контроля кинетики процессов фазовой трансформации. Метод акустической эмиссии представляется перспективным инструментом контроля процессов полиморфного превращения.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- 1. Гуляев А.П. Металловедение. М.: Металлургия, 1986. 544 с.
- 2. Терентьев В.Ф. // МиТОМ. 2007. № 10. С. 21 28.
- Муравьёв В.И., Фролов А.В., Злыгостев А.М. идр. // Металлообработка. 2009. № 2. С. 50 – 57.
- Муравьёв В.И., Фролов А.В., Башков О.В. и др. // Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии. 2011. № 6 – 3. С. 94 – 100.
- 5. Муравьёв В.И., Фролов А.В., Башков О.В. и др. // Металлургия машиностроения. 2012. № 1. С. 32 – 36.
- Муравьёв В.И., Фролов А.В., Кузнецов А.А. и др. // Ползуновский альманах. 2010. № 1. С. 61 – 62.
- УДК 669.046:532.6

- Семашко Н.А., Муравьёв В.И., Фролов А.В. и др. // Авиационная промышленность. 2004. № 2. С. 85 – 89.
- Семашко Н.А., Фролов А.В., Муравьёв В.И. и др. // Контроль. Диагностика. 2002. № 12. С. 24 – 27.
- 9. Муравьёв В.И., Якимов А.В., Семашко Н.А., Фролов А.В. // Металлургия машиностроения. 2003. № 3. С. 10 – 12.
- **10.** Семашко Н.А., Лановенко Е.В., Лановенко В.В. и др. // МиТОМ. 2002. № 2. С. 8, 9.
- Муравьёв В.И., Ким В.А., Фролов А.В. и др. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. № 1. С. 33 – 36.
- **12.** Муравьёв В.И., Ким В.А., Фролов А.В. и др. // Технология металлов. 2011. № 10. С. 24 32.
- **13.** Муравьёв В.И., Ким В.А., Дмитриев Э.А. идр. // Ученые записки КнАГТУ. 2010. № 1. С. 110 117.

© 2013 г. *А.В. Фролов* Поступила 21 ноября 2012 г.

Г.В. Шляхова^{1, 2}, С.А. Баранникова^{1, 3, 4}, Л.Б. Зуев^{1, 3}

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск) ² Северский технологический институт НИЯУ МИФИ ³ Национальный исследовательский Томский государственный университет ⁴ Томский государственный архитектурно-строительный университет

ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРЫХ ЭЛЕМЕНТОВ КАБЕЛЯ ТЕХНИЧЕСКИХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ Nb – Ti^{*}

Аннотация. Методами атомно-силовой, электронной и оптической микроскопии исследована эволюция структуры на промежуточной стадии волочения при переходе к диам. 1,3 – 1,2 мм сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb – Ti, содержащего 47,5 % Ti (по массе) (63,7 % Ti (атом.)), который используется в качестве токонесущих элементов в магнитной системе Международного термоядерного экспериментального реактора. Исследованы микроструктура, фазовый состав и их влияние на свойства сверхпроводящего сплава Nb – Ti после холодного волочения и промежуточного отжига. Выявлены зоны локализации пластической деформации в местах обрывов сверхпроводника. Обнаружено изменение формы и химического состава волокон Nb – Ti в бездефектной области и в зоне разрыва кабеля. Выявлен диффузионный ниобиевый барьер вокруг волокон Nb – Ti, размещенных в медной матрице.

Ключевые слова: сверхпроводники, дефекты, микроструктура, локализация пластической деформации, волочение.

THE STUDY OF NANOSTRUCTURAL ELEMENTS OF SUPERCONDUCTIVE CABLE Nb – Ti

Abstract. Microstructural evolution in superconductive cable made of Nb + 47,5 % Ti alloy and drafted to obtain intermediate reduction from 1,3 to 1, 2 mm has been characterized using atomic force, optical and electron microscopies. This alloy is used for making current-carrying elements in the magnetic system of International Thermonuclear Experimental Reactor. The microstructure and phase composition have been examined as well as the effect they have on the properties of superconductive Nb – Ti alloy after cold drawing and intermediate annealing. Strain localization zones in the fractured zones of the cable have been revealed. The changes in chemical composition and shape of Nb – Ti wires in defect-free break zones have been detected. It has been found out that a diffusion Nb barrier is formed in the copper binder surrounding the Nb – Ti wire.

