

PACS: 61.72.Mm, 81.40.Lm

Н.И. Матросов, В.П. Дьяконов, В.В. Чишко, Н.Г. Кисель,  
Е.А. Павловская, Л.Ф. Сенникова, Э.А. Медведская, О.Н. Миронова

### ВЛИЯНИЕ ВЕЛИЧИНЫ ДЕФОРМАЦИИ РАВНОКАНАЛЬНЫМ МНОГОУГЛОВЫМ ПРЕССОВАНИЕМ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА NbTi

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 17 мая 2008 года

*Исследовано влияние на структуру и физико-механические свойства сплава Nb + 60 at.% Ti величины предварительной деформации методом равноканального многоугольного прессования (РКМУП) в сочетании с гидроэкструзией (ГЭ), волочением и термообработкой. Установлен оптимальный режим деформации РКМУП ( $e = 9.84$ ), приводящий к повышению комплекса физико-механических свойств сплава Nb + 60 at.% Ti. Применение в технологии изготовления сверхпроводящей проволоки РКМУП приводит к повышению плотности критического тока во всем исследованном (2–8 T) диапазоне магнитных полей.*

#### Введение

Нетрадиционные методы пластической деформации, такие как реверсивное кручение, растяжение-кручение, знакопеременный изгиб, РКМУП позволяют деформировать заготовку без изменения геометрических размеров в условиях сложного нагружения с промежуточными разгрузками и сменой знака (направления) деформирования [1–13]. При этом достигается высокая степень деформации, измельчения и гомогенизации структуры, что приводит к изменению физико-механических свойств [13].

Закономерности изменения свойств металлов при знакопеременном деформировании в значительной мере отличаются от таковых при монотонном. Известно [14,15], что немонотонная холодная деформация РКМУП в сочетании с последующим монотонным деформированием ГЭ и волочением, а также термообработкой, позволяет улучшить функциональные свойства сплава NbTi за счет создания в нем более однородной наноструктуры с равноосными зёрнами  $\beta$ -фазы и нанодисперсными выделениями вторичной  $\alpha$ -фазы.

Цель настоящей работы – исследовать влияние величины предварительной деформации РКМУП на фазовый состав, структуру и свойства сплава NbTi и определить рациональный деформационный режим РКМУП.

### Материалы и методы исследований

В качестве исходных заготовок использовали биметаллические горяче-прессованные прутки сплава ниобий–титан (Nb–60 at.% Ti) в медной (МОБ) матрице диаметром 15 mm. Сплав имеет двухфазный состав, представляющий собой  $\beta$ -твердый раствор с ОЦК-решеткой при малой (~ 1%) объемной доле второй гексагональной  $\alpha$ -фазы.

Часть заготовок деформировали ГЭ до диаметра 3.6 mm 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 mm. Другую часть заготовок подвергали РКМУП с накопленной величиной деформации  $e = 3.28$  (4 прохода), 6.56 (8), 9.84 (12) и 13.12 (16 проходов), после чего деформировали ГЭ и волочением по указанным выше режимам и маршрутам с суммарной величиной монотонного формоизменения  $e = 7.82$ .

РКМУП осуществляли по схеме продавливания заготовки через 3-угловую деформирующую систему из 4 пересекающихся каналов одинакового сечения с половинными углами пересечения  $\theta_1 = 80^\circ$ ,  $\theta_2 = 70^\circ$ ,  $\theta_3 = 80^\circ$  при степени деформации за проход  $e_1 = 0.82$  [16].

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  $\alpha$ -фазы составляла 1%, размера ОКР и уровня микронапряжений – 10%. Медную оболочку перед приготовлением образцов для рентгеновских исследований стравливали. Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 50 g, погрешность измерений составляла 5%.

Механические свойства (предел прочности  $\sigma_b$  и относительное удлинение  $\delta$ ) биметаллической, стабилизированной медью сверхпроводящей проволоки оценивали при испытаниях на растяжение образцов длиной 200 mm на разрывной машине ZM-20, при этом относительная ошибка измерений составляла 2.5%. Предел прочности сплава определен на основании результатов испытаний на растяжение биметаллических образцов с использованием правила смеси, учитывающего фактическое соотношение сплава и меди в биметалле.

Плотность критического тока проволочных (длиной до 200 mm и диаметром 0.3 mm) образцов в деформированном и термообработанном состояниях измеряли при температуре 4.2 K в поперечном внешнем магнитном поле 5 и 8 T. Заключительную термообработку деформированных образцов проводили в вакууме  $10^{-5}$  mm Hg при температуре 400°C с выдержкой в течение 1 h.

