

06

## Остаточные напряжения в несущей ленте AISI 310S на этапе нанесения буферного слоя YSZ при изготовлении ВТСП-2 провода

© А.В. Иродова, И.Д. Карпов, В.С. Круглов, В.Е. Крылов, С.В. Шавкин, В.Т. Эм

Национальный исследовательский центр „Курчатовский институт“,  
123182 Москва, Россия  
e-mail: Irodova\_AV@nrcki.ru

Поступило в Редакцию 2 июня 2021 г.  
В окончательной редакции 1 июля 2021 г.  
Принято к публикации 13 июля 2021 г.

С помощью дифракции нейтронов определены внутренние остаточные напряжения в несущей ленте из нержавеющей стали AISI 310S толщиной  $100\ \mu\text{m}$  и шириной  $4\ \text{mm}$  после механической полировки и нанесения методом ABAD текстурированного буферного слоя YSZ. Показано, что механическая полировка приводит к небольшому растяжению ленты в плоскости прокатки. После нанесения слоя YSZ внутри ленты обнаружены однородные изотропные в плоскости прокатки растягивающие напряжения  $70\ \text{MPa}$ . Расчеты показали, что они возникают в результате релаксации сжимающих напряжений, действующих на поверхности ленты в слое, в несколько раз превышающем толщину слоя YSZ. Сделано предположение, что поверхность ленты пластически деформируется в процессе осаждения YSZ.

**Ключевые слова:** остаточные напряжения, ВТСП-2 провод, несущая лента AISI 310S, буферный слой YSZ, нейтронная стресс-дифрактометрия.

DOI: 10.21883/JTF.2021.12.51761.169-21

### Введение

Лента из нержавеющей стали AISI 310S толщиной  $100\ \mu\text{m}$  и шириной  $4\ \text{mm}$  используется в качестве несущей ленты-подложки при изготовлении ВТСП-2 провода (рис. 1) на экспериментальной технологической линии в НИЦ „Курчатовский институт“ [1]. Процесс изготовления провода состоит из шести последовательных этапов:

I. Подготовка поверхности исходной стальной ленты с помощью механической полировки.

II. Осаждение методом ABAD [2] на полированную стальную ленту текстурированного буферного слоя из стабилизированного иттрием диоксида циркония (YSZ) толщиной около  $2\ \mu\text{m}$ .

III. Осаждение методом PLD [3] на ленту-подложку с буферным слоем YSZ дополнительного согласующего буферного слоя  $\text{CeO}_2$  толщиной менее  $0.2\ \mu\text{m}$  и ос-

новного слоя сверхпроводящей керамики  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO) толщиной около  $2\ \mu\text{m}$ .

IV. Нанесение на поверхность ленты со сверхпроводящим слоем защитного слоя металлического серебра толщиной менее  $2\ \mu\text{m}$ .

V. Отжиг провода в атмосфере кислорода.

VI. Покрытие провода стабилизирующим слоем меди  $10\text{--}20\ \mu\text{m}$ .

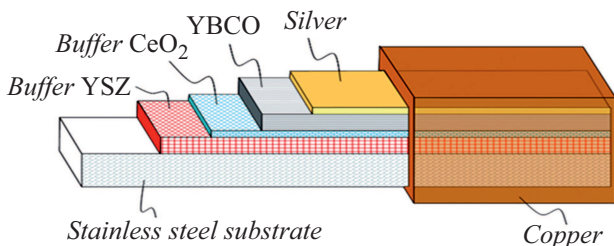
Прочность всего ВТСП-2 провода обеспечивает стальная лента. Поэтому изменение ее физических характеристик на различных технологических этапах представляет очевидный интерес.

Ранее [4] методом нейтронной стресс-дифрактометрии были определены остаточные напряжения в исходной ленте AISI 310S в состоянии поставки металлургической компанией. В настоящей работе показано, как меняется распределение остаточных напряжений в ленте после ее механической полировки и после нанесения буферного слоя YSZ. Работа выполнена в НИЦ „Курчатовский институт“ на нейтронном дифрактометре СТРЕСС [5].

