

## Особенности низкотемпературной ползучести сплава Nb–Ti после больших пластических деформаций при 77 К

В.К. Аксенов, О.И. Волчок, Е.В. Карасева, Я.Д. Стародубов

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

Статья поступила в редакцию 10 июля 2003 г., после переработки 21 июля 2003 г.

Исследованы ползучесть при 77 К и соответствующие изменения электросопротивления сплава ниобий–титан, подвергнутого пластическим деформациям волочением при 77 К. Показано, что после больших пластических деформаций ( $\epsilon > 99\%$ ) наблюдаются аномалии низкотемпературной ползучести, которые не выявляются при испытаниях слабо- и среднедеформированных образцов. Скорость ползучести на переходной стадии значительно выше, чем это следует из классических представлений о механизмах низкотемпературной ползучести (логарифмический закон), и зависимость деформаций ползучести описывается степенным законом, что соответствует ползучести с возвратом. В процессе ползучести возникают осцилляции на кривых электросопротивления, особенно ярко проявляющиеся после волочения в жидком азоте. Обсуждаются возможные причины наблюдаемых явлений.

Досліджено повзучість при 77 К та відповідні зміни електроопору сплаву ніобій–титан, підданого пластичним деформаціям волочінням при 77 К. Показано, що після великих пластичних деформацій ( $\epsilon > 99\%$ ) спостерігаються аномалії низькотемпературної повзучості, які не виявляються при іспитах слабо- та середньодеформованих зразків. Швидкість повзучості на перехідній стадії значно вища, ніж це впливає з класичних уявлень про механізми низькотемпературної повзучості (логарифмічний закон), і залежність деформацій повзучості описується степеневим законом, що відповідає повзучості з поверненням. У процесі повзучості виникають осциляції на кривих електроопору, що особливо яскраво виявляються після волочіння в рідкому азоті. Обговорюються можливі причини явищ, що спостерігаються.

PACS: 62.20.Hg, 81.40.Lm

Закономерности формирования структуры в металлах и сплавах при больших пластических деформациях выходят за рамки описания с помощью подвижности индивидуальных дислокаций. Одним из проявлений коллективных эффектов динамики дислокаций в таких структурах является возникновение структурной неустойчивости, которая может обуславливать ряд макроскопических эффектов, например немонотонное изменение механических свойств в зависимости от степени деформации и др. [1,2]. В ниобий-титановых сплавах предельно искаженная структура в виде мелкодисперсных дислокационных фрагментов и частиц  $\alpha$ -фазы на основе титана ( $\alpha$ -Ti) большой объемной плотностью формируется при деформациях в криогенных (77 К) условиях в сочетании с термообработками [3]. Как показано в [4], та-

кое структурное состояние характеризуется высокими критическими токами и эволюционирует под действием растягивающих напряжений, близких к пределу прочности, реализуя процесс структурной неустойчивости в виде мартенситных фазовых превращений [5]. Последнее является одной из основных причин эффекта деградации критического тока под действием растягивающих нагрузок, проявляющегося в сверхпроводящих обмотках из ниобий-титановых сплавов при эксплуатации мощных магнитных систем. Поскольку схема механического нагружения при этом близка к условиям низкотемпературной ( $T < 0,2 T_m$ ) ползучести, а данные о низкотемпературной ползучести сплавов системы Nb–Ti в литературе отсутствуют, то целью настоящего исследования являлось изучение особенностей низкотемператур-

ной (77 К) ползучести и соответствующих изменений структурного состояния проводов из ниобий-титанового сплава.

### Образцы и методика

Материал исследования — ниобий-титановый сплав НТ-50 (48,5 вес % Ti), полученный электродуговой плавкой. Одножильные проволочные образцы изготавливали путем прессования биметаллических заготовок (сплав НТ-50 в медной оболочке) и последующего волочения до степени деформации  $\varepsilon = 99,4\%$  при 300 К. Затем на специальной установке [6] проводили финишную деформацию волочением до 99,93 % при 77 К (в среде жидкого азота). Часть таким образом полученных образцов отжигали при 675 К (10 часов) для реализации диффузионного распада твердого  $\beta$ -раствора и выпадения частиц  $\alpha$ -фазы.

