

PACS: 81.40.-z

Р.К. Исламгалиев, О.Б. Кулясова, Л.Р. Курманаева

СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ, ПОДВЕРГНУТЫХ РАВНОКАНАЛЬНОМУ УГЛОВОМУ ПРЕССОВАНИЮ

Институт физики перспективных материалов,
Уфимский государственный авиационный технический университет
ул. К. Маркса, 12, г. Уфа, 450000, Россия
E-mail: saturn@mail.rb.ru

Методом равноканального углового прессования (РКУП) получены ультрамелкозернистые (УМЗ) образцы магниевых сплавов AM60 и AZ91D. Методами просвечивающей электронной микроскопии, оптической металлографии и энергодисперсионного анализа изучены структурные особенности УМЗ-образцов. Особое внимание уделено сравнительным исследованиям механических свойств, в частности, пределов прочности и выносливости.

Введение

Известно, что легкие магниевые сплавы вследствие высокой удельной прочности являются перспективными для применения в качестве конструкционных материалов [1]. Вместе с тем большинство изделий из этих сплавов получают методами литья под давлением, поскольку они относятся к классу труднодеформируемых материалов. В то же время для изготовления изделий сложной формы все чаще прибегают к методам пластического формообразования при повышенных температурах на УМЗ-материалах.

Одним из перспективных методов получения УМЗ-материалов является РКУП, которое ведет к значительному измельчению зеренной структуры до среднего размера зерен менее 1 μm и соответственно к повышению прочности различных металлов и сплавов [1]. Значения пластичности УМЗ-металлов во многом определяются температурными режимами РКУП [2]. Эти значения обычно оказывают существенное влияние на характеристики усталости, важные для многих конструкционных применений УМЗ-материалов.

Целью настоящей работы явилось изучение структуры и механических свойств УМЗ-магниевых сплавов AM60 и AZ91D, полученных методами РКУП. В соответствии с поставленной целью проекта решались задачи по

оптимизации температуры РКУП в магниевых сплавах, изучению однородности структуры, определению среднего размера зерен и размера частиц выделений, а также исследованию пластичности, пределов прочности и выносливости.

Материалы и методики исследований

В качестве исходных материалов были использованы литые магниевые сплавы AM60 (Mg–6 wt.% Al–0.13 wt.% Mn) и AZ91D (Mg–8.7 wt.% Al–0.65 wt.% Zn–0.25 wt.% Mn), образцы которых предварительно гомогенизированы при температуре 410°C в течение 6 h. Для формирования УМЗ-структуры использовали метод РКУП [1] с углом пересечения каналов, равным 120°C по маршруту Вc.

Исходные образцы из сплава AM60 диаметром 20 mm и длиной 100 mm подвергали 10 проходам. В соответствии с диаграммой фазового равновесия исследуемого сплава были выбраны три температуры РКУП: 350°C – сплав находится в однофазной области; 210°C – сплав в двухфазной области; 150°C – сплав также в двухфазной области, но с большим объемом второй фазы.

Исходные образцы из сплава AZ91D подвергали 2 проходам при 400°C, затем 2 проходам при 350°C и, наконец, 2 проходам при 300°C.

Структуру образцов изучали в просвечивающих электронных микроскопах Philips EM-430 и JEM-100B при ускоряющих напряжениях соответственно 300 и 100 kV. Для изготовления фольг из РКУП-образцов были вырезаны диски диаметром 2.3 mm и толщиной 0.15 mm, которые затем были электрополированы на установке Tecpol-5 с использованием электролита: 1% перхлорной кислоты и 99% этанола. Химический состав вторых фаз в фольгах РКУП-образцов исследовали методом энергодисперсионного анализа.

Механические свойства изучали на специализированной машине, разработанной для испытаний на растяжение наноструктурных образцов малых размеров [3] и оснащенной компьютерной программой для контроля параметров. Испытания проводили при постоянной скорости перемещения траверсы. При этом рабочая часть образцов имела размеры 0.5 × 1.0 × 4.0 mm.