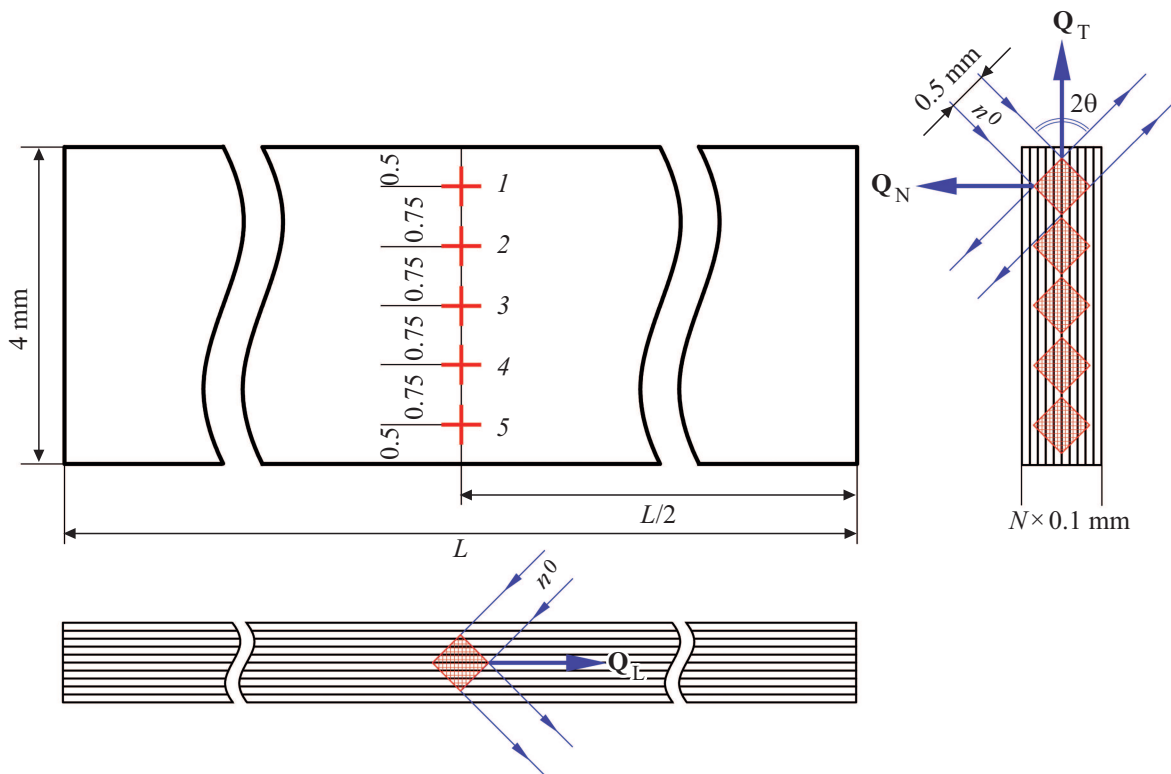
### 1. Методическая часть

Методика эксперимента подробно изложена в [4]. Упомянем ее основные моменты:

1. Под остаточными напряжениями в поликристаллической ленте AISI 310S понимаются внутренние макронапряжения, которые уравниваются в объеме всей ленты. Помимо них, в ленте присутствуют микронапряжения, которые уравниваются внутри отдельных зерен и их конгломераций. Макронапряжения влияют



**Рис. 1.** Архитектура ВТСП-2 провода, изготавливаемого на экспериментальной технологической линии в НИЦ „Курчатовский институт“. Рисунок взят из [1], толщина несущей стальной ленты-подложки занижена примерно в 20 раз.



**Рис. 2.** Образец ленты AISI 310S для исследования методом нейтронной стресс-дифрактометрии: пакет из  $N$  сегментов ленты толщиной  $N \times 0.1$  mm и длиной  $L$  (справа — вид сбоку, внизу — вид сверху). Для исходной ленты  $N = 10$ ,  $L = 40$  mm [4]; для полированной ленты  $N = 10$ ,  $L = 60$  mm; для ленты с YSZ слоем  $N = 12$ ,  $L = 40$  mm. Пронумерованными крестиками обозначены положения точек, в которых проведены измерения, расстояния между точками указаны в миллиметрах, пробные объемы заштрихованы. Для точки 1 показаны падающий и рассеянный пучки нейтронов  $n^\circ$  ( $\lambda = 1.548$  Å), угол рассеяния  $2\theta \approx 91^\circ$  для отражений {113} и векторы рассеяния  $Q_L$ ,  $Q_T$  и  $Q_N$  при измерении  $L$ -,  $T$ - и  $N$ -компонент деформации  $\varepsilon$  (подробности см. в [4]).

на положения дифракционных отражений, микронапряжения — на их ширину, форму и интенсивность.

2. Остаточные напряжения определяются по вызываемой ими деформации. Деформация отслеживается по положению дифракционных отражений, наименее подверженных влиянию микронапряжений. Для стали AISI 310S таковыми являются отражения {113}. Деформация измеряется на пробных объемах, расположенных внутри образца (рис. 2). При этом она усредняется внутри каждого из них.

