

PACS: 62.23.Pq, 62.40.+i

В.А. Белошенко, И.М. Крыгин, А.Н. Пилипенко, В.В. Чишко

ВНУТРЕННЕЕ ТРЕНИЕ СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО КОМПОЗИТА Cu–NbTi ПОСЛЕ КОМБИНИРОВАННОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 6 июня 2013 года

Исследованы температурные зависимости внутреннего трения (ТЗВТ) и модуля сдвига в Cu–NbTi-композитах, полученных комбинированной пластической деформацией с использованием равноканального многоугольного прессования (РКМУП). Установлено влияние знакопеременной деформации на протекающие в композите релаксационные процессы и получены количественные оценки их активационных параметров.

Ключевые слова: внутреннее трение, равноканальное многоугольное прессование, композит

Досліджено температурні залежності внутрішнього тертя (ТЗВТ) та модуля зсуву в Cu–NbTi-композитах, отриманих комбінованою пластичною деформацією з використанням рівноканального багатокутного пресування (РКБКП). Установлено вплив знакозмінної деформації на релаксаційні процеси, що проходять в композиті, та отримано кількісні оцінки їхніх активацийних параметрів.

Ключові слова: внутрішнє тертя, рівноканальне багатокутне пресування, композит

Введение

Сверхпроводящие композиты Cu–NbTi широко используются в качестве функциональных материалов в приборостроении, энергетике и других областях современной техники. Ранее было показано, что комбинированная пластическая деформация Cu–NbTi-композитов с использованием РКМУП, гидроэкструзии (ГЭ) и волочения в сочетании с термообработкой способствует формированию в сплаве высокооднородной нанокристаллической структуры, благоприятной для повышения функциональных свойств [1]. Известно, что особенности наноструктурных материалов (малый размер зерен, наличие многочисленных поверхностей раздела, остаточные напряжения и др.), обуславливающие значительное повышение физико-механических характеристик, в то же время определяют их неравновесное состояние. При приложении внешних воздействий (температуры, деформации, электромагнитного поля и др.) структур-

ная релаксация таких материалов ведет к значительным изменениям их свойств [2]. Указанные эффекты достаточно хорошо изучены в чистых металлах и сплавах. В меньшей степени это касается волокнистых композитов.

Для исследования релаксационных процессов эффективен метод внутреннего трения (ВТ), являющийся одним из наиболее структурно-чувствительных методов, используемых в физическом материаловедении [3]. Релаксационные свойства сверхпроводящих композитов Cu–NbTi практически не изучены. Имеющиеся в литературе сведения о демпфирующих способностях их компонентов не позволяют спрогнозировать поведение ВТ композита, поскольку они зачастую противоречивы [3], ограничены исследованным температурным интервалом [4] или просто отсутствуют для использованного в настоящей работе метода деформационной обработки. Кроме того, следует учитывать также наличие границ раздела, приводящих к дополнительной диссипации энергии, вклад которых будет зависеть от структурного состояния компонентов композита [5]. Целью данной работы являлось исследование влияния комбинированной пластической деформации с использованием РКМУП на механическую релаксацию Cu–NbTi-композитов в широком интервале температур.

Материалы и методы исследований

В качестве исходных заготовок использовали биметаллические горячепрессованные прутки сплава ниобий–титан (Nb–60 at.% Ti) в медной (M06) матрице диаметром 15 mm. Часть заготовок деформировали ГЭ до диаметра 5.0 mm с единичной степенью деформации $e \leq 1.2$, а затем волочили с частными деформациями $e \leq 0.2$ для получения проволоки диаметром 2.0 mm. Другую часть заготовок подвергали РКМУП с величиной накопленной деформации $e = 9.84$ (12 проходов) и 13.12 (16 проходов), после чего деформировали ГЭ и волочением по указанным выше режимам и маршрутам с суммарной величиной монотонной деформации $e = 4.02$. Подробно методика описана в работе [6].

Для сравнения исследовали образцы меди и сплава NbTi того же состава, что и компоненты композита, полученные ГЭ и волочением с аналогичной величиной деформации.

