

PACS: 61.72.Mm, 68.37.Lp

Н.Ф. Андриевская, В.С. Оковит, Т.Ю. Рудычева, М.П. Старолат,  
Г.Е. Сторожилов, М.А. Тихоновский, П.А. Хаймович, И.Н. Шаповал

## ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА НТ-50 ПРИ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЯХ

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»  
ул. Академическая, 1, г. Харьков, 61108, Украина  
E-mail: storozhilov@kipt.kharkov.ua

*Электронно-микроскопическим методом исследована эволюция субзеренной структуры сплава НТ-50 в процессе интенсивной пластической деформации (ИПД) методом разнонаправленной деформации (РНД) осадка–выдавливание. Проведен статистический анализ изменений параметров структуры в зависимости от режимов ИПД. Происходящая в процессе деформации эволюция параметров структуры сопоставлена с изменениями механических свойств материала (предела прочности и микротвердости).*

### Введение

В работах [1–3] показано, что РНД осадка–выдавливание, примененная дополнительно к известным способам изготовления сверхпроводников, приводит к повышению плотности критического тока  $J_c$ . Использование РНД в сочетании с последующей оптимальной обработкой позволило изготовить Nb–Ti-сверхпроводник с рекордным уровнем токонесущей способности  $\sim 4 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$  в поле 5 Т [4].

Высокие значения  $J_c$  можно получить, застопорив движение квантов магнитного потока. В Nb–Ti-сплаве это достигается за счет создания очень мелких, равномерно распределенных несверхпроводящих частиц – выпадений  $\alpha$ -Ti-фазы, выделяющихся при распаде пересыщенного  $\beta$ -твердого раствора [5]. Полнота и кинетика диффузионного распада  $\beta$ -фазы определяется различными факторами, одним из которых является величина пластической деформации. Используя комбинированный метод обработки давлением осадка–выдавливание, можно накопить необходимую степень пластической деформации путем многократной циклической обработки при сохранении исходного размера заготовки, а также провести ИПД на слитках практически любого размера [6,7].

Цель работы – анализ эволюции литой структуры сплава НТ-50 в процессе РНД осадка–выдавливании при различных температурах и установление структурных параметров и механических характеристик материала.

### Материалы и методы исследований

Сплав НТ-50 (Nb–48.5 wt.% Ti) был получен методом дуговой вакуумной плавки. Содержание основных примесей в сплаве, wt. %: C < 0.04, N < 0.03, O < 0.05, Fe < 0.06. РНД проводили на цилиндрических заготовках диаметром  $D = 20$  mm. Осадку–выдавливанию образцов осуществляли в контейнере  $D = 30$  mm при температурах 20, 400 и 600°C. Величина истинной деформации  $\epsilon$  за 1 цикл РНД составляла 1.6.

Электронно-микроскопическое исследование проводили на фольгах поперечного сечения образцов после 1, 3, 5, 10 и 23 циклов РНД сплава на электронном микроскопе TESLA-613. Металлографические исследования выполняли на микроскопе ММР-4.

Параметры структуры – размеры зерен и субзерен, их однородность, относительную протяженность границ – вычисляли путем математической обработки металлографических и электронно-микроскопических снимков. Статистическую обработку проводили с использованием комбинированной функции плотности распределения (ФПР) по размерам, представляющей собой сумму гауссового и логнормального распределений. Как показано в [7], такая функция лучше аппроксимирует данные рассматриваемых экспериментов, чем составляющие ее функции, применяемые по отдельности:

$$f_{G+L}(x) = \frac{A}{\sigma_1 x \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(\ln x - m_1)^2}{2\sigma_1^2}\right) + \frac{B}{\sigma_2 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x - m_2)^2}{2\sigma_2^2}\right),$$

где  $A, B, \sigma_1, \sigma_2, m_1, m_2$  – подгоночные параметры, а  $x$  – аргумент ФПР.

Измерение прочностных характеристик проводили при комнатной температуре на микроразрывной машине при скорости деформации  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 100 g.

### Экспериментальные результаты и их обсуждение

Исходный сплав (рис. 1, таблица) характеризуется крупной и неоднородной зеренной структурой ( $d_{av} = 535 \text{ }\mu\text{m}$ , разброс зерен по размерам от 50 до 1375  $\mu\text{m}$ , коэффициент вариации размеров зерен  $k_v \sim 0.5$ ).

