

PACS numbers: 06.60.Vz, 62.20.Qr, 62.40.+i, 62.50.-p, 81.20.Hy, 81.40.Ef, 81.40.Lm

Структура и физико-механические свойства сплава Nb–Ti после разных видов механико-термических воздействий

Л. А. Чиркина, М. Б. Лазарева, В. И. Соколенко, В. С. Оковит,
В. В. Калиновский

**ННЦ «Харьковский физико-технический институт»,
Институт физики твёрдого тела, материаловедения и технологий,
ул. Академическая, 1,
61108 Харьков, Украина*

В работе представлены экспериментальные результаты влияния пяти режимов механико-термических обработок (МТО), включающих разные виды деформации (экструзию, волочение, осадку, выдавливание, деформацию в условиях квазивсестороннего сжатия и их сочетание) на физико-механические и структурные характеристики сплава НТ-50. Измерены зависимости модуля сдвига в области 20–400°C, прочностные характеристики при 20°C, температурные зависимости внутреннего трения и относительного удельного электросопротивления в области 20–450°C после всех режимов МТО. Показано, что модуль сдвига и прочностные характеристики сплава НТ-50 имеют качественно разные зависимости от степени деформации, а, следовательно, от концентрации деформационных дефектов и количества α -Ti-фазы, выпавшей из β -твёрдого раствора. По результатам измерений температурных зависимостей внутреннего трения и относительного удельного электросопротивления определены уровни внутренних напряжений в сплаве НТ-50 после разных режимов МТО. Выявлено, что в процессе разнонаправленной деформации (РНД) при 20 и 400°C происходят релаксационные процессы, приводящие к снижению уровней внутренних напряжений в сплаве. Обсуждаются механизмы влияния разных режимов МТО на физико-механические свойства сплава НТ-50.

У роботі представлено експериментальні результати впливу п'ятьох режимів механіко-термічних оброблень (МТО), що включають різні види деформації (екструзію, волочіння, осад, видавлювання, деформацію в умовах всебічного стиснення та їх поєднання) на фізико-механічні та структурні характеристики стопу НТ-50. Виміряно залежності модуля зсуву в області 20–400°C і міцності при 20°C після всіх режимів МТО. Показано, що модуль зсуву і характеристики міцності стопу НТ-50

мають якісно різні залежності від ступеня деформації, а значить від концентрації деформаційних дефектів та кількості α -Ti-фази, що випала з β -твердого розчину. За результатами вимірювань температурних залежностей внутрішнього тертя та відносного питомого електроопору визначено рівні внутрішньої напруги в стопі NT-50 після різних режимів МТО. Виявлено, що в процесі різноспрямованих деформацій (РСД) при 20 і 400°C відбуваються релаксаційні процеси, що приводять до зниження рівнів внутрішніх напружень у стопі. Обговорюються механізми впливу різних режимів МТО на фізико-механічні властивості стопу NT-50.

The article presents experimental results on influence of five regimes of mechanical-thermal treatments (MTT), including different types of deformation (extrusion, drawing, draft, extrusion, deformation under quasi-comprehensive compression, and their combination), on physical and mechanical characteristics as well as structural ones of NT-50 alloy. The dependences of the shear modulus at 20–400°C, strength characteristics at 20°C, temperature dependences of internal friction, and relative resistivity within the 20–450°C range after all MTT regimes are measured. As shown, shear modulus and strength characteristics of NT-50 alloy have qualitatively different dependences on deformation degree, and hence, on concentration of strain defects and quantity of α -Ti phase precipitated from β -solid solution. According to the results of measurements of temperature dependences of internal friction and relative resistivity, the levels of internal stresses in NT-50 alloy after different MTT regimes are determined. As revealed, during the process of deformations along different directions (DDD) at 20 and 400°C, relaxation processes resulting to reduction in the internal stress levels in the alloy are occurring. The mechanisms of influence of different MTT regimes on physical and mechanical properties of NT-50 alloy are discussed.

Ключевые слова: пластическая деформация, физико-механические свойства, модуль сдвига, внутреннее трение, удельное электрическое сопротивление, структура, релаксационные процессы.

Ключові слова: пластична деформація, фізико-механічні властивості, модуль зсуву, внутрішнє тертя, питомий електричний опір, структура, релаксаційні процеси.

Keywords: plastic deformation, physical and mechanical properties, shear modulus, internal friction, resistivity, structure, relaxation processes.

(Получено 21 октября 2016 г.; после доработки — 15 ноября 2016 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Существующие подходы к получению объёмных наноструктурированных материалов с повышенными физико-механическими

свойствами основаны на увеличении концентрации деформационных дефектов и измельчении субзёрен поликристаллов путём приложения интенсивных пластических деформаций (ИПД) [1]. Согласно существующим представлениям [1], при ИПД образуется фрагментированная структура, содержащая большеугловые границы, на стыках которых формируются мезодефекты. Релаксация напряжений на них приводит к формированию и эволюции новых границ раздела с разориентацией, достигающей десятков градусов.

Однако в ряде случаев при создании наноструктур методами ИПД материал разрушается, не достигая фрагментированной субмикроструктуры. В работе [2] показано, что для возможности проведения ИПД без разрушения целесообразно использовать последовательное сочетание обработок давлением, создающих в материале различные эпюры напряжений. При этом условиями оптимизации для достижения определённых физико-механических свойств могут быть последовательность разных видов воздействия, степень и температурные условия деформации на разных этапах ИПД.

В связи с этим в данной работе проводились исследования физико-механических свойств сплава ниобий–титан после ИПД, включающей последовательное сочетание разных видов термомеханических обработок, которые являются этапами технологического процесса получения сверхпроводящих наноструктурированных проводов на основе Nb–Ti.

Выбор объекта исследования обусловлен тем, что сплав Nb–Ti обладает высокой деформационной способностью и является материалом, широко применяемым в технической сверхпроводимости, а также в аэрокосмической технике.

2. МАТЕРИАЛЫ, ВИДЫ ДЕФОРМАЦИИ, МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

Материалом исследования был сплав НТ-50 (Nb–48,5 вес.% Ti), полученный методом дуговой гарнисажной плавки. Исходными компонентами сплава были титан губчатый марки ТГ-105 и ниобий электронно-лучевой плавки НЭ-2. Содержания основных примесей (С, N, O и Fe) не превышали следующие значения: $c_C < 0,04$ вес.%, $c_N < 0,03$ вес.%, $c_O < 0,05$ вес.% и $c_{Fe} < 0,06$ вес.%.

Сплав НТ-50 после литья подвергался интенсивной пластической деформации путём последовательного сочетания различных видов механико-термических обработок (МТО): разнонаправленной деформации (РНД) под большим давлением в закрытом контейнере при 20 и 400°C, экструзии при 400°C и волочения при 20°C. Выбор температуры деформации определялся возможно-

стью создания различной степени диффузионного распада β -твёрдого раствора в процессе деформации разными способами при 400°C и отсутствия распада при 20°C. Использованные разные виды деформации (РНД, экструзия и волочение), отличались эпюрами напряжений, степенью и температурой деформации, что позволило создать субструктуры с различным уровнем дисперсности, типом дислокационной подсистемы и степенью распада β -твёрдого раствора.

Спецификой РНД является осуществление деформации с высоким давлением ($P = 14$ кбар) при осадке материала в закрытом контейнере [3–7]. В таких условиях деформирования в материале создаются эпюры напряжений, обусловленные квазивсесторонним сжатием [8–11], которые могут существенно влиять на энергетические и кристаллогеометрические параметры дислокаций, ускорять диффузию и процессы массопереноса, что активизирует характер и условия протекания процессов динамического возврата и механической полигонизации в деформируемых материалах.

В отличие от РНД при волочении и экструзии отсутствуют напряжения, возникающие в условиях высоких давлений в закрытом объёме. При этих видах нагружения пластическая деформация металлов и сплавов развивается по классическим законам [12, 13].

Обработка методом РНД заключалась в том, что заготовки сплава НТ-50 диаметром 20 мм и длиной 50 мм, вырезанные из исходного слитка, подвергались многократному повторению цикла, состоящего из осадки заготовки с усилием ≈ 14 кбар в замкнутом контейнере диаметром 30 мм и выдавливания материала из этого контейнера через фильеру диаметром 20 мм.

При деформации путём РНД в закрытом объёме можно выделить три вида деформации. Сначала в верхней части контейнера происходит осадка материала путём однонаправленного сжатия до полного контакта со стенками контейнера, пуансона и перегородкой, закрывающей фильеру в нижнюю часть контейнера. С этого момента начинается деформация в закрытом объёме типа квазивсестороннего сжатия под большим (14 кбар) давлением. Степень изменения физико-механических свойств после такой обработки зависит от уровня давления и времени пребывания материала в состоянии квазивсестороннего сжатия. Третий вид деформации происходит после открытия фильеры, через которую материал выдавливается в нижнюю часть контейнера. Величина истинной деформации за 1 цикл составляла 1,6. В данной работе число циклов РНД равнялось 10.

В таблице 1 приведены виды, параметры использованных режимов МТО, размеры субструктуры и количество α -Ti фазы, выделившейся из β -твёрдого раствора Nb-Ti сплава после всех ре-

ТАБЛИЦА 1. Характеристики режимов МТО и размеры субструктуры Nb–Ti-сплава.¹

Номер режима МТО	Вид МТО	Параметры МТО			Средний размер субзерен, нм	Количество выделившейся α -Ti фазы, определённой	
		Температура, °С	Степень истинной деформации, ϵ			по изменению G , вес. %	по данным эл. микр., вес. %
			поэтапная	суммарная			
1	отжиг 3 ч.	800	–	–	$20 \cdot 10^3$	0	0
2	экструзия + волочение	400 20	2,2 4,0	6,2	225	0	0
3	РНД 10 циклов	400	1,6	16	180	3,6	3,8
4	РНД 10 циклов + экструзия + волочение	400 400 20	1,6 2,2 4,0	22,2	90	4,4	4,5
5	РНД 10 циклов + экструзия + волочение	20 400 20	1,6 2,2 4,0	22,2	100	0,7	1,0

жимов.

После каждого режима МТО определяли механические свойства на растяжение (σ и ϵ) при 20°C, модуль сдвига (G) в области 20–400°C, декремент затухания крутильных колебаний (δ) в области 20–400°C и относительное удельное электросопротивление (ρ_{77}/ρ_{300}) в области 20–450°C. Механические испытания на растяжение проводили на микроразрывной установке [14] со скоростью 10^{-3} с^{-1} .