Измерения ВТ и динамического модуля сдвига G осуществляли на образцах диаметром 2.0 mm и длиной рабочей части 90 mm с помощью автоматизированной системы релаксационной спектроскопии, разработанной в Донецком физико-техническом институте им. А.А. Галкина [7], в интервале температур 100–900 К. О поведении динамического модуля сдвига судили по изменению частоты колебаний f , поскольку $G \sim f^2$. Амплитуда колебаний соответствовала амплитудонезависимой области и составляла $1 \cdot 10^{-5}$, частота – 60 Hz. В состав указанной автоматизированной системы входят: обратный крутильный маятник; системы раскачки маятника и обеспечения работы при вынужденных и свободнотухающих колебаниях, регистрации деформации образца и вакуумного обеспечения, регулирования и стабилизации температуры образца; компьютерная система управления, сбора и обработки резуль-

татов измерений RTViewer. Разработанная система, обеспечивая удобство в эксплуатации и высокую достоверность получаемых данных, позволяет производить измерения ТЗВТ в интервале 80–1100 К, частотной зависимости ВТ в диапазоне от 10^{-4} до 60 Hz, амплитудной зависимости ВТ в диапазоне относительной деформации 10^{-6} – 10^{-4} при фиксированной температуре, а также температурной зависимости модуля упругости.

Результаты и их обсуждение

В области низких (< 300 К) температур обнаружены пики на ТЗВТ композита, полученного с использованием РКМУП, при 150 и 270 К (рис. 1, I, a). Из сопоставления с ТЗВТ меди и сплава NbTi (рис. 1, I, б) можно сделать вывод, что они обусловлены деформацией на границе раздела композита под действием термоупругих напряжений. Подобная картина наблюдалась для наноламината Cu–Nb в работе [8]. О деформационной природе пиков свидетельствует также их исчезновение при повторном охлаждении после нагрева.

