

ЗАВИСИМОСТЬ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ И МОДУЛЯ СДВИГА НИОБИЙ-ТИТАНОВОГО СПЛАВА ОТ РАЗЛИЧНЫХ ВИДОВ МЕХАНИКО-ТЕРМИЧЕСКИХ ОБРАБОТОК

Л.А. Чиркина, М.Б. Лазарева, Г.Е. Сторожилев, В.С. Оковит, Н.Ф. Андриевская, В.И. Соколенко, В.В. Калиновский, Т.Ю. Рудычева

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», Харьков, Украина

E-mail: mlazareva@kipt.kharkov.ua

Изучено влияние различных видов механико-термических обработок (МТО), отличающихся эпюрами напряжений, величиной и температурой деформации, на субструктуру, степень распада β -твердого раствора и модуль сдвига сплава НТ-50. Установлено, что из рассмотренных в данной работе МТО максимальное измельчение субструктуры, эффективность распада β -твердого раствора, а также наибольшее увеличение модуля сдвига по сравнению с исходным состоянием реализуются при многоцикловой, разнонаправленной деформации (РНД) при 400 °С с последующей экструзией при 400 °С и волочением при 20 °С до суммарной степени деформации $e = 22,2$.

PACS: 62.20; 62.40; 81.40

ВВЕДЕНИЕ

Сверхпроводники на основе Nb-Ti-сплавов обладают сочетанием таких важных функциональных свойств, как высокие критические токи; прочность; пластичность; сопротивление изгибу, кручению и др. [1]. Это определяет целесообразность дальнейших разработок механико-термических воздействий с использованием интенсивных пластических деформаций (ИПД), позволяющих получать наноструктурное состояние материала с высокими сверхпроводящими характеристиками [2].

Для формирования высокодисперсных структур в Nb-Ti-сплавах применяют ИПД в виде интенсивной, многоцикловой, разнонаправленной деформации (РНД) путем «осадки–выдавливания» [3]. Использование РНД в сочетании с последующими механико-термическими обработками (МТО) позволило изготовить Nb-Ti-сверхпроводники с рекордными уровнями токнесущей способности ($\sim 4,1 \cdot 10^5$ А/см² в поле 5 Тл) [4, 5]. Высокие сверхпроводящие характеристики достигаются за счёт образования мелкодисперсных, равномерно распределённых частиц α -Ti-фазы, возникающих при диффузионном распаде пересыщенного β -твердого раствора в процессе отжига деформированных Nb-Ti-сплавов [6, 7]. Полнота и кинетика распада β -фазы в значительной степени зависят от концентрации титана в Nb-Ti-сплавах, температуры, вида и степени используемых ИПД, а также от режимов и комбинаций термообработок [8-12].

В данной работе проведено изучение субструктуры и модуля сдвига Nb-Ti-сплава, изготовленного по различным технологическим схемам, включающим РНД при разных температурах, экструзию, волочение и их сочетание.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Материалом исследования был сплав НТ-50 (Nb-48,5 вес.%Ti), полученный методом дуговой гарниссажной плавки. Исходными компонентами сплава были титан губчатый марки ТГ-105 и ниобий

электронно-лучевой плавки НЭ-2. Содержание основных примесей не превышало: С < 0,04; N < 0,003; O < 0,005; Fe < 0,06 вес.%.

Обработка методом РНД состояла 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 матрицу диаметром 20 мм. Величина истинной деформации за 1 цикл составляла 1,6. В данной работе число циклов РНД равнялось 10.

Важно отметить, что спецификой РНД является осуществление деформации с высокими давлениями ($P \sim 14$ кбар) при осадке материала в замкнутом контейнере. При таких условиях деформирования в материале создаются особые эпюры напряжений [5, 11–13], которые могут существенно влиять на энергетические и геометрические 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 отсутствуют напряжения, возникающие в условиях высоких давлений в замкнутом контейнере, а деформация при этом виде нагружения приводит к развитию пластической деформации металлов и сплавов по классическим законам [14].