Результаты и их обсуждение

1. Влияние величины деформации РКМУП на фазовый состав и тонкую структуру сплава. Как известно, сплав 60Т находится в двухфазной области фазовой диаграммы системы NbTi и может содержать в  $\beta$ -твердом растворе включения вторичных фаз. Рентгеноструктурный анализ как на полуфабрикатах, так и на готовом изделии подтверждает наличие в материале вторичной  $\alpha$ -фазы. Увеличение степени деформации РКМУП до  $e = 9.84$  приводит к возрастанию объемного содержания  $\alpha$ -фазы до 7% (рис. 1, кривая 1). Видно, что существует достаточно узкая область степени деформации РКМУП, где объемное содержание  $\alpha$ -фазы достигает максимальной величины. При выходе из этих условий содержание  $\alpha$ -фазы резко снижается. Такого рода зависимость уже наблюдалась в работе [17] при исследовании влияния параметров гидропрессования, что связывалось с формированием в оптимальных условиях благоприятного структурно-напряженного состояния.

После комбинированной обработки в сплаве формируется мелкокристаллическое сильнодеформированное состояние. Размер ОКР уменьшается с ростом величины накопленной деформации РКМУП (рис. 2) и составляет для степени  $e = 9.84$  и  $e = 13.12$  соответственно 60 и 55 nm. Зависимость микронапряжений II рода от степени деформации РКМУП носит немонотонный характер с минимумом при  $e = 9.84$ . Величине накопленной деформации  $e = 9.84$  соответствует минимальный уровень структурных микронапряжений II рода –  $1.72 \cdot 10^{-3}$ . Параметры тонкой структуры образцов сплава, полученных без применения РКМУП, составляют:  $D_{CSR} = 70$  nm,  $\Delta a/a = 1.91 \cdot 10^{-3}$ .

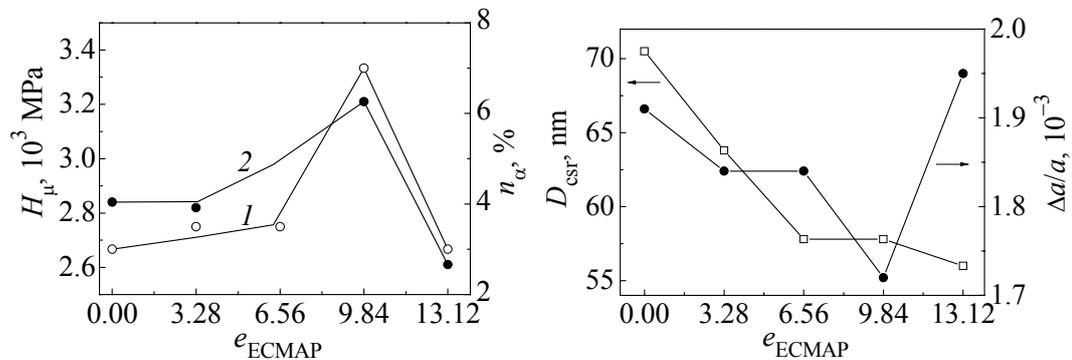


Рис. 1. Зависимости содержания  $\alpha$ -фазы (1) и микротвердости (2) сплава 60Т от величины деформации РКМУП

Рис. 2. Зависимости параметров тонкой структуры сплава 60Т от величины деформации РКМУП

При больших знакопеременных пластических деформациях возможно образование полосовых структур, границы полос которых являются местами стока и накопления большой плотности дислокаций [18]. Указанный немонотонный характер зависимости уровня микронапряжений от степени деформации РКМУП обусловлен, вероятно, особенностями формирования и

реорганизации дислокационной структуры сплава при смене схемы деформирования, связанными с процессами трансформации субграниц и образованием полосовых структур, приводящих в одном случае к уменьшению накопленной плотности дислокаций, а в другом – к повышению их плотности.

2. Влияние величины деформации РКМУП на механические свойства сплава. Характер зависимости микротвердости от величины деформации РКМУП (рис. 1, кривая 2) коррелирует с характером изменения содержания  $\alpha$ -фазы. Исходя из этого, можно предположить, что повышение микротвердости объясняется увеличением количества выделений мелкодисперсной вторичной  $\alpha$ -фазы в объеме реорганизованной ГЭ и волочением изотропной структуры, предварительно созданной РКМУП.

