

# Электронно-микроскопический анализ изменений параметров избыточных фаз в магниевом сплаве вызванных всесторонней изотермической ковкой

Нугманов Д.Р.<sup>†</sup>, Ситдилов О.Ш., Маркушев М.В.

<sup>†</sup> Dnugmanov@imsp.ru

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

Методами растровой электронной микроскопии исследовано влияние всесторонней изотермическойковки (ВИК) на распределение и размер избыточных фаз в горячепрессованном прутке сплава МА14 (Mg-6Zn-0,6Zr). Показано, что ВИК практически устраняет строчечность расположения фаз, сформированную при прессовании, и приводит к значительному измельчению частиц без изменения их объемной доли.

**Ключевые слова:** магниевый сплав, всесторонняя изотермическая ковка, растровая электронная микроскопия, частицы избыточных фаз, строчки.

## Electron-microscopy analysis of changes in magnesium alloy parameters of excess phases due to multistep isothermal forging

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

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

The effect of multi-step isothermal forging (MIF) on size and distribution of excess phases in the hot-pressed rod of MA14 (Mg-6Zn-0,6Zr) alloy has been investigated using scanning electron microscopy. It is found that MIF practically eliminates typical particle string structure of the hot-pressed rod and results in a considerable decrease in size of particles without changes in their volume fraction.

**Keywords:** magnesium alloy, multistep isothermal forging, scanning electron microscopy, excess phase particles, strings.

### 1. Введение

Деформируемые магниевые сплавы относятся к одним из наиболее легких конструкционных металлических материалов, обладающих высокой удельной прочностью [1,2]. В последние годы, в связи с активным развитием нанотехнологий и исследований наноматериалов, полученных, в частности, с использованием большой (интенсивной) пластической деформации, вызывают коммерческий интерес (ультра)мелкозернистые ((У)МЗ) (с размером зерна менее (1)10 мкм, соответственно) магниевые сплавы с улучшенными технологическими и эксплуатационными свойствами. К настоящему времени массивные заготовки с такими структурами и свойствами успешно получены в лабораторных условиях [3-8], в том числе, из сплавов системы Mg-Zn-Zr, используя различные виды прессования [5, 6], а в [7, 8] была показана возможность их получения всесторонней изотермической ковкой (ВИК). Так ВИК серийного прутка сплава МА14 позволила получить заготовки сечением 70×70 и длиной ~350 мм с размером и объемом рекри-

сталлизованных зерен ~4,5 мкм и 85%, соответственно [7]. Однако в этих работах остался открытым вопрос о влиянии обработки на частицы вторых фаз, их размеры и распределение в объеме ВИК заготовки. Между тем, эта информация является не только важной для более полной характеристики полученного продукта, но и определяющей как с позиций обеспечения заданного уровня механических свойств сплава в ВИК заготовке, так и управления процессами эволюции его структуры непосредственно во времяковки и при последующей термической или термомеханической обработке. Последнее обусловлено тем, что размер и плотность частиц, расположенных в матрице (твердом растворе на основе магния), во многом определяют механизмы ее структурирования, в том числе, контролируют стабильность и однородность зеренной и субзеренной структуры.

Целью настоящей работы являлся анализ изменений, вызванных ВИК, параметров частиц наиболее грубых избыточных фаз, присутствующих в структуре серийно выпускаемого сплава МА14.

## 2. Материал и методы исследования

Деформацию горячепрессованного прутка  $\varnothing 90$  мм сплава МА14 стандартного химического состава проводили по схеме ВИК с понижением температуры в интервале 400—200 °С до суммарной степени деформации  $\epsilon \sim 10$  (подробнее см. [7,8]). Анализ частиц вторых фаз с размерами от нескольких микрометров до 0,1 мкм в заготовке до и после ВИК проводили с учетом рекомендаций [9] и с использованием программного пакета ImageJ2x для обработки снимков, полученных в 2-х взаимно перпендикулярных плоскостях на растровом электронном микроскопе (РЭМ) Tescan Mira в режиме BSE. Объекты для исследований готовили по стандартной процедуре с использованием электрополировки на приборе Tenupol 5. Длину, ширину, коэффициент формы и объемную долю частиц определяли по выборке не менее 5000 частиц на состояние. Ошибка измерений составляла не более 3%.