В работе исследовался сплав НТ-50 в пяти структурных состояниях, полученных при различных МТО, отличающихся температурами термообработки, степенью истинной деформации и конечной субструктурой (табл. 1).

Структура и свойства сплава НТ-50 после всех видов МТО изучались путем проведения металлографических, электронно-микроскопических исследований и измерений температурных зависимостей модуля сдвига (G).

Характеристики режимов МТО, параметры обработки и размеры субструктуры Nb-Ti-сплава

Номер режимов МТО	Вид МТО	Параметры МТО			Средний размер субзерен, нм
		Температура, °С	Степень истинной деформации, ϵ		
			позтапная	суммарная	
1	Отжиг 3 ч	800	–	–	$20 \cdot 10^3$
2	Экструзия + волочение	400	2,2	6,2	220
		20	4,0		
3	10 РНД	400	16	16	180
4	10 РНД+ экструзия + волочение	400	16	22,2	90
		400	2,2		
5	10 РНД + экструзия + волочение	20	16	22,2	100
		400	2,2		
		20	4,0		

Металлографические исследования выполняли на микроскопе ММР-4. Электронно-микроскопические исследования образцов проводили на электронном микроскопе TESLA-BS 613. Параметры субструктуры вычисляли путем статистической обработки металлографических и электронно-микроскопических снимков.

Температурные зависимости модуля сдвига (G) в области 20...400 °С определяли на образцах ниобий-титанового сплава диаметром 0,8 мм и длиной 30 мм. Измерения проводили на установке типа обратного крутильного маятника [15] на частоте 0,2 Гц в области амплитудонезависимого внутреннего трения с амплитудой крутильных колебаний $\gamma = 2,0 \cdot 10^{-5}$ в вакууме $\sim 10^{-5}$ Торр. Изменения модуля сдвига (ΔG) после проведенных режимов МТО рассчитываются исходя из выражения:

$$\Delta G = \frac{(G_{МТО} - G_{исх})}{G_{исх}} 100\%,$$

где $G_{исх}$ и $G_{МТО}$ – значения модуля сдвига в исходном отожженном состоянии и после МТО соответственно.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОБСУЖДЕНИЕ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЙ СУБСТРУКТУРЫ

Исходное состояние сплава НТ-50 (режим 1) – поликристаллическое, со средним размером зерен ~ 20 мкм.

На рис. 1 показана электронно-микроскопическая субструктура образцов, прошедших различные виды МТО.