Keywords: superconductors, defects, microstructure, plastic deformation localization, cold drawing.

Среди различных сверхпроводящих материалов [1] сплав Nb – Ti, используемый для изготовления токонесущих элементов в магнитной системе Международного термоядерного экспериментального реактора, занимает особое положение. Конструкция сверхпроводящего кабеля состоит из нескольких тысяч сверхпроводящих жил диам. 2 – 5 мкм, фиксируемых медной матрицей [2]. К таким кабелям предъявляются высокие требования; наиболее важными являются величина и стабильность критических параметров, стабильность токовых характеристик, безобрывность сверхпроводя-

^{*} Работа выполнена при частичной поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований по проекту 11-08-00237-а.

щих волокон (жил), их структурная однородность по длине провода и малые отклонения геометрических размеров поперечного сечения [3 – 6].

При производстве проводников из сверхпроводящего сплава Nb – Ті наиболее ответственным этапом является холодное волочение, в ходе которого исходная композиционная заготовка деформируется от диам. 60 - 70 мм до диам. 0,1 - 1,0 мм. На этом этапе необходимо обеспечить безобрывность процесса и заданную плотность микродефектов в сверхпроводнике, контролирующих образование центров пиннинга (закрепления магнитных вихрей Абрикосова в сверхпроводниках *II* рода [1]).

Целью настоящей работы является анализ влияния холодной деформации волочением на структуру многожильного сверхпроводника на основе сплава Nb – Ti.

Деформационную структуру и субструктуру многожильного кабеля со сверхпроводящими жилами из сплава Nb – Ti, содержащего 47,5 % Ti (по массе) (63,7 % Ti (атом.)) исследовали на промежуточной стадии волочения при переходе к диам. 1,3 – 1,2 мм. Для анализа состава и структуры композитного многожильного провода использовали несколько методик, обеспечивающих необходимое пространственное разрешение: оптическую микроскопию (Neophot-21 и Olympus GX 71), растровую электронную микроскопию (Philips SEM 515) и атомно-силовую микроскопию (Solver PH47-PRO).

Распределение элементов в зоне границы жилы из сплава Nb – Тi с медной матрицей определяли методом растровой электронной микроскопии на растровом ионно-электронном микроскопе Quanta 200 3D с использованием детекторов вторичных и обратно рассеянных электронов.

Многожильный сверхпроводящий кабель на основе сплава Nb – Ті представляет собой трехслойную конструкцию, в которой между медными сердечником и внешней оболочкой располагается промежуточный слой из волокон Nb – Ti, размещенных в медной матрице (композит). Такой композит может также содержать резистивные или диффузионные барьеры, стабилизирующие оболочки, и прочные армирующие элементы [2, 3]. Металлографические исследования поперечных сечений проводников показали, что в промежуточном слое на границе с медным сердечником проводника жилы Nb – Ti имеют округлую форму со средним диаметром примерно 10 мкм. В промежуточном слое на границе с медной оболочкой все волокна Nb – Ti приобретают ромбическую форму с диагоналями примерно 13 и 11 мкм вследствие деформации волочения.

Для более точного выявления рельефа поперечных сечений элементов кабеля использовали атомно-силовую микроскопию с применением контактного метода в режиме «постоянной силы» [7]. Вокруг волокон Nb – Ti, размещенных в медной матрице, обнаружен диффузионный ниобиевый барьер, который отчетливо проявляется в виде выступов рельефа в зоне сопряжения жилы с матрицей (рис. 1, *a*). На профилограмме, построенной методом секущих, ниобиевый барьер обнаруживается по высокоамплитудным максимумам шириной до 250 - 260 нм, разделенным низкоамплитудными линиями рельефа волокон Nb – Ti и медной матрицы (рис. 1, δ). На фоне гладкого рельефа волокон Nb – Ti и медной матрицы выявляется высокоамплитудный ниобиевый барьер (рис. 1, *в*).

