

# Эволюция микроструктуры магниевого сплава МА14 в процессе всесторонней изотермическойковки

Нугманов Д.Р.<sup>1</sup>, Ситдииков О.Ш.<sup>2</sup>, Маркушев М.В.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Dnugmanov@imsp.ru; <sup>2</sup>sitdikov.oleg@anrb.ru; <sup>3</sup>mvmark@imsp.ru

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа

## Microstructure evolution in MA14 magnesium alloy under multi-step isothermal forging

D.R. Nugmanov, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

Проанализированы феноменология и природа изменений зеренной структуры массивной заготовки из горячепрессованного прутка магниевого сплава МА14 при всесторонней изотермической ковке в интервале температур 200-400 °С до суммарной степени 10,2. Установлено, что трансформация исходной частично рекристаллизованной структуры в однородную мелкозернистую с размером зерна ~ 4 мкм осуществляется непрерывной рекристаллизацией.

**Ключевые слова:** магниевый сплав, мелкозернистая структура, интенсивная пластическая деформация, всесторонняя изотермическая ковка.

Phenomenology and nature of changes in the grain structure of the MA14 magnesium alloy hot-pressed rod under multi-step isothermal forging to total strain of 10,2 in the temperature range of 200-400 °C were analyzed. It is shown, that continuous recrystallization is the main mechanism of transformations of the initial partially recrystallized structure into homogeneous fine-grained one with ~ 4 μm grain size.

**Keywords:** magnesium alloy, fine-grained structure, severe plastic deformation, multi-step isothermal forging.

### 1. Введение

Сравнительно высокая удельная прочность является одним из основных факторов, обуславливающих все более широкое применение деформируемых магниевых сплавов в ответственных конструкциях. При этом последнее, однако, имеет четкие и обоснованные ограничения, связанные с особенностями кристаллического строения основы сплавов и процессов их структуро- и свойствоформирования. Указанные особенности вызваны высокой анизотропией гексагональной решетки магния, а также недостаточной активностью протекания в нем возврата, полигонизации и рекристаллизации [1] – процессов во многом определяющих структурное упрочнение материалов.

Один из традиционных путей улучшения комплекса механических свойств металлических материалов основан на измельчении структурных составляющих и повышении однородности их распределения по размерам и в объеме слитка или деформированного полуфабри-

ката. Для большинства магниевых сплавов, имеющих структуру матричного типа, такими составляющими являются зерна и субзерна, а также частицы первичных и вторичных фаз. Таким образом, вероятным решением указанной выше проблемы магниевых сплавов могла бы быть разработка способа обработки, позволяющего просто и с минимальными затратами сформировать в них мелко- или ультрамелкозернистую (МЗ или УМЗ) структуру (с размером зерна менее 10 и 1 мкм, соответственно) и с равномерно распределенными частицами вторых фаз. Судя по результатам исследований последних лет, основой такого способа может быть интенсивная пластическая деформация (ИПД) [2,3], которая для объемных заготовок наиболее просто и эффективно реализуется всесторонней изотермической ковкой (ВИК) [3-6]. Однако, несмотря на явные достоинства ВИК, она крайне редко применялась для магниевых сплавов, и данных, как о феноменологии, так и о природе их деформационного структурирования при ВИК, явно недостаточно.

Целью настоящей работы являлся качественный и количественный анализ особенностей трансформации зеренной структуры промышленного сплава МА14 при ВИК в интервале температур 400-200 °С.

## 2. Материал и методы исследования

Исследования проводили на горячепрессованном прутке диаметром 90 мм сплава МА14Т6 стандартного химического состава. Заготовки с размерами 70×70×170 мм, вырезанные из прутка, деформировали на гидравлическом прессе ПА2638 усилием 630 тс с учетом рекомендаций [5-6]. Число циклов ВИК, проводившихся с постепенным снижением ее температуры в интервале 400-200 °С, составило 18, что обеспечило накопленную степень деформации заготовки  $\epsilon \sim 10,2$ .