Температурные зависимости модуля сдвига и логарифмического декремента затухания крутильных колебаний определяли при измерении внутреннего трения на образцах диаметром 0,8 мм и

длиной 30 мм. Измерения проводились на установке типа обратного крутильного маятника [15] на частоте 0,2 Гц в области независимого от амплитуды внутреннего трения ($\gamma = 2,0 \cdot 10^{-5}$) в вакууме 10^{-5} торр.

Логарифмический декремент затухания колебаний определялся по формуле:

$$\delta = \frac{1}{N} \ln \frac{A_0}{A_N},$$

где A_0 и A_N — начальная и конечная амплитуды измерения, N — число колебаний, за которое амплитуда уменьшилась от A_0 до A_N . Внутреннее трение Q^{-1} и логарифмический декремент затухания крутильных колебаний δ связаны соотношением $\delta = \pi Q^{-1}$ [16].

Модуль сдвига G после проведённых режимов МТО рассчитывался по формуле [16]:

$$G = \frac{128\pi L J f^2}{d^4},$$

где L и d — соответственно длина и диаметр образца, J — момент инерции коромысла установки для измерения внутреннего трения, а f — частота колебаний образца.

Частоту свободных крутильных колебаний определяли на базе 100–120 колебаний образца с помощью частотомера.

Для определения температурных зависимостей относительного удельного электросопротивления после всех режимов МТО применялась 4-точечная потенциометрическая схема. Измерения электросопротивления проводились при 20 и 196°C после изохронных отжига образцов сплава НТ-50 в области 20–450°C. Энергия активации процессов, происходящих при отжигах, рассчитывалась по формуле

$$E = -k \frac{T_1 T_2}{T_2 - T_1} \ln \frac{(dp/dt)_{T_1}}{(dp/dt)_{T_2}},$$

где k — постоянная Больцмана, а $p = R/R_T$ [17].

Структура сплава НТ-50 после всех видов МТО оценивалась путём проведения металлографических и электронно-микроскопических исследований. На микроскопе ММП-4 изучалась металлография после всех режимов МТО. Электронно-микроскопические исследования образцов проводили на электронном микроскопе TESLA-BS 613.

Параметры субструктуры вычисляли путём статистической обработки металлографических и электронно-микроскопических снимков [18].

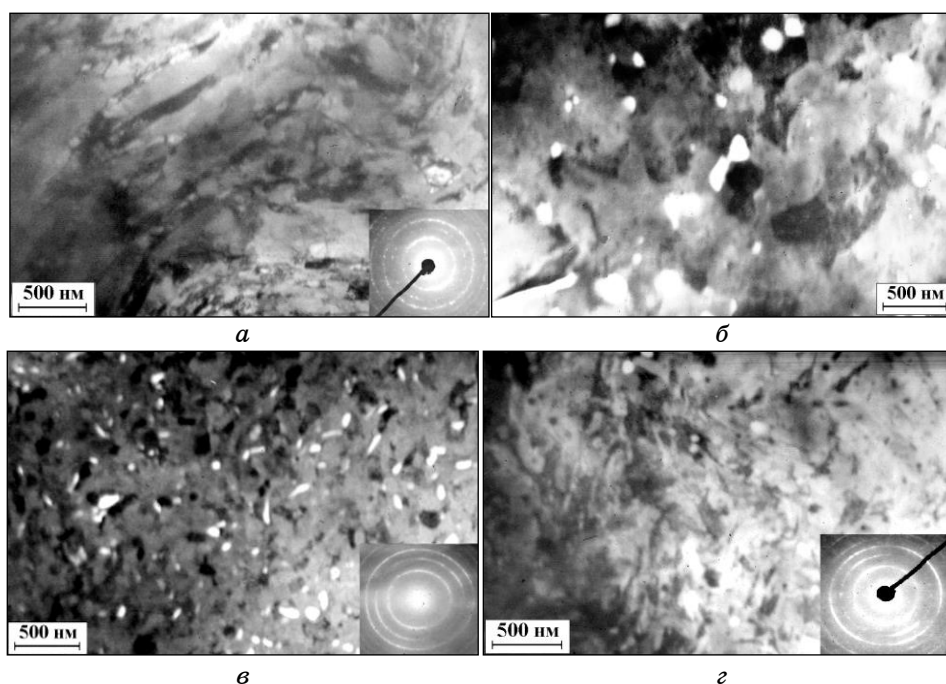


Рис. 1. Электронно-микроскопическая субструктура сплава Nb-50 после различных режимов МТО, где *a*, *б*, *в* и *г* — режимы №№ 2, 3, 4 и 5 в табл. 1 [19].²

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

3.1. Электронно-микроскопическая субструктура

Исходное состояние сплава Nb-50 (режим № 1) — поликристаллическое, со средним размером зёрен ≈ 20 мкм (см. табл. 1). На рисунке 1 представлена электронно-микроскопическая субструктура образцов, прошедших МТО по различным режимам [19].

В процессе экструзии и волочения (2-й режим МТО) создаётся неоднородная субструктура (от 100 до 600 нм) (рис. 1, *a*; табл. 1). Частицы α -Ti-фазы после этого режима МТО не наблюдаются, то есть сплав остаётся однофазным (табл. 1).

В образцах после 10 циклов РНД при 400°C (3-й режим) наблюдается двухфазное (β -твёрдый раствор и частицы α -Ti-фазы) субмикроструктурное состояние со средним размером субзёрен ≈ 180 нм (рис. 1, *б*; табл. 1). Количество выделившейся α -Ti-фазы по данным электронной микроскопии составляет 3,8 вес.% (табл. 1).

В процессе 4-го режима МТО создаётся двухфазное (α -Ti-фаза и

β -твёрдый раствор) нанокристаллическое состояние с субзёрнами размером ≈ 90 нм и выделениями α -Ti-фазы размером ≈ 60 нм (рис. 1, *в*; табл. 1). Частицы α -Ti-фазы выделяются по границам зёрен, их весовая доля составляет $\approx 4,5$ вес.%, а плотность — $\approx 1,6 \cdot 10^9$ см $^{-2}$ (табл. 1).

В результате 5-го режима МТО получена высокооднородная, нанокристаллическая структура с размером субзёрен ≈ 100 нм (рис. 1, *г*; табл. 1) и незначительным количеством α -Ti фазы ($\approx 1,0$ вес.%), возникшей в процессе экструзии сплава Nb-Ti в течение 30 мин при 400°C, находящегося в неравновесном состоянии, созданном предварительной многоцикловой обработкой путём РНД при 20°C (табл. 1).

Из приведённых выше электронно-микроскопических данных следует, что наименьший размер субзёрен и выделение максимального количества α -Ti-фазы реализуются при 4-м режиме МТО, когда РНД и последующая экструзия осуществляются при 400°C (табл. 1).

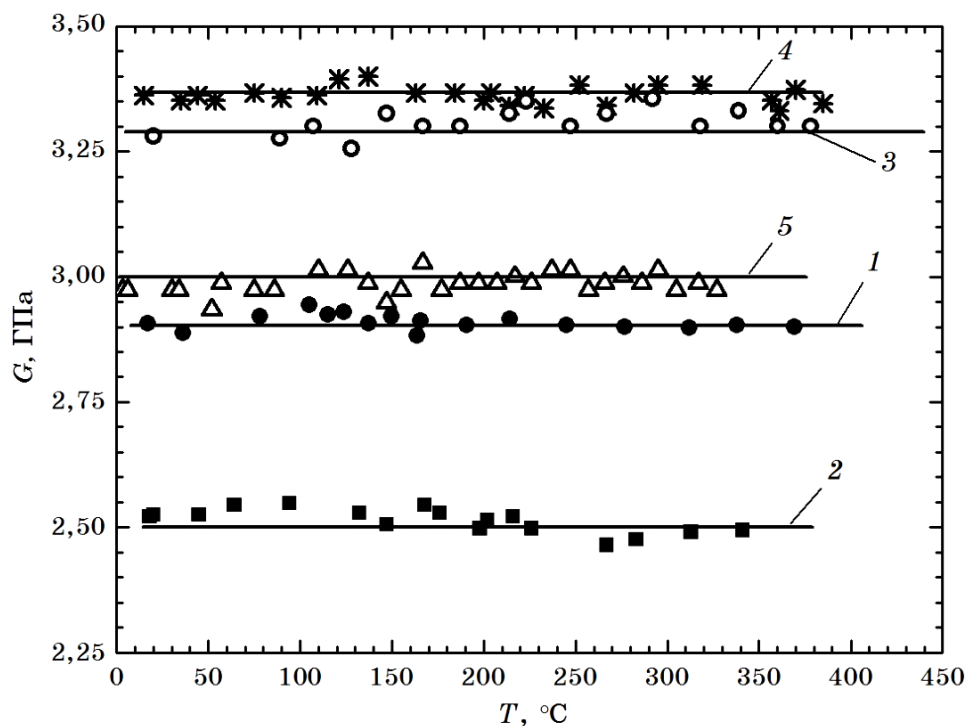


Рис. 2. Температурные зависимости модуля сдвига сплава Nb-50 Ti в исходном состоянии (режим № 1, кривая 1) и деформированного по режимам №№ 2–5 (кривые 2–5).³

ТАБЛИЦА 2. Модуль сдвига и содержание Ti в β -фазе после различных режимов МТО.⁴

Номер режима МТО	G , ГПа	ΔG , %	Количество Ti в β -фазе, вес. %
1	2,90		48,5
2	2,50	-13,8	48,5
3	3,28	13,1	44,9
4	3,37	16,2	44,1
5	2,97	2,4	47,8

3.2. Температурные зависимости модуля сдвига

На рисунке 2 приведены температурные зависимости модуля сдвига $G(T)$ для сплава НТ-50 в исходном состоянии (режим № 1, кривая 1) и после деформации по режимам 2–5 (кривые 2–5), отличающиеся видами, величиной и температурой деформации (табл. 1), что приводит к различной дефектности кристаллической решётки и степени распада β -твёрдого раствора сплава ниобий–титан.

Обращают на себя внимание разные величины модуля сдвига после всех режимов МТО. Видно (рис. 2), что после обработки сплава по режимам №№ 3–5 (кривые 3–5) величина модуля сдвига больше, а после МТО по режиму № 2 (кривая 2) — меньше, чем для исходного состояния сплава (кривая 1).

Известно [20, 21], что деформационные дефекты в металлах и сплавах вызывают снижение модуля сдвига по сравнению с исходным состоянием, что наблюдается в данной работе после деформации сплава путём экструзии и волочения по режиму № 2 (рис. 2; кривые 1 и 2; табл. 2).

Повышение модуля сдвига для НТ-50 после 3-го, 4-го и 5-го режимов МТО по сравнению с исходным состоянием (рис. 2; кривые 1, 3, 4, 5; табл. 2) является следствием зависимости величины модуля сдвига в сплавах ниобий–титан от соотношения количества титана и ниобия в β -твёрдом растворе [22, 23]. Согласно [22], для Nb–Ti-сплавов в области концентраций β -твёрдого раствора 40–60 вес. % Nb существует прямая линейная зависимость величины модуля сдвига от содержания Nb в β -твёрдом растворе (рис. 3).