На начальных стадиях РНД зерна деформируются неоднородно в силу их разной ориентации к приложенной нагрузке. На рис. 2,а практически отсутствуют четкие линии течения. С увеличением числа циклов РНД в материале включается большинство систем скольжения, деформация зерен сопровождается изгибами и поворотами линий течения, их плотность и однородность повышаются (рис. 2,б). С ростом температуры обработки плотность линий течения также увеличивается, а их контрастность снижается, что свидетельствует о развитии диффузионных процессов переползания дислокаций.

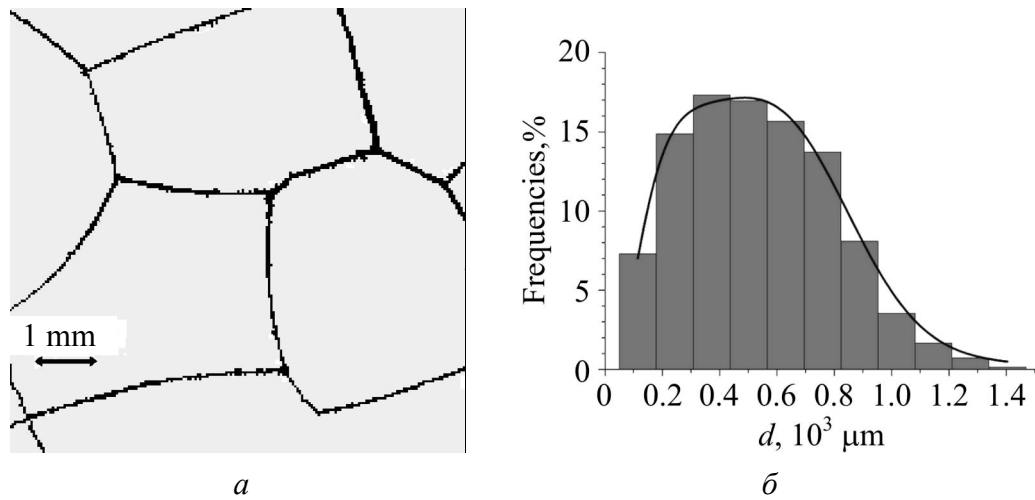


Рис. 1. Структура (а), гистограмма и оптимальная ФПР (б) зерен Nb–Ti-сплава

Таблица

Статистические параметры распределения размеров субзерен

Температура РНД, °С	Количество циклов РНД	Размеры субзерен, nm			Относительная протяженность границ, nm <sup>-1</sup>	Коэффициент вариации
		минимальный	максимальный	средний		
–	0	50·10 <sup>3</sup>	1375·10 <sup>3</sup>	535·10 <sup>3</sup>	–	0.50
20	3	12	513	226	0.0124	0.42
20	5	28	503	212	0.0145	0.36
20	10	26	633	287	0.0098	0.41
400	1	190	799	438	0.0068	0.40
400	3	61	720	233	0.0112	0.48
400	5	49	500	203	0.0133	0.37
400	10	74	411	177	0.0167	0.33
400	23	46	414	177	0.0158	0.35
600	3	132	844	370	0.0081	0.39
600	5	101	783	355	0.0079	0.39
600	10	12	771	347	0.0085	0.37
600	23	117	788	373	0.0066	0.39

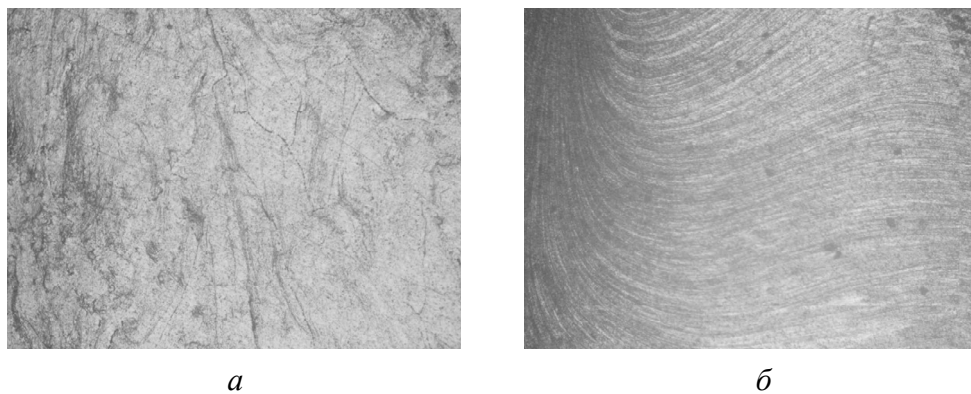


Рис. 2. Формирование линий течения в Nb–Ti-сплаве после 1- (а) и 10- (б) цикловой обработки при  $T = 400^\circ\text{C}$  ( $\times 100$ )

