

PACS: 81.40.Ef, 61.72.Mm

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

ВЛИЯНИЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО МНОГОУГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ В КОМБИНАЦИИ С ГИДРОЭКСТРУЗИЕЙ И ОТЖИГОМ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА 60Т

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

Статья поступила в редакцию 19 января 2006 года

Исследованы закономерности влияния комбинированной обработки, основанной на применении немонотонной деформации равноканальным многоугловым прессованием (РКМУП) и монотонного формоизменения гидроэкструзией (ГЭ), а также отжига на структуру, фазовый состав и свойства сплава 60Т. Установлено, что термостабильность структуры, сформированной при комбинированной обработке РКМУП и ГЭ, ниже. Термомеханическая обработка приводит к дополнительному росту микротвердости за счет образования вторичных фаз матричного распада.

Введение

Теоретически показано, что высокая критическая плотность тока у жестких сверхпроводников второго рода, к которым относятся ниобий-титановые сплавы, наблюдается при наличии в них структурных неоднородностей [1]. Такая плотность тока достигается после холодной деформации в сочетании с промежуточными и окончательными отжигами, при этом режимы пластической деформации и термообработки имеют определяющее значение [2]. При рациональных режимах формируется благоприятное структурно-фазовое состояние с увеличенной плотностью выделений вторичных фаз за счет распада матричного β -твердого раствора.

Настоящая работа посвящена изучению поведения сплава NbTi, изменений его структурно-фазового состояния и свойств под влиянием комбинированной пластической деформации методами РКМУП и ГЭ с добавлением операции термообработки. Такое влияние исследуется впервые.

Материалы и методы исследования

В качестве исходных заготовок в экспериментах использовали горяче-прессованные биметаллические прутки сплава 60Т (Nb–60 at.% Ti) в медной

(МОБ) оболочке диаметром 15 mm. Прутки подвергали РКМУП без изменения поперечного сечения заготовки по трехугольной схеме деформации с углами пересечения сегментов канала $\theta_1 = \theta_3 = 80^\circ$, $\theta_2 = 70^\circ$ и единичной за цикл степень деформации $e = 0.82$ [3,4]. Накопление деформации осуществляли повторением циклов прессования в интервале 4–8–12 с суммарной степень деформации e соответственно 3.28–6.56–9.84. Величина последующей деформации методом ГЭ составляла $e = 2.2$ (маршрут формоизменения с диаметра 15 mm на диаметр 5.0 mm). Для сравнения исследовали также образцы, полученные методами горячего прессования и ГЭ (без предварительной обработки РКМУП).

Термостабильность структуры, сформированной в сплаве РКМУП и ГЭ, изучали при температурном воздействии в диапазоне температур 300–450°C. Нагрев деформированных образцов с выдержкой длительностью от 1 до 24 h проводили в вакууме 10^{-5} mm Hg.

Особенности структуры и упрочнения сплава после различных схем термомеханической обработки изучали методами оптической микроскопии («Neophot»), рентгеноструктурного анализа (ДРОН-УМ1) и микроиндентирования (ПМТ-3).

Результаты и их обсуждение

Отличие микроструктур образцов, подвергнутых ГЭ и прошедших обработку методами РКМУП и ГЭ, состоит в степени их совершенства (рис. 1). Структура на уровне субзерен после обработки по схеме РКМУП + ГЭ является равноосной и равновесной, что подтверждается низким уровнем микронапряжений кристаллической решетки материала, а также размытой текстурой деформации. В работах [5,6] низкий уровень микронапряжений, имеющий место при смене знака или схемы деформирования, рассматривается как следствие процессов трансформации субграниц, которые приводят к уменьшению накопленной плотности дислокаций, т.е. к их аннигиляции. Как будет показано ниже, в сравниваемых образцах различна степень активности процессов полигонизации и перестройки дислокационной структуры, а также механизмов, ответственных за циклический возврат [7], при нагреве до 400°C (аннигиляция дислокаций, укрупнение субзерен и т.д.). Это проявляется в различной скорости травления сплава 60Т в деформированном и отожженном состояниях, абсолютных значениях уровня микронапряжений и размера областей когерентного рассеивания (ОКР).