Наблюдаемый рост модуля сдвига на 16,2 вес.%, 13,1 вес.% и 2,4 вес.% после 4-го, 3-го и 5-го режимов МТО по сравнению с исходным состоянием, с учётом данных рис. 2 и 3, обусловлен увеличением процентного содержания Nb в β -твёрдом растворе

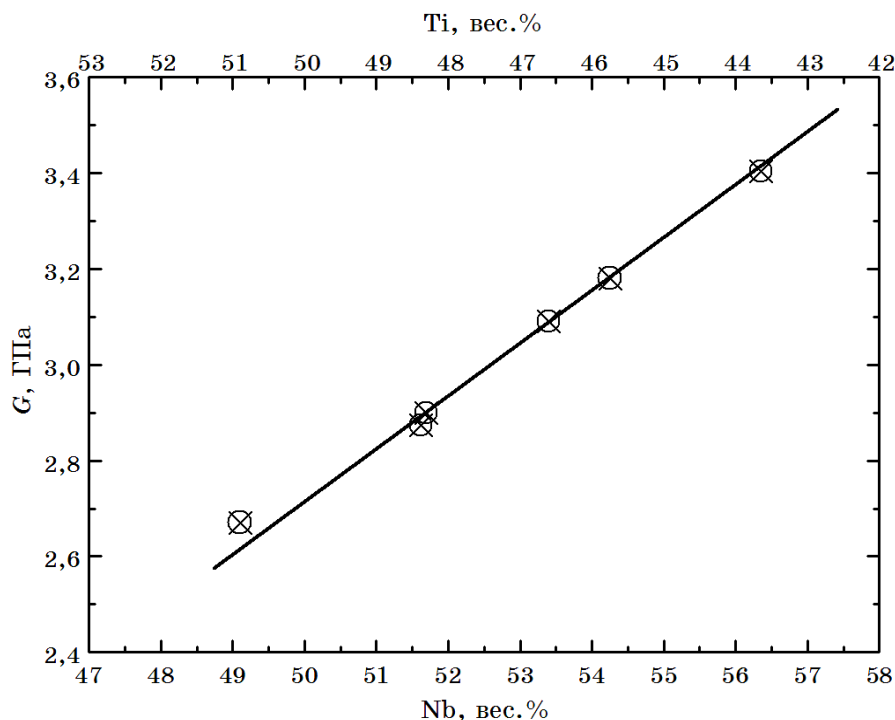


Рис. 3. Зависимость модуля сдвига от содержаний Nb и Ti в сплавах Nb-Ti [22].⁵

из-за выпадения 4,4 вес.%, 3,6 вес.% и 0,7 вес.% α -Ti фазы, соответственно для этих режимов, в процессе РНД и экструзии при 400°C (табл. 2) [22]. Полученные по измерениям модуля сдвига количественные данные о выпадении α -Ti-фазы после различных режимов МТО хорошо коррелируют с величинами объемного содержания α -Ti-фазы, выпавшей из β -твёрдого раствора, определёнными по данным электронно-микроскопических исследований (табл. 1).

Таким образом, исходя из приведённых экспериментальных данных, следует, что после разных режимов МТО количественное соотношение Nb и Ti в β -твёрдом растворе изменяется по-разному по сравнению с исходным состоянием, а, следовательно, содержание этих металлов в β -твёрдом растворе не соответствует штатному химическому составу β -твёрдого раствора в сплаве Nb-48,5 вес.% Ti.

Уменьшение содержания титана в β -твёрдом растворе может быть одной из причин снижения степени метастабильности сплава НТ-50 с точки зрения активности дальнейшего распада β -твёрдого раствора [24]. Поэтому возникает целесообразность про-

ведения повторных интенсивных пластических деформаций сплава Nb–Ti с целью увеличения внутренних напряжений в сплаве для стимуляции дальнейшего выпадения α -Ti фазы в процессе последующего отжига при температуре интенсивного распада β -твёрдого раствора, приводящего к повышению сверхпроводящих характеристик Nb–Ti-сплава, что подтверждается результатами работ [3, 24–26].

Как следует из приведённых результатов экспериментальных исследований, наиболее интенсивное развитие процессов выпадения α -Ti-фазы из β -твёрдого раствора и измельчение субструктуры сплава ниобий–титан наблюдается в процессе деформации в закрытом контейнере под давлением ≈ 14 кбар при температуре активного распада β -твёрдого раствора, что соответствует режимам №№ 3 и 4 (табл. 1).

В случае режима № 2 в процессе экструзии при 400°C распад β -твёрдого раствора не реализуется (табл. 1), так как распад β -твёрдого раствора Nb–Ti происходит при наличии определённого уровня внутренних напряжений, создаваемых предварительной деформацией, и последующего отжига при 390 – 400°C , которых при 2-ом режиме МТО не было [3, 24–26]. Снижение модуля сдвига на 13,8 вес.% после обработки экструзией и волочением (режим № 2) по сравнению с величиной G для исходного состояния (рис. 2; кривые 2 и 1; табл. 2; режимы №№ 2 и 1), также свидетельствует о том, что доминирующим процессом при такой обработке является увеличение концентрации деформационных дефектов, а не распад β -твёрдого раствора [22–27].

3.3. Механические свойства

Распад β -твёрдого раствора и разный уровень дефектности кристаллической решётки после проведённых режимов МТО приводят не только к существенной разнице в величинах модуля сдвига, но и вызывают значительные изменения прочности и пластичности по сравнению с исходным состоянием сплава (рис. 4).

Из рисунка 4 видно, что в исходном состоянии (режим № 1) сплав НТ-50 имеет сравнительно низкие уровни прочности (кривые 1 и 2), пластичности (кривая 3) и полное отсутствие распада β -твёрдого раствора (кривая 4).

При 2-м режиме МТО распад β -твёрдого раствора в процессе экструзии при 400°C до $e = 2,2$ также не реализовался (рис. 4, кривая 4, режим № 2) из-за отсутствия достаточного уровня внутренних напряжений, обычно создаваемых предварительной пластической деформацией. После 2-го режима МТО наблюдается повышение прочности σ_B на 84%, предела текучести $\sigma_{0,2}$ на 40% и уменьшение пластичности на 18% по сравнению с исходным

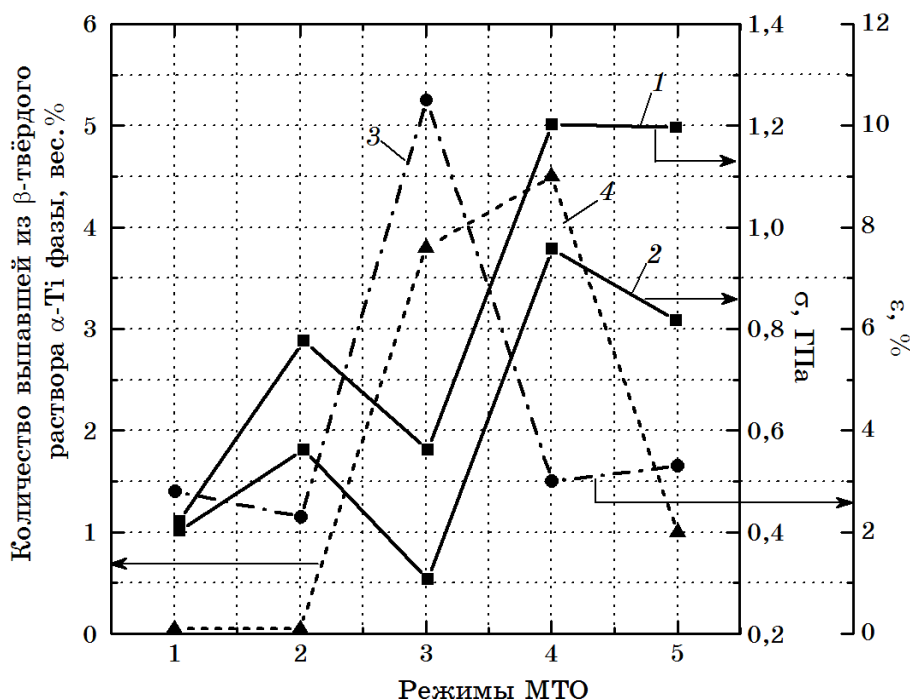


Рис. 4. Изменения прочности (σ_B , кривая 1; $\sigma_{0,2}$, кривая 2), пластичности (ϵ , кривая 3) и количества α -Ti фазы (кривая 4) после разных режимов МТО сплава НТ-50.⁶

состоянием сплава (рис. 4; кривые 1, 2, 3; режимы №№ 2 и 1).

В случае 3-го режима МТО в процессе деформации только путём РНД при 400°C до $e = 16$ происходит активный распад β -твёрдого раствора (3,8 вес.% α -Ti) сплава НТ-50, рост предела прочности на 33% и снижение предела текучести на 24% по сравнению с исходным состоянием. Пластичность при этом режиме достигла максимума (10,5%) по сравнению с 2,8% для исходного состояния (рис. 4; кривые 1, 2, 3; режим 3).

Такое необычное изменение предела текучести (снижение $\sigma_{0,2}$) после 3-го режима МТО может быть следствием очистки матрицы сплава от точечных дефектов разного типа (вакансий, дивакансий, внедрённых и междоузельных атомов) в процессе квазигидроэкструзии при 400°C под большим давлением.

После 4-го режима МТО наблюдаются максимальные характеристики прочности: σ_B увеличился на 186%, $\sigma_{0,2}$ — на 140% по сравнению с исходным состоянием (рис. 4; кривые 1 и 2; режимы №№ 4 и 1). Пластичность сплава после 4-го режима МТО (3,0%) почти соответствует уровню пластичности сплава в исходном состоянии (2,8%) (рис. 4, кривая 3). При 4-м режиме МТО проис-

ходит максимальный распад β -твёрдого раствора (4,5 вес.% σ -Ti) (рис. 4, кривая 4). Высокий уровень прочности и низкий уровень пластичности сплава после 4-го режима МТО может быть следствием проведения на финишном этапе МТО волочения при 20°C до $e = 4,0$, в результате которого резко увеличивается концентрация деформационных дефектов [28]. Максимальное количество выделившейся α -Ti фазы в процессе этого режима МТО является результатом распада β -твёрдого раствора как в процессе РНД при 400°C до $e = 16$, так и при последующей экструзии при 400°C до $e = 2,2$. Реализация распада β -твёрдого раствора в процессе экструзии при 4-м режиме МТО, в отличие от отсутствия распада при 2-м режиме МТО, обусловлена созданием неравновесных полей внутренних напряжений, вызванных предшествующей деформацией путём РНД (табл. 1 и 2).