В результате интенсивной пластической деформации медь в сердечнике приобретает субмикрокристаллическую структуру со средним размером зерен приблизительно 800 нм. В такой структуре чередуются одиночные зерна и их конгломераты, насчитывающие до восьми зерен. Сильнее всего медь в сердечнике продеформирована по границе сердечник – промежуточный слой проводника, где максимальный размер зерен



Рис. 1. 2D-изображение (*a*), профилограмма участка 30×30 мкм (б) и 3D-изображение (*в*) ниобиевого барьера вокруг волокон Nb – Ti в матрице проводника: *I* – медная матрица; 2 – волокна Nb – Ti; 3 – ниобиевый барьер

составил приблизительно 2120 нм, а минимальный 310 нм. В промежуточном слое между волокнами в матрице медь представлена равноосными зернами со средним размером приблизительно 800 нм. Средний размер зерен меди в оболочке проводника составил приблизительно 1050 нм [8].

Топография поперечного сечения в месте обрыва проводника показала, что в области, прилегающей к сердечнику, близлежащие волокна Nb - Ті имеют неправильную форму и образуют зону локализации деформации (рис. 2). В месте обрыва проводника в матрице промежуточного слоя между волокнами Nb - Ti средний размер зерен меди составил приблизительно 850 нм. Следует отметить, что по результатам статистической обработки средний размер зерен меди в матрице составляет приблизительно 800 нм и сопоставим с размером зерен меди (примерно 850 нм) в месте обрыва проводника [9, 10]. Для исследования морфологии зоны локализации пластической деформации по глубине шлифа снимали дважды слой по 500 мкм на шлифовальной бумаге. В месте обрыва вокруг волокон Nb – Ті, размещенных в медной матрице, обнаружен ниобиевый барьер, который проявляется на профилограмме в виде высоких, тонких высокоамплитудных максимумов шириной до 250 нм (рис. 2). Такой же ниобиевый барьер обнаруживается вокруг волокон Nb – Ті в месте обрыва после послойного шлифования на глубину 1000 мкм.

Исследования, проведенные с помощью растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO 50 с приставкой для рентгеновского дисперсионного микроанализа Oxford Instruments, показали, что внешняя оболочка и сердечник проводника состоят полностью из меди. Часть элементов промежуточного слоя проникает в медный сердечник кабеля и на границу раздела промежуточный слой – внешняя оболочка. В промежуточном слое на границе с сердечником все волокна Nb – Ti имеют округлую форму. Химический состав волокон одинаков: 35,66 % Nb и 63,7 % Ti (ат.). В области разрыва жилы Nb – Ti утрачивают правильную форму (рис. 2, *a*), а их химический состав сохраняется на уровне 35,57 % Nb и 63,33 % Ti (ат).

Однородность химического состава волокон Nb - Ti в проводнике контролировали с использованием сканирующей электронной микроскопии в режимах вторичных электронов и в характеристическом рентгеновском излучении основных элементов композита на приборе Quanta 200 3D. Степень однородности распределения основных химических элементов в волокне и матрице проводника была исследована по зависимостям числа характеристических рентгеновских фотонов определенной энергии (титана, ниобия, меди) от положения места измерения. Неравномерное пространственное распределение числа характеристических рентгеновских фотонов титана, ниобия, меди в волокне и матрице указывает на наличие диффузионного слоя на отрезке, проходящем через границу волокно – матрица. Для исследования тонкой структуры элементов кабеля из образца с помощью сфокусированного ионного пучка была вырезана тонкая фольга. Структура волокна Nb – Ті может быть охарактеризована как сильнодеформированная, следов релаксации не наблюдается, границы зерен нечеткие. Разрешения оборудования недостаточно для наблюдения отдельных дислокаций внутри зерен волокна Nb – Ti. Сопряжение границы волокно – матрица (рис. 3, а) характеризуется наличием ниобиевого барьера. Структура ниобиевого барьера субмикрокристаллическая, зерна мелкие с незначительной неравноосностью (рис. 3, б). Структура меди в медной матрице характеризуется как деформированная и релаксированная. В структуре зерен меди видны отдельные дислокации, скоплений дислокаций не наблюдается (рис. 3, в).