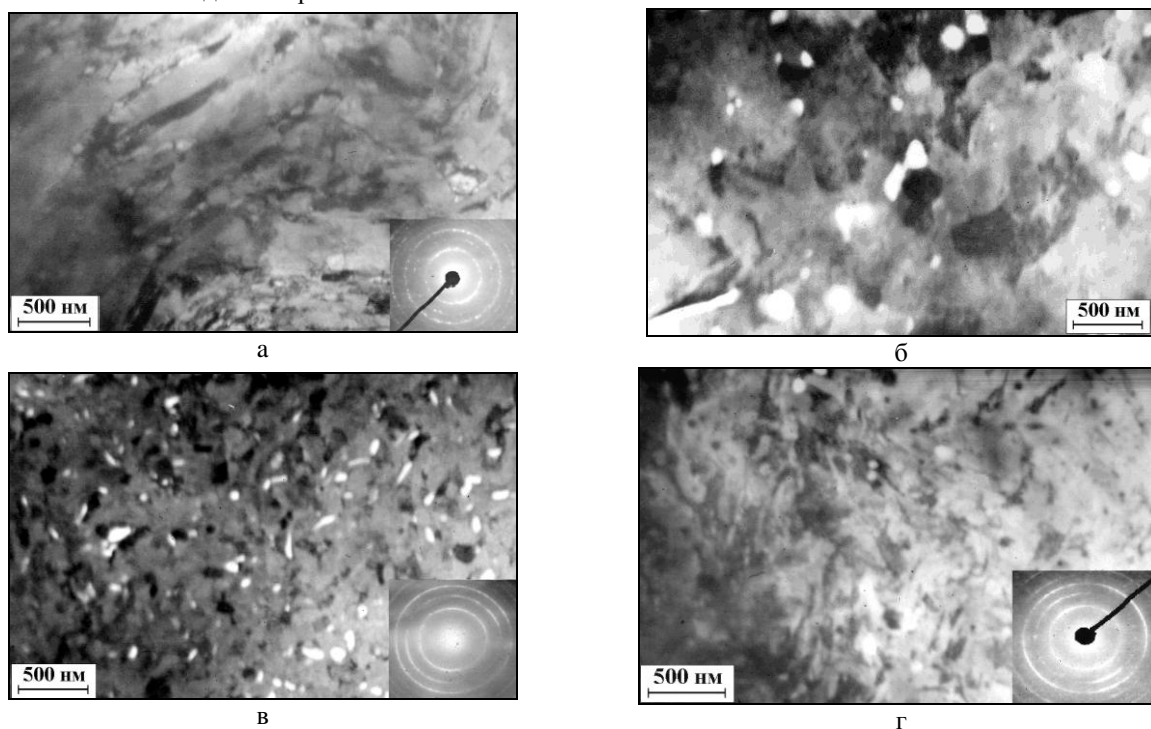


Рис. 1. Электронно-микроскопическая субструктура сплава НТ-50 после различных режимов МТО (а, б, в, г – режимы 2, 3, 4, 5, см. табл. 1)

Для структуры, образовавшейся в образцах после экструзии и волочения (2-й режим МТО), характерна неоднородность размеров субзерен (от 100 до 600 нм) (см. рис. 1,а). На снимке видны деформационные полосы, фрагментация в которых прошла с разной степенью активности, в некоторых участках выявляются ячейки больших размеров с широкими границами. Частицы α -Ti-фазы после этого режима МТО не наблюдаются, т. е. сплав остается однофазным.

В образцах после 10 циклов РНД при 400 °С (3-й режим МТО) наблюдается двухфазное (β -твердый раствор и частицы α -Ti-фазы) субмикроструктурное состояние со средним размером субзерен \sim 180 нм (см. рис. 1,б, табл. 1), количество выделившейся α -Ti-фазы по данным электронной микроскопии составляет 3,8 вес.% (табл. 2).

Характерными особенностями субструктуры, наблюдаемыми в образцах с применением 10 циклов РНД при температуре 400 °С с последующими деформациями экструзией при 400 °С и волочением при 20 °С (режим 4), являются более активный диффузионный распад неравновесного твердого раствора Nb-Ti-сплава и создание нанокристаллической субзеренной структуры с

неравновесным состоянием границ раздела. В результате такой МТО создается двухфазное нанокристаллическое состояние с субзернами размером \sim 90 нм и выделениями α -Ti-фазы размером \sim 60 нм (см. рис. 1,в; табл. 1). Частицы α -Ti-фазы выделяются по границам зерен, их весовая доля \sim 4,5 % и плотность \sim $1,6 \cdot 10^9$ 1/см² (табл. 2).

Так же, как и в случае 4-го режима МТО, в образцах после 5-го режима МТО получена высокооднородная, нанокристаллическая субструктура с размером субзерен \sim 100 нм (см. рис. 1,г; табл. 1). Незначительное количество α -фазы (\sim 1 вес.%) при этом режиме деформирования, в отличие от 2-го режима МТО, связано с проведением экструзии при 400 °С (30 мин) образца, находящегося в неравновесном состоянии, созданном предварительной многоцикловой обработкой путем РНД при 20 °С (см. табл. 2).