Усталостные испытания проводили на стандартных плоских образцах толщиной 1 mm при частоте 20 Hz, применяя асимметричный цикл напряжений при постоянной амплитуде.

Результаты и обсуждение

При изучении структуры сплава AM60 после РКУП при температуре 350°C было обнаружено, что эта обработка ведет к неоднородному состоянию. В частности, в структуре наблюдали равноосные зерна с размером 5–10 μm на ~ 60–70% просмотренной площади фольги. Остальную площадь занимали вытянутые зерна с размером 0.3–1.5 μm в ширину и 5–15 μm в длину (рис. 1,а), некоторые из них были двойниками. Внутри зерен наблюдали мелкодисперсные частицы размером до 30 nm.

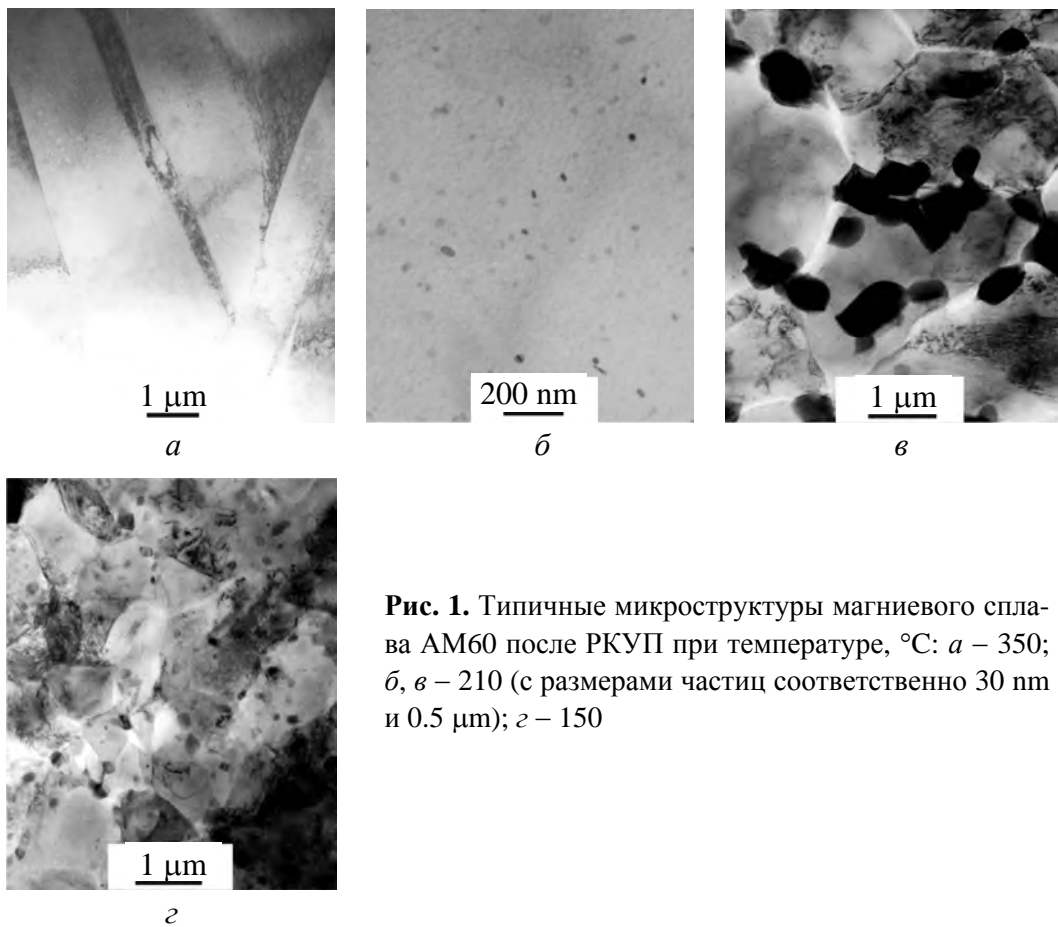


Рис. 1. Типичные микроструктуры магниевого сплава AM60 после РКУП при температуре, °С: *a* – 350; *б*, *в* – 210 (с размерами частиц соответственно 30 nm и 0.5 μm); *з* – 150

