

05

**Текстурованные ленты-подложки
из трехслойного композита
Ni—5% W/Ni—11% Cr
для высокотемпературных
сверхпроводников второго поколения**

© Д.П. Родионов, И.В. Гервасьева, Ю.В. Хлебникова

Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург

E-mail: Yulia_kh@imp.uran.ru

Поступило в Редакцию 13 февраля 2013 г.

Изучены процессы формирования текстуры рекристаллизации в трехслойной ленте Ni—5% W/Ni—11% Cr после холодной деформации прокаткой со степенями 98.4—99.3% и последующего высокотемпературного отжига 1000—1150°C. Установлено, что текстурованная лента из трехслойного композита может быть использована в качестве подложки при создании ленточных высокотемпературных сверхпроводников второго поколения. Проведенная оценка магнитных свойств показала, что отожженная композитная лента имеет меньшую удельную намагниченность при рабочих температурах высокотемпературного сверхпроводника, чем широко используемая в настоящее время в промышленности лента из сплава Ni—5% W.

В настоящее время активно ведутся разработки сплавов на основе никеля, тонкие протяженные текстурованные ленты из которых могут быть использованы в качестве подложек для последующего нанесения слоев высокотемпературных сверхпроводников (ленточные ВТСП второго поколения). Сплав Ni—5 at. % W является основным из используемых сплавов в технологии RABiTS [1]. Это связано с

высокими механическими свойствами, низкой окисляемостью и более низкими, чем чистый никель, ферромагнитными свойствами. Желание улучшить магнитные характеристики положек Ni–W за счет увеличения содержания вольфрама в сплаве до 7.5 at.% приводит к деградации кубической текстуры рекристаллизации сплава, несмотря на всевозможные металлургические и технологические старания, включающие микролегирование Ag и Mg, двукратную гомогенизацию слитка и заготовки, двуступенчатый (TSA) отжиг [2–5]. Поэтому предпринимаются попытки получить многослойную композитную ленту, где в качестве наружного функционального слоя использовали сплав Ni–5 at.% W, а уменьшение намагниченности достигали за счет внутреннего слоя из другого никелевого сплава [3,4].

В статье приведены результаты исследования процесса текстуробразования после холодной прокатки 98.4–99.3% и высокотемпературного рекристаллизационного отжига в трехслойной композитной ленте (в ат.%) Ni–5% W/Ni–11% Cr. Проводится оценка степени совершенства кубической текстуры рекристаллизации и магнитных свойств отожженного композита.

В качестве шихты при выплавке сплавов был использован электролитический никель чистотой 99.99%, а легирующие элементы (W и Cr) имели чистоту не менее 99.94%. Сплавы выплавлены в индукционной печи в алуновом тиглях в атмосфере аргона и разлиты в металлические изложницы. Из сплава Ni–5% W была откована цилиндрическая поковка, а из сплава Ni–11% Cr пруток диаметром 14 mm. Поверхность цилиндрической заготовки шлифовали до наружного диаметра 28 mm, пруток — до диаметра 12 mm. В заготовке \varnothing 28 mm было сделано сквозное осевое отверстие \varnothing 12 mm, в которое в дальнейшем методом легкопрессовой посадки (нагрев наружной заготовки до 200°C и охлаждение центрального стержня в жидком азоте — 196°C) вмонтирован стержень \varnothing 12 mm. Заготовка была отожжена в вакууме $(2-3) \cdot 10^{-15}$ m Hg при 1000°C, 2 h. За счет вакуумного отжига производилась контактная сварка центрального стержня и наружной цилиндрической оболочки. Далее заготовка была прокована при 1000–800°C до толщины 24 mm, а после прокатана при этой же температуре до толщины трехслойной пластины 13.4 mm. Поверхность полученной пластины была механически зачищена, а после пластина отжигалась в вакууме $(2-3) \cdot 10^{-5}$ mm Hg при температуре 850°C в течение 1.5 h с целью получения однородной равновесной мелкозернистой структуры. Для

исследования микроструктуры в оптическом микроскопе „Neophot-30“ образцы травили в смеси концентрированных кислот HNO_3 , HCl и H_3PO_4 в равных долях с добавлением 30–40% H_2O_2 . Средний размер зерна в заготовке перед прокаткой не превышал $40\ \mu\text{m}$.

