

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  $\mu\text{m}$  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.

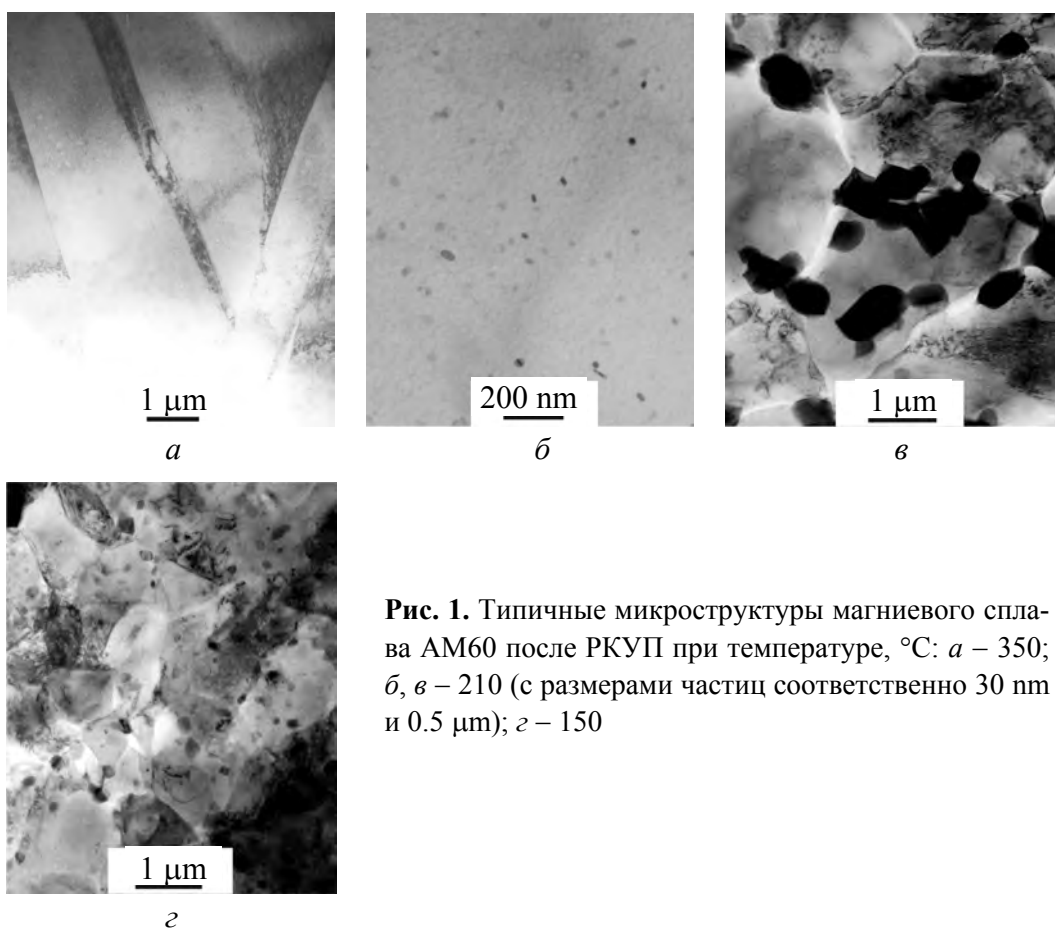
Структуру образцов изучали в просвечивающих электронных микроскопах Philips EM-430 и JEM-100B при ускоряющих напряжениях соответственно 300 и 100 kV. Для изготовления фольг из РКУП-образцов были вырезаны диски диаметром 2.3 mm и толщиной 0.15 mm, которые затем были электрополированы на установке Tecpol-5 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.

