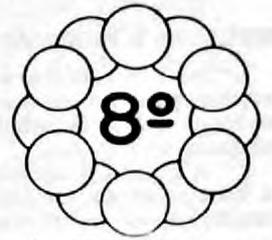




UNICAMP

MICROESTRUTURA DO FILAMENTO DO CONDUTOR MULTIFILAMENTAR DE NbTi

MAURO P. OTERO
Fundação de Tecnologia Industrial - CEMAR
WALDEMAR A. MONTEIRO
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - CNEN/SP



cbecimat

SUMÁRIO

O objetivo do presente trabalho é delinear um procedimento de preparação de amostras para observação e estudo da microestrutura do filamento supercondutor em fios multifilamentares de NbTi e também obter uma análise preliminar dos resultados obtidos. Foram estudados fios compostos de Cu (matriz) e NbTi (filamentos) de duas procedências distintas. Solda a ponto do supercondutor a um anel de aço inoxidável (3,0x2,0x0,3mm³) e posterior afinamento em ambos os filamentos são semelhantes.

INTRODUÇÃO

O crescente aumento das aplicações de cabos supercondutores ou magnetos supercondutores usados em sondação magnética de materiais, aceleradores, NMR (ressonância magnética nuclear - imagem magnética), MHD (magnetohidrodinâmica), armazenamento de energia e pesquisas, bem como nas futuras linhas de transmissão, tem exigido do Brasil uma tomada de posição no sentido de desenvolver uma tecnologia apropriada para a fabricação desse material.

As características elétricas e magnéticas do supercondutor estão relacionadas com a natureza de sua microestrutura, sendo portanto, indispensável os estudos de Microscopia Eletrônica de Transmissão - MET nos processos de desenvolvimento e otimização.

A MET de ligas multifilamentares é complexa e demorada, mas é ainda o único meio disponível para detectar as pequenas variações estruturais causadas pelo processamento mecânico e tratamentos térmicos variados. A complexidade dessa técnica está no preparo de amostras, uma vez que se trata de filamentos extremamente finos ($\phi \sim 10\mu\text{m}$).

Este trabalho descreve um estudo preliminar de MET nos supercondutores de NbTi de duas procedências. O condutor multifilamentar de NbTi produzido em caráter experimental pela FTI-UNICAMP-PIRELLI (designado daqui em diante como fio da FTI) e o de NbTi comercial produzido pela Vacuumschmelze (Vac).

PARTE EXPERIMENTAL

Material Utilizado

a) Fio FTI de $\phi = 0,35\text{mm}$

A descrição e sequência de fabricação do cabo de NbTi com 361 filamentos para várias composições relativas de Nb e Ti e condições de deformação e tratamento térmico pode ser encontrada nas referências [1] e [2].

Neste trabalho, utilizou-se o multifilamento de Nb-44%Ti em peso, onde cada filamento foi deformado do diâmetro original de 25,1mm até o diâmetro final de aproximadamente 10 μm , sem tratamento térmico, dando uma taxa de deformação de $6,3 \times 10^6$ e uma relação Cu:NbTi=3.

b) Fio da Vacuumschmelze de $\phi = 0,85\text{mm}$

As características disponíveis do fio comercial da Vacuumschmelze são: $\phi=0,85\text{mm}$, número de filamentos=54, ϕ (filamento)=75 μm e relação Cu:NbTi=1,35.

Preparo das amostras

A figura 1-a ilustra a montagem de uma amostra de um cabo multifilamentar de NbTi, para observações longitudinais, isto é, ao longo do filamento. O suporte utilizado é um anel de aço inoxidável com ϕ externo de 3mm e interno de 2mm e espessura de 0,3mm (não indicado na figura).

A figura 1-b esquematiza uma região de interesse para observação, após a fixação no suporte. Antes da

afixação no suporte, fez-se uma decapagem parcial do multifilamento, removendo-se parte do revestimento de cobre. O objetivo era facilitar a solda a ponto do multifilamento ao suporte.

A figura 1-c ilustra a região de interesse após os procedimentos de afinamento. Observa-se que grande parte dos filamentos é removida, principalmente na região central do multifilamento. O resultado é que inúmeras extremidades dos filamentos apresentam condições apropriadas para observação no microscópio eletrônico de transmissão.

Os procedimentos de afinamentos que podem ser realizados são: a) afinamento químico em solução HNO₃ + HF na proporção de 4:1 [3], b) afinamento por jato eletrolítico duplo com eletrólito constituído de: 2% HF + 5% H₂SO₄ + 93% Metanol utilizando uma ddp de ~120V e temperatura de ~ -25°C [4].

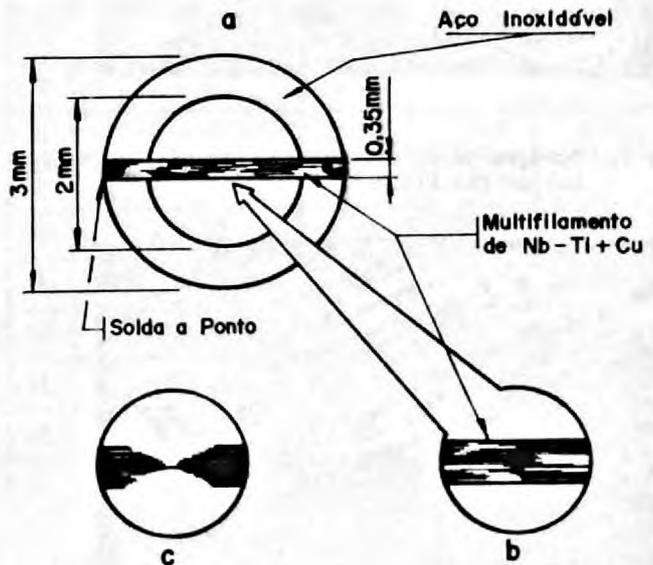


Figura 1.a) Suporte de amostra com multifilamento soldado a ponto. b) Detalhe do multifilamento com o revestimento de cobre parcialmente removido. c) Detalhe do multifilamento após processo de afinamento.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A microestrutura representada pelas figuras 2 e 3, correspondem as observações das secções longitudinais ao longo de um filamento (ϕ original $\sim 10\mu\text{m}$) do supercondutor da FTI.