Испытания на ползучесть проводили на установке, описанной в работе [7], в среде жидкого азота и при 300 К при напряжениях  $\sigma = 0,9\sigma_B$ , где  $\sigma_B$  — предел прочности сплава для соответствующей температуры. Перед измерениями медную оболочку проводов стравливали. Для крепления проволочных образцов в захватах электролитическим способом наращивали медные головки на концах образцов. Рабочая длина образцов составляла 50 мм. Измерения электросопротивления в процессе ползучести проводили на компенсационной схеме с использованием потенциометра Р-348.

### Результаты исследований и их обсуждение

На рис. 1 представлены зависимости ползучести на переходной стадии  $\Delta\varepsilon$  без учета мгновенной де-

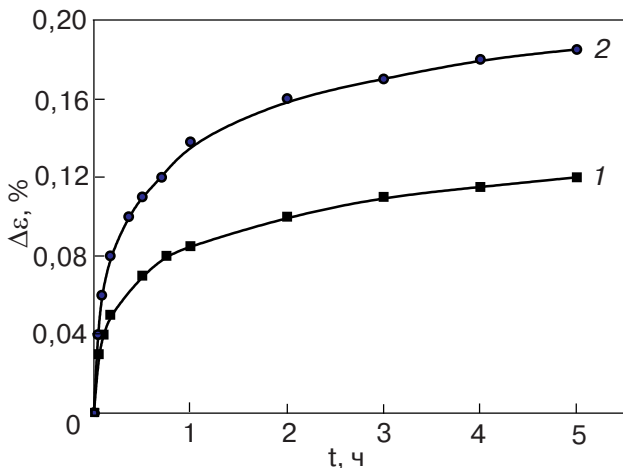


Рис. 1. Зависимость деформации ползучести  $\Delta\varepsilon$  при 77 К от времени  $t$  сплава НТ-50 при  $\sigma = 0,9\sigma_B$ : 1 — после волочения на 99,93% при 77 К; 2 — после волочения на 99,93% при 77 К и последующего отжига при 675 К.

формации от времени испытания  $t$  при 77 К образцов сплава НТ-50 после волочения при 77 К, а также после волочения при 77 К и отжига при 675 К. На рис. 2 эти данные перестроены в координатах  $\Delta\varepsilon - \ln t$  и  $\Delta\varepsilon - t^{1/3}$ . На рис. 1 видно, что деформация ползучести затухает со временем, причем для отожженного образца величина  $\Delta\varepsilon$  больше. Известно [8,9], что зависимость деформации ползучести от времени испытаний при  $T < 0,2 T_m$  на переходной стадии подчиняется логарифмическому закону  $\varepsilon \sim \alpha \ln t$ . Данные, приведенные на рис. 2, свидетельствуют о том, что для сплава НТ-50 логарифмическому закону соответствует только начальный участок переходной стадии, а затем  $\varepsilon \sim \beta t^{1/3}$ , что характерно для так называемой ползучести с возвратом. Таким образом, имеет место аномальный характер низкотемпературной ползучести образцов из сплава НТ-50 с предельно искаженной структурой после больших пластических деформаций.

На рис. 3 представлены зависимости изменения удельного электросопротивления  $\rho$  в процессе ползучести при 77 К образцов из сплава НТ-50 после различных видов воздействий. Видно, что при  $t < 0,3$  ч характер зависимости  $(\Delta\rho/\rho_0)(t)$  предопределен структурным состоянием сплава. Так, для образцов сплава, подвергнутых волочению в среде жидкого азота и имеющих, как показано в [3], сильно искаженную мелкодисперсную фрагментированную структуру, на кривых  $(\Delta\rho/\rho_0)(t)$  возникают немонотонности, а прирост  $\Delta\rho/\rho_0$  фиксируется сразу же после приложения нагрузки. В то же время для отожженных после деформации образцов с относительно равновесной структурой наблюдается только монотонное уменьшение  $\rho$  сразу же после приложения нагрузки. При  $t > 0,3$  ч общей тенденцией для всех образцов является монотонное уменьшение величины  $\Delta\rho/\rho_0$  после относительно небольших ( $\sim 0,3$  ч) выдержек материала под нагрузкой. Заметим, что при этом переход от логарифмической ползучести к ползучести с возвратом происходит раньше (при  $\ln t \approx 4,8$ ,  $t$  — в секундах).