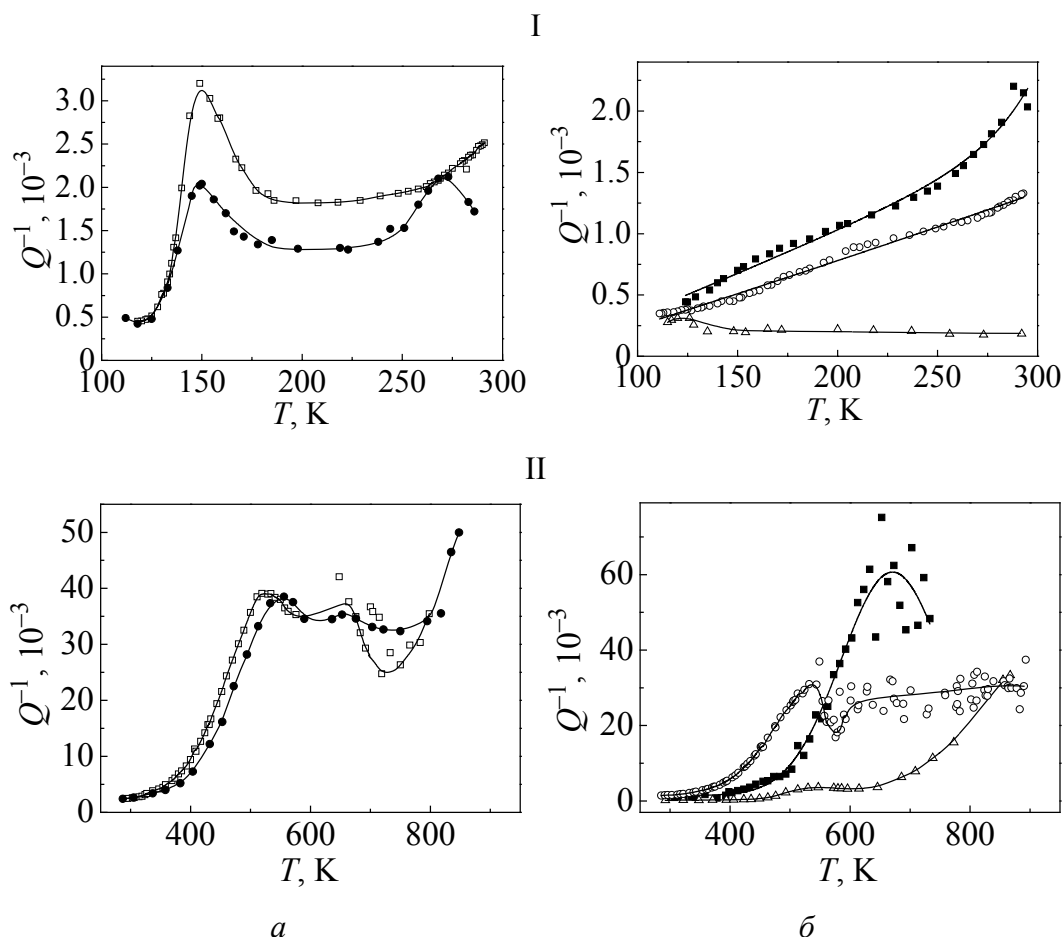


Рис. 1. Низко- (I) и высокотемпературные (II) зависимости ВТ композита Cu–NbTi и составляющих его компонентов: а – РКМУП (\square – $\epsilon_{\text{РКМУП}} = 9.84$, \bullet – $\epsilon_{\text{РКМУП}} = 13.12$) + ГЭ + волочение; б – ГЭ + волочение (\blacksquare – Cu, \triangle – NbTi, \circ – Cu–NbTi)

Отсутствие низкотемпературных пиков в композите, полученном без применения РКМУП (рис. 1, I, б), и их наличие при включении в схему обработки знакопеременной деформации могут быть обусловлены несколькими причинами: различным уровнем микронапряжений в образцах; сохранением хорошей адгезии между медью и сплавом при осесимметричной деформации ГЭ и волочением в отличие от знакопеременной деформации РКМУП; различиями в линейных коэффициентах температурного расширения (ЛКТР) компонентов композита. Действие первого фактора представляется сомнительным, поскольку для образцов, полученных без применения РКМУП и с таковым ($e = 13.12$), величина микронапряжений II рода $\Delta a/a$ составляет $1.91 \cdot 10^{-3}$ и $1.96 \cdot 10^{-3}$ соответственно [9].

Различия в ЛКТР компонентов композита при изменении температуры на ΔT приводят к возникновению в нем внутренних напряжений, которые в рамках упругого приближения описываются формулой [10]:

$$\sigma = \frac{V_m E_f E_m \Delta \alpha \Delta T}{V_m E_m + V_f E_f}, \quad (1)$$

где V_m и V_f – коэффициенты объемного содержания материалов матрицы и волокон, E_m и E_f – их модули Юнга, $\Delta \alpha = \alpha_m - \alpha_f$ – разность ЛКТР матрицы и волокна.

Проанализируем физические величины, входящие в формулу (1), применительно к исследуемому композиту: 1) по данным настоящей работы, РКМУП приводит к снижению динамического модуля сдвига, а следовательно, и модуля Юнга на 4–7% в сравнении с образцом, деформированным ГЭ и волочением; 2) в работе [11] показано, что равноканальное угловое прессование более чем в 3 раза повышает ЛКТР меди; 3) коэффициент объемного содержания V для рассматриваемых образцов одинаков. Тогда из формулы (1) следует, что внутренние напряжения в образце, полученном комбинированной пластической деформацией с использованием РКМУП, должны значительно превышать таковые для композита, деформированного только ГЭ и волочением.

Таким образом, можно сделать вывод, что основным фактором, обуславливающим появление низкотемпературных пиков на ТЗВТ композита, обработанного с применением РКМУП, являются внутренние напряжения на границе раздела компонентов.

С ростом температуры от 100 до 900 К величина ВТ повышается на порядок. При этом предварительная деформация РКМУП приводит к увеличению ВТ до 30% в сравнении с композитом, полученным ГЭ и волочением. В области $T > 300$ К пики ВТ исследуемых материалов проявляются при температурах 525–550 и 660–670 К (рис. 1, II). Поскольку процессы, происходящие в данном интервале температур в меди и NbTi-сплаве, являются релаксационными [3,12], для оценки величины энергии активации H использовали формулу Верта–Маркса:

$$H = RT_{\max} \ln \frac{kT_{\max}}{hf_{\max}}, \quad (2)$$

где R – число Авогадро, h – постоянная Планка, k – постоянная Больцмана, T_{\max} – температура максимума внутреннего трения, f_{\max} – частота собственных колебаний образца, соответствующая максимуму внутреннего трения.