Структуру сплава анализировали методами оптической микроскопии. Для создания лучшего контраста образцы после ВИК подвергали декорирующему отжигу при 180 °С, а шлифы травили в реактиве: 60 этиленгликоль, 20 уксусная кислота, 20 вода, 1 азотная кислота и 1 пикриновая кислота (мл). Размер и распределение рекристаллизованных зерен по размерам определяли методом секущих, объемную долю - по площади, занимаемой на шлифе в вертикальной плоскости заготовки, параллельной направлению ее последней вытяжки. К рекристаллизованным относили зерна с отношением диаметров не более 2 при максимальной длине не более 20 мкм.

## 3. Результаты и обсуждение

Исходный горячепрессованный и термически упрочненный пруткок сплава имел частично рекристаллизованную структуру, основной составляющей которой являлись волокна длиной до 1 мм и шириной до 50 мкм, вытянутые вдоль оси прутка и занимающие ~ 60 % площади шлифа (рис. 1а). При этом волокна чередовались с областями рекристаллизованных равноосных зерен (рис. 1б), имевших средний размер  $\sim 9 \pm 0,5$  мкм и распределение по размерам с незначительной бимодальностью и максимумами около 4 и 18 мкм (рис. 1в). Последнее могло свидетельствовать о том, что в процессе выполнения упрочняющей термообработки сплава, а именно его закалки, имел место аномальный пост-деформационный рост некоторых рекристаллизованных зерен.

В результате первого этапа ВИК, проводившегося при температуре 400 °С и придавшего заготовке деформацию  $\epsilon \sim 4,2$ , ее структура претерпела значительные изменения (рис. 2). Так основной структурной составляющей с объемной долей до 75-80 % стали равноосные зерна, причем более мелкие (со средним размером  $7,2 \pm 0,5$  мкм), чем в исходном прутке (рис. 2б). При этом распределение зерен по размерам приобретало вид Гауссовского с одним максимумом в области 4 мкм (рис. 2в), свидетельствуя о сравнительно однородном протекании процесса их формирования – непрерывной динамической рекристаллизации, механизмы которой на примере некоторых магниевых сплавов подробно рассмотрены в

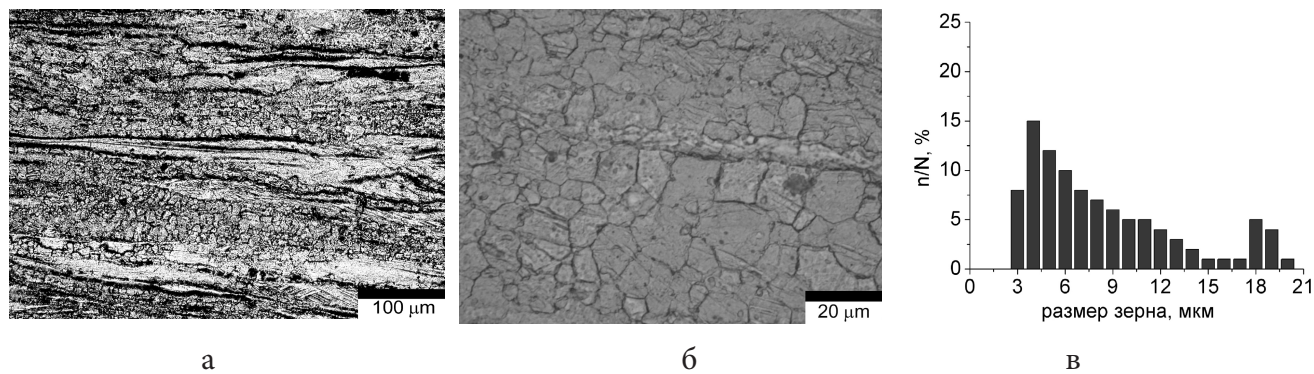


Рис. 1. Общий вид микроструктуры сплава МА14 в продольной плоскости исходного прутка (а), рекристаллизованные зерна и (б) распределение рекристаллизованных зерен по размерам (в).