Проанализируем полученные данные. Изменение закона затухания ползучести свидетельствует о появлении новых процессов, существенно влияющих на характер развития деформации при выдержке материала под нагрузкой. Согласно литературным данным [8,9], логарифмическая ползучесть хорошо описывается в рамках термически активированной подвижности индивидуальных дислокаций в плоскости скольжения. Нарушения этого закона ранее наблюдались при изменении механизма движения дислокаций, например, при переползании или поперечном скольжении, а также при протекании фазовых превращений под нагрузкой [8,9]. Отметим,

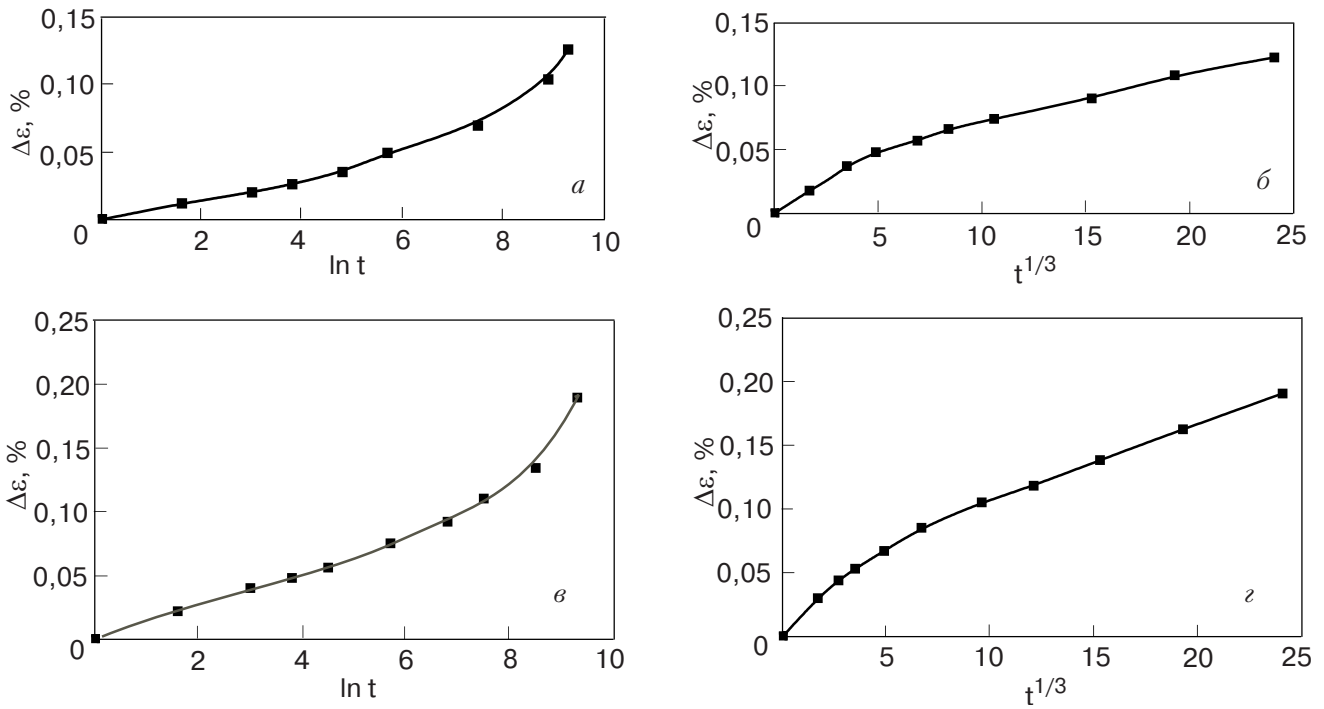


Рис. 2. Данные рис. 1, перестроенные в координатах  $\varepsilon - \ln t$  и  $\varepsilon - t^{1/3}$  ( $t$  – в секундах): после волочения на 99,93% при 77 К (а,б); после волочения на 99,93% при 77 К и последующего отжига при 675 К (в,г).