Основные статистические характеристики субзеренной структуры образцов после проведенных РНД представлены в таблице. Наибольшее измельчение структуры происходит при деформации в двухфазной области при температуре 400°C (рис. 3,а). При этом наблюдается немонотонный характер уменьшения диаметра субзерен от степени деформации. С увеличением количества циклов РНД также уменьшается коэффициент вариации размеров субзерен (рис. 3,б) вплоть до уровня  $k_v = 0.33$ , характеризующего высокооднородное состояние. Некоторое повышение  $d$  и  $k_v$  субзерен в области деформаций  $\varepsilon \sim 16$  при 20°C, возможно, связано с процессами динамической рекристаллизации.

На рис. 4 для температуры 400°C показана эволюция ФПР субзерен при возрастании величины ИПД. Видно, что при малом количестве циклов (рис. 4,а) в построенной комбинированной ФПР основной вклад дает логнормальная компонента для всех размеров зерен, кроме области самых малых размеров. В то же время, как показывает рис. 4,б, при большем количестве циклов для всех размеров зерен превалирует компонента ФПР Гаусса.

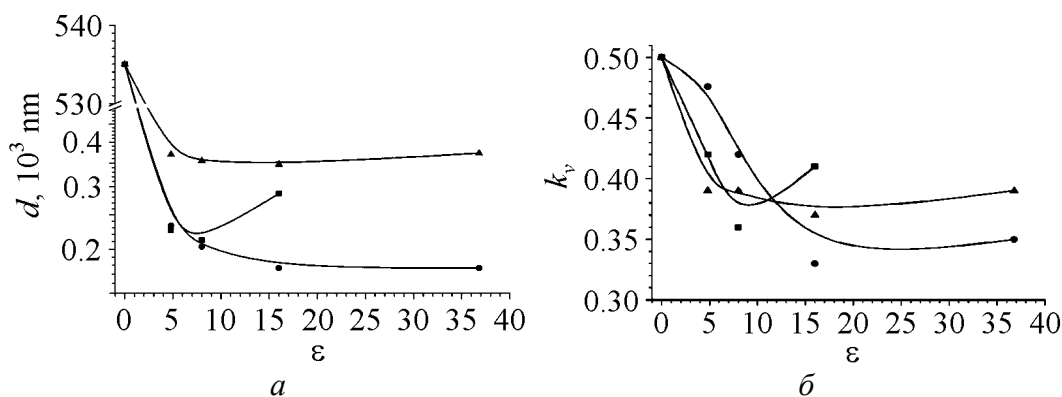


Рис. 3. Зависимость среднего эффективного диаметра субзерна (а) и коэффициента вариации размера субзерен (б) от величины деформации при температурах, °С: ■ – 20, ● – 400, ▲ – 600

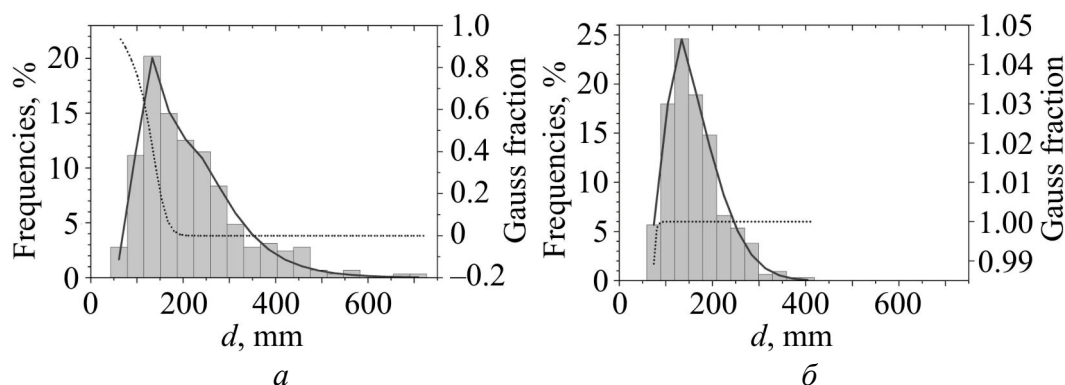
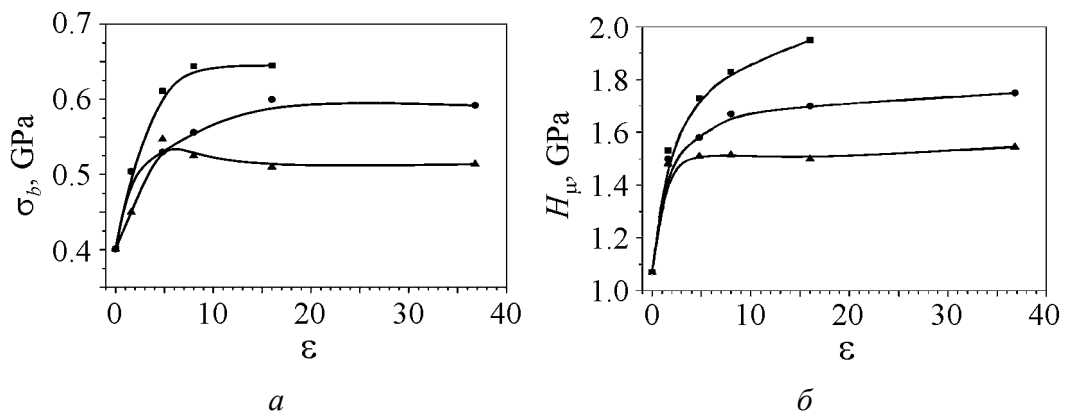