Холодную деформацию заготовки осуществляли в два этапа: 1-й этап — с 13.4 до 1.3 mm (деформация $\sim 90\%$) на стане с диаметром валков 180 mm (число проходов 40); 2-й этап — на двухвалковом прокатном стане с полированными валками до толщины $230\ \mu\text{m}$ (98.4%), $150\ \mu\text{m}$ (98.8%) и $100\ \mu\text{m}$ (99.3%). В результате были получены трехслойные композитные ленты с наружным функциональным слоем из сплава Ni–5% W и внутренним слоем из немагнитного сплава Ni–11% Cr.

Рекристаллизационные отжиги для получения кубической текстуры проводили в вакууме при температуре 1000, 1100 и 1150°C в течение 1 h.

Ориентацию зерен на поверхности текстурованных композитных лент определяли методом дифракции обратно отраженных электронов (EBSD) на сканирующем электронном микроскопе Quanta-200 в Отделе электронной микроскопии ЦКП „Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов“ ИФМ УрО РАН. Область формирования дифракционной картины в точке составляла около 50 nm. Сканирование ориентационных данных осуществлялось с шагом $4\ \mu\text{m}$ с поверхности площадью примерно $2700 \times 1000\ \mu\text{m}^2$. Образцы перед съемкой подвергали электролитической полировке.

На рис. 1, а в качестве примера приведена структура поперечного сечения трехслойной ленты толщиной $230\ \mu\text{m}$ (деформация 98.4%) после тестового режима рекристаллизационного отжига при 1000°C, 1 h. Наружные слои ленты из сплава Ni–5% W имеют толщину 80–82 μm , что составляет порядка 35% от общей толщины трехслойной композиции. Внутренний слой из сплава Ni–11% Cr имеет толщину $\sim 30\%$ от общей толщины ленты. В более тонких лентах соотношение толщин внутреннего и наружного слоев сохраняется на том же уровне.

Острая кубическая текстура рекристаллизации при высокотемпературном отжиге 1000–1150°C, 1 h, реализуется в трехслойной ленте после всех использованных в данной работе вариантов деформации заготовки. Однако при температуре рекристаллизационного отжига 1000°C, 1 h (тестовый режим отжига), в текстуре композитной ленты

1* Письма в ЖТФ, 2013, том 39, вып. 12

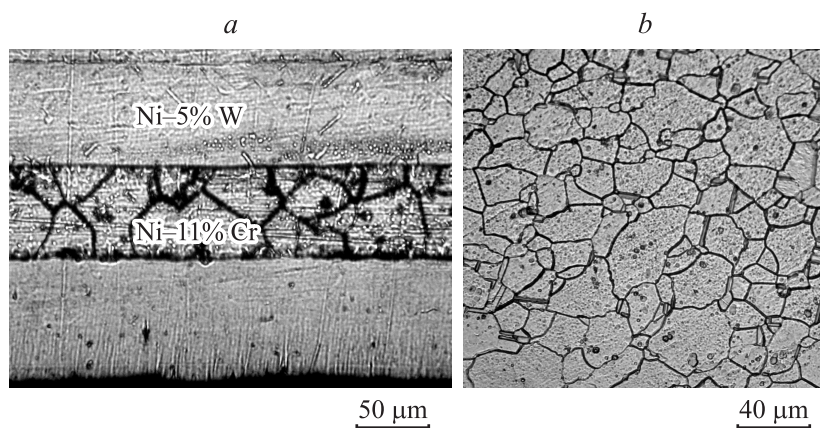


Рис. 1. Микроструктура поперечного сечения трехслойного композита Ni–5% W/Ni–11% Cr после прокатки 98.4% (230 μm) и отжига при 1000°C, 1 h (a), и структура поверхности ленты после прокатки 98.8% (150 μm) и отжига 1100°C, 1 h (b).

присутствует значительная доля ~ 10–12% двойниковой составляющей (зерна с разориентацией границ в области углов 60°).

В классической работе по формированию при отжиге холоднодеформированной никелевой ленты острой кубической текстуры рекристаллизации создатели технологии RABiTS показали, что повышение температуры отжига приводит к прогрессивному улучшению кубической текстуры не только за счет ее остроты, но и за счет уменьшения двойниковой составляющей [6].