После 5-го режима МТО, который отличается от 4-го режима только температурой РНД (табл. 1), предел прочности σ_B не отличается от σ_B после 4-го режима, а $\sigma_{0,2}$ на 15% меньше, чем $\sigma_{0,2}$ после 4-го режима (рис. 4, кривые 1 и 2). Количество выпавшей α -Ti фазы после 5-го режима МТО незначительно ($\approx 1,0$ вес.%), так как распад β -твёрдого раствора при этом режиме МТО реализовался только в процессе экструзии при 400°C до $e = 2,2$, поскольку РНД и волочение осуществлялись при температуре (20°C), когда фазовое превращение в сплаве НТ-50 термодинамически невозможно [24].

Из рисунка 4 видно, что прочность сплава НТ-50 резко увеличивается после 2-го, 4-го и 5-го режимов МТО, при которых последним видом деформации было волочение при 20°C до $e = 4,0$ (режимы №№ 2, 4, 5), вызывающее существенное повышение концентрации деформационных дефектов [28]. В том случае, когда МТО осуществлялось только путём РНД при 400°C до $e = 16$, то есть в условиях квазивсестороннего сжатия, прочность сплава минимальна (рис. 4; кривые 1 и 2; режим № 3).

Важно отметить, что после разных режимов МТО изменяется не только концентрация деформационных дефектов, но и количество частиц α -Ti фазы, выделившихся из β -твёрдого раствора сплава НТ-50 (табл. 2). Сопоставим характер изменения прочности и модуля сдвига сплава НТ-50 после разных режимов МТО, отличающихся концентрацией деформационных дефектов и количеством выделившейся α -Ti фазы. Из литературы [1, 28–31] известно, что прочность металлов и сплавов возрастает при увеличении концентрации деформационных дефектов, тогда как модуль сдвига, согласно [20, 21] и результатам данной работы (рис. 2; кривые 1 и 2), с ростом плотности дислокаций снижается.

По результатам данной работы сопоставим характер зависимостей прочности и модуля сдвига сплава от количества α -Ti фазы,

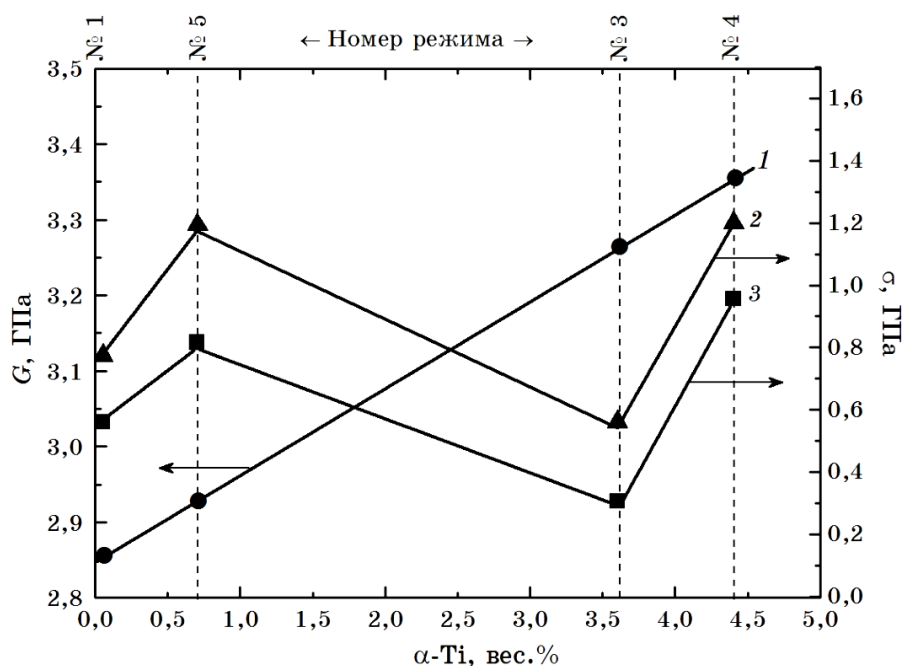


Рис. 5. Зависимости модуля сдвига G (кривая 1), предела прочности σ_B (кривая 2) и предела текучести $\sigma_{0,2}$ (кривая 3) от количества α -Ti фазы, выпавшей из β -твёрдого раствора сплава НТ-50 в процессе разных режимов МТО.⁷

выделившейся из β -твёрдого раствора в процессе разных режимов МТО (рис. 5).

Из рисунка 5 видно, что, как и в работе [22], после разных режимов МТО для модуля сдвига (кривая 1) сплава НТ-50 характерна линейная зависимость от количества α -Ti фазы, выпавшей из β -твёрдого раствора, тогда как прочность сплава (рис. 5, кривые 2 и 3) не имеет определённой зависимости от концентрации α -Ti фазы. Более того практически одинаковый уровень прочности соответствует минимальному (0,7 вес.%) и максимальному (4,5 вес.%) количеству выделившейся α -Ti фазы.

Таким образом, из полученных экспериментальных данных следует, что величины прочности и модуля сдвига после разных режимов МТО обусловлены различными причинами. Это согласуется с утверждением Я. Д. Фридмана, что «в общем случае нет оснований ожидать закономерной связи между упругими характеристиками (E , G) и пределами упругости и текучести. Поэтому часто встречающееся отнесение предела упругости и текучести к упругим характеристикам металла является неверным» [31].

Для определения структурно-фазовых состояний после исполь-

зованных в данной работе режимов МТО, определяющих прочность сплава НТ-50, были проведены исследования температурных зависимостей внутреннего трения в области 20–400°C и относительного удельного электросопротивления в области 20–450°C.

3.4. Температурные зависимости внутреннего трения

Методами измерения затухания крутильных колебаний оценим уровни внутренних напряжений и степень упорядочения дефектной структуры в поле знакопеременных напряжений в области 20–250°C для всех использованных режимов МТО.

На рисунке 6 приведены температурные зависимости декремента затухания крутильных колебаний в области 20–400°C

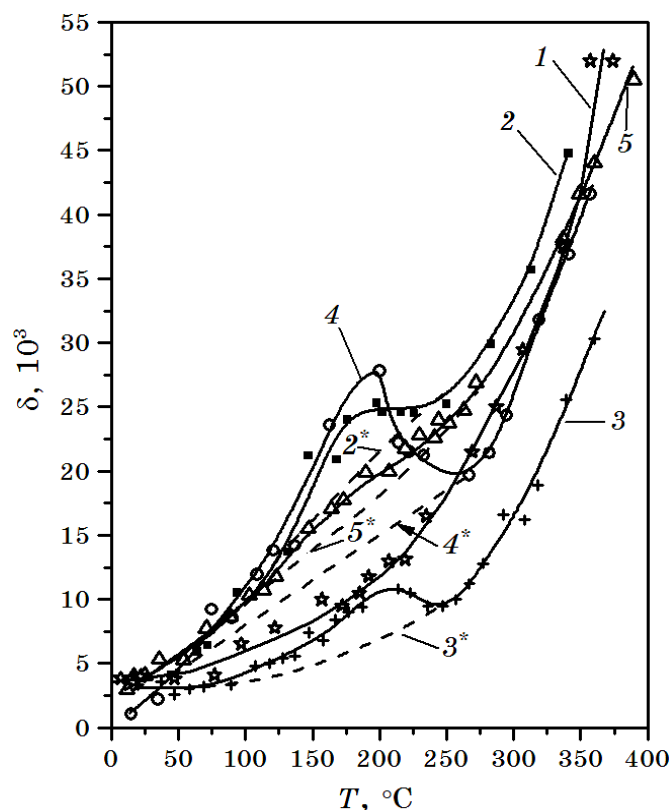


Рис. 6. Температурные зависимости декремента затухания сплава НТ-50, деформированного по режимам № 1 (кривая 1), № 2 (кривая 2), № 3 (кривая 3), № 4 (кривая 4) и № 5 (кривая 5). Кривые 2*, 3*, 4* и 5* — уровни фона для кривых 2, 3, 4 и 5, соответственно.⁸

сплава НТ-50 после проведённых режимов МТО. Из рисунка следует, что для температурной зависимости внутреннего трения $\delta(T)$ сплава НТ-50 в области 100–250°C после проведённых режимов МТО характерны следующие отличительные особенности:

- разные уровни фона внутреннего трения;
- наличие или отсутствие пика внутреннего трения в области 100–250°C;
- высота пика внутреннего трения в области 100–250°C после различных режимов МТО.

Рассмотрим каждую особенность зависимости $\delta(T)$ для всех проведённых режимов МТО.

3.4.1. Уровни фона внутреннего трения

Из рисунка 6 видно, что для исходного состояния сплава НТ-50 кривая $\delta(T)$ представляет собой экспоненциально возрастающую зависимость с довольно низким уровнем внутреннего трения в области 100–250°C (кривая 1).

Самый высокий уровень фона внутреннего трения исследуемого сплава после проведённых режимов МТО (на 72% выше исходного состояния) наблюдается после режима № 2 (рис. 6, кривая 2*, $\delta = 21,5 \cdot 10^{-3}$, табл. 3), когда деформация осуществлялась путём экструзии при 400°C до $e = 2,2$ с последующим волочением при 20°C до $e = 4,0$.

Самый низкий уровень фона (на 45% ниже исходного состояния) характерен для режима № 3 (рис. 6; кривая 3*, $\delta = 6,9 \cdot 10^{-3}$; табл. 3), в процессе которого деформация проводилась только в условиях квазивсестороннего сжатия путём РНД при 400°C до $e = 16$. Величина уровня фона внутреннего трения определялась при 200°C, что соответствует температуре максимума внутреннего трения для МТО-режимов №№ 2–5 (рис. 6).

Согласно [16, 32], уровень фона внутреннего трения повышается при уменьшении размера зерна, росте степени деформации и увеличении количества фаз в исследуемом материале. Сопоставим уровни фона декремента затухания, степень деформации и структурные параметры исследуемого сплава, обработанного по режимам №№ 2 и 3, для которых характерны максимальный и минимальный уровни фона температурной зависимости внутреннего трения (рис. 6, кривые 2* и 3*).

Как следует из электронно-микроскопических исследований, проведённых в работе [19], в процессе 2-го режима МТО в сплаве создаётся очень неоднородная (от 100 нм до 600 нм) субструктура, тогда как после 3-го режима МТО размер субзерен равен 180 нм (табл. 1). Суммарная степень деформации при 2-м режиме МТО равна $e = 6,2$, при 3-м режиме $e = 16,0$ (табл. 1).

