

PACS: 81.40.Ef, 61.72.Mm

В.А. Белошенко, Н.И. Матросов, В.В. Чишко, Е.А. Павловская,
Л.Ф. Сенникова, Э.А. Медведская

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВА НИОБИЙ–ТИТАН ПОСЛЕ КОМБИНИРОВАННОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ДЛИТЕЛЬНОЙ ТЕРМООБРАБОТКИ

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 4 января 2008 года

Исследовано влияние комбинированной деформационной обработки со сменой схемы деформирования (равноканальное многоугловое прессование (РКМУП)–гидроэкструзия–волочение в сочетании с длительной термообработкой (ТО)) на изменение фазового состава, структуры и механических свойств сплава ниобий–титан. ТО образцов, полученных с применением РКМУП и без него, приводит к качественно отличным зависимостям количества α -фазы от времени выдержки t . Эти различия обусловлены спецификой формируемого в сплаве до ТО структурно-напряженного состояния.

Введение

Известно [1], что длительная термообработка сплава ниобий–титан в температурном диапазоне, соответствующем двухфазной области диаграммы состояний, приводит к существенным структурно-фазовым изменениям, сопровождающимся увеличением объемного содержания α -фазы. Благодаря этому обеспечивается повышение функциональных свойств сверхпроводящих изделий.

Термодинамические особенности процесса $\beta \rightarrow \alpha$ -фазовых превращений в данном сплаве зависят от предыстории обработки материала. Для сплава, деформированного монотонным формоизменением (гидроэкструзией) [2] либо с использованием знакопеременной деформации без изменения сечения заготовки (РКМУП) [3], отмечается различный характер зависимости количества α -фазы от длительности выдержки на начальных стадиях термообработки.

Целью настоящей работы является исследование влияния комбинированной деформационной обработки со сменой схемы деформирования (РКМУП–

гидроэкструзия–волочение в сочетании с длительной ТО) на изменение фазового состава, структуры и свойств сплава ниобий–титан.

Материалы и методы исследований

Объектами исследований служили образцы биметаллической проволоки диаметром 0.3 mm на основе сплава 60Т (Nb + 60 at.% Ti) в медной (М06) оболочке с коэффициентами заполнения по сплаву $V_{al} = 0.4547$ и 0.5048 .

Одна часть образцов была получена деформацией исходного горячепрессованного биметаллического прутка диаметром 15 mm методом гидроэкструзии и волочения (образец 1, $V_{al} = 0.5048$) с суммарной величиной деформации $e = 7.82$ ($e = \ln R$, где R – вытяжка). Другую часть подвергали РКМУП с накопленной величиной деформации $e = 9.84$ (12 циклов) [4], затем гидроэкструзии и волочению по аналогичным режимам и маршруту (образец 2, $V_{al} = 0.4547$). ТО деформированных образцов проводили в вакууме 10^{-5} mm Hg при температуре 400°C с выдержками 1; 8; 16; 24; 32; 40 h.

Фазовый анализ и исследования тонкой структуры (размер областей когерентного рассеяния D_{CSR} , уровень микроискажений кристаллической решетки $\Delta a/a$) проводили на дифрактометре ДРОН-УМ1, при этом ошибка измерений вторичной α -фазы составляла 1%, параметров тонкой структуры – 10%. Медь перед приготовлением объектов для исследований стравливали.

Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 50 g, погрешность измерений составляла 5%.

Механические свойства (предел прочности σ_b и относительное удлинение δ) 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%.

Результаты и их обсуждение

Установлен характер зависимостей D_{CSR} и уровня микроискажений кристаллической решетки $\Delta a/a$ от длительности выдержки при температуре 400°C для образцов проволоки, полученных с применением РКМУП и без него (рис. 1). С увеличением времени выдержки D_{CSR} сплава возрастает со 121 до 511 nm, а $\Delta a/a$ снижается от $0.458 \cdot 10^{-3}$ до $0.292 \cdot 10^{-3}$ (образец 2). Уменьшение уровня микроискажений и увеличение размеров блоков мозаики свидетельствует об активной полигонизации в процессе термического воздействия в указанном режиме и снижении при этом плотности дислокаций в теле субзерен [3].