На рис. 1, b в качестве примера приведена структура поверхности ленты после прокатки 98.8% (150 μm) и отжига 1100°C, 1 h. Видно, что при этой температуре отжига на поверхности ленты формируется однородное рекристаллизованное зерно с относительно малым количеством двойников (по данным EBSD анализа около 8%). Повышение температуры рекристаллизационного отжига до 1150°, 1 h, еще более повышает остроту кубической текстуры и приводит к реализации в ленте толщиной 100 μm ~ 95% кубических зерен (рис. 2). По степени текстурного совершенства композитная лента толщиной 100 μm после

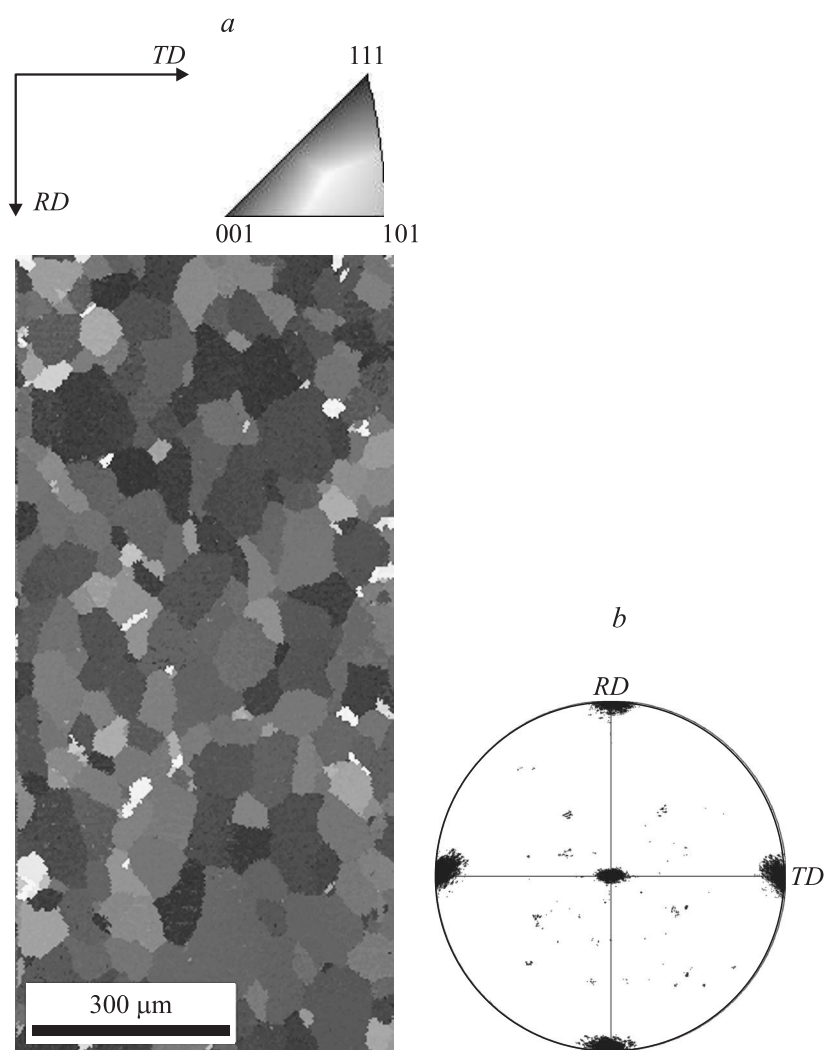


Рис. 2. Микрокарта ориентировок зерен (*a*), полюсная фигура $\{001\}$ (*b*) и гистограмма разориентировки границ зерен (*c*) для трехслойной ленты толщиной $100 \mu\text{m}$ после рекристаллизационного отжига 1150°C , 1 h.