3. За относительную деформацию принимается величина

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0}, \tag{1}$$

где  $d$  и  $d_0$  — межплоскостные расстояния для отражающих плоскостей {113} в деформированном и недеформированном состояниях ленты соответственно. В каждой точке образца измеряются три компоненты деформации  $\varepsilon_L$ ,  $\varepsilon_T$  и  $\varepsilon_N$ , в трех взаимно перпендикулярных направлениях — вдоль ( $L$ ), поперек ( $T$ ) прокатки и по нормали к плоскости ленты ( $N$ ). По ним, используя обобщенный закон Гука, рассчитываются три основных компоненты

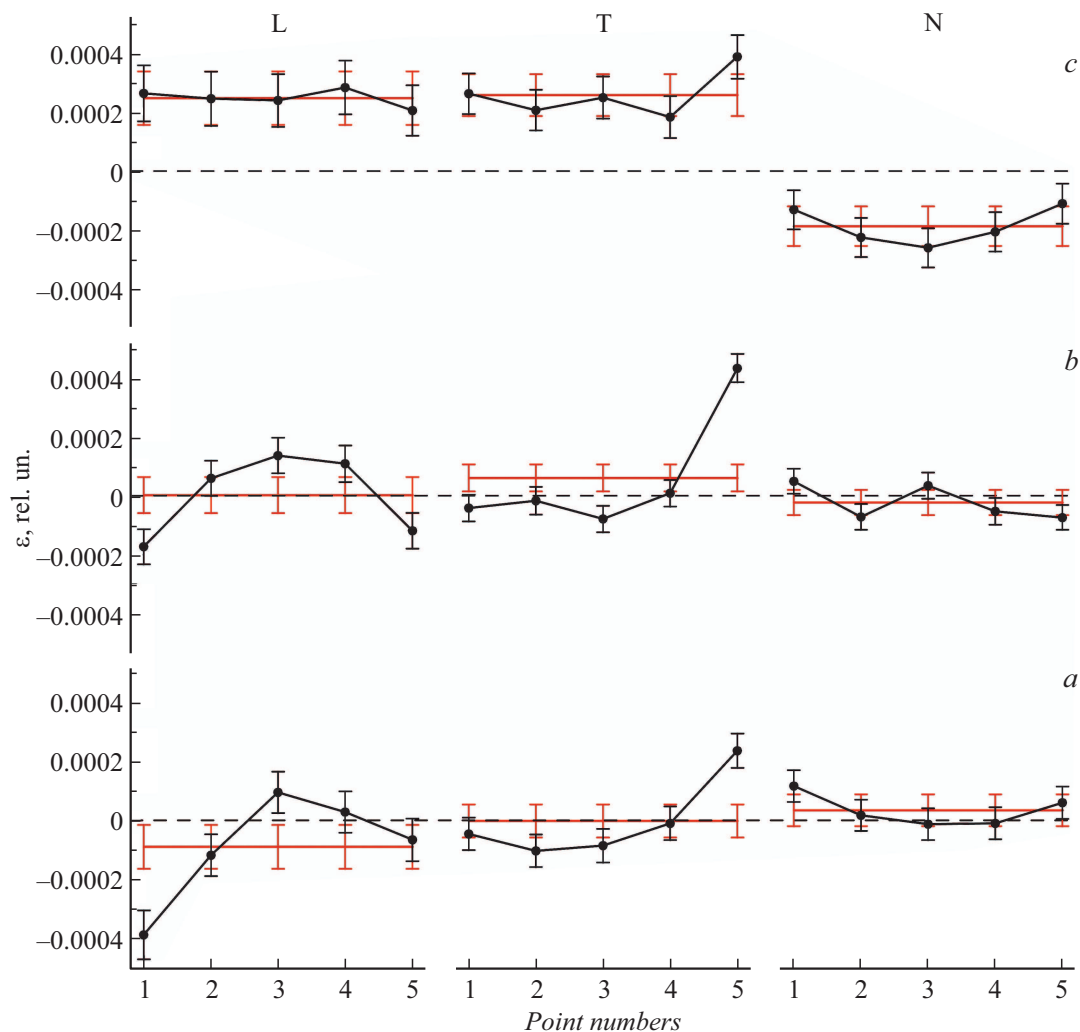
тензора остаточных напряжений:

$$\sigma_i = E \frac{(1 - 2\nu)\varepsilon_i + \nu(\varepsilon_T + \varepsilon_N + \varepsilon_L)}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}, \tag{2}$$

где  $E$  — модуль Юнга,  $\nu$  — коэффициент Пуассона,  $i = L, T, N$ . Для стали AISI 310S  $E = 200$  GPa и  $\nu = 0.27$  [6].

Эксперименты были выполнены на двух образцах. Один изготовлен из полированной ленты — исходной ленты AISI 310S [4], прошедшей несколько циклов механической полировки при комнатной температуре с использованием в качестве абразива оксида алюминия с дисперсностью частиц 1 и 0.3  $\mu\text{m}$ . В результате толщина ленты уменьшилась на 2–3  $\mu\text{m}$ , что несущественно для нейтронного эксперимента. Другой образец изготовлен из ленты с нанесенным текстурированным слоем YSZ. Нанесение проводилось на полированную ленту по технологии ABAD [2] при температуре 50°C в течение 72 h, толщина слоя YSZ составила 2.1  $\mu\text{m}$ . Слой YSZ такой толщины невидим для нейтронов.