В образцах после РКУП при температуре 210°C обнаружена более однородная структура с равноосными зёрнами по всей поверхности образца (средний размер зёрен 2 μm) (рис. 1,*б*). Наблюдали два типа вторых фаз: 1) мелкодисперсные частицы размером 30 nm (рис. 1,*б*), как и в предыдущей обработке (рис. 1,*а*); 2) частицы со средним размером 0.5 μm (рис. 1,*в*), равномерно распределённые как в теле зёрен, так и по их границам.

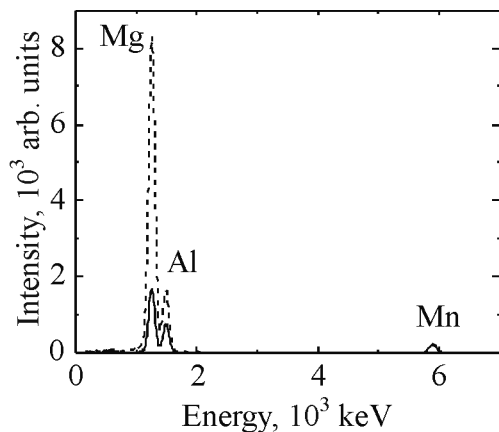


Рис. 2. Энергодисперсионный анализ частиц в РКУП-образцах AM60: ---- – 0.5 μm, — – 30 nm

Энергодисперсионный анализ показал различие в химическом составе между частицами первого и второго типов частиц (рис. 2): частицы с большим размером содержат Mg и Al и по диаграмме равновесия Mg–Al соответствуют фазе γ -Mg₁₇Al₁₂ [4]; частицы с меньшим размером дополнительно содержат Mn.

Микроструктура образцов после РКУП при температуре 150°C была наиболее однородна со средним размером зёрна ~ 1 μm (рис. 1,*з*). В них

также наблюдали два типа частиц, однако в этих образцах объемная доля частиц второго типа была больше и частицы были распределены более однородно, чем в образцах, прессованных при температуре 210°C.

Во всех образцах (после РКУП при различных температурах) наблюдали высокую плотность дислокаций.

Для сравнения на рис. 3 представлена структура другого магниевого сплава AZ91D до и после РКУП. После гомогенизации структура сплава характеризовалась средним размером зерен свыше 100 μm и наличием крупных частиц выделений типа $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$. Применение РКУП при температуре 300°C вызвало в данном сплаве существенное измельчение зеренной структуры до среднего размера около 3 μm .

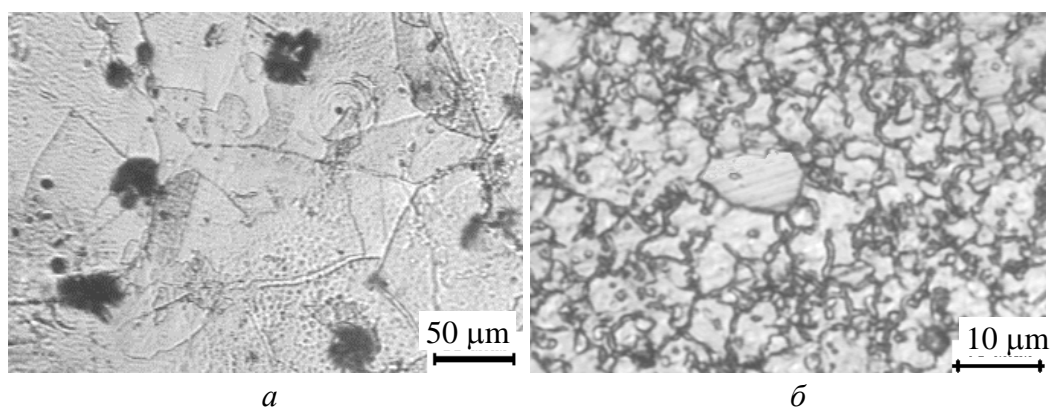


Рис. 3. Микроструктура сплава AZ91D: *a* – после гомогенизации при $T = 460^\circ\text{C}$ в течение 6 h; *б* – после РКУП при температуре 300°C

