

Прокатываемость магниевого сплава Mg-2,5Nd-0,6Zr при промежуточных температурах и формирующиеся структуры

Нугманов Д.Р.¹, Ситдилов О.Ш.², Маркушев М.В.³

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

¹ Dnugmanov@imsp.ru; ² sitdikov@anrb.ru, ³ mvmark@imsp.ru

Deformability of Mg-2.5Nd-0.6Zr magnesium alloy at intermediate temperatures and structures formed during rolling

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

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

Проведена оценка деформируемости слитка сплава Mg-2,5Nd-0,6Zr (% , вес) при изотермической прокатке при 250 и 300 °C с суммарной степенью $\epsilon \sim 0,5$. Установлено, что удовлетворительные по качеству полосы получают при 300 °C. Показано, что лучшая деформируемость сплава при этой температуре обусловлена более активным динамическим возвратом структуры.

Ключевые слова: магниевый сплав, структура, изотермическая прокатка, двойникование, динамический возврат

Deformability of cast Mg-2,5Nd-0,6Z alloy (% , wt) has been analyzed under isothermal rolling at 250 and 300 °C. It was established that a good quality sheet could be processed at 300 °C only. It is shown that the better alloy deformability at this temperature is explained by a more active recovery of its structure.

Keywords: magnesium alloy, structure, isothermal rolling, twinning, dynamic recovery

1. Введение

Магниево-редкоземельные сплавы с редкоземельными металлами (РЗМ) обычно применяют для литья заготовок и изделий сложной формы, так как они обладают повышенными литейными свойствами и более узким интервалом кристаллизации по сравнению со сплавами других систем [1,2]. В последние годы к ним возрос интерес и как к материалам изделий, получаемых методами обработки давлением и обладающих уникальным комплексом свойств, в частности высокой прочностью и жаропрочностью. В связи с этим актуальной является оценка потенциала Mg-РЗМ сплавов для изготовления катаных и прессованных полуфабрикатов. [3-6].

Целью работы являлся анализ формирующихся при изотермической прокатке структурно-фазовых состояний сплава Mg-Nd-Zr и их взаимосвязь с прокатываемостью.

Прокатывали со скоростью 2 мм/с в изотермических условиях при температурах 250 и 300 °C в полосы толщиной ~ 3 мм ($\epsilon \sim 0,51$). Прокатываемость сплава определяли визуально по появлению трещин на поверхности и надрывов по кромкам полос. Структуру сплава анализировали в плоскости прокатки методами оптической, просвечивающей электронной и растровой электронной микроскопии (ОМ, ПЭМ и РЭМ). Для создания оптического контраста полированную поверхность образцов травили в реактиве: 60 этиленгликоль, 20 уксусная кислота, 20 вода, 1 азотная кислота и 1 пикриновая кислота (мл). ПЭМ анализ проводили на микроскопе JEOL-2000EX, РЭМ – на Tescan Mira LMN с системой EBSD-микроанализа OXFORD HKL Channel 5. Объекты готовили механическим утонением до ~ 100 мкм и последующей электрополировкой на приборе Tenupol-3 при -15 °C в 10% растворе азотной кислоты и глицерина в метиловом спирте.

2. Материал и методы исследования

Исследования проводили на слитке сплава МЛ10 (Mg-2,5Nd-0,6Zr %, масс). Заготовки с размерами 10×5×100 мм, вырезанные из центра чушки, гомогенизировали при 520 °C, 8 часов и закаливали на воздухе. Затем их

3. Результаты и обсуждение

Слиток сплава (рис.1) после гомогенизации имел типичную матричную структуру с размером зерна ~ 40 мкм. По границам равноосных зерен наблюдались грубые прослойки вырожденной эвтектики, а в теле зерен – ди-

