34**, 1027 (1988).

Effect of deformation and heat treatment combined with equal-channel multiple-angle pressing on superconductive properties of the NbTi alloy

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

The effect of the equal-channel multiple-angle pressing combined with hydroextrusion and drawing followed by heat treatment on the critical current density, pinning force and superconducting transition tempera-

ture of the bimetallic wire based on alloy Nb + 60 at.% Ti has been investigated.

PACS: 81.40.Ef Cold working, work hardening, post-deformation annealing, quenching, tempering recovery, crystallization;
61.72.Mm Grain and boundaries
74.25.Uv Vortex phases (includes vortex lattices, vortex liquids, and vortex glasses).

Keywords: NbTi, equal-channel multiple-angle pressing, critical current density, pinning force.