Образцы представляли собой пакеты из лент (рис. 2), изготовленные аналогично [4]. Единый кусок ленты разрезался на несколько сегментов одинаковой длины, которые последовательно укладывались друг на друга



**Рис. 3.** Относительные деформации  $\varepsilon$  в исходной ленте [4] (a), полированной ленте AISI 310S (b), ленте с YSZ слоем (c) в пяти точках по ширине (см. рис. 2) в L-, T- и N-направлениях. Символы, для наглядности соединенные линиями, соответствуют экспериментальным значениям, с соответствующими ошибками. Горизонтальными красными линиями (в on-line версии) с нанесенными ошибками обозначены средние значения деформаций ( $\varepsilon$ ) в каждом из направлений, штриховые линии показывают нулевое значение.

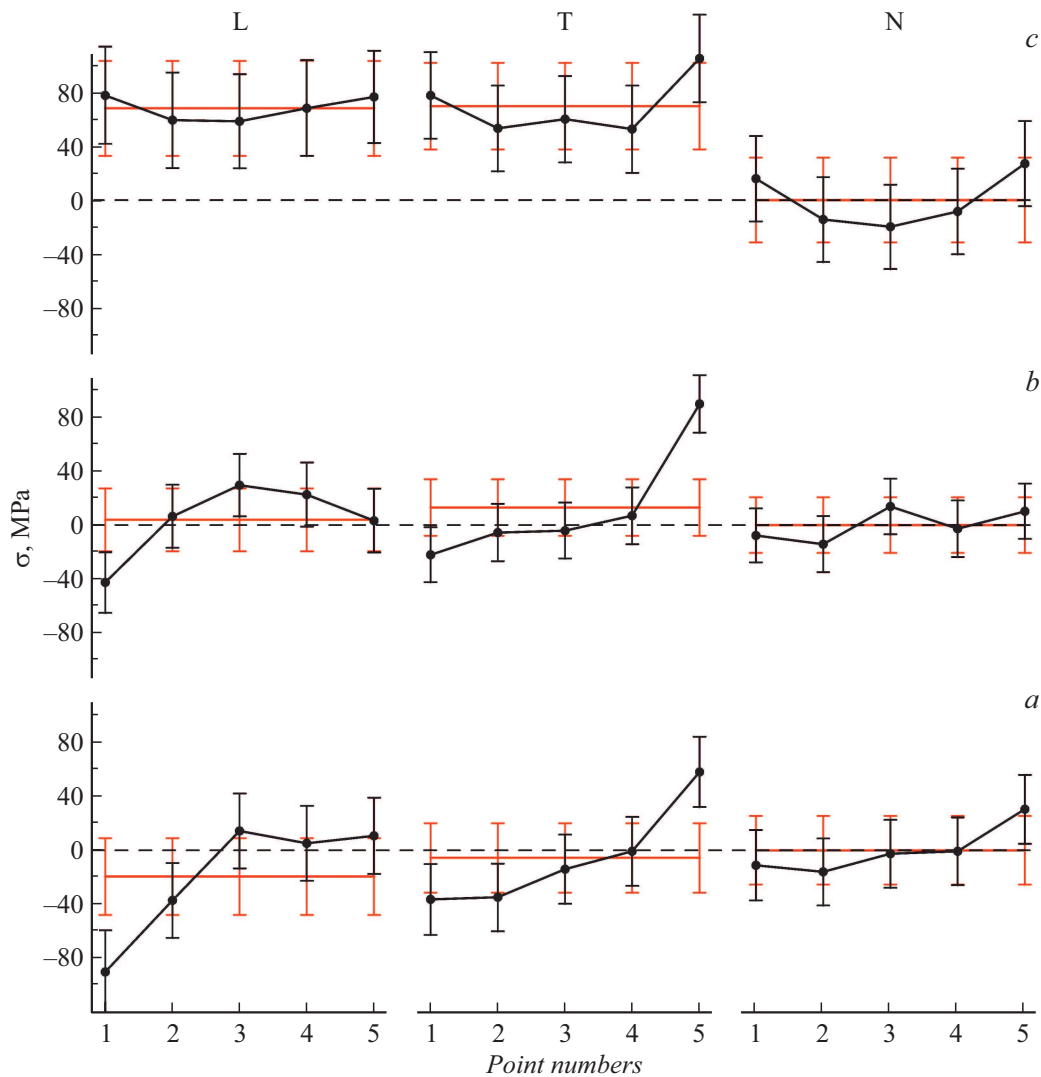
с сохранением ориентации относительно направления прокатки, после чего сборка фиксировалась в алюминиевом корпусе. Измерения проводились так же, как в [4], через слой алюминия в пяти точках по ширине ленты, расположенных посередине длины и толщины образцов. На падающем и отраженном пучке нейтронов использовались кадмиевые щели шириной 0.5 mm и высотой 2 mm при измерении T- и N-компонент деформации и 0.5 mm при измерении L-компоненты.

