

Член-корреспондент АН СССР Е. М. САВИЦКИЙ, А. В. РЕВЯКИН,
Ю. В. ЕФИМОВ, Б. Д. ГЛЮЗИЦКИЙ, В. Н. СУМАРОВО

СВЕРХБЫСТРАЯ ЗАКАЛКА НИОБИЯ И ВАНАДИЯ

Изучение влияния экстремальных условий на структуру и свойства металлических материалов является одной из новых важных задач современной физико-химии и металловедения. Закалка из жидкого состояния с высокой скоростью охлаждения позволяет получать метастабильные фазы (твердые растворы, соединения) и даже аморфное состояние металлического материала. В настоящее время проведено значительное количество исследований по влиянию сверхбыстрого охлаждения на структуру и свойства легкоплавких материалов и сплавов средней тугоплавкости (¹). Эксперименты по сверхбыстрой закалке тугоплавких материалов практически только начинаются.

Целью настоящей работы было изучение влияния скорости закалки из жидкого состояния (до 10^7 °С/сек) на микроструктуру, температуру перехода в сверхпроводящее состояние (T_K) и другие свойства ванадия и ниобия чистотой 99,96 и 99,8 вес. % соответственно. Высокая скорость охлаждения (закалки) достигалась в специальной установке (²), в которой образец исследуемого металла в виде стержня нагревали в электромагнитном поле в среде особо чистого гелия. После выдержки в течение необходимого времени (в нашем случае 20–30 сек.) сила тока в индукторе резко повышалась, обеспечивая перегрев, необходимый для отрыва капли металла. Последняя падала на массивный медный диск, вращающийся со скоростью до 5000 об/мин., что обеспечивало получение ленты толщиной 0,1–0,2 мм при скорости охлаждения (по расчету) до $6 \cdot 10^6$ °С/сек. Исходным материалом был металл, выплавленный в дуговой печи на медном водоохлаждаемом поду в однотипной атмосфере. Скорость его охлаждения составляла около 50° С/сек.

Исходные металлы и их закаленные образцы подвергали химическому анализу на содержание азота, углерода и металлических примесей и газовому анализу (методом вакуум-плавления) на содержание кислорода и водорода. Проведенные анализы показали, что содержание кислорода в приготовленных образцах увеличивалось не более чем на 0,01–0,02 вес. %; содержание остальных примесей практически не изменялось.

Образцы подвергались микроструктурному и рентгеновскому анализам, а также измерялась микротвердость и T_K . Проводилась технологическая проба на прокатку при комнатной температуре. Рентгенограммы образцов сняты в камере РКД методом порошка. T_K измеряли по изменению магнитной восприимчивости с точностью до $\pm 0,01^{\circ}$ К. Микротвердость определяли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 20 г. Выборочно был проведен электронно-микроскопический анализ ряда образцов*.

Исходные образцы ниобия и ванадия имели однофазную грубозернистую полиэдрическую структуру. Микротвердость ниобия составляла 120 кг/мм², ванадия 90 кг/мм². T_K была равна соответственно 9,3 и 5,3° К.

Изменение среднего размера зерен, микротвердости и T_K ниобия и ванадия при увеличении скорости закалки показано на рис. 1. Увеличение

* Авторы выражают благодарность М. Б. Усикову и П. А. Хандарову за проведение исследований образцов на электронном микроскопе.

скорости закалки приводит к значительному уменьшению размеров зерен исследованных металлов. При закалке со скоростью $6 \cdot 10^{60}$ С / сек средний размер зерна ниобия становится меньше 5 μ , ванадия 10 μ . Микротвердость металлов при скоростях закалки до 10^{60} С / сек повышается плавно. При более высоких скоростях охлаждения наблюдается резкое повышение микротвердости: выше 700 кг/мм² для ниобия и выше 320 кг/мм² для ванадия. Это коррелирует с резким повышением плотности дислокаций в

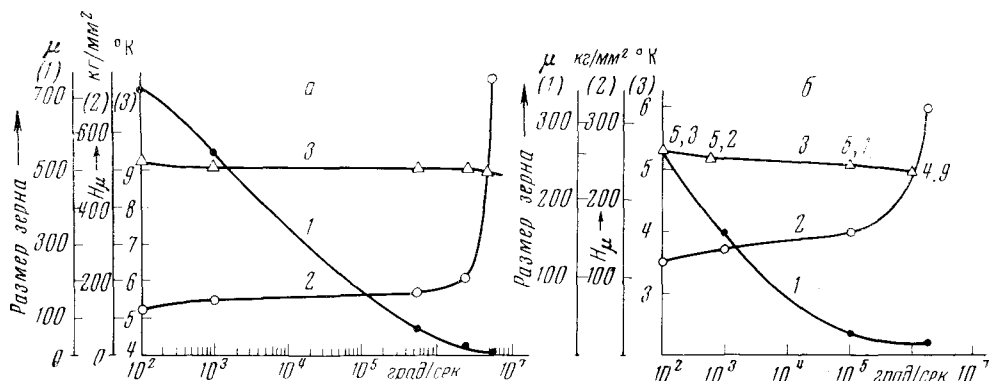


Рис. 1. Влияние скорости закалки на средний размер зерна (1), микротвердость (2) и температуру перехода в сверхпроводящее состояние (3) ниобия (а) и ванадия (б)

металле при таких скоростях охлаждения. На рис. 2 показан электронно-микроскопический снимок ниобия после закалки со скоростью $6 \cdot 10^{60}$ С / сек, где хорошо видны вакансионные петли (А). Таким образом, увеличение скорости закалки приводит к повышению количества дефектов кристаллической решетки, что, в свою очередь, вызывает повышение твердости и прочности металла. Происходит как бы наклеп металла, выражающийся также в уширении линий на рентгенограммах, особенно при скоростях закалки выше 10^{60} С / сек.