В процессе изучения влияния степени предварительной деформации методом РКМУП при комбинированной обработке РКМУП + ГЭ на тонкую структуру, фазовый состав и свойства сплава выявлены следующие закономерности.

Размер ОКР при повышении степени деформации РКМУП от 0 до 9.84 практически остается без изменений (~ 150 nm), уровень микронапряжений II рода ($\Delta a/a$) имеет очень низкие значения с тенденцией уменьшения от $0.8 \cdot 10^{-3}$ до $0.6 \cdot 10^{-3}$.

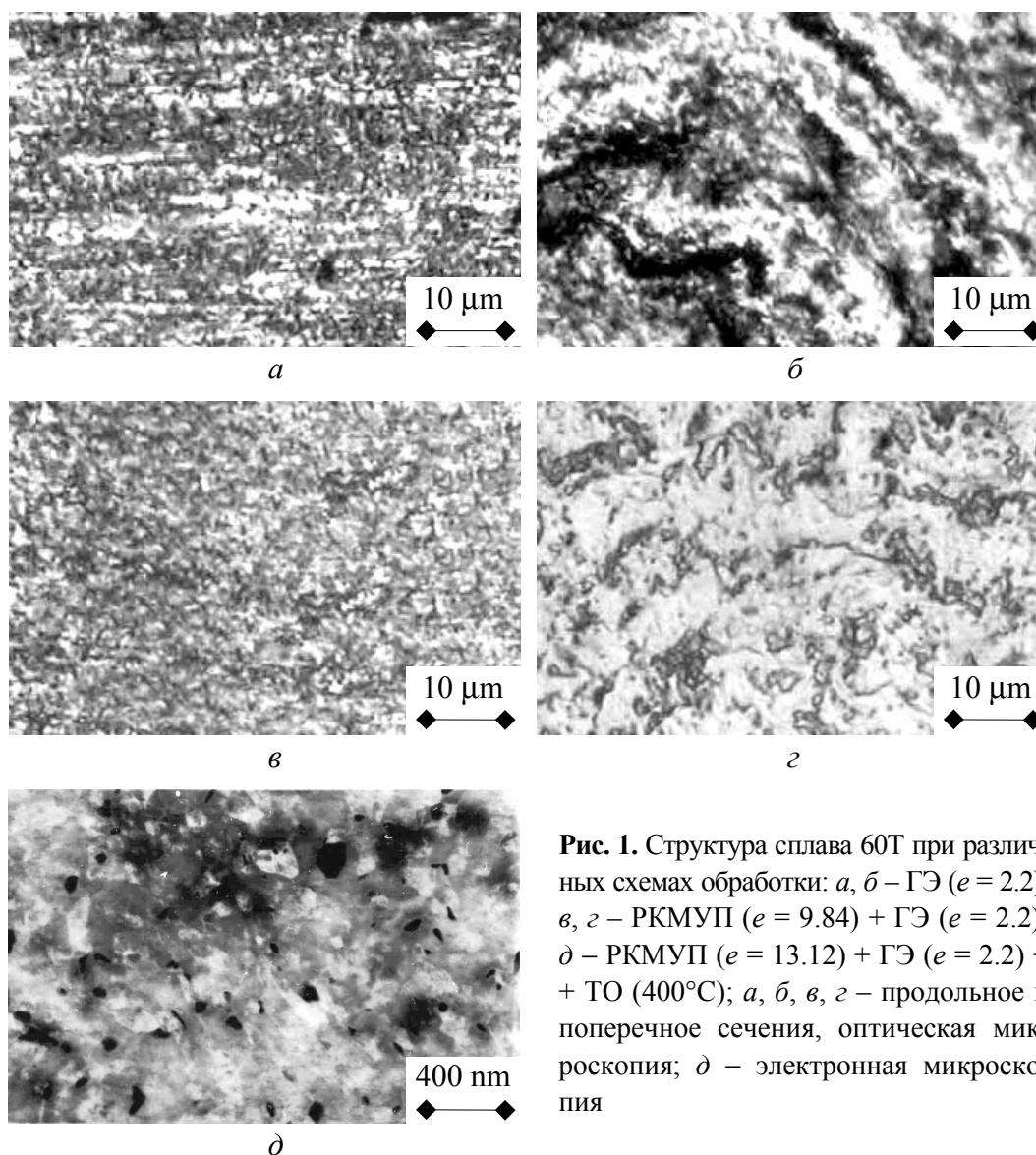


Рис. 1. Структура сплава 60Т при различных схемах обработки: *а, б* – ГЭ ($e = 2.2$); *в, г* – РКМУП ($e = 9.84$) + ГЭ ($e = 2.2$); *д* – РКМУП ($e = 13.12$) + ГЭ ($e = 2.2$) + ТО (400°C); *а, б, в, г* – продольное и поперечное сечения, оптическая микроскопия; *д* – электронная микроскопия