Таблица иллюстрирует механические свойства на растяжение исходного литого сплава, а также РКУП-образцов, полученных при трех различных температурах (150, 210 и 350°C). Очевидно, что, чем ниже температура РКУП, тем выше предел прочности. В частности, после РКУП при температуре 150°C сплав AM60 не только демонстрирует наиболее высокие значения предела прочности, достигающие 310 МПа, но также сохраняет повышенную пластичность, характерную для этого сплава в литом состоянии. Повышение прочности в РКУП-образцах хорошо коррелирует с измельчением зеренной структуры, в частности, чем меньше средний размер зерен, тем выше наблюдаемый предел прочности. Сохранение повышенной пластичности может быть следствием двух причин, во-первых, уменьшения концентрации алюминия в матрице в результате выделения большого количества частиц фазы $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, а, во-вторых, развития зернограницного проскальзывания при комнатной температуре [5]. В пользу первого предположения свидетельствует меньшая пластичность в образцах, подвергнутых РКУП при температуре 350°C, в которых наблюдалась наименьшая объемная доля выделений, тогда как второе предположение требует дополнительного экспериментального подтверждения.

Механические свойства магниевых сплавов AM60 и AZ91D

Сплав	Средний размер зерен, μm	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
AM60 литой РКУП, 350°C	> 100	30	115	16
	18	105	225	13
	2	130	250	15
	1	235	310	15
AZ91D гомогенизированный РКУП, 300°C	> 100	110	170	3
	3	130	240	6

Следует отметить, что в сплаве AZ91D, подвергнутом РКУП, наблюдали повышение не только предела прочности от 170 до 240 МПа, но и повышение пластичности от 3 до 6% (таблица), что должно благоприятно сказаться на повышении усталостных свойств УМЗ-образцов.

На рис. 4,а представлены результаты усталостных испытаний магниевого сплава AM60, подвергнутого РКУП при различных температурах. Установлено, что на базе $5 \cdot 10^6$ циклов предел выносливости образцов, прессованных при температуре 350°C, составил примерно 90 МПа. Со снижением температуры РКУП до 210 и 150°C наблюдали увеличение предела выносливости соответственно до 110 и 120 МПа. Для сравнения в крупнозернистом состоянии в сплаве AM60 наблюдается предел выносливости, равный примерно 45 МПа [6]. В другом магниевом сплаве AZ91D измельчение зеренной структуры методом РКУП с размера > 100 μm до ~ 3 μm также привело к существенному росту предела выносливости от 50 до 140 МПа (рис. 4,б). То есть по результатам исследований усталостных свойств можно сделать вывод, что в УМЗ-состоянии магниевые сплавы AM60 и AZ91D демонстрируют повышенные более чем в 2 раза пределы выносливости по сравнению с обычным