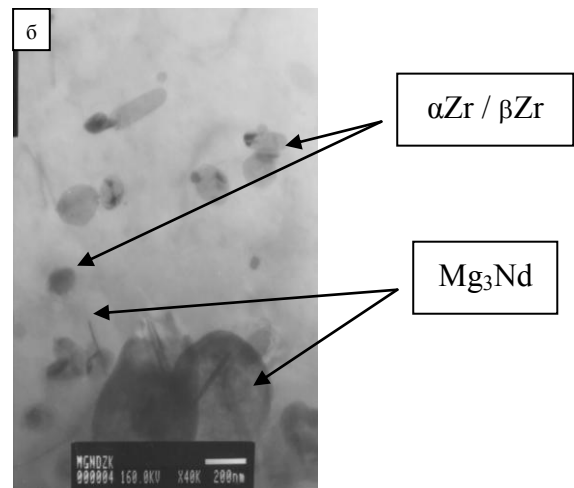
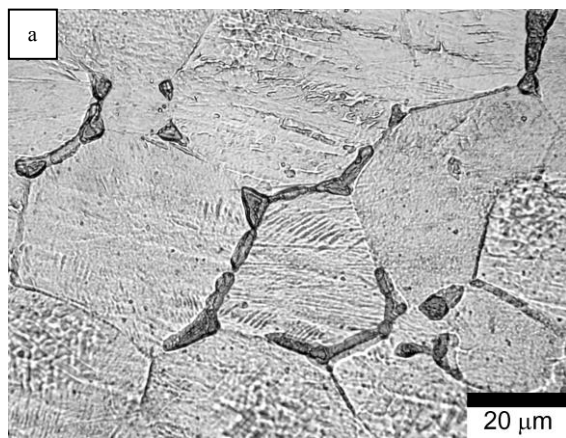


Рис. 1. Микро- (а) и тонкая (б) структура гомогенизированного слитка сплава МЛ10 (а) ОМ, (б) ПЭМ.

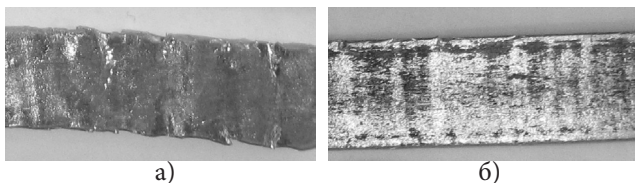


Рис. 2. Общий вид прокатанных при 250 (а) и 300 °С (б) полос из слитка сплава МЛ10

сперсные частицы двух видов: более крупные в форме диска - стабильная β -фаза (Mg_3Nd), и более мелкие в форме сферы - циркониды (αZr и βZr) [4, 5].

Визуальный анализ деформированных заготовок показал, что при прокатке сплава при 250 °С образуются внешние дефекты как в виде сквозных трещин, так и надрывов на кромке полосы (рис. 2а). Прокатка же при температуре 300 °С практически не сопровождалась образованием сквозных дефектов (рис. 2 б), на поверхности заготовки наблюдали лишь отдельные надрывы на торцах, допускаемые в серийном производстве [1].

Анализ структуры показал, что в процессе прокатки сплава при 250 °С ($\sim 0,4 T_{пл}$) происходило интенсивное механическое двойникование (рис. 3). Высокая плотность двойников деформации шириной до 10 мкм и длиной до 60 мкм отмечалась практически во всех зернах (Рис. 3а, б). Направление преимущественного развития двойников в прокатанном образце отсутствовало, хотя они были в основном однонаправленными в пределах одного семейства внутри каждого зерна. В некоторых зернах развитие двойникования происходило по нескольким системам, в результате чего происходило пересечение двойников (рис. 3а, б). Другой особенностью структуры было наличие «языков» и локального искривления исходных границ зерен в местах выхода двойников, свидетельствующих о трудности релаксации напряжений за счет термоактивируемых процессов. Поэтому при выходе на границу зерна двойник создавал концентрацию упругих напряжений у границы, инициировавшую, как правило, формирование новых двойников в соседнем зерне. Следует отметить, что процесс двойникования контролировался частицами β -фазы (Mg_3Nd). Последние служили стопорами для развития двойникования, вследствие чего длина некоторых двойников была меньше диаметра зерна и соответствовала расстоянию от границы до скопления этих частиц (рис. 3б).

На рис. 3в приведена типичная карта распределения разориентировок вблизи двойника в градации серого цвета. Анализ угловых разориентировок вдоль линии на этом рисунке показал, что разориентировка на границе двойника составляет 45° (рис. 3г). Такое двойникование характерно для низкотемпературной деформации магниевых сплавов и означает, что двойникование осуществлялось по призматическим плоскостям ($1\bar{2}10$)

[7,8]. Исходя из данных ПЭМ и СЭМ исследований, между двойниками, как и внутри двойников, формировалась разориентированная дислокационная структура (рис. 3в-е). Это хорошо видно из данных EBSD анализа, демонстрировавшего локальные искажения решетки и формирование субграниц с углом разориентировки до 5° (рис. 3 в, г), и также следует из сильного азимутального размытия рефлексов на ПЭМ картинах дифракции (рис. 3д). Формирование кристаллитов преимущественно прямоугольной формы и окруженных неравновесными малоугловыми границами свидетельствует о том, что динамический возврат при деформации при данной температуре проходил не столь активно. Низкая скорость динамического возврата видимо и послужила одной из основных причин дефектности прокатанных при 250 °С заготовок.