## 3. Результаты и обсуждение

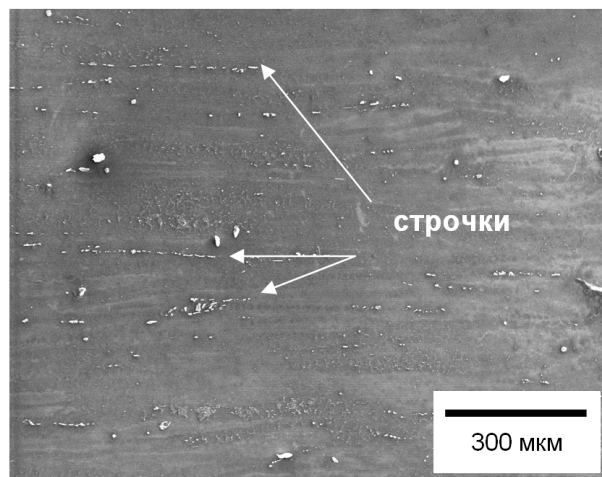
На рис.1 представлены BSE изображения частиц в исходном прессованном прутке (а) и в заготовке после ВИК (б). Судя по рис.1а, к заявленному для анализа спектру частиц в исходном прутке относятся включения и избыточные фазы. Видно, что эти частицы распределены неравномерно в объеме материала и в основном сосредоточены в строчках, вытянутых вдоль оси прутка, формирование которых происходило при прессовании литой заготовки. Частицами, составляющими строчки, являются фрагменты вырожденной эвтектики, преимущественно идентифицируемые как фаза  $MgZn^2$ , располагавшаяся в литой структуре по границам зерен. Так как строчечность, как правило, является результатом однонаправленной деформации, использованной при производстве полуфабриката, то ожидалось, что ковка с многократной сменой направления приложенной нагрузки будет способствовать полному устранению строчечности. Однако, судя по рис.1б, в результате ВИК прутка даже до суммарной степени  $\epsilon$

$\sim 10$  ориентированные скопления частиц все еще сохранились, хотя количество и длина строчек, существенно уменьшились. Кроме того, изменилось как направление вытянутости строчек относительно продольной оси заготовки, так и преимущественная ориентация содержащихся в них неравноосных частиц. В отличие от исходного прутка, строчки в ВИК заготовке не совпадали с ее продольной осью и были развернуты по отношению к ней на угол  $\sim 30$ —45 градусов.

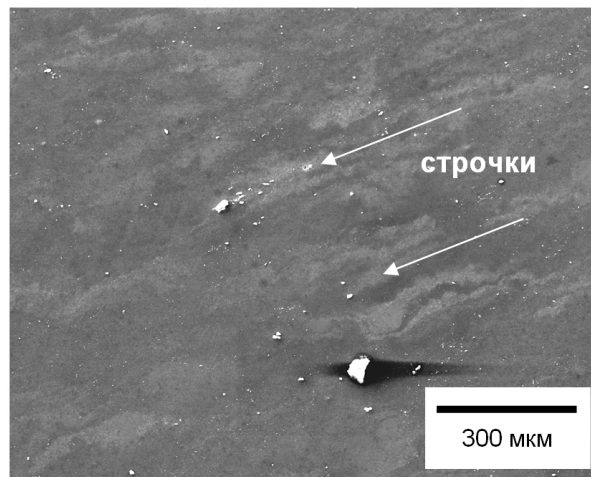
На рис.2 частицы вторых фаз до и после ВИК показаны в двух плоскостях заготовки при большем увеличении. Видно, что в объеме кововой заготовки, частицы распределены более равномерно. Это проявляется в уменьшении длины и уширении (размытии) строк, а также в увеличении количества (плотности) частиц за счет их измельчения (рис.2).