что в этих условиях невыполнение логарифмического закона фиксировалось сразу же после приложения нагрузки.

Обратимся к результатам измерения электросопротивления, в значительной мере отражающим характер структурных изменений материала в процессе ползучести. Как известно [8,9], в чистых металлах уменьшение скорости ползучести и электросопротивления на переходной стадии при напряжении ниже предела текучести связаны с механиз-

мами истощения дислокаций и уменьшением степени дефектности структуры. В настоящем же исследовании anomalous уменьшение электросопротивления наблюдается при  $\sigma > \sigma_{0,2}$ . Однозначно связать это уменьшение со снижением степени дефектности материала не представляется возможным, поскольку при низкотемпературной деформации сплава НТ-50 протекают мартенситные превращения. Возникающие при этом фазы, например  $\alpha''$ -мартенсит, имеют типичную металлическую проводимость с меньшим, чем у  $\beta$ -матрицы, остаточным удельным электросопротивлением [10], и развитие мартенситного превращения в процессе ползучести может быть одной из причин уменьшения  $\rho$  и изменения характера ползучести.

Проанализируем возможное влияние мартенситного превращения на электросопротивление в процессе ползучести образцов после волочения и отжига, когда структура сплава довольно равновесна, поскольку при возникновении в результате отжига в местах перенапряжений (границы фрагментов) диффузионной фазы  $\alpha$ -Ti реализуются процессы релаксации внутренних напряжений. В этом случае при нагружении развиваются процессы пластической деформации твердого  $\beta$ -раствора, происходит соответствующее увеличение степени дефектности структуры, а также стимулированное деформацией мартенситное превращение. Суперпозицию этих вкладов в электросопротивление при относительно

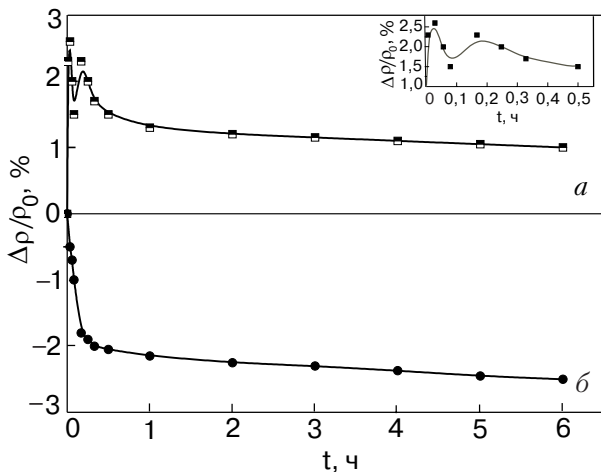


Рис. 3. Изменения прироста удельного электросопротивления  $\Delta\rho/\rho_0$  сплава НТ-50 в процессе ползучести при 77 К: волочение на 99,93% при 77 К (на вставке – начальный участок изменения  $\Delta\rho/\rho_0$  за 0,5 ч) (а); волочение на 99,93 % при 77 К и последующий отжиг при 675 К. (б).

невысоком уровне дефектности матрицы отражают кривые  $(\Delta\rho/\rho_0)(t)$  (рис. 3, б).