Рис. 4. Эволюция ФПР субзерен при увеличении числа циклов РНД и доли гауссовой составляющей от размера субзерен: а – 3 цикла РНД,  $d_{av} = 233$  nm,  $k_v = 0.48$ ; б – 10 циклов,  $d_{av} = 177$  nm,  $k_v = 0.33$ ; ■ – гистограмма, — – подгоночная линия, ... – компонента Гаусса

Наибольший разброс размеров и высокое значение среднего диаметра субзерен показали образцы после деформирования в однофазной  $\beta$ -области при повышенной ( $600^\circ\text{C}$ ) температуре, а наименьшие – при РНД в двухфазном ( $\alpha + \beta$ )-состоянии при  $400^\circ\text{C}$ . Возможно, это связано с торможением процессов динамической рекристаллизации выпадающими частицами  $\alpha$ -титана.



**Рис. 5.** Характер изменения предела прочности (*a*) и микротвердости (*б*) сплава НТ-50 в зависимости от деформации при разных температурах,  $^\circ\text{C}$ : ■ – 20, ● – 400, ▲ – 600

В процессе ИПД предел прочности на растяжение  $\sigma_b$  и микротвердость  $H_\mu$  сплава НТ-50 растут, особенно быстро – на начальных стадиях РНД (рис. 5). При 1–3-цикловых обработках коэффициент упрочнения наибольший, потом он постепенно снижается и кривые прочности приобретают параболическую форму, причем уровень насыщения наступает раньше и ниже по абсолютной величине в сплаве, обработанном при более высокой температуре. Наибольший (в 1.5–2 раза) прирост  $\sigma_b$  и  $H_\mu$  наблюдается в сплаве, обработанном при  $T = 20^\circ\text{C}$ . При этом пластичность материала, характеризуемая относительным удлинением  $\delta$ , достаточно быстро снижается – приблизительно с 15–20% до 1–3%. По данным электронной микроскопии, при температурах обработки 20 и  $600^\circ\text{C}$  сплав НТ-50 является практически однофазным.

При обработке в ( $\alpha + \beta$ )-области ( $T = 400^\circ\text{C}$ ) в Nb–Ti-сплаве проходит процесс диффузионного распада пересыщенного твердого раствора. Однако при малой длительности обработки (нагрев 1 h за 1 цикл) старение не приводит к заметному упрочнению сплава. Процессы отпуска превалируют при этом, и в результате механические характеристики сплава при теплой обработке становятся ниже, чем в случае деформации при комнатной температуре.

### Выводы

1. В сверхпроводящем литом сплаве НТ-50 в результате интенсивной пластической деформации методом РНД осадка–выдавливании при температурах 20, 400 и  $600^\circ\text{C}$  получена ультрадисперсная субзеренная структура.

2. По данным просвечивающей электронной микроскопии изучено распределение субзерен по размерам в зависимости от степени ИПД. Установлено, что в функции плотности распределения размеров при больших степенях деформации преобладает гауссовая составляющая. Наименьший ( $\approx 180$  nm) средний размер субзерен и наиболее однородное их распределение по размерам (коэффициент вариации  $k_v = 0.33$ ) достигнуты после 10 циклов РНД ( $\varepsilon = 16$ ) при  $400^\circ\text{C}$ , т.е. при ИПД в температурной области распада пересыщенного твердого раствора.