Из приведенных электронно-микроскопических данных следует, что наименьший размер субзерен и выделение максимального количества α -Ti-фазы реализуются при режиме №4, когда РНД и последующая экструзия осуществляются при 400 °С (см. табл. 1 и 2)

Таблица 2

Модуль сдвига, содержание Ti в β -фазе и количество выделившейся α -Ti-фазы после различных режимов МТО

Номер режимов МТО	G, кг/мм ²	ΔG , %	Количество Ti в β -фазе, вес.%	Количество α -Ti-фазы, определенной:	
				по изменению G, вес.%	по данным электр. микр., вес.%
1	2900		48,5	0	0
2	2500	-13,8	48,5	0	0
3	3280	13,1	44,9	3,6	3,8
4	3370	16,2	44,1	4,4	4,5
4+отж. 400 °С (3 ч)	3517	21,3	42,7	5,8	–
5	2970	2,4	47,8	0,7	1,0
5+отж. 400 °С (3 ч)	3150	8,6	46,1	2,4	–

ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ МОДУЛЯ СДВИГА

Рассмотрим, как структурное состояние сплава влияет на температурные зависимости модуля сдвига. На рис. 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), отличающимся видами, величиной и температурой деформации, что приводит к различной дефектности кристаллической решетки и степени распада β -твердого раствора ниобий-титанового сплава. Обращают на себя внимание разные величины модуля сдвига для всех исследуемых состояний сплава. Видно, 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 [16, 17], что деформационные дефекты в металлах и сплавах вызывают снижение модуля сдвига по сравнению с исходным состоянием (см. рис. 2, кривая 1), что наблюдается в данной работе

после деформации сплава путем экструзии и волочения по режиму №2 (см. рис. 2, кривая 2, табл. 2).

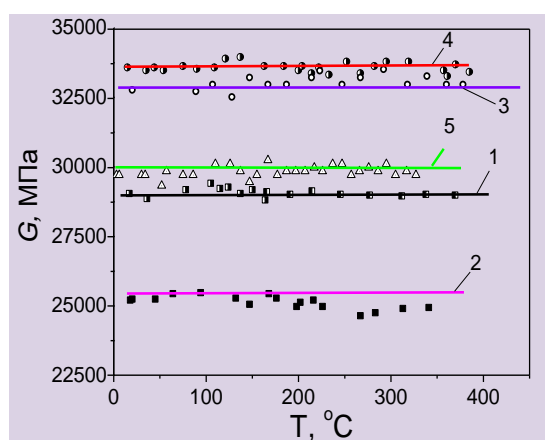


Рис. 2. Температурные зависимости модуля сдвига сплава НТ-50 в исходном состоянии (режим 1, кривая 1) и деформированного по режимам 2–5 (кривые 2–5)

Повышение модуля сдвига для НТ-50 после 3–5 режимов МТО (см. рис. 2, кривые 3–5; табл. 2) может быть следствием зависимости величины модуля сдвига в ниобий-титановых сплавах от соотношения количества титана и ниобия в β -твердом растворе [18, 19]. Согласно [18], для Nb-Ti-сплавов в области концентраций 30...60 вес.%Nb существует прямая линейная зависимость величины модуля сдвига от содержания Nb в β -твердом растворе (рис. 3).

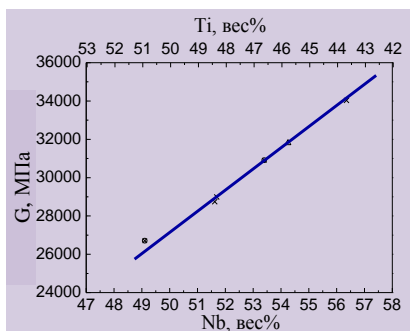


Рис. 3. Зависимость модуля сдвига от соотношения содержания Nb и Ti в Nb-Ti-сплавах

Наблюдаемый рост модуля сдвига на 16,2; 13,1 и 2,4% после 4, 3 и 5-го режимов МТО по сравнению с исходным состоянием, с учетом данных рис. 2 и 3, может быть обусловлен увеличением процентного содержания Nb в β -твердом растворе из-за выпадения 4,4; 3,6 и 0,7% α -Ti-фазы соответственно в процессе РНД и экструзии при 400 °С (см. табл. 2). Полученные по измерениям модуля сдвига количественные данные о выпадении α -Ti-фазы после различных режимов МТО хорошо коррелируют с объемным содержанием частиц α -Ti-фазы в сплаве, определенным в результате электронно-микроскопических исследований (см. табл. 2).