Более сложная ситуация возникает при ползучести неотожженных сильнодефектных образцов, поскольку в этих случаях наблюдаются осцилляции  $\Delta\rho/\rho_0$ , что отражает существенную структурную неустойчивость сплава по отношению к действующей нагрузке. Представляется, что основной причиной осцилляций является обратимость мартенситного превращения в условиях резко неоднородного по величине и знаку распределения внутренних напряжений в  $\beta$ -матрице, а также в более прочной анизотропной  $\alpha''$ -фазе. Возникновение мартенситной фазы происходит в местах высокой концентрации напряжений, вызванных мощными дислокационными скоплениями. При ее появлении реализуется тот вариант ориентационного соотношения решеток исходной и мартенситной фаз, который приводит к снятию напряжений, разблокировке скоплений и снижению уровня дефектности в этих участках. Развитие пластического течения в процессе ползучести приводит к возникновению новых концентраторов напряжений, повторной инициации фазовой неустойчивости, следствием чего и будут наблюдаемые осцилляции электросопротивления.

Рассмотрим возможные причины изменения закона затухания ползучести, в частности, влияние на этот эффект фазовой неустойчивости  $\beta$ -матрицы. Известно, что повышение температуры деформации до 300 К практически полностью подавляет мартенситное превращение. Естественно предположить, что при испытаниях на ползучесть при 300 К подавление этого превращения приведет к изменению закона затухания ползучести по сравнению с испыта-

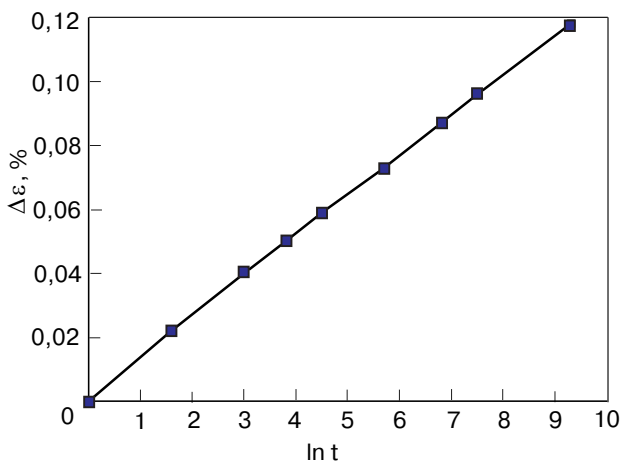


Рис. 4. Зависимость деформации ползучести  $\Delta\varepsilon$  при 300 К от  $\ln t$  ( $t$  — в секундах) сплава Nb-Ti после волочения на 99,93% при 77 К.

ниями при 77 К. На рис. 4 представлены результаты испытаний на ползучесть при 300 К сплава Nb-Ti, предварительно деформированного волочением при 77 К. Видно, что затухание ползучести в этих условиях описывается только логарифмическим законом, однако характер зависимости  $(\Delta\rho/\rho_0)(t)$  остается таким же, как и при испытаниях отожженного образца при 77 К — уменьшение электросопротивления с увеличением  $t$ . Более того, уменьшение величины  $\rho$  после ползучести при 300 К в 1,5 раза больше, чем при 77 К. Наблюдаемый характер хода электросопротивления можно было бы объяснить возникновением мартенситной фазы, но это предположение не объясняет тот факт, что закон затухания ползучести при этом не изменяется. Если же мартенситная фаза не возникает, то должен быть другой механизм, ответственный за уменьшение электросопротивления в процессе выдержки материала под нагрузкой. Проведенный анализ полученных результатов позволяет сделать заключение о наличии еще одного процесса, который может приводить к изменению характера ползучести и структурного состояния сильно искаженных систем. Этим процессом может быть возникновение и развитие коллективных эффектов в дислокационном ансамбле, являющихся в этом случае преобладающей модой пластической деформации. Для проверки этого предположения нами исследована ползучесть при 77 К чистого ниобия, деформированного волочением на 90% при 300 и 77 К. Оказалось, что при  $\sigma = 0,9\sigma_B$  ( $\sigma > \sigma_{0,2}$ ) на переходной стадии также наблюдается переход от логарифмической зависимости деформации ползучести к степенной ( $\varepsilon \sim t^{1/3}$ )\*. Этот результат также дает основание предполагать, что в случае высокодефектных структур возможны такие проявления структурной неустойчивости, как процессы коллективного движения дислокаций. Развитие этих процессов сопровождается снижением средней плотности дислокаций.