Испытания на растяжение проволоочных образцов показывают, что при варьировании степени деформации методом РКМУП максимально высокий комплекс прочностных и пластических свойств обеспечивается при  $e = 9.84$  (рис. 3). При других степенях деформации прочность и пластичность снижаются. Эта особенность может быть объяснена указанными ранее изменениями фазового состава и структурно-напряженного состояния, снижением эффекта изотропного деформационного упрочнения.

Оптимальные режимы знакопеременной (немонотонной) пластической деформации РКМУП, формируя в сплаве низкий уровень микронапряжений, положительно сказываются на условиях заключительного монотонного (при смене схемы деформирования) безобрывного формоизменения вплоть до размера готовой проволоки.

3. Влияние величины деформации РКМУП на плотность критического тока. Образцы сверхпроводника, полученные с применением РКМУП, имеют более высокие токовые характеристики во всем исследованном диапазоне магнитных полей по сравнению со сверхпроводником, изготовленным без применения РКМУП (рис. 4). Зависимости носят немонотонный характер

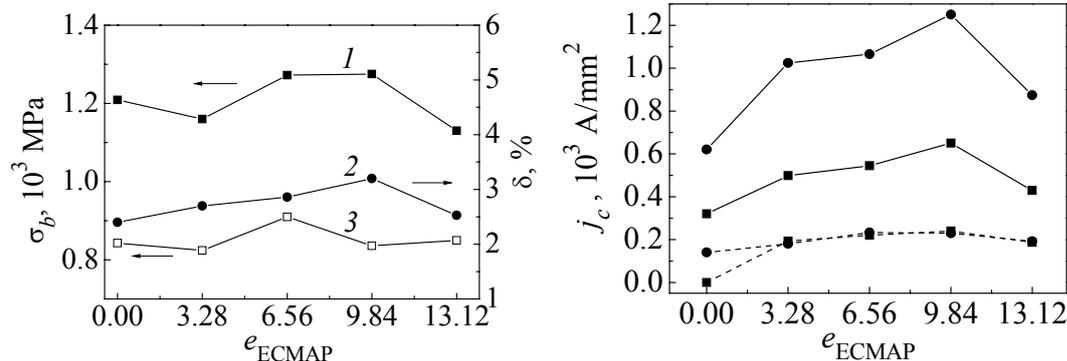


Рис. 3. Зависимости механических свойств сплава 60Т (кривая 1, расчет) и биметалла на его основе (кривые 2, 3, эксперимент) от величины деформации РКМУП

Рис. 4. Зависимости плотности критического тока биметаллического сверхпроводника на основе сплава 60Т от величины деформации РКМУП: — — термообработанный при 400°C, - - - — деформированный; • — магнитное поле 5 Т, ■ — 8 Т

с максимумом при  $e = 9.84$ . Применение в технологии изготовления сверхпроводящей проволоки РКМУП с величиной деформации  $e = 9.84$  обеспечивает повышение плотности критического тока деформированных образцов в магнитном поле 5 Т на 65%. Накопление деформации РКМУП до  $e = 9.84$  в сочетании с заключительной термообработкой (400°C, 1 h) вызывает увеличение плотности критического тока в 2 раза.

Данные результаты свидетельствуют об эффективности преобразования структуры (наноструктурирования) под воздействием РКМУП. Дополнительное накопление деформации вследствие применения метода РКМУП в оптимальном режиме приводит к формированию более совершенной структуры материала [19,20], обеспечивающей увеличение вязкого трения движущихся вихрей Абрикосова и рост критического тока. Границы зерен и нанодисперсные выделения  $\alpha$ -Ti являются эффективными центрами пиннинга, при этом размеры дефектов, образованных в процессе деформации при оптимальных режимах и термообработке, по всей вероятности, соизмеримы с размерами решетки магнитных вихрей.

### Выводы

1. Включение РКМУП в схему обработки сверхпроводящего сплава 60Т приводит к значительному (~ двукратному) увеличению плотности критического тока. При этом в интервале исследованных величин деформации РКМУП ( $e = 0$ –13.12) наблюдается максимум плотности критического тока, обусловленный структурно-фазовыми изменениями.

2. Установлен оптимальный режим деформации методом РКМУП ( $e = 9.84$ ), приводящий к одновременному повышению комплекса свойств сплава 60Т: прочности, пластичности, микротвердости и плотности критического тока.