Результаты расчета приведены в таблице. Первый пик в сплаве NbTi и исследуемых композитах обусловлен перераспределением примесных атомов кислорода, располагающихся в октаэдрических пустотах кристаллической решетки титана, под действием внешнего знакопеременного напряжения малой величины [12]. Судя по величине энергии активации и температурному положению, второй пик ВТ композитов, полученных с использованием РКМУП, соответствует наложенным друг на друга рекристаллизационному и зернограничному пикам ВТ медной матрицы (рис. 1,II,a). Возможность формирования зернограничного пика при первом нагреве деформированного материала определяется процессами роста зерен и формирования равновесных границ зерен непосредственно в ходе измерения ТЗВТ при температурах выше начала рекристаллизации [13].

Таблица

Релаксационные параметры

Материал	Состояние образца	Температура пика T_{\max} , К	Энергия активации H , eV	Постоянная времени релаксации τ_0 , s
Cu	ГЭ + волочение, нагрев	670	1.522	$9.12 \cdot 10^{-15}$
Cu-NbTi	РКМУП ($e = 9.84$) + ГЭ + волочение, охлаждение	150	0.323	$4.12 \cdot 10^{-14}$
	РКМУП ($e = 9.84$) + ГЭ + волочение, нагрев	525	1.19	$1.16 \cdot 10^{-14}$
		660	1.527	$9.22 \cdot 10^{-15}$
	РКМУП ($e = 13.12$) + ГЭ + волочение, охлаждение	150	0.323	$4.12 \cdot 10^{-14}$
		270	0.596	$2.28 \cdot 10^{-14}$
		РКМУП ($e = 13.12$) + ГЭ + волочение, нагрев	555	1.26
655	1.503		$9.3 \cdot 10^{-15}$	
	ГЭ + волочение, нагрев	530	1.204	$1.15 \cdot 10^{-14}$
NbTi	ГЭ + волочение, охлаждение	122	0.264	$5.06 \cdot 10^{-14}$
	ГЭ + волочение, нагрев	538	1.23	$1.13 \cdot 10^{-14}$

Малая высота рекристаллизационного пика, а также сдвиг кривой ТЗВТ вправо с увеличением степени деформации РКМУП (рис. 1,II,a), вероятно, обусловлены процессом динамической рекристаллизации. Это предположение подтверждается электронно-микроскопическими исследованиями [14], согласно которым при повышении степени деформации РКМУП в сплаве

NbTi наблюдались процессы накопления дислокаций, появление структур с плавной разориентацией областей кристаллической решетки в пределах исходных зерен, процессы фрагментации зерен, выделение дисперсной α -фазы и аномальный рост рекристаллизованных зерен. Пик на ТЗВТ композита, полученного ГЭ и волочением, трудно выявить из-за значительного разброса экспериментальных данных (рис. 1,II,б). Необходимо отметить, что после завершения рекристаллизации (при втором нагреве) в данном образце при $T = 660$ К отчетливо проявляется широкий пик, соответствующий зернограничному пику медной матрицы.

Выводы

Обнаружено, что комбинированная пластическая деформация Cu–NbTi-композитов с использованием РКМУП приводит к появлению на низкотемпературной ветви ТЗВТ пиков, обусловленных деформацией на границе раздела композита под действием термоупругих напряжений.

В области высоких температур зависимость ВТ от деформационной предыстории образца проявляется в повышении до 30% величины ВТ композита, полученного с использованием РКМУП, в сравнении с композитом, не подвергавшимся такой обработке.