ТАБЛИЦА 3. Характеристика внутреннего трения (ВТ) и уровня электросопротивления после разных режимов МТО.⁹

Номер режима МТО	Механизмы накопления внутренних напряжений	Количество выделенной фазы α -Ti фазы, вес. %	Уровень фона ВТ, δ , 10^{-3} при 200°C	Изменения уровня фона ВТ по сравнению с исходным состоянием, %	Высота пика ВТ в области $100-250^\circ\text{C}$, h , 10^{-3}	Уровень электросопротивления при 20°C , ρ_{77}/ρ_{300}	Изменение ρ_{77}/ρ_{300} , по сравнению с исходным состоянием при 20°C , %
1	Отжиг 3 часа при температуре 800°C (исходное состояние)	0	12,5	-	-	0,819	-
2	Большая концентрация деформационных дефектов в процессе экструзии при 400°C и волочения при 20°C до суммарной $e = 6,2$	0	21,5	72	5,6	0,875	6,8
3	Образование фазы NbTi4 и комплексов «вакансионная петля-микровыделение» в процессе РНД при 400°C до $e = 16$	3,6	6,9	-45	3,5	0,740	-9,7
4	Образование фазы NbTi4 и комплексов «вакансионная петля-микровыделение» в процессе РНД при 400°C до $e = 16$. Увеличение концентрации деформационных дефектов в процессе экструзии при 400°C и волочения при 20°C до суммарной степени $e = 6,2$	4,4	14,5	16	12,6	-	-
5	Снижение уровня внутренних напряжений в процессе РНД при 20°C до $e = 16$ перед последующими деформациями экструзией при 400°C и волочения при 20°C до суммарной $e = 6,2$	0,7	18,2	46	2,0	0,855	4,4

Кроме того, при 2-м режиме МТО не происходит распад β -твёрдого раствора и сплав остаётся однофазным, а при 3-м режиме МТО создаётся двухфазное состояние сплава (β -твёрдый раствор и 3,6 вес.% α -Ti фазы) (табл. 1).

Поскольку после 3-го режима МТО размер субзёрен меньше, а степень деформации и количество фаз больше, чем после 2-го режима (табл. 1), то, согласно работам [16, 32], фон внутреннего трения, должен быть выше после 3-го режима МТО, по сравнению с фоном внутреннего трения после 2-го режима МТО, что не соответствует полученным экспериментальным результатам (рис. 6, кривые 2* и 3*). Следовательно, ни один из приведённых структурных и деформационных параметров не может быть причиной наблюдаемых различий в уровнях фона внутреннего трения для двух рассматриваемых режимов МТО.

Обнаруженное различие в уровнях фона после 2-го и 3-го режимов МТО может быть следствием разных видов деформации при этих режимах, отличающихся механизмами развития пластического течения материала, что приводит к образованию дефектных структур различного типа и создаёт существенно разный уровень внутренних напряжений [8–11, 28–30]. Кроме того, в процессе РНД при 400°C происходит распад β -твёрдого раствора (табл. 1). Образование двухфазного состояния сплава должно было бы привести к росту фона внутреннего трения. Однако в процессе фазовых превращений уровни внутренних напряжений в материале снижаются [4, 24]. Поэтому, как показано в данной работе, с учётом влияния деформации в условиях квазивсестороннего сжатия, особенно при 400°C, уровень фона внутреннего трения после 3-го режима МТО на 45% ниже ($\delta_3 = 6,9 \cdot 10^{-3}$), даже чем уровень фона для отожжённого при 800°C в течение трёх часов ($\delta_1 = 12,5 \cdot 10^{-3}$) сплава НТ-50 (рис. 6; кривые 1 и 3*; табл. 3). Низкий уровень внутренних напряжений в сплаве НТ-50 после РНД при 400°C до $e = 16$ подтверждается в работе [4], где рентгеновским методом определено полное отсутствие собственных микроискажений в сплаве НТ-50 после этого режима МТО.

Наиболее близкий к уровню фона внутреннего трения для 2-го режима МТО является фон внутреннего трения после 5-го режима МТО (на 46% выше фона для исходного состояния; $\delta_5 = 18,2 \times 10^{-3}$; кривые 2* и 5*; табл. 3), который отличается от 2-го режима только дополнительной деформацией путём РНД при 20°C перед экструзией и волочением (табл. 1).

Если перед экструзией и волочением проводить РНД при повышенной (400°C) температуре (режим № 4), то уровень фона внутреннего трения оказывается существенно ниже, чем после 2-го и даже после 5-го режима МТО, при котором РНД осуществлялось при 20°C (рис. 6; кривые 4* и 5*; табл. 3). Кроме того, более низкий

уровень фона внутреннего трения после 4-го режима МТО по сравнению с 5-м режимом МТО (табл. 3) может быть обусловлен снижением уровня внутренних напряжений при распаде β -твёрдого раствора с образованием частиц α -Ti фазы в процессе РНД при 400°C (режим № 4) в отличие от РНД при 20°C (режим № 5), когда распад β -твёрдого раствора не происходит (табл. 2) [24].

Более высокий уровень фона внутреннего трения после 4 и 5-го режимов МТО по сравнению с 3-м режимом, при котором проводилось только РНД при 400°C, обусловлен увеличением концентрации деформационных дефектов и уровня внутренних напряжений в результате дополнительных деформаций экструзией до $e = 2,2$ и волочением до $e = 4,0$ (табл. 1).

3.4.2. Пики внутреннего трения в области температур 100–250 С

Второй особенностью зависимостей $\delta(T)$ сплава НТ-50 после разных режимов МТО является наличие или отсутствие пика внутреннего трения в области 100–250°C (рис. 6). Согласно [32–34], широкий пик внутреннего трения релаксационного типа на частоте ≈ 1 Гц возникает в деформированном материале вследствие упорядочения в твёрдых растворах типа замещения в поле напряжений в области температур ≈ 200 °C по механизму, обусловленному диффузией точечных дефектов в поле напряжений. Такой пик внутреннего трения в области 100–250°C наблюдался после деформации сплава НТ-50 волочением на 90% при 20°C [34].

Для хорошо отожжённых металлов и сплавов пика внутреннего трения в этой области температур не должно быть, что и наблюдается в данной работе для сплава НТ-50 после отжига при 800°C в течение 3-х часов (рис. 6, кривая 1).

Пик внутреннего трения разной высоты в области 100–250°C наблюдается после термомеханических обработок сплава НТ-50 по режимам №№ 2–5 (рис. 6, кривые 2, 3, 4, 5).

Появление пика внутреннего трения в одной и той же температурной области после разных режимов МТО может свидетельствовать об идентичности релаксационного механизма, вызывающего пик внутреннего трения. Однако, исходя из разной высоты пика после проведённых режимов МТО, источники внутренних напряжений, необходимые для реализации этого пика при тепловой активации в данной области температур, могут отличаться по природе, количеству и интенсивности [16, 32].

При использованных в данной работе режимах МТО одним из источников создания высокого уровня деформационных дефектов и внутренних напряжений, вызывающих при тепловой актива-

ции возврат структуры и свойств деформированного материала, а, следовательно, и пик внутреннего трения на зависимости $\delta(T)$, являются деформации волочением при 20°C и экструзией при 400°C до суммарной степени деформации $e = 6,2$ [28–30].

Согласно [4], в результате РНД при 400°C в сплаве НТ-50 происходит распад β -твёрдого раствора с выпадением не только частиц α -Ti фазы, но и с образованием орторомбической мартенситной фазы NbTi₄, объёмная доля которой в результате РНД при 400°C до $e = 16$ составляет 5,9 вес.%, а также возникновением микровыделений внутри ОКР-центров отрицательной дилатации в виде комплексов типа «вакансионная петля–микровыделение».

Фаза NbTi₄ существует как когерентные выделения внутри ОКР β -основы сплава. Выделения фазы NbTi₄ и комплексов «вакансионная петля–микровыделение» являются доминирующими источниками межфазных микроискажений при интенсивной РНД, поскольку «собственных» микроискажений в кристаллической решётке НТ-50 после РНД при 400°C не выявлено [4]. Поэтому наличие фазы NbTi₄ и комплексов «вакансионная петля–микровыделение» являются вторым типом источников внутренних напряжений высокого уровня в Nb–Ti сплаве после МТО по режимам 3 и 4, когда РНД осуществляется при 400°C до $e = 16$.

Рассмотрим возможные причины возникновения пиков внутреннего трения разной высоты в области 100–250°C после 2-го, 3-го, 4-го и 5-го режимов МТО. Высота пика внутреннего трения (h) определялась как разность значений декремента затухания на уровне максимума пика внутреннего трения и уровня фона при одной и той же температуре (200°C).

Для сплава НТ-50, отожжённого при 800°C в течение трёх часов, пик внутреннего трения в области 100–250°C не возникает (рис. 6, кривая 1). Из рисунка 6 и табл. 3 следует, что наибольшая высота пика внутреннего трения ($h = 12,6 \cdot 10^{-3}$) в области 100–250°C наблюдается после 4-го режима МТО и является результатом наличия в сплаве после этого режима обработки как высокой концентрации деформационных дефектов, возникших в результате волочения и экструзии, так и повышенного уровня внутренних напряжений вследствие появления фазы NbTi₄ и комплексов «вакансионная петля–микровыделение» в процессе РНД при 400°C до $e = 16$.

Отсутствие одной из причин возникновения пика внутреннего трения в деформированном сплаве НТ-50 приводит к снижению его высоты. Так при отсутствии фазы NbTi₄ и комплексов «вакансионная петля–микровыделение» в случае 2 режима МТО высота пика внутреннего трения ($h = 5,6 \cdot 10^{-3}$) уменьшилась более чем в 2 раза по сравнению с режимом № 4 (рис. 6; кривые 2 и 4; табл. 3).

При 3-м режиме МТО, когда деформация проводилась только путём РНД при 400°C до $e = 16$ (табл. 1), то есть при отсутствии в сплаве высокой концентрации деформационных дефектов, возникающих при волочении и экструзии, высота пика в области 100–250°C ($h = 3,5 \cdot 10^{-3}$) в 3,6 раза меньше, чем после 4-го режима МТО.

Минимальная высота пика внутреннего трения в области 100–250°C ($h = 2,0 \cdot 10^{-3}$), что в 6,3 раза меньше, чем высота пика после 4-го режима МТО (табл. 3), образуется после 5-го режима МТО, когда после РНД (20°C) проводилась деформация волочением и экструзией, при которых возникает высокий уровень деформационных дефектов, а фаза NbTi₄ и комплексы «вакансионная петля–микровыделение» не образуются. Этот факт дополнительно свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений, создаваемых фазой NbTi₄ и микровыделениями внутри ОКР-центров отрицательной дилатации.