A figura 4 apresenta a microestrutura do filamento comercial da Vacuumschmelze, também longitudinal. Comparando-se as microestruturas desses dois tipos de fios, observa-se as semelhanças nas bandas de deformação. Essas bandas de deformações são características dos materiais sujeitos a altas taxas de deformação.



Figura 2. Micrografia do filamento de Nb-44%Ti (em peso) do fio FTI.



Figura 3. Micrografia do filamento de Nb-44%Ti (em peso) do fio FTI.

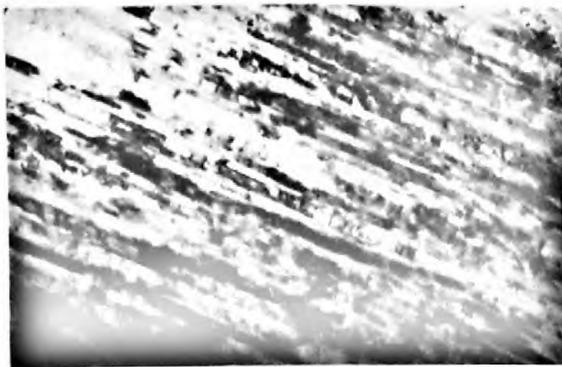


Figura 4. Micrografia do filamento de Nb-Ti, fio da Vacuumschmelze

A melhor definição nas bandas de deformação do fio FTI observada na figura 2 e jamais observada nos fios Vac deve-se ao fato de que o fio FTI (este fio em particular) não sofreu nenhum tratamento térmico.

Quanto ao fio da Vac, infelizmente os dados relativos a tratamentos térmicos não estavam disponíveis, é provável que tenha havido algum tipo de recozimento antes da deformação final. Uma estrutura semelhante a do fio Vac foi observada em outro fio FTI recozido du-

rante 8h a 385°C e seguido de uma deformação final [7]. Esse tipo de estrutura produzido pela intercalação de tratamentos térmicos nos processos de deformação está intimamente relacionado com as características elétricas e magnéticas do supercondutor, além de proporcionar uma condição de resistência mecânica (flexões) mais apropriadas [1], [5].

Outro detalhe característico que se observa em fios recozidos é a presença de arranjos celulares de discordâncias que estão presentes no interior das bandas de deformação, além de precipitados finos provavelmente de $\text{Ti } \alpha$ [4], [5].

CONCLUSÕES

As observações por microscopia eletrônica de transmissão de filamentos supercondutores com diâmetros da ordem de $10\mu\text{m}$ é possível através de um procedimento de afinamento direto do multifilamento afixado por solda a ponto em suportes com dimensões apropriadas para os estágios de observação do MET. Como resultado preliminar de análise microestrutural, observou-se que as estruturas presentes nos fios nacional e importado são semelhantes apresentando, no caso de fios tratados termicamente, arranjos celulares de discordâncias dentro das bandas de deformação e também precipitados finos provavelmente de $\text{Ti } \alpha$.

REFERÊNCIAS

- [1] Bórmio, C. "Forças de Aprisionamento de Vórtices e Corrente Crítica em Supercondutores do Tipo II" Dissertação de Mestrado, UNICAMP, Dezembro de 1985.
- [2] Otubo, J. "Desenvolvimento de Fios Supercondutores Multifilamentares de Nb-Ti". Dissertação de Mestrado, USP, São Paulo, 1986.
- [3] Baker, C. & Sutton, J. "Correlation of Superconducting and Metallurgical Properties of Ti-20at% Nb Alloy" Phil. Mag., 19, 1223, 1969.
- [4] Lee, P.J. & Larbalestier, D.C., "Development of Nanometer Scale Structures in Composites of Nb-Ti and Their Effect on the Superconducting Critical Current Density", Acta Metall. 35, nº 10, pp. 2523-2536, 1987.
- [5] West, A.W. & Larbalestier, D.C., "Microstructural Changes Produced in a Multifilamentary NbTi Composite by Cold Work and Heat Treatment", Metall. Trans. A, 843-852, 1984.
- [6] West, A.W. & Larbalestier, D.C. "Transmission Electron Microscopy of Commercial Filamentary Nb-Ti Superconducting Composites". Adv. in Cryogenic Eng., 1980, Vol 26, pp 471-78.
- [7] Otero, M.P. & Monteiro, W.A. "Estudo Microestrutural do Supercondutor de NbTi". Micromat 88, São Paulo.

SUMMARY

This paper describes the procedures of specimens preparation for observation and microstructural studies of multifilamentary superconductors of NbTi and also a preliminary analysis of the obtained results. Two wires of distinct sources was studied. Spot welding the wire at a stainless steel ring ($3,0 \times 2,0 \times 0,3 \text{mm}^3$) and direct thinning yield a good result. The deformation band structures observed at both filaments are similar.