При общем подобии зависимостей $D_{CSR}(\tau)$ и $\Delta a/a(\tau)$ образцов 1 и 2 наблюдается некоторое различие в поведении кривых, в частности интенсивности возрастания характерного размера структуры в диапазонах выдержек 16–32 и 32–40 h. При комбинированной обработке в сочетании с отжигом длительностью 40 h величина D_{CSR} сплава выше, чем при традиционной. Эти

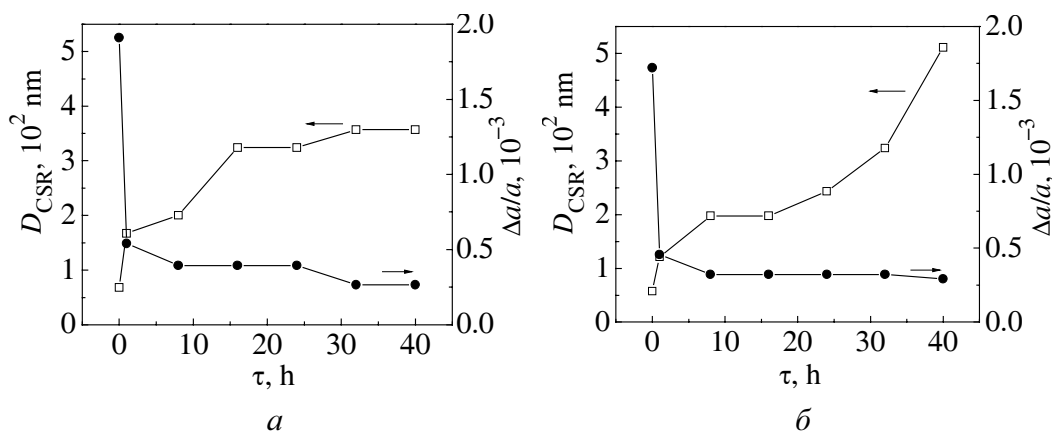


Рис. 1. Влияние длительности термообработки на параметры тонкой структуры сплава 60Т: *а* – без РКМУП, *б* – с РКМУП

отличия могут быть объяснены рассматриваемыми далее особенностями полиморфного превращения $\beta \rightarrow \alpha$, обусловленными разной предысторией формирования дислокационной структуры, структуры в целом, а также напряженного состояния в сплаве. Известно, что вторичная α -фаза способствует повышению термостабильности структуры, препятствуя росту кристаллитов. Количество, морфология и расположение выделившихся частиц α -фазы определяют характер этого влияния [3].

Результаты рентгеновских исследований показали, что предварительное воздействие РКМУП ($e = 9.84$) в сочетании с заключительной пластической деформацией методами гидроэкструзии и волочения ($e = 7.82$) привело к активизации зародышеобразования и увеличению в деформированном сплаве объемного содержания α -фазы до 7% (образец 2). Этот результат обусловлен эффективным преобразованием структуры, которая, обладая большой плотностью дислокаций, границ зерен и субзерен, способствует выделению на них дисперсных вторичных фаз [5,6]. Для проволоки, деформированной традиционными методами, без применения РКМУП (образец 1), объемное содержание α -фазы в сплаве составляет около 3%.

Последующая ТО с выдержкой от 1 до 40 h образцов, полученных по двум сравниваемым технологическим схемам, приводит к качественно отличным зависимостям количества α -фазы n_α от времени выдержки τ . Зависимость $n_\alpha(\tau)$ для образцов, деформированных комбинированным методом, является немонотонной с минимальным значением $n_\alpha = 3.5\%$ при одночасовой выдержке и максимальным $n_\alpha = 10\%$ – при продолжительности термообработки 40 h (рис. 2,б). Зависимость $n_\alpha(\tau)$ для образца 1, в отличие от таковой образца 2, содержит два участка возрастания n_α в диапазоне выдержек 1 и 16–40 h, разделенных минимумом $n_\alpha = 3\%$ в промежутке времени ТО 8–16 h (рис. 2,а). Максимальные значения n_α при этом наблюдаются при ТО в течение 1 и 40 h и составляют соответственно 7 и 11.5%.