3.5. Зависимость относительного удельного электросопротивления от температуры изохронных отжигов

Для определения характера процессов, развивающихся при нагреве деформированного сплава НТ-50, были проведены измерения зависимости относительного удельного электросопротивления ρ_{77}/ρ_{300} от температуры изохронных отжигов в области 20–450°C (рис. 7, а). На рисунке 7 приведены зависимости электросопротивления и фона внутреннего трения в сплаве НТ-50 после 1-го, 2-го, 3-го и 5-го режимов МТО.

Из рисунка 7, а видно, что после 2-го и 5-го режимов МТО уровни относительного удельного электросопротивления при 20°C выше, чем для исходного состояния (режим № 1) на 6,8% и 4,4%, соответственно, а после 3-го режима МТО — ниже исходного состояния на 9,7%.

Так как 5-ый режим МТО отличается от 2-го только наличием РНД при температуре 20°C до $e = 16$, следовательно, снижение уровня $\rho_{77}/\rho_{300}(T_{отж})$ после 5-го режима по сравнению со 2-ым на 0,9% может быть следствием только влияния деформации в условиях квазивсестороннего сжатия в процессе РНД. Если проводить деформацию только путём РНД при 400°C до $e = 16$ (режим № 3), то различие в уровнях удельного электросопротивления после 2-го и 3-го режимов МТО достигает 17%, что свидетельствует о мощном эффекте релаксации внутренних напряжений в процессе РНД при 400°C.

Следует отметить, что эти отличия уровней электросопротивления аналогичны соотношениям уровней фона внутреннего трения после 1-го, 2-го, 3-го и 5-го режимов, которые характеризуются

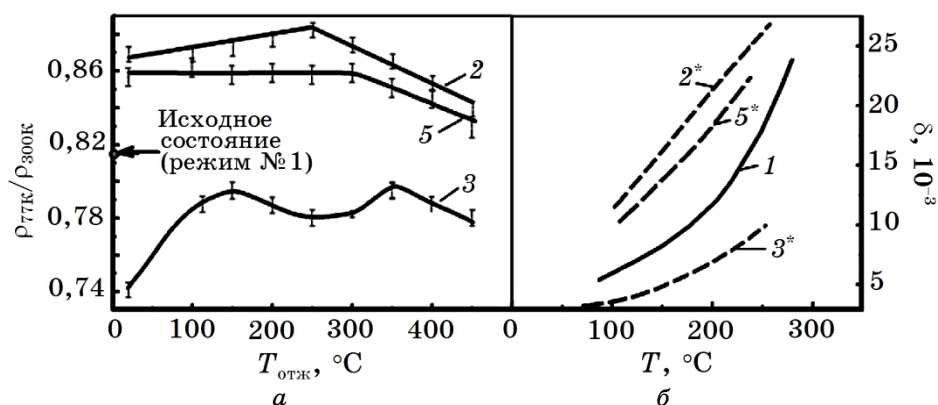


Рис. 7. Температурные зависимости относительного удельного электро-сопротивления (а) и уровня фона внутреннего трения (б) сплава НТ-50 в исходном состоянии (1) и после деформации по режимам №№ 2, 3 и 5 (кривые 2, 3 и 5).¹⁰

ют уровень внутренних напряжений в сплаве НТ-50 после этих режимов МТО (рис. 7, б).

Кроме отличий в уровнях зависимостей $\rho_{77}/\rho_{300}(T_{отж})$ после разных режимов МТО наблюдается заметное изменение характера температурных зависимостей, обусловленное структурными изменениями сплава при нагреве в области 20–450°C.

Из рисунка 7, а видно, что в области 20–250°C интенсивный процесс изменения структуры деформированного сплава НТ-50 за счёт диффузионных процессов перемещения дивакансий, междоузельных и внедрённых атомов по вакансионному механизму реализуется только после 3-го режима МТО с энергией активации 0,18 эВ [32, 33]. Это может быть связано с повышением уровня внутренних напряжений при наличии фазы $NbTi_4$ и комплексов «вакансионная петля–микровыделения», которые образуются только в процессе РНД при 400°C и вызывают пик внутреннего трения в области 100–250°C.

В области 250–450°C происходит распад β -твёрдого раствора по механизму деформационного старения [3–5, 24]. После деформации сплава по режимам №№ 2, 3 и 5 распад β -твёрдого раствора происходит с различными энергиями активации (табл. 4). Процесс распада β -твёрдого раствора с минимальной энергией активации (1,75 эВ) наблюдается после 3-го режима МТО, когда РНД проводилось при 400°C до $e = 16$.

В случае деформации экструзией при 400°C и волочением при 20°C (режим № 2) энергия активации этого процесса максимальна и составляет 2,68 эВ (табл. 4). Если в режим МТО включается деформация в условиях квазивсестороннего сжатия путём РНД

ТАБЛИЦА 4. Температурные области и энергии активации процессов структурно-фазовых изменений в сплаве НТ-50 после 2-го, 3-го и 5-го режимов МТО.¹¹

Номер режима МТО	Область температур, °С	Энергия активации U , эВ	Область температур, °С	Энергии активации U , эВ
2	20–250	–	250–450	2,68
3	20–250	0,18	250–450	1,75
5	20–250	–	250–450	2,45

при 20°С (режим № 5), энергия активации процесса распада β -твёрдого раствора уменьшается до 2,45 эВ (табл. 4).

В работе [37] показано, что сочетание деформации и отжига в области III стадии возврата ниобия приводит к уменьшению остаточного электросопротивления до значений, ниже характеристики исходного (отожжённого) состояния. Эффект связан с очисткой матрицы от кислорода за счёт ухода на стоки точечных дефектов типа вакансия–примесь внедрения (кислород) и образования вакансионно-кислородных кластеров. Аномальная ситуация реализуется и при РНД: в процессе деформации при 400°С происходит генерация вакансионных дефектов, их взаимодействие с растворенными примесями внедрения (кислород, азот, углерод) и диффузия образовавшихся комплексов на стоки. В итоге мы наблюдаем снижение остаточного электросопротивления, фона внутреннего трения (освобождаются плоскости скольжения от примесей и облегчается перемещение дислокаций).

4. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Обнаруженные отличия в структурно-фазовых и механических свойствах сплава НТ-50 после проведённых режимов МТО могут быть результатом различных механизмов влияния деформации путём РНД под большим давлением в закрытом объёме в условиях квазивсестороннего сжатия [8–11] и деформаций путём волочения и экструзии [1, 12, 20, 28–30].

Рассмотрим особенности структурных изменений металлов и сплавов в процессе деформации волочением, экструзией и деформации в закрытом объёме в условиях квазивсестороннего сжатия.

Согласно [28], основные структурные изменения в результате волочения при 20°С сплава НТ-50 обусловлены увеличением концентрации деформационных дефектов, особенностью их распределения в объёме и структурой новых границ раздела. При деформации волочением возникает высокая плотность дислокаций

с равномерным их распределением по объёму с большим количеством перегибов и порогов на дислокациях, образующих многочисленные сплетения и клубки, что создаёт высокий уровень напряжений. Данные микродифракции [28] свидетельствуют о возникновении при волочении широкого спектра разориентировок: имеются как скомпенсированные, так и не скомпенсированные по разориентировкам группы зерен. Важной особенностью деформации волочением при 20°C является также создание высокой концентрации точечных дефектов вакансионного типа.

В процессе экструзии при 400°C происходит образование мелкодисперсной субструктуры с энергетическими особенностями новых границ раздела [29, 30], что так же, как и волочение, приводит к росту прочности сплава.

Согласно [8–11], при деформации под давлением в условиях всестороннего сжатия средняя плотность дислокаций по сравнению с деформациями экструзией и волочением на ту же степень существенно уменьшается, линии дислокаций заметно спрямлены, а клубки дислокаций либо отсутствуют, либо слабо выражены или не многочисленны. Кроме того [8–11], при деформации в условиях всестороннего сжатия процесс переползания дислокаций чрезвычайно активизируется, что ускоряет диффузию и инициирует процессы возврата и механической полигонизации, приводящих к снижению полей внутренних напряжений и уменьшению концентрации деформационных дефектов.

Согласно [35], с ростом давления при всестороннем сжатии возрастает собственная энергия дислокаций, что затрудняет образование на дислокациях ступенек и перегибов, изменяется сила взаимодействия параллельных краевых дислокаций, способствует выстраиванию дислокаций одного знака в стенку, перпендикулярную их плоскости скольжения, то есть облегчает процесс механической полигонизации.

Кроме того, давление усиливает взаимодействие между дислокациями и активизирует процессы аннигиляции дислокаций противоположного знака, а также способствует формированию стенок за счёт притяжения к ним свободных дислокаций одного знака, что и приводит к полигонизации под давлением с образованием стенок с чередующимися знаками дислокаций, которое получило название барополигонизация [8–10, 34, 35, 37].

Описанные в данной работе особенности физико-механических свойств сплава НТ-50 после деформации в условиях квазивсестороннего сжатия путём РНД при 20°C и 400°C свидетельствуют о том, что в процессе РНД развиваются релаксационные явления, приводящие к активному развитию процессов возврата за счёт ускорения переползания дислокаций и уменьшения их концентрации [8–11].

Полученные экспериментальные данные позволяют утверждать, что деформацию в условиях квазивсестороннего сжатия путём РНД можно рассматривать как релаксатор внутренних напряжений, усиливающийся при повышении температуры РНД, а не как способ накопления деформационных дефектов.

В тоже время при оптимальном сочетании деформации в условиях квазивсестороннего сжатия путём РНД с другими видами деформации (экструзией и волочением), приводящими к увеличению концентрации деформационных дефектов и к росту прочностных характеристик металлов и сплавов, можно получить материал с высокими характеристиками прочности при сохранении достаточного запаса пластичности, что соответствует режимам 4 и 5 для которых предел прочности равен 1,2 ГПа, по сравнению с 0,770 ГПа после экструзии и волочения (режим № 2), в то время как для исходного состояния сплава $\sigma_B = 0,420$ ГПа.

5. ВЫВОДЫ

I. Показано, что после механико-термических обработок (МТО) по режимам №№ 3, 4 и 5, где присутствует разнонаправленная деформация (РНД), величина модуля сдвига больше, чем в исходном состоянии, из-за выпадения α -Ti фазы из β -твёрдого раствора, а после обработки по режиму № 2 (путём экструзии и волочения) — меньше, чем в исходном состоянии, что обусловлено увеличением концентрации деформационных дефектов в сплаве.