Определение относительных деформаций и остаточных напряжений проводилось так же, как в [4]. Относительные деформации рассчитывались на основе измеренных значений межплоскостных расстояний  $d$  для плоскостей {113}. Значение  $d_0$  для недеформированного состояния было получено путем расчета в рамках общепринятой модели для тонкой пластины [7] в предположении  $\langle \sigma_N \rangle = 0$ . Для всех образцов значения  $d_0$

совпали в пределах ошибки:  $d_0 = 1.083522 \pm 0.000030 \text{ \AA}$  для исходной ленты [4],  $d_0 = 1.083490 \pm 0.000030 \text{ \AA}$  для полированной ленты и  $d_0 = 1.083540 \pm 0.000051 \text{ \AA}$  для ленты с YSZ-слоем. С использованием соответствующих значений  $d_0$  по формулам (1) и (2) были определены относительные деформации  $\varepsilon$  (рис. 3) и остаточные напряжения  $\sigma$  (рис. 4).

## 2. Результаты и обсуждение

Между исходной и полированной лентами нет существенных различий в распределении внутренних деформаций и остаточных напряжений, в основном они находятся в пределах или на уровне ошибок (рис. 3, a, b и 4, a, b). В то же время имеется несколько заслуживающих внимания деталей.



**Рис. 4.** Остаточные напряжения  $\sigma$  в исходной ленте [4] (a), полированной ленте AISI 310S (b), ленте с YSZ-слоем (c) в пяти точках по ширине (см. рис. 2) в L-, T- и N-направлениях. Символы, для наглядности соединенные линиями, соответствуют экспериментальным значениям с соответствующими ошибками. Горизонтальными красными линиями (в on-line версии) с нанесенными ошибками обозначены средние значения остаточных напряжений  $\langle \sigma \rangle$  в каждом из направлений, штриховые линии показывают нулевое значение.

По сравнению с исходной лентой в полированной ленте средние деформации в плоскости  $\langle \varepsilon_L \rangle$  и  $\langle \varepsilon_T \rangle$  немного подросли, а перпендикулярно плоскости  $\langle \varepsilon_N \rangle$  — уменьшились (см. горизонтальные красные линии (в on-line версии) на рис. 3). Аналогичная картина наблюдается для остаточных напряжений (рис. 4) с тем отличием, что нормальное напряжение  $\langle \varepsilon_N \rangle$  исходно принято равным нулю. Эти изменения указывают на растяжение ленты в плоскости прокатки. Кроме того, в полированной ленте в продольном направлении (L) разница остаточных напряжений на противоположных краях (между точками 1 и 5 на рис. 4) сократилась вдвое, до  $50 \pm 45$  МПа (против  $100 \pm 60$  МПа в исходной ленте), что свидетельствует об уменьшении серповидной деформации [4]. Оба эффекта естественно объясняются спецификой процесса поли-

ровки. (Полировка осуществляется путем продольно-поперечного механического воздействия полировальной головки на ленту, намотанную на барабан; при этом прижимное давление головки на ленту и натяжение ленты на барабане имеют конечные значения и задаются в начале процесса.)

Другим результатом полировки является удаление заусенцев на краях исходной ленты [4], на что указывает сглаживание связанной с ними избыточной деформации  $\varepsilon_N$  на краях (в точках 1 и 5 на рис. 3, a, b).

Картина радикально меняется после нанесения слоя YSZ. Продольная (L) и поперечная (T) компоненты деформаций (рис. 3, c) и остаточных напряжений (рис. 4, c) выравниваются по ширине ленты и принимают одинаковые средние положительные значе-

ния  $\langle \varepsilon_L \rangle = \langle \varepsilon_T \rangle = +0.00025 \pm 0.00008$  и  $\langle \sigma_L \rangle = \langle \sigma_T \rangle = +70 \pm 35$  МПа, при этом нормальная деформация становится отрицательной  $\langle \varepsilon_N \rangle = -0.00019 \pm 0.00007$ . Такое распределение деформаций и остаточных напряжений свидетельствует об однородном изотропном растяжении ленты в плоскости прокатки. В результате растяжения изначальная серповидность ленты сильно сглаживается, однако полностью не исчезает, на что указывает сохранение повышенной поперечной деформации  $\varepsilon_T$  и напряжения  $\sigma_T$  на краю (в точке 5 на рис. 3 и 4). Заслуживает внимания распределение по ширине ленты нормальной деформации  $\varepsilon_N$  (рис. 3, *c*) и остаточного напряжения  $\sigma_N$  (рис. 4, *c*). Видно, что на краях лента несколько растянута по сравнению с центральной частью. Менее выраженная похожая особенность наблюдается также в продольном (L) и поперечном (T) направлениях. Повышенное растяжение ленты на краях вызвано теми же причинами, что и ее общее растяжение, с поправкой на „краевой эффект“ (см. ниже).

Ответ на вопрос о причинах плоскостного растяжения ленты после нанесения слоя YSZ может быть получен в рамках следующей модели [8]. Если напряженную пленку, сжатую или растянутую, нанести на ненапряженную подложку, то при отсутствии внешних сил релаксация напряжений в пленке создаст в подложке упругие напряжения противоположного знака и приведет к искривлению подложки. В результате установится баланс сил, который зависит от соотношения толщин пленки и подложки. Поскольку лента с YSZ-слоем свободна от внешних сил, естественно предположить, что ее растяжение вызвано релаксацией двухосного (как в пленке) однородного изотропного (как внутри ленты) сжимающего напряжения, действующего на поверхности со стороны слоя YSZ.