Содержание α -фазы с увеличением количества циклов РКМУП изменяется мало и находится на уровне 3%. Фактор давления, сопровождающий деформацию в процессе гидроэкструзии (барический механизм фазовых превращений), также не может существенно повлиять на интенсивность происходящего в сплаве полиморфного $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения.

С повышением величины предварительной деформации РКМУП от 0 до 9.84 микротвердость при комбинированной обработке увеличивается от значений 1470 до 1803 МПа.

Изучение стабильности структуры, сформированной при комбинированной обработке РКМУП + ГЭ ($e = 2.2$), при нагреве в диапазоне $300\text{--}450^{\circ}\text{C}$ с выдержкой в течение 1–24 h показало ее чувствительность к температуре.

Нагрев до $300\text{--}450^{\circ}\text{C}$ приводит к значительному изменению параметров тонкой структуры (рис. 2, *а*). С повышением температуры активизируются процессы полигонизации, вследствие чего совершенствуются и укрупняются

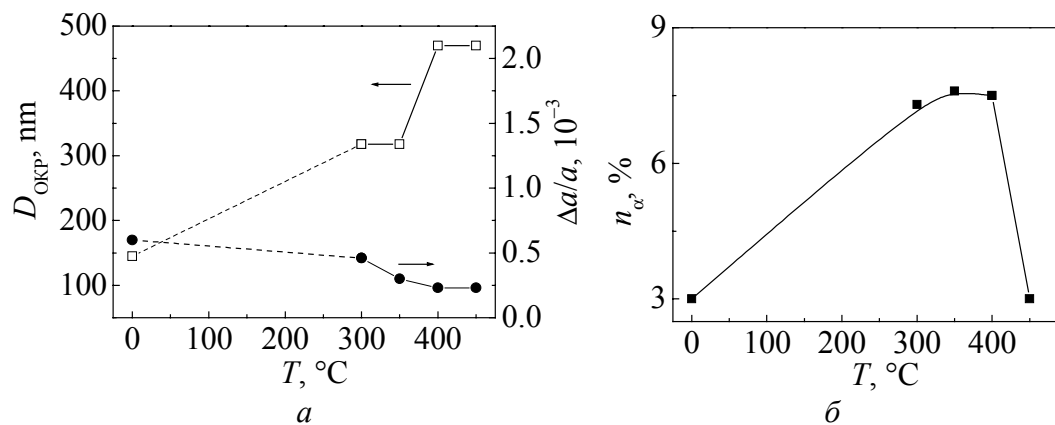


Рис. 2. Зависимость параметров тонкой структуры сплава 60Т (а) и содержания α -фазы (б) от температуры отжига

ячейки, наблюдается снижение уровня микронапряжений II рода. В частности, размер ОКР увеличивается при 300°C от 145 до 318 nm, а при 400°C – до 470 nm; уровень микроискажений кристаллической решетки снижается от $0.6 \cdot 10^{-3}$ соответственно до $0.46 \cdot 10^{-3}$ и $0.23 \cdot 10^{-3}$.

Термообработка образцов, предварительно прошедших РКМУП + ГЭ, в двухфазной области диаграммы состояния сплава способствует выделению α -фазы по диффузионному механизму фазовых превращений. Максимальное содержание α -фазы наблюдается при температурах 350–400°C и соответствует 7.5% (рис. 2,б). Изменения микротвердости коррелируют с поведением объемного содержания α -фазы в диапазоне оптимальных температур отжига. При термообработке присутствует конкуренция механизмов упрочнения, связанных с изотропностью структуры и выделением дисперсных вторичных фаз, и механизмов, ответственных за возврат и разупрочнение.