II. Установлено, что предел прочности (σ_B) сплава НТ-50 существенно увеличился по сравнению с исходным состоянием (режим № 1) после 2-го режима на 84% и на 184% после 4-го и 5-го режимов МТО, то есть после тех режимов МТО, в которых присутствуют деформации волочением при 20°C до $e = 4,0$ и экструзией при 400°C до $e = 2,2$. В случае деформации сплава НТ-50 только в условиях квазивсестороннего сжатия путём РНД при 400°C до $e = 16$ (режим № 3) предел прочности (σ_B) сплава увеличился на 33%, а предел текучести $\sigma_{0,2}$ уменьшился на 24% по сравнению с исходным состоянием (режим № 1).

III. Методом измерения затухания крутильных колебаний проведён сравнительный анализ уровня внутренних напряжений и степени развития релаксационных процессов, обусловленных диффузией точечных дефектов в поле напряжений в области 100–250°C после всех режимов МТО. Обнаружено, что после РНД при 400°C до $e = 16$ (режим № 3) уровень внутренних напряжений в сплаве меньше на 45%, чем в исходном состоянии (режим № 1). Максимальный уровень внутренних напряжений на 72% больше, чем для исходного состояния, наблюдается после деформации экструзией при 400°C и последующего волочения при 20°C

до суммарной степени $e = 6,2$ (режим № 2).

IV. При измерении $\rho_{77}/\rho_{300}(T_{\text{отж}})$ обнаружен рост электросопротивления сплава после 2-го и 5-го режимов МТО на 6,8% и 4,4%, соответственно, а после 3-го режима МТО — снижение электросопротивления на 9,7% по сравнению с исходным состоянием (режим № 1).

V. Снижение предела текучести на 24%, уровня внутренних напряжений на 45% и относительного удельного электросопротивления на 9,7% после деформации путём РНД при 400°C (режим № 3) по сравнению с исходным состоянием сплава НТ-50 (режим № 1) свидетельствует о том, что при деформации путём РНД, протекающей в условиях квазивсестороннего сжатия, происходит снижение концентрации деформационных дефектов и, следовательно, уровня внутренних напряжений в деформированном материале.

VI. Эффект релаксации внутренних напряжений существенно увеличивается при повышении температуры РНД от 20°C до 400°C. В то же время из проведённых экспериментов следует, что осуществление РНД при 400°C или 20°C до $e = 16$ перед деформациями экструзией при 400°C и волочением при 20°C до суммарной истинной деформации $e = 6,2$ (режимы №№ 4 и 5) приводит к росту прочности сплава НТ-50 в 1,6 раза по сравнению с режимом № 2, когда деформация осуществляется только экструзией и волочением и в 3 раза по сравнению с прочностью сплава в исходном состоянии.

VII. Из проведённых экспериментов следует, что деформация сплава НТ-50 в условиях квазивсестороннего сжатия путём РНД при 400°C до $e = 16$ является более мощным релаксатором напряжений, чем отжиг сплава на протяжении трёх часов при температуре 800°C. Это свойство РНД при последующем сочетании деформаций РНД при 400°C до $e = 16$, экструзией при 400°C до $e = 2,2$ и волочением при 20°C до $e = 4,0$ приводит к повышению прочности сплава НТ-50 в 3 раза по сравнению с исходным состоянием (режим № 1) и в 1,45 раза по сравнению со 2-м режимом МТО, при котором деформация осуществлялась только экструзией при 400°C до $e = 2,2$ и последующем волочении при 20°C до $e = 4,0$.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают искреннюю благодарность доктору физ.-мат. наук, профессору И. М. Михайловскому за ценные замечания и полезные обсуждения полученных результатов. Также авторы выражают благодарность Г. Е. Сторожилову, Н. Ф. Андриевской и Т. Ю. Рудычевой за предоставление образцов для исследований

и проведение электронно-микроскопических исследований.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Р. З. Валиев, И. В. Александров, *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией* (Москва: Логос: 2000).
2. И. М. Неклюдов, О. И. Волчок, В. В. Калиновский, В. С. Оковит, В. И. Соколенко, П. А. Хаймович, Н. А. Черняк, Л. А. Чиркина, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники*, **17**, № 3: 108 (2008).
3. О. В. Черный, Я. Д. Стародубов, О. И. Волчок, Г. Е. Сторожилов, *Способ изготовления ниобий-титанового сверхпроводника*: патент Украины, № 42487А от 15.10.2001.
4. В. М. Ажажа, Д. Г. Малыхин, Г. Е. Сторожилов, О. В. Черный, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники*, **16**, № 4: 58 (2007).
5. О. В. Черный, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники*, **16**, № 4: 58 (2007).
6. B. Verlinder, J. Driver, I. Samajdar, and R. Dohert, *Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials* (Ed. R. W. Cahn) (Elsevier: Amsterdam: 2007).
7. Н. Ф. Андриевская, В. С. Оковит, Т. Ю. Рудычева, М. П. Старолат, Г. Е. Сторожилов, М. А. Тихоновский, П. А. Хаймович, И. Н. Шаповал, *Физика и техника высоких давлений*, **19**, № 2: 136 (2009).
8. В. И. Зайцев, *Физика гидростатически сжатых кристаллов* (Киев: Наукова думка: 1983).
9. Е. Д. Мартынов, В. И. Трефилов, С. А. Фирстов, Б. И. Береснев, Ю. Н. Рябинин, *Доклады АН СССР*, **176**, № 6: 1276 (1967).
10. А. А. Галкин, В. И. Трефилов, В. П. Буряк, В. А. Минаков, Е. В. Турцевич, А. И. Байков, Г. А. Корнеева, С. А. Фирстов, *Металлофизика*, **68**: 55 (1977).
11. В. В. Калиновский, М. Б. Лазарева, Д. Г. Малыхин, А. В. Мац, В. С. Оковит, В. И. Соколенко, Л. А. Чиркина, *Успехи физики металлов*, **16**, № 1: 61 (2015); <https://doi.org/10.15407/ufm.16.01.061>.
12. М. А. Штремель, *Прочность сплавов. Часть 1. Дефекты решетки* (Москва: МИСиС: 1999).
13. *Физическое металловедение. Вып. 3. Дефекты кристаллического строения. Механические свойства металлов и сплавов* (Ред. Р. Кан) (Москва: Мир: 1968).
14. И. А. Гиндин, С. Ф. Кравченко, Я. Д. Стародубов, Г. Г. Чечельницкий, *Приборы и техника эксперимента*, № 2: 240 (1967).
15. И. А. Гиндин, В. И. Коваленко, В. С. Оковит, Я. Д. Стародубов, Л. А. Чиркина, *Заводская лаборатория*, № 11: 1397 (1970).
16. В. С. Постников, *Внутреннее трение в металлах* (Москва: Металлургия: 1974).
17. A. Desalvo and F. Zignani, *J. Nuclear Materials*, **20**: 108 (1966).
18. Г. Е. Сторожилов, И. Н. Шаповал, О. В. Черный, Н. Ф. Андриевская, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы*,

- сверхпроводники*, **15**, № 1: 67 (2006).
19. Л. А. Чиркина, М. Б. Лазарева, Г. Е. Сторожилов, В. С. Оковит, Н. Ф. Андриевская, В. И. Соколенко, В. В. Калиновский, Т. Ю. Рудычева, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*, **99**, № 5: 134 (2015).
 20. Ж. Фридель, *Дислокации* (Москва: Мир: 1967).
 21. Г. Алерс, Д. Томпсон, *Ультразвуковые методы исследования дислокаций* (Москва: Изд-во иностранной литературы: 1963) (пер. с англ. и немец.).
 22. С. С. Koch and D. S. Easton, *Cryogenics*, **17**, No. 7: 391 (1977).
 23. L. A. Chirkina, O. I. Volchok, M. B. Lazareva, V. S. Okovit, and G. E. Storozhilov, *Functional Materials*, **20**, No. 4: 489 (2013).
 24. *Металловедение и технология сверхпроводящих материалов* (Ред. С. Фонер, Б. Шварц) (Москва: Металлургия: 1987).
 25. О. В. Черный, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники*, **9**, № 1: 10 (1999).
 26. О. В. Черный, Г. Е. Сторожилов, Т. Ю. Рудычева, Н. Ф. Андриевская, В. О. Ильичева, В. И. Соколенко, Л. А. Чиркина, В. С. Оковит, М. Б. Лазарева, О. И. Волчок, П. А. Хаймович, *Международная конференция «Физика конденсированного состояния вещества при низких температурах» (20–22 июня 2006 г., Харьков, Украина)*.
 27. Г. Е. Сторожилов, Н. Ф. Андриевская, М. А. Тихоновский, М. П. Старолат, И. Н. Шаповал, В. А. Белошенко, Н. И. Матросов, В. В. Чишко, *Физика и техника высоких давлений*, **21**, № 1:102 (2011).
 28. 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, *Физика низких температур*, **20**, № 6: 595 (1994).
 29. А. В. Бабун, А. А. Васильев, К. В. Ковтун, М. П. Старолат, С. П. Стеценко, О. В. Трембач, С. В. Ховрич, *Физика и техника высоких давлений*, **20**, № 2: 133 (2010).
 30. А. В. Бабун, А. А. Васильев, М. П. Старолат, С. П. Стеценко, О. В. Трембач, С. В. Ховрич, К. В. Ковтун, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые металлы, сверхпроводники*, **89**, № 1: 10 (2014).
 31. Я. Д. Фридман, *Механические свойства металлов* (Москва: Оборониздат: 1952).
 32. А. Новик, Б. Берри, *Релаксационные явления* (Москва: Атомиздат: 1975) (пер. с англ.).
 33. Ван Бюрен, *Дефекты в кристаллах* (Ред. А. Н. Орлов, В. Р. Регель) (Москва: Изд-во иностранной литературы: 1962) (пер. с англ.).
 34. В. М. Аржавитин, *Письма в ЖТФ*, **30**, № 12: 35 (2004).
 35. А. М. Косевич, *Дислокации в теории упругости* (Киев: Наукова думка: 1978).
 36. И. Ф. Борисова, В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов, *Физика низких температур*, **18**, № 8: 844 (1992).
 37. А. А. Галкин, В. В. Токий, В. И. Зайцев, *Доклады АН СССР*, **204**, № 2 (1972).