Различия в характере зависимости $n_\alpha(\tau)$ на начальной стадии ТО, соответствующие двум исследуемым схемам деформации сплава, обусловлены, как

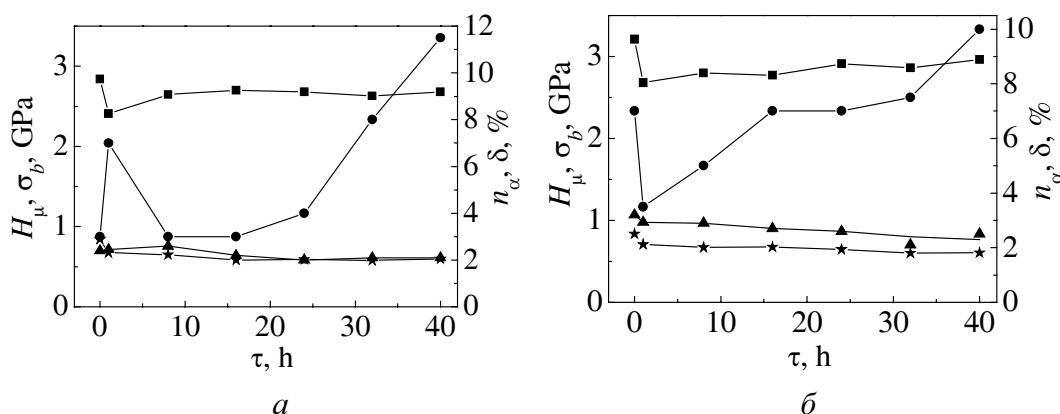


Рис. 2. Влияние длительности термообработки на фазовый состав и механические свойства сплава 60Т: *a* – без РКМУП, *б* – с РКМУП; \bullet – n_α , \blacktriangle – δ , \blacksquare – H_μ , \blackstar – σ_b

уже подчеркивалось ранее, спецификой формируемых в нем до термообработки структурно-напряженных состояний, в частности наноструктурного [7]. Эта специфика проявляется в виде термодинамических особенностей процессов распада β -твердого раствора сплава, зародышеобразования вторичной α -фазы, ее роста и растворения. Увеличение (> 24 h) времени выдержки при температуре ТО, соответствующей двухфазной области диаграммы состояний сплава, снимая принципиальные различия в характере исследуемых зависимостей, приводит к интенсификации процессов распада с выделением α -фазы, ее росту и монотонному увеличению объемного содержания.

Немонотонный и качественно различный характер зависимости $n_\alpha(\tau)$ позволяет предположить, что в процессе старения в соответствующем промежутке времени происходит изменение интенсивности полиморфных превращений $\beta \Leftrightarrow \alpha$. Минимум на кривых зависимости $n_\alpha(\tau)$ можно объяснить, вероятно, процессом растворения частиц α -Ti с размером, меньшим критического, которые, не попав на границы при аннигиляции дислокаций, остались в объеме субзерен.

В начальной стадии ТО образцов, полученных без применения РКМУП, количество α -фазы возрастает за счет увеличения числа зародышей, которые образуются на дислокациях и практически не растут (образец 1). Затем этот механизм исчерпывается в связи с образованием совершенной дислокационной структуры и уменьшением концентрации дислокаций. Дальнейшее повышение объемного содержания α -фазы в обоих образцах происходит за счет роста термодинамически устойчивых зародышей, закрепленных на стыках зерен и границах.