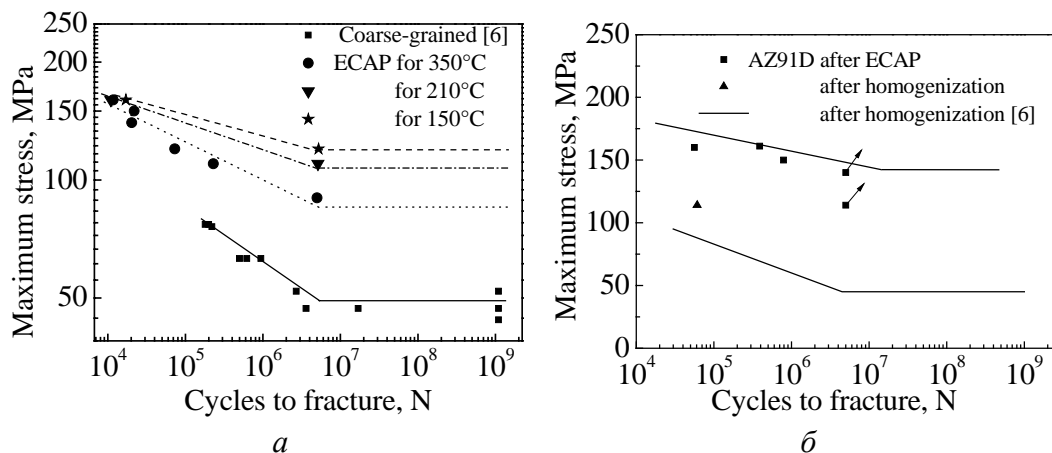


Рис. 4. Графики зависимости максимального напряжения от количества циклов: а – AM60, б – AZ91D

крупнозернистым состоянием. При этом в случае сплава AM60 снижение температуры РКУП с 350 до 150°C сопровождается дальнейшим измельчением зеренной структуры с 5–10 μm до $\sim 1 \mu\text{m}$, что способствует повышению предела выносливости с 90 до 120 МПа.

Выводы

Применение РКУП привело к уменьшению среднего размера зерна до 1 и 3 μm в магниевых сплавах соответственно AM60 и AZ91D. При этом средний размер зерен и однородность зеренной структуры существенно зависели от температуры РКУП.

УМЗ-образцы магниевого сплава AM60, подвергнутые РКУП при температуре 150°C, продемонстрировали примерно в 2.5 раза более высокие значения предела прочности по сравнению с исходным крупнозернистым материалом при сохранении исходной пластичности 15%. Измельчение зеренной структуры методом РКУП в сплаве AZ91D привело не только к существенному росту предела прочности от 170 до 240 МПа, но и к увеличению пластичности с 3 до 6%.

Применение РКУП способствовало также значительному (более чем в 2 раза) повышению предела выносливости ультрамелкозернистых магниевых сплавов AM60 и AZ91D соответственно до 120 и 140 МПа.

1. R.Z. Valiev, T.G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.* **51**, 881 (2006).
2. Н.Ф. Юнусова, Р.К. Исламгалиев, Р.З. Валиев, *Металлы* № 2, 21 (2004).
3. О.Б. Кулясова, Р.К. Исламгалиев, Р.З. Валиев, *ФММ* **100**, № 3, 83 (2005).
4. B. Massalski, *Binary Alloy Phase Diagrams*, ASM International, Materials Park, Ohio (1990).
5. R.Z. Valiev, *Nature Materials* **3**, 511 (2004).
6. H. Mayer, M. Papakyriacou, B. Zettl, S.E. Stanzl-Tschegg, *Int. J. Fatigue* **25**, 245 (2003).

R.K. Islamgaliev, O.B. Kulyasova, L.R. Kurmanayeva

FEATURES OF STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF MAGNESIUM ALLOYS SUBJECTED TO THE EQUAL-CHANNEL ANGULAR PRESSING

The method of equal-channel angular pressing (ECAP) has been used to prepare ultra-fine-grained (UFG) samples of magnesium alloys AM60 and AZ91D. Features of the UFG samples structure have been studied by methods of transmission electron microscopy, optical metallography and energy-dispersion analysis. Special attention is paid to comparative investigations of mechanical properties including ultimate strength, plastic limit and fatigue range.

Fig. 1. Typical microstructures of magnesium alloy AM60 after ECAP at temperatures, °C: *a* – 350; *б, в* – 210 (with the particle size of 30 nm and 0.5 μm, respectively); *г* – 150

Fig. 2. Energy-dispersion analysis of particles for ECAP-samples of AM60: ---- – 0.5 μm, — — – 30 nm

Fig. 3. Microstructure of alloy AZ91D: *a* – after homogenization at $T = 460^{\circ}\text{C}$ for 6 h; *б* – after ECAP at a temperature of 300°C

Fig. 4. Maximum stress as a function of the number of cycles: *a* – AM60, *б* – AZ91D