1. В.А. Белошенко, В.В. Чишко, ФММ **114**, № 9, 98 (2013).
2. Р.А. Андриевский, Успехи химии **70**, 967 (2002).
3. M.S. Blanter, I.S. Golovin, H. Neuhauser, H.-R. Sinning, Internal Friction in Metallic Materials, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin (2007).
4. В.М. Аржавитин, В.Т. Петренко, Г.Е. Сторожилов, М.А. Тихоновский, В.А. Финкель, О.В. Черный, Б.И. Шаповал, Изв. РАН. Сер. физ. **61**, 277 (1997).
5. Л.А. Чиркина, В.С. Оковит, М.А. Тихоновский, О.И. Волчок, М.Б. Лазарева, В.В. Калиновский, И.В. Колодий, Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники» № 6, 141 (2009).
6. В.А. Белошенко, Н.И. Матросов, В.В. Чишко, В.П. Дьяконов, Л.Ф. Сенникова, О.Н. Миронова, Э.А. Медведская, Б.А. Шевченко, ФТВД **19**, № 2, 129 (2009).
7. В.О. Білошенко, А.І. Ізотов, А.М. Пилипенко, М.П. Пилипенко, Установка для виміру внутрішнього тертя в області інфранизьких частот, Патент України, Бюл. № 3 (2006).
8. В.И. Бетехтин, Ю.Р. Колобов, Б.К. Кардашев, Е.В. Голосов, М.В. Нарыкова, А.Г. Кадомцев, Д.Н. Клименко, М.И. Карпов, Письма в ЖТФ **38**, вып. 3, 88 (2012).
9. V.A. Beloshenko, V.P. Dyakonov, V.V. Chishko, N.I. Matrosov, O.N. Mironova, D. Gajda, A.J. Zaleski, R. Puzniak, Functional materials **16**, 174 (2009).
10. В.М. Аржавитин, В.Я. Свердлов, Металлофиз. новейшие технол. **25**, 545 (2003).
11. И.В. Александров, Р.М. Мазитов, А.Р. Кильмаматов, К. Джанг, К. Лу, Р.З. Валиев, ФММ **90**, № 2, 77 (2000).
12. L.H. Almeida, T.C. Niemeyer, K.C.C. Pires, C.R. Grandini, C.A.F. Pintao, O. Florencio, Mater. Sci. Eng. **A370**, 96 (2004).

13. И.С. Головин, ФММ 110, 424 (2010).
14. Т.Е. Константинова, В.А. Белошенко, В.А. Глазунова, В.В. Чижко, Материалы 51-й Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», 191 (2011).

V.A. Beloshenko, I.M. Krygin, A.N. Pylypenko, V.V. Chishko

INTERNAL FRICTION OF THE Cu–NbTi SUPERCONDUCTING COMPOSITE AFTER COMBINED PLASTIC DEFORMATION

By internal friction (IF), relaxation processes in the Cu–NbTi composite obtained by combined plastic deformation with equal channel multi angle pressing (ECMAP), hydrostatic extrusion (HE) and drawing in a temperature range of 100–900 K were studied. At low temperatures (< 300 K), peaks of the temperature dependence of IF of the composite prepared using ECMAP at 150 and 270 K were detected. From the comparison with the temperature dependence of IF of copper and the NbTi alloy, it can be concluded that they are determined by deformation of the composite at the interface under the influence of thermal stress. The disappearance of the peaks during the second cooling after heating points at their deformation nature. The lack of low-temperature peaks in the composite obtained without of ECMAP, and their presence at applied sign-alternating strain may be related to several reasons: different levels of microstrain in the samples, maintaining of good adhesion between the copper and the alloy with axially symmetric deformation of HE and drawing as opposed to alternating strain of ECMAP, the difference in the coefficients of linear thermal expansion of the composite components. As the temperature increases from 100 to 900 K, the value of IF increases by order. At the same time preliminary deformation by ECMAP increases IF to 30% in comparison with the composite obtained by HE and drawing. At $T > 300$ K, IF peaks of the tested materials are detected at temperatures of 525–550 and 660–670 K. Comparison of the activation energy calculated by the Wert–Marx formula, with the published data allowed suggestion that the first peak is due to the redistribution of impurity atoms of oxygen, which are located at octahedral voids of the titanium lattice under external alternating voltage of small value. The second peak of IF corresponds to superimposed recrystallization and grain boundary peaks of IF of the copper matrix. The quantitative evaluation of the activation parameters of relaxation processes was obtained.

Keywords: internal friction, equal channel multi angle pressing, composite

Fig. 1. Low-temperature (I) and high-temperature (II) IF of the Cu–NbTi composite and its components: a – ECMAP (\square – $e_{\text{ECMAP}} = 9.84$, \bullet – $e_{\text{ECMAP}} = 13.12$) + HE + drawing; b – HE + drawing (\blacksquare – Cu, \triangle – NbTi, \circ – Cu–NbTi)