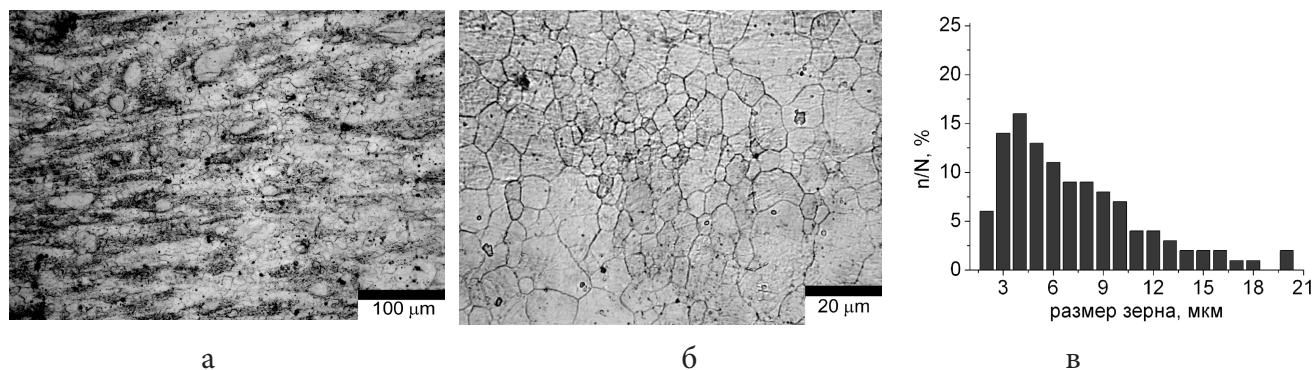
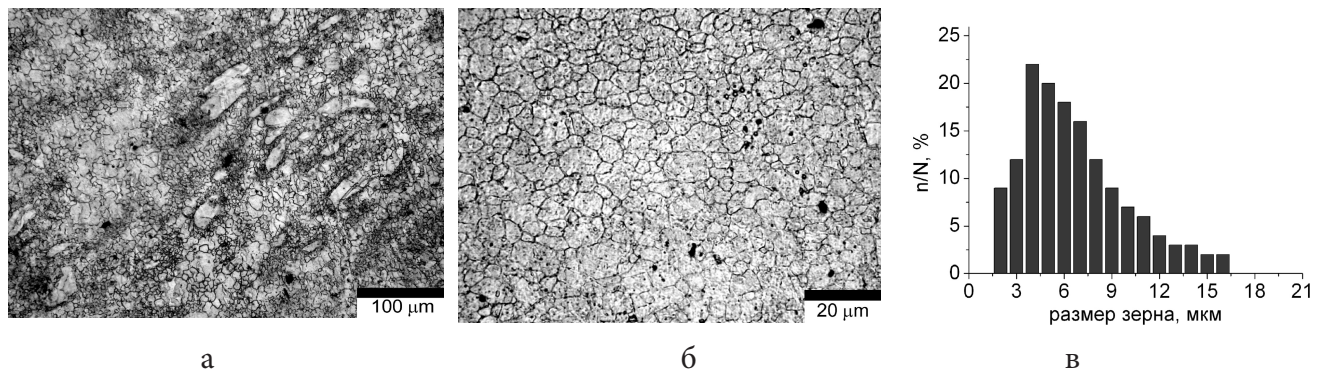
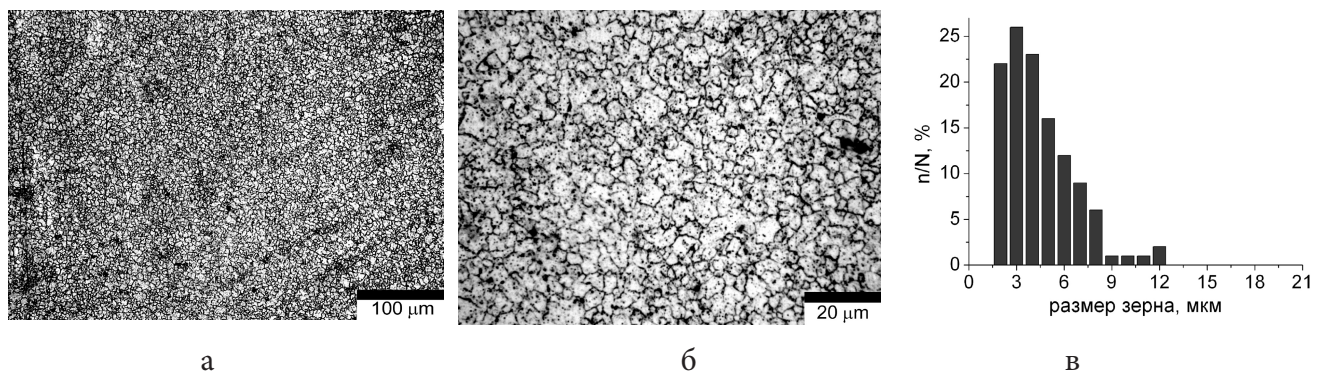