Дополнительный отжиг при 400 °С в течение 3 ч образцов, прошедших МТО по режимам №4 и 5, еще больше увеличивает модуль сдвига сплава, что соответствует суммарному выпадению α -Ti-фазы до 5,8 и 2,4% соответственно (см. табл. 2).

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

Самая обедненная титаном β -фаза формируется после МТО по режиму 4, в процессе которого по данным измерения модуля сдвига выпало 4,4 вес.%Ti, что соответствует составу β -фазы Nb-44,1 вес.%Ti. После дополнительного отжига при 400 °С в течение 3 ч химический состав β -твердого раствора составляет Nb-42,7 вес.%Ti, так как после такого отжига суммарное выпадение α -Ti-фазы составляет 5,8 вес.% (см. табл. 2).

После 5 режима МТО и последующего отжига при 400 °С в течение 3 ч химический состав β -фазы

сплава НТ-50 соответствует 46,1 вес.%Ti, так как общее количество α -Ti-фазы, выделившейся из β -фазы при таком режиме МТО и дополнительном отжиге, составляет 2,4 вес.%Ti (см. табл. 2).

После 3 режима МТО без дополнительного отжига химический состав β -фазы равен 44,9 вес.%Ti, так как по данным измерения модуля сдвига при этом режиме выпало 3,6 вес.% α -Ti-фазы.

Уменьшение содержания титана в β -фазе может быть одной из причин целесообразности проведения повторных интенсивных деформаций ниобий-титанового сплава с целью увеличения внутренних напряжений в сплаве для стимуляции дальнейшего выпадения α -Ti-фазы в процессе последующего отжига при температуре интенсивного распада β -фазы, приводящего к повышению сверхпроводящих характеристик ниобий-титанового сплава, что подтверждается результатами работ [5, 12, 20].

Как следует из приведенных результатов экспериментальных исследований, наиболее интенсивное развитие процессов выпадения α -Ti-фазы из β -твердого раствора и измельчение субструктуры ниобий-титанового сплава наблюдаются в процессе деформации в закрытом контейнере под давлением ~ 14 кбар при температуре активного распада β -твердого раствора, что соответствует режимам №3 и 4 (см. табл. 2).

При отсутствии деформации в условиях высоких давлений в закрытом объеме при 400 °С (режим 2) процесс распада β -твердого раствора не реализовался (см. табл. 2). Снижение модуля сдвига на 13,8% после обработки экструзией и волочением, по сравнению с величиной G для исходного состояния (см. рис. 2, кривые 2, 1 и табл. 2, режимы 2 и 1), свидетельствует о том, что доминирующим процессом при такой обработке является увеличение концентрации деформационных дефектов, а не распад β -твердого раствора.

Исходя из изложенного, следует, что для получения большего количества частиц α -Ti-фазы с целью повышения сверхпроводящих характеристик Nb-Ti-сплава наиболее оптимальным из рассмотренных в данной работе режимов МТО является режим 4: РНД при 400 °С + экструзия при 400 °С + волочение при 20 °С с общей величиной истинной деформации $e = 22,2$ и с последующими отжигами при 400 °С.

ВЫВОДЫ

1. Методами электронной микроскопии и внутреннего трения исследовано структурное состояние и степень распада β -твердого раствора Nb-48,5 вес.%Ti в зависимости от режимов МТО.

2. Показано, что при деформировании сплава НТ-50 путем экструзии при 400 °С (истинная деформация $e = 2,2$) и волочения при 20 °С (истинная деформация $e = 4,0$) происходит интенсивное накопление деформационных дефектов без распада β -твердого раствора, что приводит к уменьшению модуля сдвига.