Результаты количественного анализа размеров и объемной доли частиц в продольном и поперечном сечениях исходной заготовки и заготовки после ВИК, представлены в таб.1. Из полученных данных следует, что длина и ширина частиц послековки уменьшилась более чем в три раза (с  $\sim 8,1$  до 2,5 мкм и с  $\sim 5,2$  до 1,6 мкм, соответственно) при сохранении практически неизменным коэффициента их формы. При этом также не изменилась объемная доля фаз, свидетельствуя об отсутствии растворения частиц при деформировании. Одновременно было установлено, что величина объемной доли фаз неодинакова в различных сечениях заготовки. Так в исходном прутке объемная доля фаз в долевой плоскости была больше, чем в поперечной, а в кововой заготовке, наоборот, объемная доля вторых фаз была больше в продольном сечении.

Исходя из вышесказанного можно считать, что уменьшение длины и ширины частиц избыточных фаз при ВИК сплава МА14 произошло в результате их измельчения механическим разрушением. Сам факт такого разрушения не удивителен, так как многие грубые интерметаллидные частицы различной природы (в особенности несимметричной формы), как правило, хрупко разрушаются при деформационной обработке сплавов на различных основах [9—12]. При этом процесс хрупкого разрушения вторых фаз интенсифицируется с по-



(а)



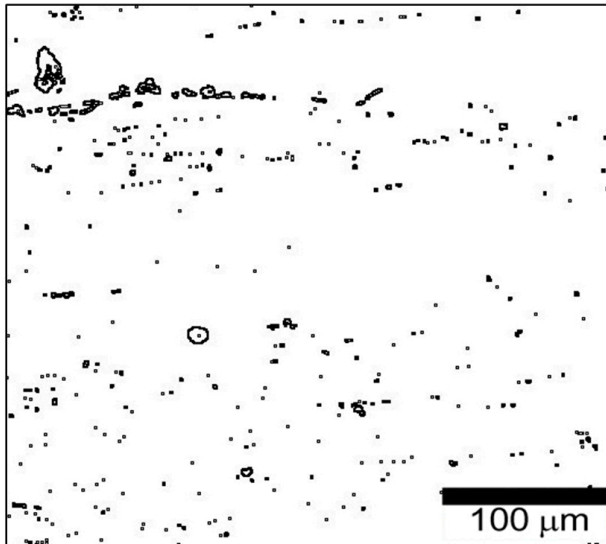
(б)

Рис. 1. Частицы в продольной плоскости исходного прутка сплава МА14 (а) и заготовки после ВИК (б). РЭМ, BSE.

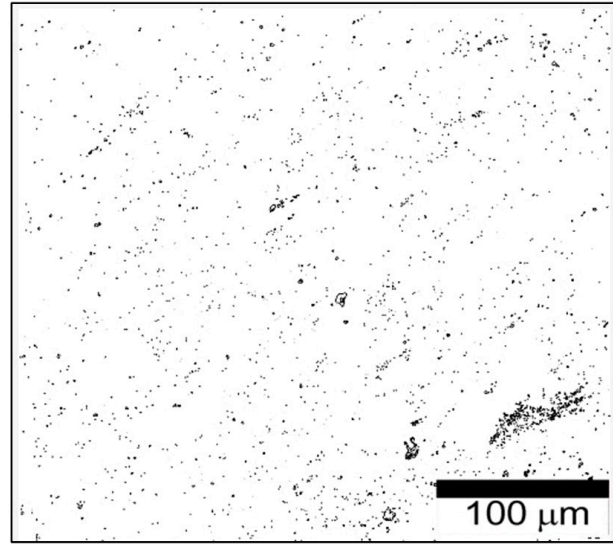
Таблица 1.