Рис. 2. Общий вид микроструктуры сплава МА14 в продольной плоскости исходного прутка (а), рекристаллизованные зерна и (б) распределение рекристаллизованных зерен по размерам (в) после ВИК при 400 °С. (а – после ВИК, б – после ВИК и декорирующего отжига)





**Рис. 3.** Общий вид микроструктуры сплава МА14 в продольной плоскости исходного прутка (а), рекристаллизованные зерна и (б) распределение рекристаллизованных зерен по размерам (в) после ВИК при 300 °С и отжига 10 мин при этой же температуре.



**Рис. 4.** Общий вид микроструктуры сплава МА14 в продольной плоскости исходного прутка (а), рекристаллизованные зерна и (б) распределение рекристаллизованных зерен по размерам (в) после ВИК при 200 °С и отжига 10 мин при этой же температуре.

[3,7,8]. Помимо рекристаллизованных зерен в структуре мы наблюдали также крупные (до 50 мкм) равноосные и/или с незначительной вытянутостью фрагменты исходных волокон (рис. 2а), сформировавшиеся, по-видимому, при их «дроблении» за счет образования новых поперечных границ. Об этом свидетельствует поперечный размер этих фрагментов, близкий по величине к исходной толщине волокон. Несмотря на многоосевой характер деформации при ВИК, указанные фрагменты имели преимущественную ориентацию в направлении вытяжки заготовки при последнем циклековки. Это придавало структуре матрицы явные признаки металлографической текстуры, присущей исходному прутку. Необходимо отметить, что в отличие от прутка с ярко выраженным строчечным расположением избыточных фаз вдоль его оси, в заготовках послековки строчечность практически отсутствовала, и избыточные фазы были распределены сравнительно равномерно. Таким образом, ВИК горячепрессованного полуфабриката сплава, проведенная при температуре 400 °С, привела к заметному измельчению зерен и одновременному повышению однородности его зеренной структуры и распределения в объеме вторых фаз.

В результате второго этапа ВИК, проведенного при температуре 300 °С и увеличившего суммарную степень деформации заготовки до  $\epsilon \sim 7,2$ , микроструктура сплава претерпела не столь значительные изменения, хотя ее измельчение продолжилось (рис. 3а). Объемная доля рекристаллизованных зерен изменялась незначительно и составила ~ 80-85 %, хотя в отдельных областях достигала

до 90-95 %. При этом средний размер зерна уменьшился до  $6,9 \pm 0,5$  мкм, а частотное распределение зерен по размерам стало заметно уже и сместилось в область меньших значений (рис. 3б и 3в). Таким образом, можно утверждать, что структурные изменения сплава МА14 при ВИК при 300 °С были связаны в основном с уменьшением доли фрагментов волокон, оставшихся после первого этапа обработки (рис. 2а), за счет продолжившейся их фрагментации, а также непрерывной динамической рекристаллизации.

Обращает на себя внимание тот факт, что по данным рис. 3а, в структуре заготовки все еще присутствовала некоторая доля нерекристаллизованных волокон, которые по своей морфологии были близки к крупным кристаллитам, наблюдавшимся после первого цикла ВИК (рис. 2а). Это свидетельствовало о «фиксировании» в структуре материала волокон со стабильными ориентировками, в которых были «запрещены» активные динамические рекристаллизационные процессы [9,10]. Отметим, что подобные зерна наблюдались не только при обработках магниевых сплавов, но и сплавов на других основах [9,10], и не могут быть отнесены к специфике пластической деформации материалов с гексагональной решеткой. Вместе с тем, размер волокон, как и отношение их размеров, в целом, уменьшались к концу второго этапа ВИК и, при ином выборе нами критериев для аттестации рекристаллизованной структуры, оставшиеся волокна также могли бы быть отнесены к рекристаллизованным зернам. Исходя из этого, можно говорить о том, что проведение ВИК при двух температурах, т.е.