Полная толщина ленты с YSZ-слоем составляет около  $100 \mu\text{m}$ , из которых только  $2 \mu\text{m}$  приходится на слой YSZ. Упругие характеристики стали AISI 310S ( $E = 200$  ГПа и  $\nu = 0.27$  [6]) и керамики YSZ ( $E \approx 200$  ГПа и  $\nu = 0.26$  [8,9]) похожи. Если бы сжимающие напряжения существовали только в слое YSZ, то, как следует из баланса сил, для создания в ленте среднего напряжения  $\langle \sigma_{L,T} \rangle = +70$  МПа они должны были бы составлять  $-3430$  МПа. В то же время в действительности остаточные сжимающие напряжения в слое YSZ, определенные экспериментально для похожей ленты (слой YSZ толщиной  $1 \mu\text{m}$  нанесен методом IBAD на ленту из хастеллоя толщиной  $100 \mu\text{m}$ ), на порядок меньше,  $-365 \pm 41$  МПа [9].

Примиришь эти два факта — наличие растягивающих напряжений  $+70$  МПа внутри стальной ленты и сжимающих напряжений порядка  $-400$  МПа в слое YSZ — можно, если предположить, что сжимающие напряжения действуют не только в слое YSZ, но также в прилегающем к нему поверхностном слое стальной ленты. Для такого предположения имеются физические основания. В процессе осаждения слоя YSZ методом ABAD (IBAD)

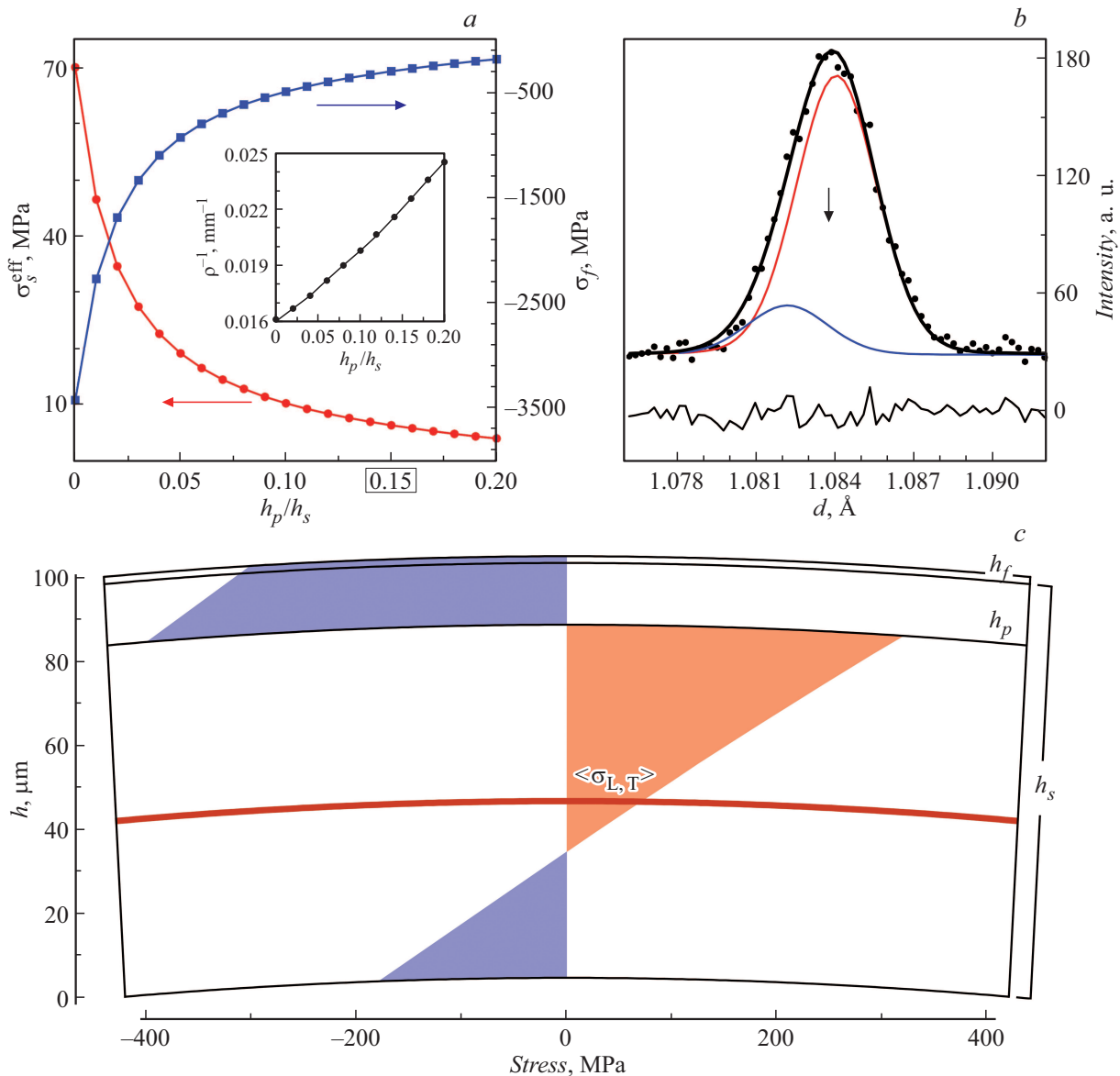
поверхность ленты подвергается длительной интенсивной бомбардировке потоком энергичных ионов и атомов [2]. В результате ионно-атомного упрочнения [10] поверхностный слой ленты может пластически деформироваться (чему способствует низкий предел текучести стали AISI 310S, меньше  $350$  МПа [6]) и подвергнуться сжатию [11]. Между прочим, поверхностное сжатие ленты может быть одной из причин повышенного уровня остаточных напряжений в слое YSZ, отмеченного в [9].