1. В.П. Северденко, Теория обработки давлением, Высшая школа, Минск (1966).
2. В.Л. Колмогоров, Напряжение, деформация, разрушение, Металлургия, Москва (1970).
3. В.М. Сегал, Металлы № 1, 115 (1981).
4. Ф.Х. Томилов, Обработка металлов давлением, УПИ, Свердловск (1987), вып. 14.
5. И.А. Вакуленко, В.Г. Раздобреев, Металлы № 3, 86 (2004).
6. Ю.В. Зильберг, в сб.: Усовершенствование процессов и оборудования обработки давлением, ДГМА, Краматорск (2001), с. 164–168.
7. Б.А. Мигачев, Ф.М. Журавлев, П.А. Марков, Обработка металлов давлением, УПИ, Свердловск (1988), с. 27–33.
8. В.Г. Троценко, Деформирование и разрушение металлов при многоцикловом нагружении, Наукова думка, Киев (1981).
9. А.Ю. Виноградов, С. Хасимото, Металлы № 1, 51 (2004).
10. В.З. Спусканюк, А.Б. Дугадко, И.М. Коваленко, Н.И. Матросов, А.В. Спусканюк, Б.А. Шевченко, ФТВД 13, № 3, 85 (2003).
11. Н.В. Инкин, А.М. Капуткин, А.М. Савельев, Металлы № 3, 34 (2004).

12. *L. Olejnik, A. Rosochowski*, Bull. Pol. Ac.: Tech. **53**, 413 (2005).
13. *Н.П. Лякишев, М.И. Алымов, С.В. Добаткин*, Металлы № 3, 3 (2003).
14. *В.Н. Варюхин, Н.И. Матросов, Е.А. Павловская, Л.Ф. Сенникова, В.З. Спусканияк, Э.А. Медведская, А.Б. Дугадко, Б.А. Шевченко*, Металлофиз. новейшие технол. **27**, 905 (2005).
15. *Н.И. Матросов, В.В. Чишко, Л.Ф. Сенникова, Е.А. Павловская, О.Н. Миронова, Э.А. Медведская*, Вопросы материаловедения **50**, № 2, 60 (2007).
16. *А.Б. Дугадко, Н.И. Матросов, В.Н. Варюхин и др.*, Способ равноканального многоуглового прессования, Патент Украины № 62615, Бюл. № 12 (2004).
17. *В.П. Буряк, А.Б. Дугадко, Е.Н. Мальшев, Е.А. Павловская, В.В. Стуканов*, Изв. АН СССР, Металлы № 4, 180 (1980).
18. *В.С. Золотаревский*, Механические свойства металлов, Металлургия, Москва (1983).
19. *Н.И. Матросов, Л.Ф. Сенникова, В.В. Чишко, Е.А. Павловская, Н.Ф. Андриевская, В.В. Макаренко*, Вопросы материаловедения **48**, № 4, 12 (2006).
20. *Т.Е. Константиновна, В.А. Белошенко, В.З. Спусканияк, Н.И. Матросов, В.А. Глазунова, Л.В. Лоладзе*, Тез. 9-й Междун. конф. «Высокие давления – 2006. Фундаментальные и прикладные аспекты» (Судак, 17–22 сент. 2006 г.), Норд-Пресс, Донецк (2006), с. 145.

*N.I. Matrosov, V.P. Dyakonov, V.V. Chishko, N.G. Kisel, E.A. Pavlovskaya, L.F. Sennikova, E.A. Medvedskaya, O.N. Mironova*

## INFLUENCE OF THE VALUE OF DEFORMATION BY EQUAL-CHANNEL MULTIPLE ANGLE PRESSING ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF NbTi ALLOY

Influence of the value of preliminary deformation by the equal-channel multiple angle pressing (ECMAP) combined with hydroextrusion, drawing and thermal treatment on structure and physico-mechanical properties of Nb + 60 at.% Ti alloy has been investigated. The optimal regime of the ECMAP deformation ( $e = 9.84$ ) has been determined to result in the improved physico-mechanical properties of the alloy. The ECMAP used in the technology of superconducting wire production increases the critical-current density in the whole magnetic-field range under investigation (2–8 T).

**Fig. 1.** Dependences of  $\alpha$ -phase content (1) and microhardness (2) of 60T alloy on value of deformation by ECMAP

**Fig. 2.** Dependences of 60T alloy fine-structure parameters on value of deformation by ECMAP

**Fig. 3.** Dependences of mechanical properties (curve 1, calculation) for 60T alloy and composite metal on its base (curves 2, 3, experiment) on value of deformation by ECMAP

**Fig. 4.** Dependences of the critical-current density for composite-metal superconductor based on 60T alloy on value of deformation by ECMAP: — – thermally treated at 400°C, --- – deformed; • – magnetic field of 5 T, ■ – 8 T