На рис. 3 показано влияние на параметры тонкой структуры сплава предварительной деформации РКМУП при комбинированной обработке с добавлением операции ГЭ ($e = 2.2$) и термообработки (400°C, 1 h). Результаты исследований свидетельствуют о снижении термостабильности указанных параметров (повышение чувствительности к температуре) с увеличением предварительной деформации РКМУП.

На рис. 4 приведены результаты изучения влияния предварительной деформации РКМУП в сочетании с ГЭ ($e = 2.2$) и термообработкой (400°C, 1 h) на величину микротвердости. В области величины деформации РКМУП $e = 9.84$ термомеханическая обработка приводит к дополнительному росту микротвердости с выходом на насыщение. У образцов, деформированных РКМУП ($e = 9.84$) в комбинации с ГЭ ($e = 2.2$) и термообработкой, наблюдается более интенсивный рост микротвердости, и уровень ее соответствует 2050 МПа.

Из исследований параметров тонкой структуры, фазового состава образцов, формируемых РКМУП в сочетании с ГЭ и термообработкой, предположительно следует, что основной вклад в упрочнение сплава вносят дисперсные выделения вторичной α -фазы в объеме реорганизованной ГЭ изотропной структуры, предварительно созданной РКМУП.

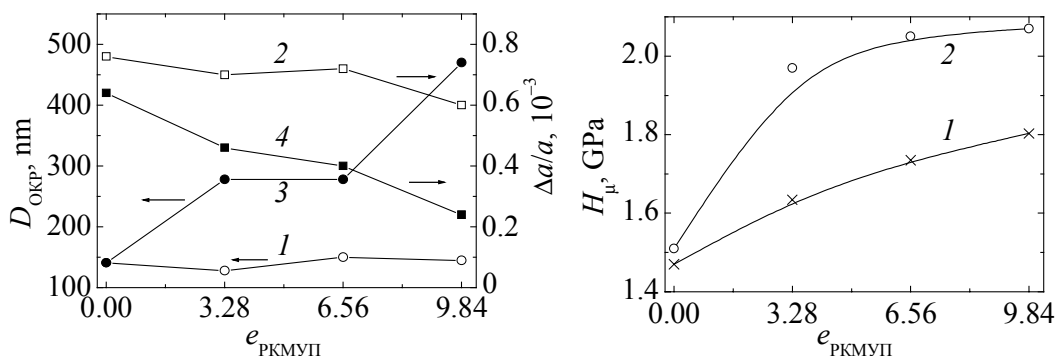


Рис. 3. Влияние предварительной деформации РКМУП на параметры тонкой структуры сплава 60Т при комбинированной обработке с добавлением операции ГЭ и термообработки: 1, 2 – РКМУП + ГЭ; 3, 4 – РКМУП + ГЭ + ТО (400°С)

Рис. 4. Влияние предварительной деформации РКМУП на величину микротвердости при обработке сплава 60Т: 1 – РКМУП + ГЭ; 2 – РКМУП + ГЭ + ТО (400°С)

Представляет интерес изучить временные режимы термообработки, так как длительность нагрева при температуре двухфазной области диаграммы состояния сплава может оказать решающее воздействие на его структурно-фазовое состояние и свойства.

На рис. 5–7 показаны характер влияния длительности термообработки (400°С) образцов сплава 60Т после их обработки ГЭ ($e = 2.2$) либо РКМУП ($e = 9.84$) в сочетании с ГЭ ($e = 2.2$) соответственно на параметры тонкой структуры, объемное содержание α -фазы и микротвердость.