Мы рассчитали распределение напряжений в ленте в зависимости от толщины сжатого слоя (рис. 5), используя формулы для пленки произвольной толщины [8]. В качестве „пленки“ выступал сжатый слой, состоящий из слоя YSZ и прилегающего слоя стальной ленты (будем называть его пластически деформированный), который рассматривался как единый из-за сходства упругих характеристик YSZ и AISI 310S. „Подложкой“ была оставшаяся часть ленты (пластически недеформированная). Среднее напряжение в ней было принято равным экспериментальному значению  $\langle \sigma_{L,T} \rangle = +70$  МПа. Граница между „пленкой“ и „подложкой“ предполагалась бесконечно тонкой и в расчетах не участвовала: распределение пластической деформации описывалось ступенчатой функцией (возможный реальный профиль пластически деформированного слоя обсуждается в [11]). Полная толщина „подложки с пленкой“ составляла  $100 \mu\text{m}$ .

Как и ожидалось, с увеличением толщины пластически деформированного слоя эффективное растягивающее напряжение в ленте (среднее напряжение, рассчитанное с его учетом) быстро уменьшается (рис. 5, *a*). Сжимающее напряжение в слое YSZ также уменьшается и пересекает отметку  $-400$  МПа при толщине пластически деформированного слоя чуть больше 10% толщины ленты. При этом на границе „пленка–подложка“ (рис. 5, *c*) наведенное растягивающее напряжение составляет примерно  $+315$  МПа и находится ниже предела упругости ленты AISI 310S (измеренное значение  $370 \pm 20$  МПа).

Влияет ли пластически деформированный слой на положение дифракционных отражений, по которым определялась относительная деформация? Для ответа на этот вопрос мы подогнали экспериментальный профиль дифракционной линии {113}, предположив, что пластически деформированный слой составляет 15% от толщины ленты (рис. 5, *b*). По сравнению с нулевым слоем сдвиг центра тяжести линии составил 0.005%, в два раза меньше ошибки определения. Следовательно, пластически деформированный слой практически невидим в эксперименте, и использование среднего значения  $\langle \sigma_{L,T} \rangle = +70 \pm 35$  МПа для основной, пластически недеформированной части ленты (рис. 5, *c*) можно считать обоснованным.

Кривизна ленты, вызванная релаксацией сжимающих напряжений, быстро растет с увеличением толщины пластически деформированного слоя (вставка на рис. 5, *a*). При толщине 15% от толщины ленты она составляет  $0.022 \text{ mm}^{-1}$ , что соответствует радиусу кривизны



**Рис. 5.** К определению упругих (остаточных) напряжений в ленте AISI 310S с нанесенным YSZ-слоем (пояснения в тексте). *a* — зависимость эффективного напряжения в ленте ( $\sigma_s^{\text{eff}}$ ) и напряжения в слое YSZ ( $\sigma_f$ ) от отношения толщины пластически деформированного слоя на поверхности ленты ( $h_p$ ) к полной толщине ленты ( $h_s$ ). На вставке — изменение кривизны ленты,  $\rho$  — радиус кривизны. Отмечено значение  $h_p/h_s = 0.15$ , для которого приведены следующие иллюстрации: *b* — экспериментальный (символы) и подогнанный (черная сплошная линия) профиль дифракционной линии {113} (составляющие подогнанного профиля показаны красной и синей линиями (в on-line версии)), ниже — разностная кривая. В качестве экспериментального профиля взят усредненный профиль дифракционных линий, по которым определялась поперечная деформация в ленте (компонента  $T$  на рис. 3, *c*). Стрелкой отмечен центр тяжести линии, соответствующий межплоскостному расстоянию  $d_{\{113\}}$ ; толщина стрелки соответствует ошибке его определения; *c* — распределение упругих напряжений по толщине  $h$ ,  $h_f$  — толщина слоя YSZ. Жирной красной линией (в on-line версии) показана средняя линия основной, пластически недеформированной области ленты,  $h_s - h_p$ , на которой достигается напряжение  $\langle \sigma_{L,T} \rangle = +70$  МПа. Все обозначения на рисунке, показанные красным и синим цветом (в on-line версии), относятся к растягивающим (+) и сжимающим (−) напряжениям соответственно.