3. Установлено, что при 10-кратной разнонаправленной деформации под большим давлением ($P \sim 14$ кбар) при 400°C создаются условия, вызывающие значительное измельчение субструктуры, увеличение количества выделившейся α -Ti-фазы и повышение модуля сдвига по сравнению с исходным состоянием.

4. Показана возможность точной оценки количества α -фазы, выпавшей из β -твёрдого раствора Nb-Ti-сплавов, после разных режимов МТО, путём определения величины модуля сдвига.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. С. Фонер, Б. Шварц. *Металловедение и технология сверхпроводящих материалов*. М.: «Металлургия», 1987, 559 с.
2. O.V. Chernyj, G.E. Storozhilov, G.F. Tikhinskij, V.F. Gogulya, V.L. Mette, Yu.A. Gulyajkin, G.A. Gaintsev, A.K.-S. Tsoraev, L.D. Bogdanova, Yu.A. Belozyorov. Production of Nb-Ti superconductors of a high critical current density // *Cryogenics*. 1992, v. 32, ICMC, Supplement, p. 601-604.
3. Патент Украины № 42487А от 15.10.2001. *Способ изготовления ниобий-титанового сверхпроводника* / О.В. Чёрный, Я.Д. Стародубов, О.И. Волчок, Г.Е. Сторожилов.
4. O.V. Chernyj, G.F. Tikhinskij, G.E. Storozhilov, M.B. Lazareva, L.A. Kornienko, N.F. Andrievskaya, V.V. Slezov, V.V. Sagalovich, Ya.D. Starodubov, S.I. Savchenko. Nb-Ti superconductors of a high current-carrying capacity // *Supercond. Sci. Tech.* 1991, v. 4, p. 318-323.
5. О.В. Чёрный. О разработках Nb-Ti-сверхпроводников с высокими значениями J_c , проводимых в НИЦ ХФТИ // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*, 1999, в. 1(9), с. 10-18.
6. P.J. Lee, D.C. Larbalestier. Niobium-titanium superconducting wires: nanostructures by extrusion and wire drawing // *Invited presentation at Interwire*. Atlanta, GA, May 16th, 2001, p. 1-8.
7. O.V. Chernyi, N.F. Andrievskaya, V.O. Ilcheva, G.E. Storozhilov, P.J. Lee, A.A. Squitieri. The Microstructure and Critical Current Density of Nb-48wt.%Ti Superconductor With Very High Alfa-Ti Precipitate Volume and Very High Critical Current // *Adv. Cryog. Eng.* 2002, v. 48B, p. 883-890.
8. Г.Н. Кадыкова. Особенности выделения α - и ω -фаз в холоднодеформированных сплавах Ti-Nb // *Изв. АН СССР. Металлы*. 1978, №3, с. 155-157.
9. В.М. Ажажа, Д.Г. Малыхин, Г.Е. Сторожилов, О.В. Чёрный. Рентгеновские исследования структурообразования при разнонаправленном деформировании Nb-Ti-сплава // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2007, №4(16), с. 58-62.
10. 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. Чёрный, Л.А. Чиркина. Влияние деформации волочением при 77 К на микроструктуру, критический ток и механические свойства сплава Nb-Ti // *ФНТ*. 1994, т. 20, №6, с. 595-599.
11. А.А. Галкин, В.И. Трефилов, В.П. Буряк, В.Н. Минаков, Е.В. Турцевич, А.И. Байков, Г.А. Корнеева, С.А. Фирстов. Влияние обработки высоким давлением на структуру и свойства сплава Nb-Ti // *Металлофизика*. 1977, в. 68, с. 55-60.
12. Н.Ф. Андриевская, В.С. Оковит, Т.Ю. Рудычева, М.П. Старолат, Г.Е. Сторожилов, М.А. Тихоновский, П.А. Хаймович, И.Н. Шаповал. Эволюция структуры и свойств сплава НТ-50 при больших пластических деформациях // *ФТВД*. 2009, т. 19, №2, с. 136-142.
13. Е.Д. Мартынов, В.И. Трефилов, С.А. Фирстов, Б.И. Береснев, Ю.И. Рябинин. Электронно-микроскопическое исследование хрома и молибдена, деформированных в условиях высокого давления // *ДАН СССР*. 1967, т. 176, №6, с. 1276-1277.
14. М.А. Штремель. *Прочность сплавов. Часть 1. Дефекты решетки*. М.: МИСИС, 1999, 384 с.
15. И.А. Гиндин, В.И. Коваленко, В.С. Оковит, Я.Д. Стародубов, Л.А. Чиркина. Установка для измерения низкочастотного внутреннего трения и модулей упругости в интервале 10...1100 К // *Зав. лаб.* 1970, №11, с. 1397-1399.
16. В.С. Постников. *Внутреннее трение в металлах*. М.: «Металлургия», 1974, 352 с.
17. М.Л. Бернштейн, В.А. Займовский. *Структура и механические свойства металлов*. М.: «Металлургия», 1970, 472 с.
18. С.С. Koch, D.S. Easton. A review of mechanical behaviour and stress effects in hard superconductors // *Cryogenics*. 1977, v. 17, N 7, p. 391-413.
19. L.A. Chirkina, O.I. Volchok, M.B. Lazareva, V.S. Okovit, G.E. Storozhilov. Control of the solid solution decay by heat treatments of deformed niobium-titanium alloys // *Functional materials*. 2013, v. 20, N 4, p. 489-493.
20. O.V. Chernyi, G.E. Storozhilov, N.F. Andrievskaya, V.O. Ilcheva. Influence of heat treatment strain parameters on the structure and J_c of Nb-48,5wt.% Ti superconductor // *IEEE Trans. on Appl. Superconductivity*. 2003, v. 13, N 2, p. 3366-3369.