Зависимость объемного содержания α -фазы от увеличения длительности выдержки при температуре 400°С является немонотонной с наличием двух участков возрастания количества α -фазы, разделенных заметным минимумом в промежутке 3–5 h. Характер зависимости количества α -фазы отражает процессы зародышеобразования, выделения, растворения и роста α -фазы согласно

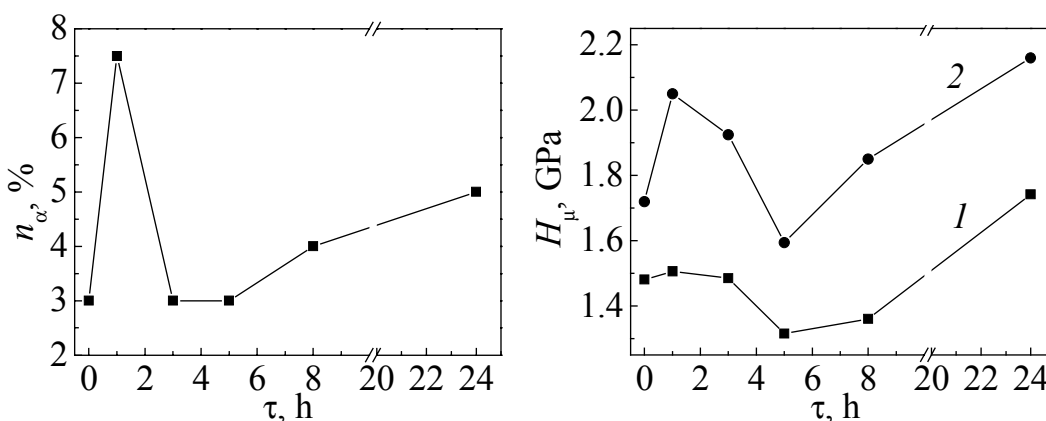


Рис. 5. Зависимость содержания α -фазы в сплаве от длительности термообработки (РКМУП + ГЭ + ТО (400°С))

Рис. 6. Зависимость микротвердости сплава 60Т от длительности отжига: 1 – ГЭ + ТО (400°С); 2 – РКМУП + ГЭ + ТО (400°С)

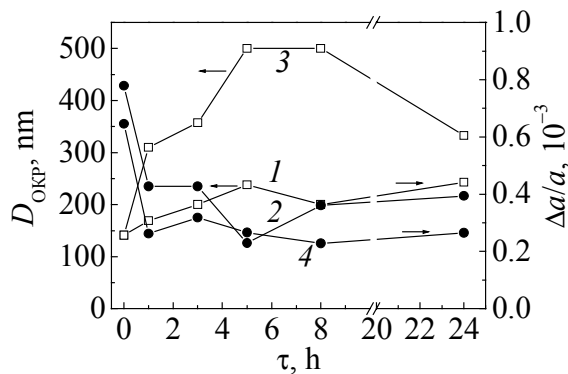


Рис. 7. Зависимость параметров тонкой структуры сплава от длительности термообработки: 1, 2 – ГЭ + ТО (400°C); 3, 4 – РКМУП + ГЭ + ТО (400°C)

диффузионной природе фазовых превращений $\beta \rightarrow \alpha$. После проведения длительной (24 h) термообработки образца, деформированного РКМУП ($e = 9.84$) и ГЭ ($e = 2.2$), объемное содержание α -фазы увеличивается от 3 до 5%. Термообработка с выдержкой 1 h обеспечивает изменение содержания α -фазы от 3 до 7.5%. Отсюда следует, что целесообразность длительных термообработок и рациональная их продолжительность могут быть установлены на основании результатов измерений критического тока – основной характеристики функциональных свойств сверхпроводника.

Изменения микротвердости с увеличением длительности отжига в значительной мере коррелируют с поведением объемного содержания α -фазы. При этом абсолютное значение микротвердости после отжига с выдержкой 24 h (2160 МПа) превышает величину микротвердости, достигаемую при одночасовом отжиге (2050 МПа). Причиной этому может быть образование иных, помимо α -фазы, метастабильных и стабильных вторичных фаз матричного распада, обнаружение которых методически возможно только при осуществлении низкотемпературных рентгеноструктурных исследований.

Параметры тонкой структуры после длительного (24 h) отжига существенно отличаются. В случае комбинированной деформации размер ОКР увеличивается от 141 до 333 nm, уровень микронапряжений снижается от $0.65 \cdot 10^{-3}$ до $0.265 \cdot 10^{-3}$. Во всем диапазоне выдержки проявляется термостабильность, пониженная по сравнению с образцами, полученными без предварительной деформации РКМУП: размер ОКР по абсолютным значениям выше, а уровень микронапряжений ниже. В частности, для образцов, гидроэкструдированных с аналогичной степенью деформации без обработки РКМУП, после 24-часового отжига параметры тонкой структуры $D_{окр}$, $\Delta a/a$ изменяются соответственно от 145 до 243 nm и от $0.8 \cdot 10^{-3}$ до $0.394 \cdot 10^{-3}$.