Изменение скорости охлаждения металла из жидкого состояния в изученных пределах (от 50 до $6 \cdot 10^{60}$ С / сек) очень незначительно влияло на T_K ниобия и ванадия. T_K ниобия понижалось с 9,3 до 9—9,1° К, а ванадия — с 5,3 до 5,1—5,2° К при увеличении скорости закалки до $6 \cdot 10^{60}$ С / сек. Однако, как и при увеличении степени деформации и наклепе металла, наблюдалось увеличение ширины сверхпроводящего перехода (до 0,3—0,5° К). Повышение количества дефектов кристаллической решетки при увеличении скорости закалки приводило к повышению плотности критического тока. При 4,2° К в поле с напряженностью 5 кэ плотность критического тока ниобия, закаленного со скоростью $6 \cdot 10^{60}$ С / сек, составляла около 10^4 а/см² (против примерно 10^2 а/см² для недеформированного ниобия (3)). Плотность критического тока ванадия, закаленного с той же скоростью охлаждения, при 4,2° К и 1000 э составляла немного больше 10^2 а/см² (против нескольких а/см² в недеформированном состоянии). Таким образом, увеличение скорости закалки в изученных пределах, аналогично увеличению степени холодной деформации, практически не влияет на величину T_K ниобия и ванадия и вызывает повышение плотности их критического тока.

При всех скоростях закалки образцы ниобия и ванадия обнаруживали только однофазную структуру с о.д.к.-решеткой. Периоды решеток рассчитать не удалось из-за сильного размытия линий рентгенограмм при больших скоростях охлаждения образцов. Однако качественные данные подтверждали мономорфность ниобия и ванадия. Таким образом, полученные данные свидетельствуют об отсутствии высокотемпературной модифи-

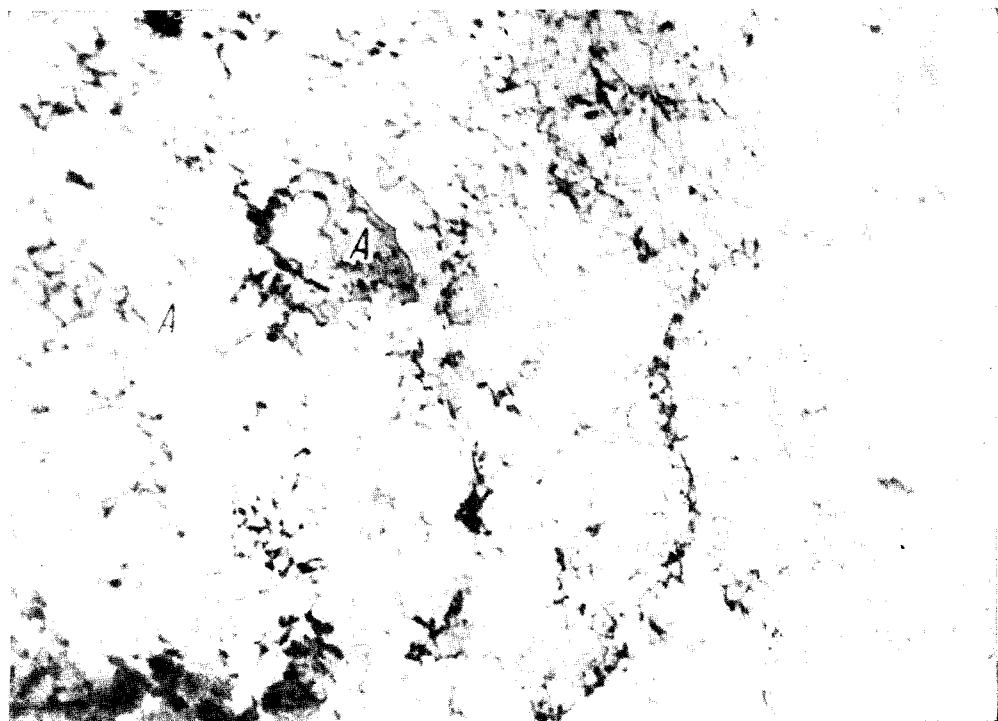


Рис. 2. Электронно-микроскопический снимок ниобия, закаленного из жидкого состояния ($30\,000\times$)

кации ванадия, существование которой предполагалось в работе (¹) при температурах выше 1550° С.

Суммируя описанное выше, следует отметить, что сверхбыстрая закалка вызывает резкое измельчение зерна ванадия и ниобия, повышение количества дефектов кристаллической решетки, в частности плотности дислокаций, что обуславливает увеличение их твердости и прочности без существенного изменения пластичности, так как закаленные образцы, так же как и исходные материалы, хорошо прокатываются при комнатной температуре до микронных сечений. Быстрая закалка воздействует на сверхпроводящие свойства ниобия и ванадия аналогично влиянию холодной деформации.

Институт металлургии им. А. А. Байкова
Академии наук СССР
Москва

Поступило
25 XII 1972

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ H. Warlimont, Zs. Metallkunde, 63, Н. 3 (1972). ² А. В. Ревякин, Б. Д. Глюзницкий, А. М. Самарин, Зав. лаб., № 3 (1972). ³ Е. М. Савицкий, В. В. Барон и др., Металловедение сверхпроводящих материалов, «Наука», 1969. ⁴ A. U. Seybolt, H. T. Simson, J. Metals, 5, № 2 (1953).