REFERENCES

1. R. Z. Valiev and I. V. Aleksandrov, *Nanostrukturnye Materialy, Poluchennyye Intensivnoy Plasticheskoy Deformatsiey* [Nanostructured Materials Obtained

- by the Severe Plastic Deformations] (Moscow: Logos: 2000) (in Russian).
2. I. M. Neklyudov, O. I. Volchok, V. V. Kalinovsky, V. S. Okovit, V. I. Sokolenko, P. A. Khaimovich, N. A. Cherniak, and L. A. Chirkina, *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki. Seriya: Vakuum, Chistye Materialy, Sverkhprovodniki*, **17**, No. 3: 108 (2008) (in Russian).
 3. O. V. Chernyy, Ya. D. Starodubov, O. I. Volchok, and G. E. Storozhilov, *Sposob Izgotovleniya Niobiy-Titanovogo Sverkhprovodnika*: Patent of Ukraine 42487A, October 15 (2001) (in Russian).
 4. V. M. Azhazha, D. G. Malykhin, G. E. Storozhilov, and O. V. Chernyy, *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki. Seriya: Vakuum, Chistye Materialy, Sverkhprovodniki*, **16**, No. 4: 58 (2007) (in Russian).
 5. O. V. Chernyi, *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki. Seriya: Vakuum, Chistye Materialy, Sverkhprovodniki*, **16**, No. 4: 58 (2007) (in Russian).
 6. B. Verlinder, J. Driver, I. Samajdar, and R. Dohert, *Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials* (Ed. R. W. Cahn) (Elsevier: Amsterdam: 2007).
 7. N. F. Andrievskaya, V. S. Okovit, T. Yu. Rudycheva, M. P. Starolat, G. E. Storozhilov, M. A. Tikhonovskiy, P. A. Khaimovich, and I. N. Shapoval, *Fizika i Tekhnika Vysokikh Davleniy*, **19**, No. 2, 136: (2009) (in Russian).
 8. V. I. Zaitsev, *Fizika Gidrostaticheskii Szhatykh Kristallov* [Physics of Hydrostatically Compressed Crystal] (Kiev: Naukova Dumka: 1983) (in Russian).
 9. E. D. Martynov, V. I. Trefilov, S. A. Firstov, B. I. Beresnev, and Yu. N. Riabinin, *Doklady AN SSSR*, **176**, No.6: 1276 (1967) (in Russian).
 10. A. A. Galkin, V. I. Trefilov, V. P. Buriak, V. A. Minakov, E. V. Turtsevich, A. I. Baikov, G. A. Korneeva, and S. A. Firstov, *Metallofizika*, **68**: 55 (1977) (in Russian).
 11. V. V. Kalinovsky, M. B. Lazareva, D. G. Malykhin, A. V. Mats, V. S. Okovit, V. I. Sokolenko, and L. A. Chirkina, *Uspehi Fiziki Metallov*, **16**, No. 1: 61 (2015) (in Russian); DOI: <https://doi.org/10.15407/ufm.16.01.061>.
 12. M. A. Shtremel, *Prochnost' Splavov. Chast 1. Defekty Reshetki* [Strength of Alloys. Part 1. Lattice Defects] (Moscow: MISiS: 1999) (in Russian).
 13. *Fizicheskoe Metallovedenie. Iss. 3. Defekty Kristallicheskogo Stroeniya. Mekhanicheskie Svoistva Metallov i Splavov* [Physical Metal Science. Iss. 3. Defects of Crystal Structure. Mechanical Properties of Metals and Alloys] (Ed. R. Cahn) (Moscow: Mir: 1968) (Russian translation).
 14. I. A. Gindin, S. F. Kravchenko, Ya. D. Starodubov, and G. G. Chechel'nitskiy, *Pribory i Tekhnika Eksperimenta*, **2**: 240 (1967) (in Russian).
 15. I. A. Gindin, V. I. Kovalenko, V. S. Okovit, Ya. D. Starodubov, and L. A. Chirkina, *Zavodskaya Laboratoriya*, No. 11: 1397 (1970) (in Russian).
 16. V. S. Postnikov, *Vnutrennee Trenie v Metallakh* [Internal Friction in Metals] (Moscow: Metallurgiya: 1974) (in Russian).
 17. A. Desalvo and F. Zignani, *J. Nuclear Materials*, **20**: 108 (1966).
 18. G. E. Storozhilov, I. N. Shapoval, O. V. Chernyy, and N. F. Andrievskaya, *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki. Seriya: Vakuum, Chistye Materialy, Sverkhprovodniki*, **15**, No. 1: 67 (2006) (in Russian).
 19. L. A. Chirkina, M. B. Lazareva, G. E. Storozhilov, V. S. Okovit, N. F. Andrievskaya, V. I. Sokolenko, V. V. Kalinovsky, and T. Yu. Rudycheva, *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki. Seriya: Fizika Radiatsionnykh*

- Povrezhdeniy i Radiatsionnoe Materialovedenie*, **99**, No. 5: 134 (2015) (in Russian).
20. J. H. Friedel, *Dislokatsii* [Dislocations] (Moscow: Mir: 1967) (Russian translation).
 21. G. A. Alers and D. O. Thompson, *Ultrasonic Measurements for Process Control: Theory, Techniques, Applications* (Ed. L. C. Lynnworth) (San Diego: Academic Press Inc.: 1989).
 22. C. C. Koch and D. S. Easton, *Cryogenics*, **17**, No. 7: 391 (1977).
 23. L. A. Chirkina, O. I. Volchok, M. B. Lazareva, V. S. Okovit, and G. E. Storozhilov, *Functional Materials*, **20**, No. 4: 489 (2013).
 24. *Metallovedenie i Tekhnologiya Sverkhprovodyashchikh Materialov* [Metal Science and Technology of Superconducting Materials] (Eds. S. Foner and B. Schwartz) (Moscow: Metallurgiya: 1987) (Russian translation).
 25. O. V. Chernyy, *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki. Seriya: Vakuum, Chistye Materialy, Sverkhprovodniki*, **9**, No. 1: 10 (1999) (in Russian).
 26. O. V. Chernyy, G. E. Storozhilov, T. Yu. Rudycheva, N. F. Andrievskaya, V. O. Ilicheva, V. I. Sokolenko, L. A. Chirkina, V. S. Okovit, M. B. Lazareva, O. I. Volchok, and P. A. Khaimovich, *Int. Conference 'Condensed Matter Physics at Low Temperatures' (June 20–22, 2006, Kharkiv, Ukraine)*.
 27. G. E. Storozhilov, N. F. Andrievskaya, M. A. Tikhonovskiy, M. P. Starolat, I. N. Shapoval, V. A. Beloshenko, N. I. Matrosov, and V. V. Chishko, *Fizika i Tekhnika Vysokikh Davleniy*, **21**, No. 1: 102 (2011) (in Russian).
 28. V. K. Aksenov, O. I. Volchok, V. M. Gorbatenko, V. A. Emlyaninov, M. B. Lazareva, A. V. Mats, V. S. Okovit, Ya. D. Starodubov, O. V. Chernyy, and L. A. Chirkina, *Fizika Nizkikh Temperatur*, **20**, No. 6: 595 (1994) (in Russian).
 29. A. V. Babun, A. A. Vasilyev, K. V. Kovtun, M. P. Starolat, S. P. Stetsenko, O. V. Trembach, and S. V. Khovrich, *Fizika i Tekhnika Vysokikh Davleniy*, **20**, No. 2: 133 (2010) (in Russian).
 30. A. V. Babun, A. A. Vasilyev, M. P. Starolat, S. P. Stetsenko, O. V. Trembach, S. V. Khovrich, and K. V. Kovtun, *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki. Seriya: Vakuum, Chistye Materialy, Sverkhprovodniki*, **89**, No. 1: 10 (2014).
 31. Ya. D. Fridman, *Mekhanicheskie Svoystva Metallov* [Mechanical Properties of Metals] (Moscow: Oboronizdat: 1952) (in Russian).
 32. A. Nowick and B. Berry, *Relaksatsionnye Yavleniya* [Relaxation Phenomena] (Moscow: Atomizdat: 1975) (Russian translation).
 33. H. G. Van Bueren, *Defekty v Kristallakh* [Imperfections in Crystals] (Moscow: Izd-vo Inostrannoy Literatury: 1962) (Russian translation).
 34. V. M. Arzhavtin, *Pis'ma v ZhTF*, **30**, No. 12: 35 (2004) (in Russian).
 35. A. M. Kosevich, *Dislokatsii v Teorii Uprugosti* [Dislocations in Elasticity Theory] (Kiev: Naukova Dumka: 1978) (in Russian).
 36. I. F. Borisova, V. I. Sokolenko, and Ya. D. Starodubov, *Fizika Nizkikh Temperatur*, **18**, No. 8: 844 (1992).
 37. A. A. Galkin, V. V. Tokiy, and V. I. Zaitsev, *Doklady AN SSSR*, **204**, No. 2 (1972) (in Russian).

*NSC 'Kharkiv Institute of Physics and Technology',
 Institute of Solid State Physics, Materials Science and Technologies,
 1 Akademichna Str.,
 UA-61108 Kharkiv, Ukraine

-
- ¹ TABLE 1. The characteristics of MTT regimes and size substructure of Nb-Ti alloy.
- ² Fig. 1. An electron microscopic substructure of HT-50 alloy after different MTT regimes, where a , b , c , and d —regimes nos. 2, 3, 4, and 5 in Table 1 [19].
- ³ Fig. 2. Temperature dependences of the shear modulus of the NT-50 alloy in the initial state (regime no. 1, curve 1) and deformed according to the regimes nos. 2–5 (curves 2–5).
- ⁴ TABLE 2. The shear modulus and Ti content in β -phase after different regimes MTT.
- ⁵ Fig. 3. The dependence of shear modulus on Nb and Ti contents in Nb-Ti alloys [22].
- ⁶ Fig. 4. Changes of the strength (σ_B , curve 1; $\sigma_{0.2}$, curve 2), plasticity (ε , curve 3) and amount of α -Ti phase (curve 4) after different MTT regimes for HT-50 alloy.
- ⁷ Fig. 5. The dependences of the shear modulus G (curve 1), ultimate strength (curve 2) and yield point $\sigma_{0.2}$ (curve 3) and the amount of α -Ti phase, precipitated of β -solid solution of NT-50 alloy during different MTT regimes.
- ⁸ Fig. 6. Temperature dependence of damping decrement for HT-50 alloy, strained according to the regimes no. 1 (curve 1), no. 2 (curve 2), no. 3 (curve 3), no. 4 (curve 4), and no. 5 (curve 5). The curves 2*, 3*, 4*, and 5* are background levels for the curves 2, 3, 4, and 5, respectively.
- ⁹ TABLE 3. Characteristics of internal friction (BT) and resistivity level after different MTT regimes.
- ¹⁰ Fig. 7. Temperature dependences of the relative resistivity (α) and the background level of the internal friction (β) for NT-50 alloy in the initial state (1) and after deformation according to the regimes nos. 2, 3, and 5 (curves 2, 3, and 5).
- ¹¹ TABLE 4. The temperature regions and energy of activations of the processes of structural-phase changes in HT-50 alloy after the 2nd, 3rd, and 5th MTT regimes.