В основе подходов, традиционно используемых при анализе ресурса пластичности технических сверхпроводников на основе сплава Nb – Ti [11], лежит представление о равномерности и однородности пластической деформации, что не соответствует современным представлениям. Экспериментальные данные о природе пластической деформации показывают, что присущая ей с самого начала деформирования неоднородность может



Рис. 2. Ниобиевый барьер вокруг волокон Nb – Ti в зоне локализации пластической деформации в месте обрыва после послойного шлифования на глубину 500 мкм: *a* – 3D-изображение участка 30×30 мкм; *б* – профилограмма



Рис. 3. Тонкая структура элементов кабеля технических сверхпроводников: *a* – граница волокно Nb – Ti – матрица; *б* – граница медная матрица – ниобиевый барьер; *в* – медная матрица

приводить к раннему формированию одного или нескольких устойчивых очагов локализации пластического течения [12, 13] и в дальнейшем к обрыву жилы. Предпринятые в последнее время детальные исследования макролокализации деформации позволили установить однозначное соответствие между законом пластического течения на этом участке деформационной кривой и типом пространственно-временного распределения компонент тензора пластической дисторсии [14]. Эти факты должны приниматься во внимание при разработке технологии холодной деформации волочением для получения сверхпроводниковых жил требуемых размеров.

Выводы. Исследованы микроструктура, фазовый состав и их влияние на свойства сверхпроводящего сплава Nb – Ti после холодного волочения и промежуточного отжига. Выявлены зоны локализации пластической деформации в местах обрывов сверхпроводника. Обнаружено изменение формы и химического состава волокон Nb – Ti в бездефектной области и в зоне разрыва кабеля. Выявлен диффузионный ниобиевый барьер вокруг волокон Nb – Ti, размещенных в медной матрице.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Гинзбург В.Л., Андрюшин Е.А. Сверхпроводимость – М.: Альфа-М, 2006. – 110 с.
- 2. Шиков А.К., Панцырный В.И., Воробьева А.Е. и др. // Металловедение и термообработка. 2002. № 11. С. 68 72.
- Шиков А.К., Никулин А.Д., Силаев А.Г. и др. // Изв. вуз. Цветная металлургия. 2003. № 1. С. 36 – 43.

- Kozlenkova N., Vedernikov G., Shikov A. et al. // IEEE Trans. Appl. Supercond. 2004. Vol. 14. № 2. P. 1028 – 1030.
- Lee P.J., Larbalestier D.C. // Acta Metall. 1987. Vol. 35. № 10. P. 2523 – 2536.
- Черный О.В., Тихинский Г.Ф., Сторожилов Г.Е. и др. // Сверхпроводимость: Физика, химия, техника. 1991. Т. 4. № 8. С. 1617 – 1623.
- Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. – Н. Новгород: ИФМ РАН, 2004. – 110 с.
- 8. Зуев Л.Б., Баранникова С.А., Шляхова Г.В., Колосов С.В. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2012. Т. 9. № 4. С. 417 – 421.
- Зажигаев Л.С., Кишьян А.А., Романиков Ю.И. Методы планирования и обработки результатов физического эксперимента. М.: Атомиздат, 1978. 232 с.
- Митропольский А.К. Техника статистических вычислений. М.: Изд-во физико-математической литературы, 1961. – 480 с.
- Ажажа В.М., Черный О.В., Сторожилов Г.Е. и др. // Вопросы атомной науки и техники. Сер. «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники». 2004. № 14. С. 136 – 139.
- Zavodchikov S.Y., Zuev L.B., Belov V.I. et al. In book: Zirconium in the Nuclear Industry. Proc. 13-th Int. Symposium. Ed. by G.D. Moan and P. Rudling. – West Conshohocken, PA: ASTM, 2002. P. 427 – 447.
- 13. Zuev L.B., Zavodchikov S.Y., Poletika T.M. et al. In book: Zirconium in the Nuclear Industry. Proc. 14-th Int. Symposium. Ed. by P. Rudling and B. Kammenzind. West Conshohocken, PA: ASTM, 2006. P. 264 274.
- 14. Зуев Л.Б., Данилов В.И., Баранникова С.А. Физика макролокализации пластического течения. – Новосибирск: Наука, 2008. – 327 с.

© 2013 г. Г.В. Шляхова, С.А. Баранникова, Л.Б. Зуев Поступила 5 декабря 2012 г.