$\rho = 45.5$  mm и прогибу примерно 1 μm на ширине ленты 4 mm. Рассчитанный радиус неплохо согласуется с реальным значением, около 50 mm.

Наконец, отмеченное ранее усиление растяжения ленты к краям (рис. 4, *c*) можно объяснить так называемым „красным эффектом“ — повышенной концентра-

цией напряжений вблизи краев „пленки“ [8]. Рассмотрение этого эффекта, равно как эффектов на границе „пленка–подложка“, выходит за рамки настоящей работы. Подробное изложение этих вопросов, напрямую связанных с деламинацией ленты, можно найти в [8].



## Заключение

1. С помощью дифракции нейтронов определены остаточные напряжения в несущей ленте из нержавеющей стали AISI 310S толщиной  $100\ \mu\text{m}$  и шириной  $4\ \text{mm}$  на этапе нанесения буферного слоя YSZ с использованием метода ABAD при изготовлении ВТСП-2 провода. Найдено распределение по ширине ленты продольных, поперечных и нормальных напряжений.

2. Механическая полировка слабо влияет на распределение остаточных напряжений. Она приводит к небольшому растяжению ленты в плоскости прокатки и слегка уменьшает ее изначальную серповидность.

3. Нанесение слоя YSZ вызывает появление в плоскости ленты однородного изотропного растягивающего напряжения  $70\ \text{MPa}$ , которое заметно сглаживает серповидную деформацию.

4. Рассмотрена модель и выполнены расчеты, количественно объясняющие появление растягивающих напряжений в ленте после нанесения слоя YSZ. Показано, что они возникают в результате релаксации сжимающих напряжений, действующих на поверхности ленты в слое, в несколько раз превышающем толщину слоя YSZ. Сделано предположение, что сжимающие напряжения на поверхности ленты вызваны ее пластической деформацией в процессе нанесения YSZ.

## Благодарности

Авторы признательны А.В. Кривых за предоставленные данные по механическим свойствам ленты AISI 310S.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] E.P. Krasnoperov, V.V. Guryev, S.V. Shavkin, V.E. Krylov, V.V. Sychugov, V.S. Korotkov, A.V. Ovcharov, P.V. Volkov. *J. Engineer. Sci. Technol. Rev.*, **12** (1), 104 (2019). DOI:10.25103/jestr.121.12
- [2] A. Usoskin, L. Kirchhoff. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, **1150**, Art. N 1150-RR05-02 (2009). DOI:10.1557/PROC-1150-RR05-02
- [3] A. Rutt, Th. Schneider, L. Kirchhoff, F. Hofacker, A. Hessler, O. Svistunova, V. Kruglov, R. Dietrich, A. Usoskin. *IEEE Transactions Appl. Superconductivity*, **26** (3), 1 (2016). DOI:10.1109/TASC.2016.2536799
- [4] И.Д. Карпов, А.В. Иродова, В.С. Круглов, С.В. Шавкин, В.Т. Эм. *ЖТФ*, **90** (7), 1095 (2020). DOI: 10.21883/JTF.2021.12.51761.169-21 [I.D. Karpov, A.V. Irodov, V.S. Kruglov, S.V. Shavkin, V.T. Em. *Tech. Phys.*, **65** (7), 1051 (2020). DOI: 10.1134/S1063784220070063].
- [5] V.T. Em, I.D. Karpov, V.A. Somenkov, V.P. Glazkov, A.M. Bagalurov, V.V. Sumin, P. Mikula, J. Saroun. *Physica B: Condens. Matter*, **551**, 413 (2018). DOI: 10.1016/j.physb.2018.02.042
- [6] AISI 310S (S31008) Stainless Steel. [Электронный ресурс] URL: <https://www.makeitfrom.com/material-properties/AISI-310S-S31008-Stainless-Steel>
- [7] В.Г. Зубчанинов. *Основы теории упругости и пластичности* (Высшая школа, М., 1990)
- [8] L.B. Freund, S. Suresh. *Thin Film Materials. Stress, Defect Formation and Surface Evolution* (Cambridge University Press, NY., 2004)
- [9] J.H. Cheon, P.S. Shankar, J.P. Singh. *Supercond. Sci. Technol.*, **18**, 142 (2005). DOI: 10.1088/0953-2048/18/1/022
- [10] Peening atomic. [Электронный ресурс] URL: [https://chempedia.info/info/atomic\\_peening/](https://chempedia.info/info/atomic_peening/)
- [11] I.C. Noyan, J.B. Cohen. *Residual Stress. Measurement by Diffraction and Interpretation* (Springer-Verlag, NY., 1987)