Выводы

1. Комбинированная обработка сплава со сменой схемы деформирования (РКМУП + ГЭ) в сочетании с последующим отжигом (400°C) приводит к формированию структуры с увеличением объемного содержания α -фазы от 3 до 7.5%.
2. При комбинированной деформации с добавлением операции термообработки, в том числе длительной, интенсивность упрочнения сплава

выше, чем в случае деформации только ГЭ. Параметры тонкой структуры, сформированные при комбинированной обработке (РКМУП + ГЭ), более чувствительны к температуре, термостабильность структуры ниже. Во всем диапазоне выдержки (до 24 h) размер ОКР выше, а уровень микронапряжений ниже.

3. Основной вклад в упрочнение сплава вносят дисперсные выделения вторичной α -фазы в объеме реорганизованной ГЭ изотропной структуры, предварительно созданной РКМУП.

1. *P.W. Anderson, J.B. Kim*, Rev. Mod. Phys. **36**, 39 (1964).
2. *J. Willbrand*, Metall **29**, 677 (1975).
3. *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*, ФТВД **15**, № 1, 95 (2005).
4. *В.З. Спусканюк, А.Б. Дугадко, И.М. Коваленко, Н.И. Матросов, А.В. Спусканюк, Б.А. Шевченко*, ФТВД **13**, № 3, 85 (2003).
5. *В.И. Трефилов, В.Ф. Моисеев, Э.П. Печковский*, Докл. АН УССР № 11, 81 (1985).
6. *И.А. Вакуленко, В.Г. Раздобреев*, Металлы № 3, 86 (2004).
7. *А.Ю. Виноградов, С. Хасимото*, Металлы № 1, 51 (2004).

V.Z. Spuskanyuk, N.I. Matrosov, V.V. Chishko, E.A. Pavlovskaya, L.F. Sennikova, N.N. Kabdin

EFFECT OF THE EQUAL-CHANNEL MULTIPLE-ANGLE PRESSING COMBINED WITH HYDROEXTRUSION AND ANNEALING ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF ALLOY 60T

Regularities of the effect of combined treatment using nonmonotonic deformation by the equal-channel multiple-angle pressing (ECMAP) and monotonic shape changing by hydroextrusion (HE) as well as the effect of annealing on structure, phase composition and properties of alloy 60T have been investigated. Thermal stability of structure formed under combined ECMAP and HE treatment has been determined to be lower. Thermomechanical treatment results in the additional growth of microhardness due to the formation of secondary phases of matrix disintegration.

Fig. 1. Structure of alloy 60T for different schemes of treatment: *a, б* – HE ($e = 2.2$); *в, з* – ECMAP ($e = 9.84$) + HE ($e = 2.2$); *д* – ECMAP ($e = 13.12$) + HE ($e = 2.2$) + TT (400°C); *a, б, в, з* – longitudinal and cross sections, optical spectroscopy; *д* – electron microscopy

Fig. 2. Dependence of parameters of alloy 60T fine structure (*a*) and α -phase content (*б*) on annealing temperature

Fig. 3. Influence of preliminary deformation by the ECMAP on parameters of alloy 60T fine structure under combined treatment with the HE operation and thermal treatment: *1, 2* – ECMAP + HE; *3, 4* – ECMAP + HE + TT (400°C)

Fig. 4. Effect of preliminary deformation by EСМАР on microhardness value during the treatment of alloy 60Т: 1 – EСМАР + HE; 2 – EСМАР + HE + ТТ (400°С)

Fig. 5. Dependence of α -phase content in the alloy on duration of thermal treatment (EСМАР + HE + ТТ (400°С))

Fig. 6. Dependence of alloy 60Т microhardness on annealing duration: 1 – HE + ТТ (400°С); 2 – EСМАР + HE + ТТ (400°С)

Fig. 7. Dependence of parameters of the alloy fine structure on duration of thermal treatment: 1, 2 – HE + ТТ (400°С); 3, 4 – EСМАР + HE + ТТ (400°С)