Параметры частиц вторых фаз в сплаве МА14

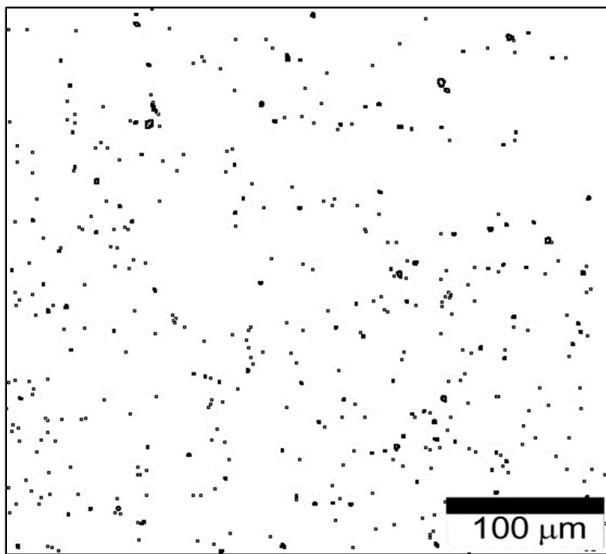
Состояние	Долевое сечение				Поперечное сечение			
	Длина, мкм	Ширина, мкм	Коеф. формы	Об. доля, %	Длина, мкм	Ширина, мкм	Коеф. формы	Об. доля, %
Исх. пруток	$8,1 \pm 0,1$	$5,2 \pm 0,1$	$1,6 \pm 0,2$	$2,0 \pm 0,2$	$5,1 \pm 0,1$	$3,7 \pm 0,1$	$1,4 \pm 0,2$	$1,5 \pm 0,2$
Пруток после ВИК	$2,5 \pm 0,1$	$1,6 \pm 0,1$	$1,6 \pm 0,2$	$1,5 \pm 0,2$	$2,5 \pm 0,1$	$1,6 \pm 0,1$	$1,6 \pm 0,2$	$2,1 \pm 0,2$



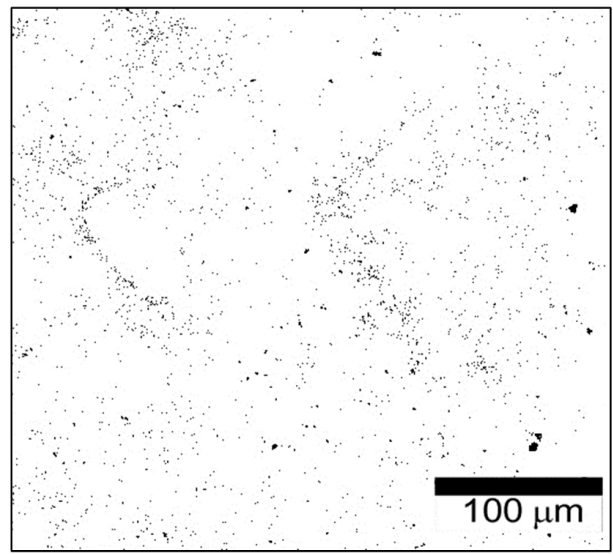
(a)



(б)



(в)



(г)

**Рис. 2.** Частицы в сплаве МА14 в исходном состоянии (а и в) и после ВИК (б и г) в продольном (а, б) и поперечном (в, г) сечениях прутка и кованной заготовки, соответственно. РЭМ изображения обработаны в программе ImageJ2x.

нижением температуры, а также при использовании схем деформации, близких по напряженному состоянию к растяжению [13-15].

В нашем же случае фазы претерпели многократное измельчение в условиях горячей и теплой деформации и чередования «мягких» схем открытой осадки и протяжки. При этом сохранение коэффициента формы частиц (таб.1 и рис.2) свидетельствует о том, что частицы дробились как вдоль, так и поперек их продольной оси, что при простых, однонаправленных деформационных воз-

действиях, как правило, не наблюдается. В результате, заготовка после ВИК имела одинаковые размеры частиц в двух ортогональных плоскостях (таб.1). Необходимо отметить, что в абсолютные значения параметров, характеризующих частицы, определенный вклад также внесло появление в структуре равноосных частиц вторичных фаз с размерами до нескольких сот нанометров. Этому способствовало то, что завершающий этап ВИК проводился при температуре ниже сольвуса, в процессе которого проходил распад твердого раствора на основе магния,

сопровождаясь формированием и коагуляцией выделений основной упрочняющей фазы сплава —  $MgZn^2$ . Отличительной особенностью структуры заготовки, подвергнутой ВИК, является присутствие коротких, ориентированных преимущественно под углом 30—45 градусов к оси заготовки строчек, длина которых не превышала 200 мкм. Формирование последних, видимо, было вызвано не фрагментацией и разворотом исходных строчек, а происходило за счет многократного дробления наиболее грубых частиц в них. Таким образом, можно считать, что «вторичная» строчечность также является специфическим результатом ВИК.