3. Показано, что с увеличением степени ИПД прочностные характеристики сплава растут до насыщения, причем уровень этого насыщения повышается и смещается в сторону меньших значений истинной деформации при снижении температуры обработки.

1. *О.В. Черный, Я.Д. Стародубов, О.И. Волчок, Г.Е. Сторожиллов*, Патент Украины № 42487А (2001).
2. *O.V. Chernyi, G.E. Storozhilov, G.F. Tikhinskij, V.F. Gogulya, V.L. Mette, Yu.A. Gulyajkin, G.A. Gaintsev, A.K.-S. Tsoraev, L.D. Bogdanova, Yu.A. Belozyorov*, *Cryogenics* **32**, 601 (1992).
3. *O.V. Chernyi, G.E. Storozhilov, N.F. Andrievskaya, V.O. Ilicheva, Ya.D. Starodubov, O.I. Volchok, L.A. Chirkina, M.B. Lazareva, V.S. Okovit*, *IEEE Trans. Appl. Superconductivity* **15**, 3502 (2005).
4. *O.V. Chernyi, N.F. Andrievskaya, V.O. Ilicheva, G.E. Storozhilov, P.J. Lee, A.A. Squitieri*, *Adv. Cryog. Eng.* **B48**, 883 (2002).
5. *P.J. Lee*, *Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering* (New York) **21**, 75 (1999).
6. *В.М. Ажажа, О.В. Черный, Г.Е. Сторожиллов, Н.Ф. Андриевская, Т.Ю. Рудичева*, *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»* **14**, № 6, 136 (2004).
7. *Г.Е. Сторожиллов, И.Н. Шаповал, О.В. Черный, Н.Ф. Андриевская*, *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»* **15**, № 1, 67 (2006).

*Н.Ф. Андриєвська, В.С. Оковит, Т.Ю. Рудичева, М.П. Старолат, Г.Е. Сторожиллов, М.А. Тихоновський, П.А. Хаймович, І.Н. Шаповал*

## ЕВОЛЮЦІЯ СТРУКТУРИ І ВЛАСТИВОСТЕЙ СПЛАВУ НТ-50 ПРИ ВЕЛИКИХ ПЛАСТИЧНИХ ДЕФОРМАЦІЯХ

Електронно-мікроскопічним методом досліджено еволюцію субзеренної структури сплаву НТ-50 в процесі інтенсивної пластичної деформації (ІПД) методом різноспрямованої деформації (РСД) осадка-витискування. Проведено статистичний аналіз змін параметрів структури залежно від режимів ІПД. Еволюція параметрів структури, яка відбувається в процесі деформації, зіставлена зі змінами механічних властивостей матеріалу (границі міцності і мікротвердості).

*N.F. Andrievskaya, V.S. Okovit, T.Yu. Rudycheva, M.P. Starolat, G.E. Storozhilov, M.A. Tikhonovsky, P.A. Khaimovich, I.N. Shapoval*

## EVOLUTION OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF ALLOY NT-50 DURING SEVERE PLASTIC DEFORMATION

Evolution of the superconducting NT-50 alloy subgrain structure during severe plastic deformation (SPD) by the scheme of differently directed deformation upsetting–extrusion has been investigated using electron microscope method. The statistical analysis of structure parameters changes as a function of SPD regimes has been performed. Evolution of the structure parameters during deformation process was compared to changes of the material mechanical properties (ultimate strength and microhardness).

**Fig. 1.** Nb–Ti alloy structure (*a*), histogram and optimum PDF of grains (*b*)

**Fig. 2.** The formation of plastic flow lines in Nb–Ti alloy after 1- (*a*) and 10- (*b*) upsetting–extrusion cycles at  $T = 400^\circ\text{C}$  ( $\times 100$ )

**Fig. 3.** Dependence of average effective subgrain diameter (*a*) and size variation factor (*b*) versus value of deformation for the temperatures,  $^\circ\text{C}$ : ■ – 20, ● – 400, ▲ – 600

**Fig. 4.** Evolution of sub-grains PDF at increasing number of deformation cycles and fraction of Gauss component versus size of sub-grains: *a* – 3 cycles of upsetting–extrusion,  $d_{av} = 233$  nm,  $k_v = 0.48$ ; *b* – 10 cycles,  $d_{av} = 177$  nm,  $k_v = 0.33$ ; □ – histogram, — – fitting line, ... – Gauss fraction

**Fig. 5.** The change of ultimate strength (*a*) and microhardness (*b*) of NT-50 alloy versus deformation at different temperatures,  $^\circ\text{C}$ : ■ – 20, ● – 400, ▲ – 600