400 и 300 °С, привело к формированию полностью рекристаллизованной мелкозернистой структуры сплава с размером зерна ~7 мкм.

При дальнейшем проведении ВИК при температуре 200 °С, обеспечивающей увеличение накопленной деформации заготовки до  $\epsilon \sim 10,2$ , основные структурные изменения проходили непосредственно в мелкозернистой рекристаллизованной структуре. В результате средний размер зерна уменьшился до  $4,5 \pm 0,5$  мкм, с соответствующим смещением максимума на частотном распределении зерен по размерам и дальнейшим сужением его спектра. При этом, в отличие от предыдущих этапов обработки, проводившихся при более высоких температурах, зеренная структура сплава в образце выявлялась не сразу после ВИК (и/или ВИК и последующего декорирующего отжига), а лишь после кратковременной выдержки при температуре деформации (рис. 4а-в). Полученные данные позволяют предположить, что динамический возврат, контролировавший динамическую рекристаллизацию [8] при ВИК при 200 °С, не успевал проходить в полной мере. Тем самым, обеспечивались условия для повышения дефектности структуры и, соответственно, увеличения запасенной энергии деформации до уровня, достаточного для структурных трансформаций при пост-деформационном отжиге. Причем не только за счет статического возврата, но и статической рекристаллизации. Таким образом, по феноменологическим признакам формирующейся структуры можно утверждать, что структурные превращения при ковке мелкозернистого сплава при 200 °С также обусловлены протеканием непрерывной рекристаллизации. При этом установление превалирующего типа рекристаллизации – динамической или статической, требует проведения более детального исследования с привлечением электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа.

#### 4. Заключение

1. Проведен металлографический анализ изменений зеренной структуры магниевого сплава МА14 в ходе всесторонней изотермическойковки в интервале температур 400-200 °С с суммарной степенью  $\epsilon \sim 10,2$ .

2. Обнаружено, что ВИК массивной заготовки из промышленно выпускаемого прутка даже при максимальной исследованной температуре 400 °С со степенью  $\epsilon \sim 4,2$  позволяет сформировать в ней мелкозернистую структуру с размером зерна ~7 мкм и объемом рекристаллизованных зерен ~80 %. Проведение же 3-х этапов ВИК заготовки с суммарной степенью деформации 10,2 и последовательным снижением температуры до 200 °С придает ей практически однородное мелкозернистое строение с размером зерна ~ 4 мкм и равномерно распределенными по объему частицами избыточных фаз.

3. Основным механизмом трансформации зеренной структуры горячепрессованного прутка сплава при ВИК является непрерывная динамическая рекристаллизация. Со снижением температуры ВИК динамические возврат и рекристаллизация подавляются, приводя к активизации статических процессов, реализуемых при пост-деформационных нагревах.

#### Литература

1. B.L. Mordike, P. Lukac. Physical Metallurgy. In: Magnesium Technology. Metallurgy, Design Data, Applications, ed by H.E. Friedrich, B.L. Mordike, New York.: Springer, (2007) Chapter 5, P. 667.
2. R.Z. Valiev, I.V. Aleksandrov. Bulk nanostructured metallic materials: production, structure and properties. Moscow: Akademkniga (2007) 398 p. (in Russian).
3. H. Miura, G. Yu, X. Yang. Mater. Sci. Eng. A528, 6981 (2011).
4. R.R. Mulyukov, A.A. Nazarov, R.M. Imayev. Mater. Sci. Forum 584, 29 (2008).
5. O.R. Valiachmetov, R.M. Galeev, V.A. Ivan'ko et al. Rus. Nanotechnologies 1-2, 5 (2010) (in Russian).
6. M.V. Markushev. Letters on Materials 1(1), 36 (2011).
7. O. Sitdikov, R. Kaibyshev. Mater. Trans. 42, 1928 (2001).
8. A. Galiyev, R. Kaibyshev, G. Gottstein. Acta Mater. 49, 1199 (2001).
9. O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, et al. Mater. Sci. Eng. A444, 18 (2007).
10. A. Gholinia, P.B. Prangnell, M.V. Markushev. Acta Mater. 48, 1115 (2000).