ПЭМ анализ сплава показал также, что в процессе его обработки (нагрева под прокатку и непосредственно при прокатке) происходил распад пересыщенного неодимом магниевого твердого раствора, сопровождавшийся формированием компактных и вытянутых дисперсных выделений длиной до ~ 30 нм (рис. 3ж). По данным литературы, вероятнее всего это частицы метастабильных $\beta''(Mg_{12}Nd)$ и $\beta'(Mg_{41}Nd_5)$ -фаз ($Mg_{41}Nd_5$), выделяющиеся в виде сфер и пластин (игл), соответственно [4-6]. И именно распад магниевого твердого раствора и формирование дисперсоидов явились одними из главных факторов подавления динамического возврата. С одной стороны, распад проходил за счет разделительной диффузии, потребовавшей организацию диффузионных и вакансионных потоков, что означало меньшую плотность свободных вакансий, необходимых для прохождения возврата. С другой – дисперсные частицы подавляли мобильность дислокаций и границ, затрудняя их взаимодействие и перестройку.

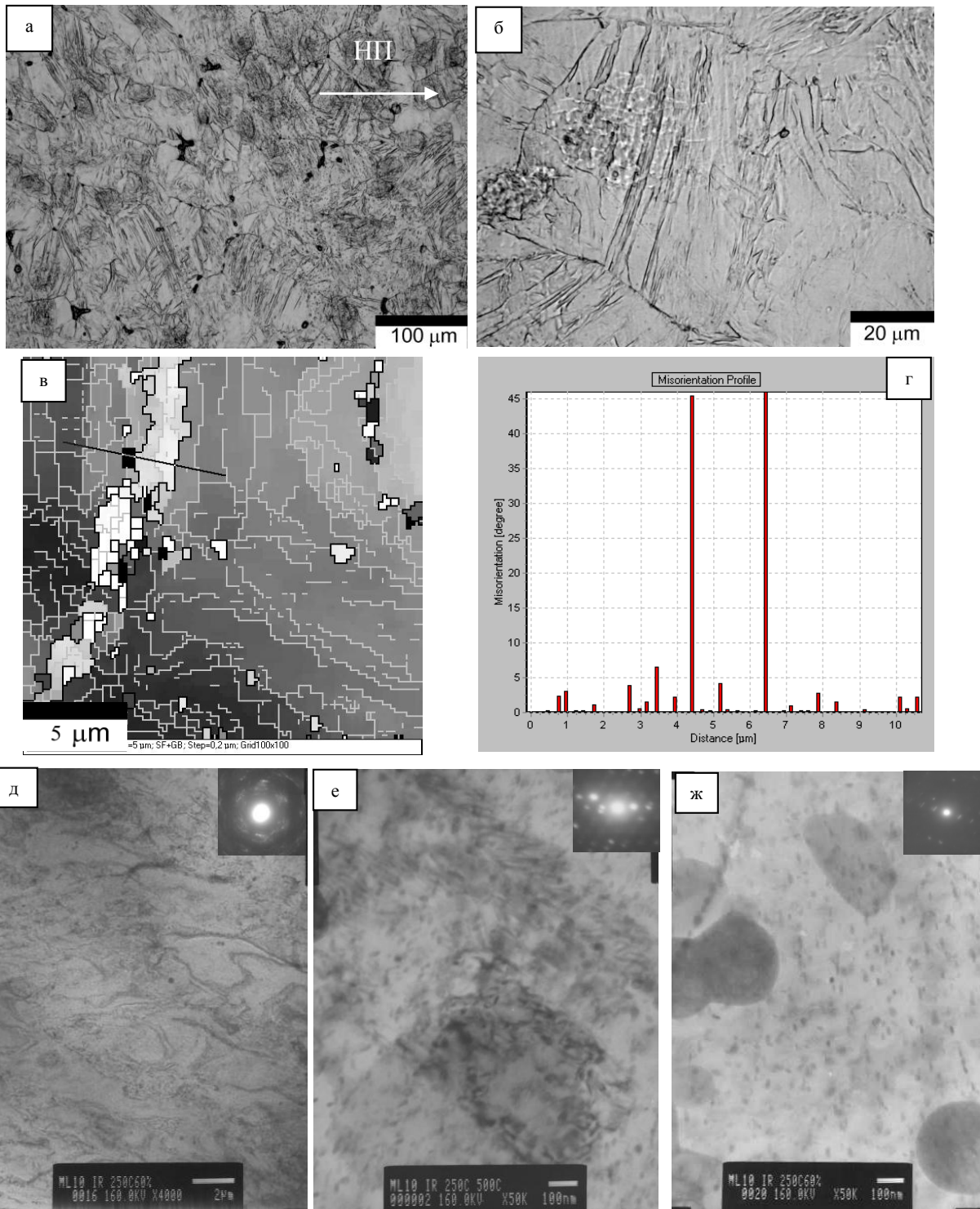


Рис. 3 Микро- и тонкая структура сплава МЛ10 после прокатки при 250 °С. (а, б) - ОМ, (в, г) – СЭМ-EBSD, (д-ж) ПЭМ. На (в) высоко- и малоугловые границы отмечены темными и светлыми линиями, соответственно; (г) - угловые разориентировки вдоль линии, показанной на (в); дифракционные картины на (д-ж) снимались с участка, вырезанного диафрагмой размером 1 мкм (е и ж) и 10 мкм (д).

Структура сплава после прокатки при 300 °С ($\sim 0,47 T_{пл}$) представлена на рис. 4. Также, как после деформирования при 250 °С, в пределах исходных зерен наблюдаются двойники. Однако их плотность значительно меньше как в целом на шлифе, так и в пределах отдельно взятого зерна. И при этом границы двойников, также как и границы исходных зерен, преимущественно изогнуты (рис 4а и б). Между двойниками отмечались дислокационные скопления и малоугловые ячейки (рис 4б, в), о чем можно судить по виду дифракционных картин и размытию рефлексов. Причем отдельные ячейки имели форму эл-

липса с диагоналями до 5-10 мкм (рис 4г). Кроме того, по результатам ПЭМ анализа видно, что при прокатке при этой температуре также прошел распад твердого раствора. Однако он проходил более активно и привел к формированию более крупных продуктов с размерами до $\sim 0,6$ мкм вероятно стабильной β -фазы.

Таким образом, можно предположить, что такого рода структура могла сформироваться только при изменении как вкладов, так и основного механизма пластической деформации сплава. Вероятнее всего, основным фактором оказалось облегчение небазисного скольже-