Таким образом, наблюдаемые особенности низкотемпературной ползучести и изменений электросопротивления в сильно искаженных структурах сплава Nb-Ti, формирующихся в результате больших пластических деформаций при 300 и 77 К, обусловлены совместным действием процессов движения индивидуальных дислокаций, мартенситными превращениями и развитием коллективных мод пластичности в  $\beta$ -матрице, причем вклад того или иного процесса в наблюдаемые эффекты в конкретных условиях различен. Так, на начальных этапах ползучести механизмы деформации, связанные со структурной неустойчивостью (как фазовой, так и

\* Этот результат будет подробно рассмотрен в следующей публикации

коллективным движением дислокаций), вносят относительно малый вклад в деформацию, ибо в противном случае ползучесть с возвратом наблюдалась бы сразу после приложения нагрузки. Выполнение логарифмического закона означает, что на начальных этапах основной вклад в деформацию осуществляется за счет движения индивидуальных дислокаций, не связанных в упорядоченные ансамбли. В случаях относительно равновесных структурных состояний дислокации возникают в процессе приложения нагрузки, а в сильно искаженные системы они уже внесены предварительной деформацией волочением и находятся внутри фрагментов. Однако эта мода пластичности быстро исчерпывается, и при больших временах выдержки под нагрузкой ведущими становятся процессы, обусловленные структурной неустойчивостью, что приводит к реализации ползучести с возвратом и, как следствие, к изменению закона ползучести.

1. Е.Э. Засимчук, *Коллективные деформационные процессы и локализация деформации*, Наукова думка, Киев (1989).
2. В.К. Аксенов, О.И. Волчок, А.В. Мац, Я.Д. Стародубов, *ФНТ* **21**, 1246 (1995).
3. В.К. Аксенов, О.И. Волчок, В.М. Горбатенко, В.А. Емлянинов, М.Б. Лазарева, А.В. Мац, В.С. Оковит, Я.Д. Стародубов, О.В. Черный, Л.А. Чиркина, *ФНТ* **20**, 595 (1994).
4. О.В. Черный, Я.Д. Стародубов, О.И. Волчок, Г.Е. Сторожилов, *Способ изготовления ниобий-титанового сверхпроводника*, Патент Украины № 42487, Бюл. № 9 (2001).
5. О.И. Волчок, М.Б. Лазарева, В.С. Оковит, Я.Д. Стародубов, О.В. Черный, Л.А. Чиркина, *ФНТ* **27**, 482 (2001).
6. О.И. Волчок, И.М. Неклюдов, Я.Д. Стародубов, Б.П. Черный, *Металловедение и термическая обработка металлов* № 12, 8 (1993).

7. И.А. Гиндин, В.П. Лебедев, Я.Д. Стародубов, *Машины и приборы для испытания материалов*, Металлургия, Москва (1971), с. 18.
8. И.А. Гиндин, Я.Д. Стародубов, *Физические процессы пластической деформации при низких температурах*, Наукова думка, Киев (1974), с. 322.
9. Н.К. Нечволод, *Ползучесть кристаллических тел при низких температурах*, Вища школа, Киев (1980).
10. В.А. Лотоцкая, *Низкотемпературные механические свойства и структурное состояние сплавов Nb-Ti и композитов на их основе*, Автореф. канд. дисс., Харьков (1990).

### The anomaly of low-temperature creep in the niobium-titanium alloy after drawing at 77 K

V.K. Aksenov, O.I. Volchok, E.V. Karaseva, and Ya.D. Starodubov

Creep and electrical resistance of the niobium-titanium alloy subjected to plastic deformation by drawing are studied at 77 K. It is shown that following high plastic strain ( $\varepsilon > 99.9\%$ ), the alloy displays anomalies in the low-temperature creep not observed in lowly and moderately strained samples. The creep rate in the transient stage is higher than that established in the classical concept of low-temperature creep mechanisms (the logarithmic law). The dependence of creep strain is described by the power law, what corresponds to the recovery creep. During the creep there appear oscillations in the ER curves which are most pronounced after drawing in liquid nitrogen. Some possible causes of the effects observed are discussed.