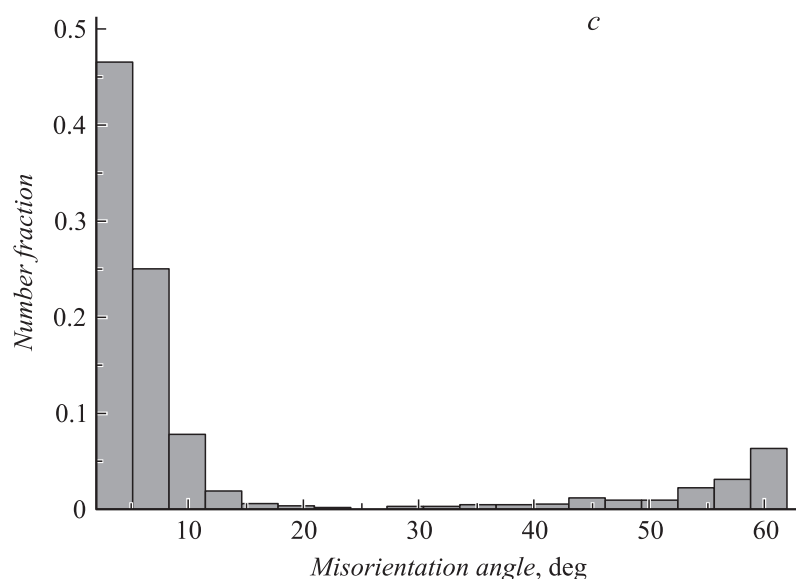


Рис. 2 (продолжение).

рекристаллизационного отжига при температуре 1150°C, 1 h, приближается к монокристаллическому состоянию.

Значение критического тока в ленточных многослойных высокотемпературных сверхпроводниках в значительной степени зависит от остроты кристаллографической текстуры в материале сверхпроводника, наследуемой от кубической текстуры металлической подложки. Кроме того, на величину критического тока влияет магнитное состояние материала подложки. Чем меньше магнитная проницаемость подложки, тем больше критический ток.

Измерения удельной намагниченности композитных образцов были выполнены на вибрационном магнитометре в интервале температур 80–700 К и магнитных полях напряженностью до ~ 11 кОе.

Удельная намагниченность трехслойного композита Ni–5% W/Ni–11% Cr в магнитном поле напряженностью 50 Ое на $\sim 25\%$ ниже при рабочих температурах высокотемпературного сверхпроводника, чем у лент из никелевого сплава Ni–5% W, используемого сегодня в промышленном производстве длинных подложек.

Итак, полученная трехслойная композитная лента после холодной деформации прокаткой 98.4–99.3% и рекристаллизационного отжига при температурах 1000–1150°C, 1 h, может быть использована в качестве подложек для последующего нанесения слоев высокотемпературного сверхпроводника. Максимальная степень совершенства кубической текстуры достигается в композитной ленте толщиной 100 μm (деформация 99.3%) при самой высокой температуре рекристаллизационного отжига 1150°C, 1 h. Композитная лента имеет меньшую удельную намагниченность при рабочих температурах высокотемпературного сверхпроводника, чем широко используемая в настоящее время в промышленности лента из сплава Ni–5% W, что способствует достижению более высоких значений критического тока в сверхпроводящем слое.

Работа выполнена по программе РАН (тема „Структура“, № гос. регистр. 01201064335), при частичной финансовой поддержке гранта № 12-П-2-1015 программы президиума РАН.

Список литературы

- [1] *Токонесущие ленты* второго поколения на основе высокотемпературных сверхпроводников / Под ред. А. Гояля; Пер. с англ. под ред. проф. А.Р. Кауля. М. : Изд. ЛКИ, 2010. 432 с. (*Second-Generation HTS Conductors* / Amit Goyal (ed.). Springer Science & Business Media Inc., 2005. 345 p.).
- [2] *Eickemeyer J., Hühne R., Güthl A., Rodig C., Klauß H., Holzapfel B.* // *Supercond. Sci. Technol.* 2008. V. 21. P. 105 012 (7 pp).
- [3] *Subramanya Sarma V., Eickemeyer J., Singh A., Schultz L., Holzapfel B.* // *Acta Materialia.* 2003. V. 51. P. 4919–4927.
- [4] *Subramanya Sarma V., Eickemeyer J., Schultz L., Holzapfel B.* // *Trans. Indian Instr. Met.* 2004. V. 57 (6). P. 651–657.
- [5] *Родионов Д.П., Гервасьева И.В., Хлебникова Ю.В., Казанцев В.А., Виноградова Н.И., Сазонова В.А.* // *ФММ.* 2011. Т. 111. № 6. С. 628–638.
- [6] *Specht E.D., Coyal A., Lee D.F., List F.A., Kroeger D.M., Paranthaman M., Williams R.K., Christen D.K.* // *Superconductors Sci. Technol.* 1998. V. 11. N 10. P. 945–949.