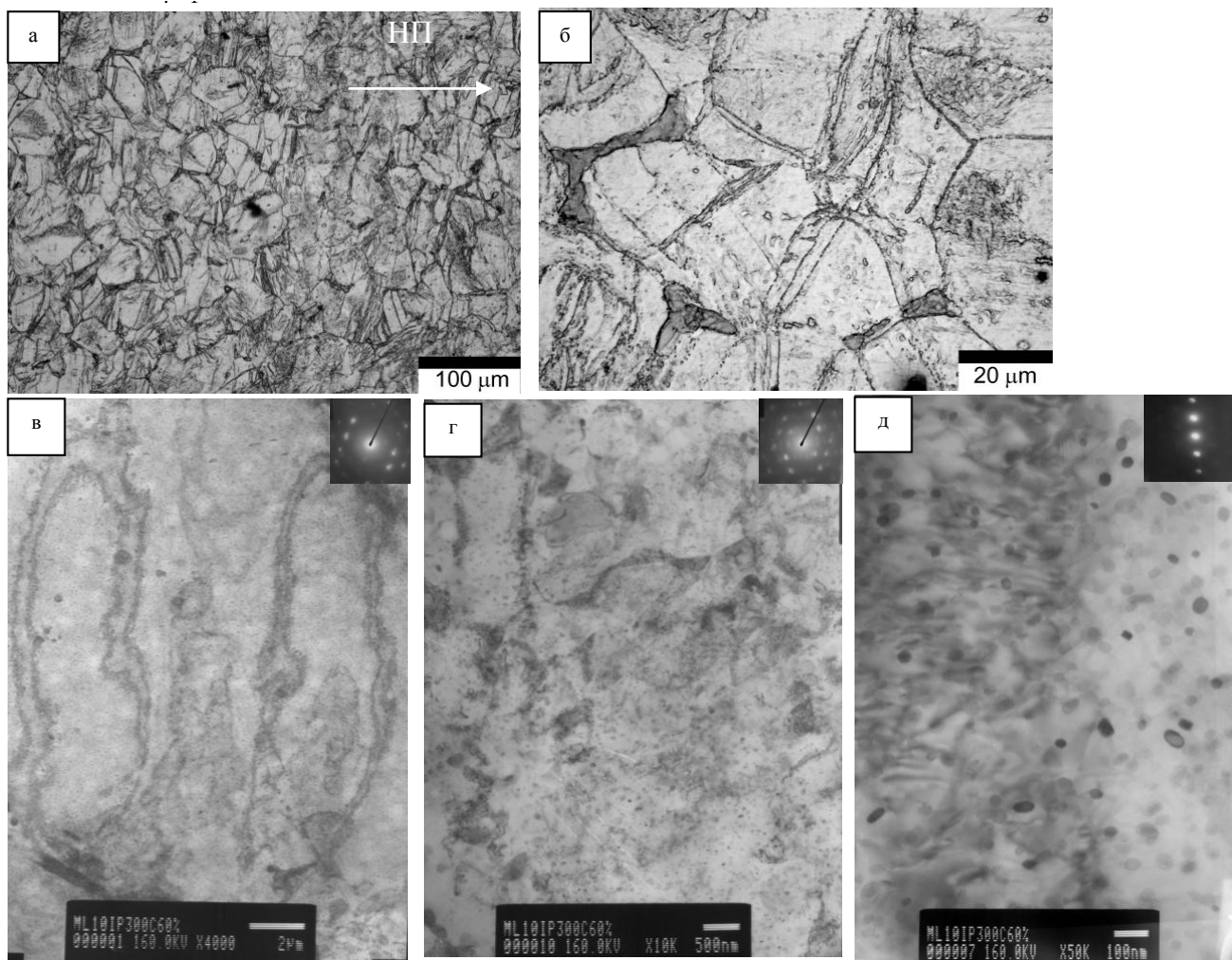


Рис. 4. Микро- и тонкая структура сплава МЛ10 после прокатки при 300 °С. (а, б) ОМ, (в, г) ПЭМ

ния. Причины две - повышенная термоактивация из-за более высокой температуры деформирования, а также меньшее противодействие частицами меньшей плотности и больших размеров. В результате, более легкий и более активный динамический возврат обусловил больше условий для релаксации напряжений в местах предпочтительного зарождения трещин, и, тем самым, необходимую для прокатки технологическую пластичность крупнозернистого слитка сплава Mg-2,5Nd-0,6Zr (% , вес).

Выводы

1. Изотермическая прокатка слитка сплава МЛ10 при 250 °С инициирует активное двойникование, приводящее к преждевременному его разрушению.

2. Удовлетворительная прокатываемость сплава при 300 °С обеспечивается активизацией динамического возврата.

Литература

1. Магниеые сплавы. Ч. 1, 2. Справочник. Металловедение магния и его сплавов. Области применения. Под ред.: Альтмана М.Б., Дрица М.Е., Тимоновой М.А., Чухрова М.В. и др. М.: Металлургия, 1978.

2. 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.
3. D. Wu, R.S. Chen, E.H. Han. Excellent room-temperature ductility and formability of rolled Mg-Gd-Zn alloy sheets / J. All. and Comp. **509**, 2856 (2011).
4. J.P. Hardorn, K. Hantzsche, S. Yi et al. Effects of solute and second-phase particles on the texture of Nd-containing Mg alloys / Metal. Mater. Trans. A **43**, 1363 (2012).
5. E.A. Ball and P.B. Prangnell. Tensile-compressive yield asymmetries in high strength wrought magnesium alloys / Scr. Metall. Mater. **31**, 111 (1994).
6. T. Al-Samman, X. Li. Sheet texture modification in magnesium-based alloys by selective rare earth alloying / Mat. Sci. Eng. A **528**, 3809 (2011).
7. P. Cizek, M.R. Barnett. Characteristics of the contraction twins formed close to the fracture surface in Mg-3Al-1Zn alloy deformed in tension / Scr. Mat. **59**, 959 (2008).
8. O. Sitdikov, R. Kaibyshev. Dynamic recrystallization in pure magnesium / Mat. Trans. **42**, 1928, (2001).
9. N. Stanford, M.R. Barnett. Effect of particles on the formation of deformation twins in a magnesium-based alloy / Mat. Sci. Eng. A **516**, 226 (2009).