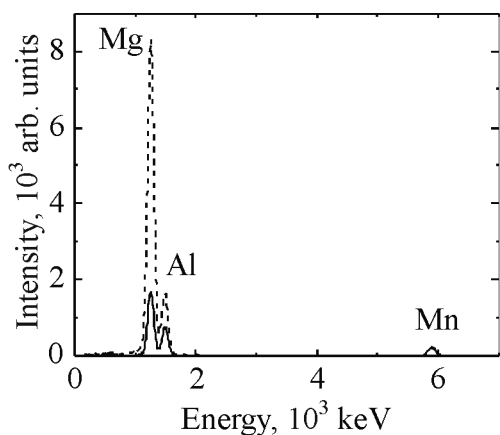
### Результаты и обсуждение

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

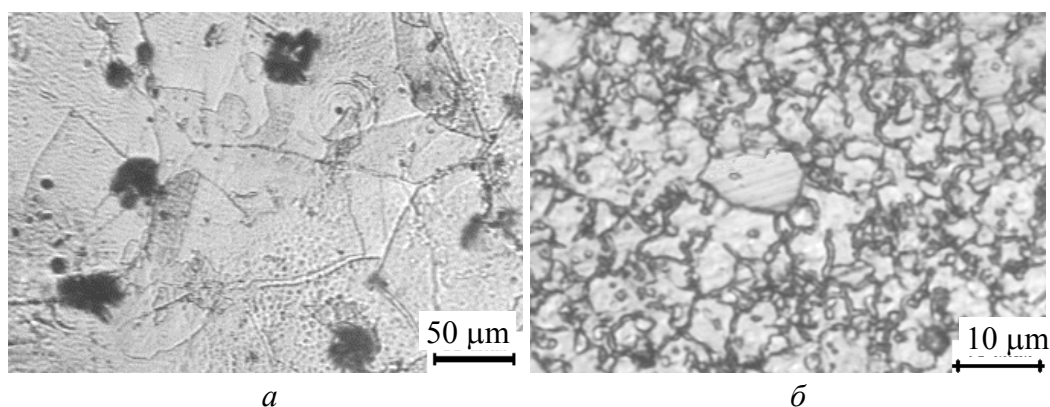
Энергодисперсионный анализ показал различие в химическом составе между частицами первого и второго типов частиц (рис. 2): частицы с большим размером содержат Mg и Al и по диаграмме равновесия Mg–Al соответствуют фазе  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> [4]; частицы с меньшим размером дополнительно 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  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$ .



**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, $\mu\text{m}$	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  $\mu\text{m}$  до ~ 3  $\mu\text{m}$  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

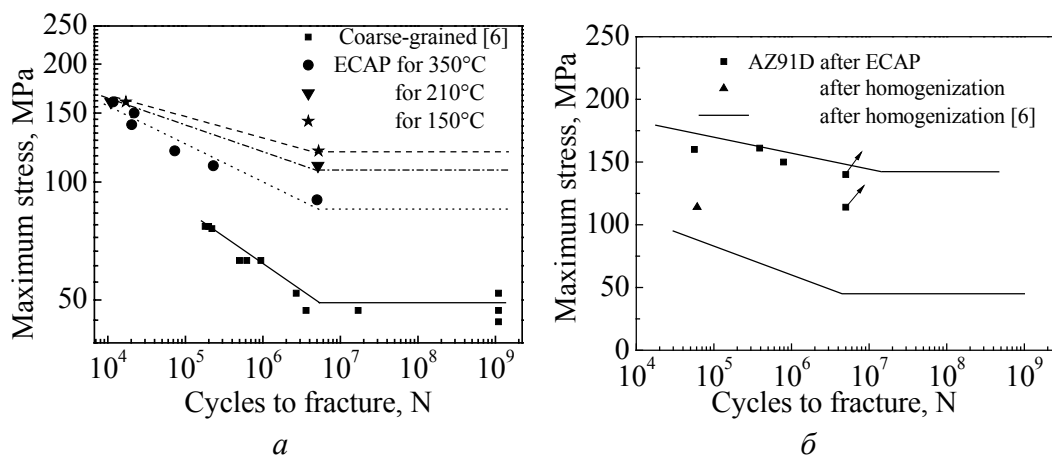


Рис. 4. Графики зависимости максимального напряжения от количества циклов: а – AM60, б – AZ91D

крупнозернистым состоянием. При этом в случае сплава AM60 снижение температуры РКУП с 350 до 150°C сопровождается дальнейшим измельчением зеренной структуры с 5–10  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$  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  $300^{\circ}\text{C}$

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