### Заключение

Обнаружено, что при всесторонней изотермической ковке горячепрессованной заготовки из сплава МА14 имело место существенное измельчение частиц избыточных фаз, сопровождаемое разбиением и разворотом как образованных ими строчек, так и самих частиц. Измельчение частиц происходило в результате их продольного и поперечного хрупкого разрушения. Такое хрупкое разрушение частиц вторых фаз приводило к формированию «вторичной» строчечности. В результате, в заготовке после ВИК фиксировали или отдельные фрагменты исходных строчек, или вновь образовавшиеся короткие и широкие строчки, расположенные под углом 30-45 градусов к ее продольной оси. При этом средние размеры частиц в различных плоскостях заготовки уменьшались почти в три раза, а коэффициент их формы и объемная доля оставались неизменными и соответствовали параметрам исходного прутка.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 14-08-31344 мол\_а.*

### Литература

1. M. B. Altman, M.E. Drits et all. Magnievye splavy: in Metallovedenie magniya I ego splavov. Oblasty primeneniya. Metallovedenie. Moscow (1978), 232 p. (in Russian) [Магниево 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. Springer. New York. (2007), 667 p.
3. H. Miura, X. Yang and T. Sakai. Mat. Trans. 49, 1015 (2008).
4. W. Guo, Q. D. Wang, B. Ye et al. Mat.Sci. Eng. A. 540, 115 (2012).
5. H. Yunbin, P. Qinglin, Q. Yinjiang et al. J. Alloys Comp. 492, 605 (2010).
6. K. Oh-Ishi, C.L. Mendis, T. Homma et al. Acta Mater. 57, 5593, (2009).
7. D. R. Nugmanov, O. Sh. Sitdikov, M. V. Markushev. Letters on materials. 1, 213 (2011). (in Russian) [Д.Р. Нугманов, О.Ш. Ситдииков, М.В. Маркушев. Письма о материалах. 1, 213 (2011).]
8. D. R. Nugmanov, O. Sh. Sitdikov, M. V. Markushev. Fundamentalnye problemy sovremennogo materialovedeniya. 9, 230, (2012). (in Russian) [Д.Р. Нугманов, О.Ш. Ситдииков, М.В. Маркушев. Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 9, 230, (2012).]
9. A.M. Vasserman, V.A. Danylkin, O.S. Korobov et all. Metody kontrolya I issledovaniya lyogkih splavov: Spravochnik. Metallurgia. Moscow (1985) 510 p. (in Russian) [Методы контроля и исследования легких сплавов: Справочник. Вассерман А.М., Данилкин В.А., Коробов О.С. и др. М.: Металлургия. (1985) 510 с.]
10. M.I. Drits, U.P. Hook, L.P. Gerasimova. Razrushenie aluminievyh splavov. Nauka. Moscow (1980), 220 p. (in Russian) [М.Е. Дриц, Ю.П. Гук, Л.П. Герасимова Разрушение алюминиевых сплавов. М.: Наука. (1980) 220 с.]
11. V.S. Zolotarevsky. Mehanicheskiye svoystva metallov. Metallurgia. Moscow. (1983), 352 p. (in Russian) [В.С. Золотаревский Механические свойства металлов. М.: Металлургия. (1983) 352 с.]
12. V.I. Vladimirov. Fizicheskaya priroda razrusheniya metallov. Metallurgia. Moscow. (1984), 280 p. (in Russian) [В.И. Владимиров Физическая природа разрушения металлов. М.: Металлургия. 1984. 280 с.]
13. M. V. Markushev. Deformatsiya i razrushenie metallov. 12, 26 (2007). (in Russian) [М.В. Маркушев Деформация и разрушение материалов. 12, 26 (2007).]
14. S.V. Krymsky, D.K. Nikiforova, M.Y. Myraskin, M. V. Markushev. Perspektivnye materialy. 12, 387, (2011). (in Russian) [С.В. Крымский, Д.К. Никифорова, М.Ю. Мурашкин, М.В. Маркушев Перспективные материалы. 12, 387 (2011).]
15. E.V. Avtokratova, S.V. Krymsky, M.V. Markushev, O.Sh. Sitdikov. Letters on materials. 2, 92 (2011). (in Russian) [Е.В. Автократова, С.В. Крымский, М.В. Маркушев, О.Ш. Ситдииков Письма о материалах. 2, 92 (2011).]