Статья поступила в редакцию 08.07.2015 г.

ЗАЛЕЖНІСТЬ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СТАНУ ТА МОДУЛЯ ЗСУВУ НІОБІЙ-ТИТАНОВОГО СПЛАВУ ВІД РІЗНИХ ВИДІВ МЕХАНІКО-ТЕРМІЧНИХ ОБРОБОК

*Л.О. Чиркіна, М.Б. Лазарева, Г.Є. Сторожілов, В.С. Оковит, Н.Ф. Андрієвська,
В.І. Соколенко, В.В. Калиновський, Т.Ю. Рудичева*

Вивчено вплив різних видів механіко-термічних обробок (МТО), що відрізняються епюрами напруг, величиною і температурою деформації, на субструктуру, ступінь розпаду β -твердого розчину і модуль зсуву сплаву НТ-50. Встановлено, що з розглянутих у даній роботі МТО максимальне подрібнення субструктури, а також найбільше зростання модуля зсуву в порівнянні з вихідним станом реалізуються при багатоцикловій, різноспрямованій деформації (РСД) при 400 °С з подальшою екструзією при 400 °С і волочінням при 20 °С до сумарного ступеня деформації $e = 22,2$.

DEPENDENCE OF STRUCTURALLY-PHASE STATES AND THE SHEAR MODULUS OF NIOBIUM-TITANIUM ALLOYS FROM VARIOUS TYPES OF MECHANICAL AND HEAT TREATMENTS

*L.A. Chirkina, M.B. Lazareva, G.E. Storozhilov, V.S. Okovit, N.F. Andrievskaya,
V.I. Sokolenko, V.V. Kalynovskiy, T.Yu. Rudycheva*

The effect of different types of mechanical-thermal treatments (MTT), differing stress distribution, size and temperature strain on the substructure, the degree of decay β -solid solution and the shear modulus of alloy HT-50. It was found that of those surveyed in this study MTT maximum grinding of the substructure and the largest increase in the shear modulus compared with the initial state are realized in high-cycle, multi-directional deformation (MDD) at 400 °C followed by extrusion at 400 °C and drawing at 20 °C to a total degree of deformation $e = 22.2$.