Исследования механических свойств показали, что увеличение продолжительности ТО от 1 до 40 h приводит к снижению прочности биметаллической сверхпроводящей проволоки, изготовленной по комбинированной технологии с применением РКМУП, от 706 до 604 МПа, относительного удли-

нения – соответственно от 2.9 до 2.3%. Величина микротвердости при этом повышается от 2680 до 2960 МПа (рис. 2). Аналогичный характер зависимостей механических свойств наблюдается и для проволоки, полученной без применения РКМУП. Отличие состоит в меньших по величине абсолютных значениях исследуемых характеристик.

Наблюдаемые закономерности отражают известные структурно-фазовые изменения в меди и сплаве, а также их влияние на прочностные и пластические свойства проволоки [6,8]. В процессе ТО наблюдается конкуренция механизмов разупрочнения, связанного с аннигиляцией дислокаций, перестройкой дислокационной структуры, снижением микронапряжений в сплаве и упрочнения, обусловленных выделением мелкодисперсной α -фазы в сплаве. Наблюдаемое при комбинированной деформационной обработке повышение механических свойств связывается с проявлением механизма изотропного упрочнения.

Выводы

Комбинированная деформационная обработка с последующей ТО сплава 60Т приводит к изменению его фазового состава. При этом наблюдается нетипичная зависимость количества вторичной α -фазы от времени ТО, обусловленная формированием наноструктурного состояния. Такой материал характеризуется большей прочностью и пластичностью, чем полученный с использованием только методов гидроэкструзии и волочения.

1. O.V. Cherney, G.E. Storozhilov, P.J. Lee, A.A. Squitieri, Adv. Cryog. Eng. **48**, 883 (2002).
2. В.П. Буряк, А.Б. Дугадко, Е.А. Павловская, В.В. Стуканов, Е.Н. Малышев, Г.А. Корнеева, в сб: Вопросы технической сверхпроводимости, Черноголовка (1979), вып. 3, с. 76–80.
3. В.З. Спусканюк, Е.А. Павловская, В.В. Чижко, В.Ю. Дмитренко, Л.Ф. Сенникова, Н.И. Матросов, ФТВД **15**, № 1, 133 (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.А. Белошенко, Н.И. Матросов, В.В. Чижко, Е.А. Павловская, Л.Ф. Сенникова, О.Н. Миронова, Металлофиз. новейшие технол. **29**, 347 (2007).
6. Н.И. Матросов, В.В. Чижко, Л.Ф. Сенникова, Е.А. Павловская, О.Н. Миронова, Э.А. Медведская, Вопросы материаловедения **50**, № 2, 60 (2007).
7. Т.Е. Константиновна, В.А. Белошенко, В.З. Спусканюк, 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.
8. В.З. Спусканюк, Н.И. Матросов, В.В. Чижко, Е.А. Павловская, Л.Ф. Сенникова, Н.Н. Кабдин, ФТВД **16** № 2, 43 (2006).

*V.A. Beloshenko, N.I. Matrosov, V.V. Chishko, E.A. Pavlovskaya, L.F. Sennikova,
E.A. Medvedskaya*

PHASE COMPOSITION, STRUCTURE AND PROPERTIES OF NIOBIUM–TITANIUM ALLOY UNDERGONE PLASTIC DEFORMATION COMBINED WITH DURABLE THERMAL TREATMENT

Influence of a combined deformation treatment with deformation scheme change (the equal-channel multiple angle pressing (ECMAP–hydroextrusion–drawing plus durable thermal treatment (TT)) on changes in phase state, structure and mechanical properties of niobium–titanium alloy has been studied. TT of samples obtained by the ECMAP and without the same gives qualitatively different dependences of α -phase quantity on maintenance time τ . The differences are due to a specific structure-stressed state developed in the alloy prior to TT.

Fig. 1. Influence of thermal treatment duration on parameters of 60T-alloy fine structure: a – no ECMAP, δ – with ECMAP

Fig. 2. Influence of thermal treatment duration on phase state and mechanical properties of 60T-alloy: a – no ECMAP, δ – with ECMAP; \bullet – n_{α} , \blacktriangle – δ , \blacksquare – H_{μ} , \blackstar – σ_b