PACS: 81.40.-z

О.Б. Кулясова¹, Р.К. Исламгалиев²

ПОВЫШЕННАЯ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТЬ В НАНОСТРУКТУРНОМ МАГНИЕВОМ СПЛАВЕ Mg-10 wt% Gd

¹Институт физики перспективных материалов, УГАТУ ул. К. Маркса, 12, г. Уфа, 450000, Россия E-mail: elokbox@mail.ru

²Институт механики УНЦ РАН E-mail: saturn@mail.rb.ru

Рассмотрены особенности структуры и сверхпластичности нанокристаллических образцов магниевого сплава Mg-10 wt% Gd, полученных интенсивной пластической деформацией кручением (ИПДК) под высоким давлением. Изучена эволюция структуры при in situ нагреве в колонне просвечивающего электронного микроскопа. Продемонстрирована повышенная сверхпластичность, выявлены оптимальная температура и скорость сверхпластической деформации, определены значения параметра скоростной чувствительности напряжения течения.

Введение

Как известно, магниевые сплавы имеют большой потенциал для практического использования в качестве материалов с высокой удельной прочностью. В то же время они относятся к классу труднодеформируемых, и большинство изделий из них обычно получают методами литейного производства. Вместе с тем для применения сверхпластического формообразования к магниевым сплавам с целью получения изделий сложной формы очень важно развитие методов формирования ультрамелкозернистой структуры и повышения ее термостабильности.

В частности, в недавних работах было продемонстрировано, что применение методов ИПД ведет к сильному измельчению структуры и повышенной сверхпластичности в металлических материалах [1]. Например, объемные наноструктурные образцы с размером зерен около 100 nm были успешно получены методом ИПДК в различных металлах и сплавах. Однако имеются только единичные работы, посвященные микроструктуре и механическим свойствам наноструктурных магниевых сплавов [2].

С другой стороны, очень важным требованием для достижения повышенной сверхпластичности в наноструктурных сплавах является термостабильность зеренной структуры. Для сдерживания роста зерен при температуре сверхпластической деформации обычно используют термостабильные дисперсные частицы [3]. Вследствие повышенной термостабильности выделений в магниевых сплавах, содержащих редкоземельные элементы [4], в качестве исходного материала для исследований в настоящей работе был выбран сплав системы Mg–Gd [5].

Целью настоящей работы было изучение влияния ИПДК на микроструктуру и механические свойства магниевого сплава Mg-10 wt% Gd.

Материалы и методики исследований

В качестве исходного материала использован магниевый сплав Mg–10 wt% Gd, гомогенизированный при 500°С в течение 6 h с последующей закалкой в воде. Образцы диаметром 10 mm и толщиной 0.5 mm подвергали ИПДК (5 оборотов) при комнатной температуре под давлением 6 GPa.

Структуру образцов изучали в просвечивающих электронных микроскопах Philips EM-430 и JEM-100В при ускоряющих напряжениях 300 и 100 kV соответственно. Рост зерен при повышенных температурах изучали методом *in situ* нагрева фольг при температурах до 400°C в колонне микроскопа Philips EM-430. Механические испытания на растяжение проводили на машине, оснащенной горизонтальным измерительно-силовым устройством и разъемной муфельной печью при скоростях деформации $10^{-3}-10^{-1}$ s⁻¹. Процесс растяжения контролировали компьютерной программой, специально разработанной для растяжения малых образцов. При этом рабочая часть образцов, использованных для испытаний, имела размеры $1 \times 1 \times 0.3$ mm. Коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения *m* определяли методом переключения скоростей от 10^{-3} до 10^{-2} s⁻¹ в процессе деформации.

Результаты и их обсуждение

Электронно-микроскопические исследования показали, что ИПДК-образцы сплава Mg-10 wt% Gd имеют однородную структуру со средним размером зерна менее 100 nm (рис. 1,*a*). На электронограмме наблюдали многочисленные рефлексы, равномерно расположенные по окружности, что указывало на образование границ зерен большеуглового типа. В микроструктуре были выявлены также частицы с размером до 300 nm (рис. 1, δ).

Для изучения влияния частиц второй фазы на эволюцию микроструктуры проводили *in situ* нагрев тонких фольг PKУ-сплава до 400°С (рис. 2). Было установлено, что размер зерен остается практически стабильным при температуре до 250°С. С увеличением температуры до 400°С обнаружили появление отдельных крупных зерен размером до 1-2 µm в матрице из равноосных зерен со средним размером 0.5 µm. При температуре 400°С наблюдали выделение термостабильных частиц с размером менее 20 nm, которые видны на рис. 2,6 в виде мелких точек. Согласно данным [6,7] в сплавах системы Mg–Gd при температуре



Рис. 1. Типичные микроструктуры ИПДК-сплава Mg–10 wt% Gd: *a* – светлопольное изображение; *б* – цифрами обозначены дисперсные частицы



Рис. 2. Микроструктура ИПДК-сплава Mg-10 wt% Gd, подвергнутого *in situ* нагреву в колонне микроскопа до температур, °C: a - 265, $\delta - 350$, e - 400

400°С выделяются частицы состава Mg_xGd , где *x* может принимать значения 3; 5 и 9.

На рис. 3 представлен вид ИПДК-образцов сплава Mg-10 wt% Gd после механических испытаний растяжением, свидетельствующий об их равномерном удлинении в процессе растяжения без образования шейки, что характерно для сверхпластической деформации. Установлено, что оптимальной температурой сверхпластичности являются 400°С. Максимальное удлинение 580% наблюдали при скорости деформации 10^{-3} s⁻¹ (рис. 3,*в*). При этом напряжение течения в ходе сверхпластической деформации не превышало 10 МРа. Для сравнения отметим, что этот же сплав до ИПДК продемонстрировал относительное удлинение 190% при максимальном напряжении течения 40 МРа. Увеличение скорости деформации до 10^{-2} s⁻¹ не привело к значительному снижению максимального удлинения, которое составило 470% (рис. 3, δ). В этом случае заметно возросло значение напряжения течения, но даже при наибольшей скорости деформации 10^{-1} s⁻¹ оно не превысило 80 МРа (рис. 4).



Рис. 3. Вид ИПДК-образцов сплава Mg–10 wt% Gd после механических испытаний растяжением при температуре 400°C: a – исходное состояние; δ – максимальное удлинение 470%, скорость деформации 10^{-2} s⁻¹; e – 580%, 10^{-3} s⁻¹

Рис. 4. Зависимость напряжение течения-относительное удлинение ИПДКобразцов сплава Mg-10 wt% Gd при 400°C и различных скоростях деформации, s⁻¹: — -10^{-3} , … -10^{-2} , $----10^{-1}$

Коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения m для ИПДК-образцов сплава Mg–10 wt% Gd при температуре 400°С оказался равным 0.49. Эта величина близка к значению m = 0.5, характерному для типичных ультрамелкодисперсных материалов [8], полученных ИПД, в которых основным механизмом, обеспечивающим большие сверхпластические удлинения до разрушения, является зернограничное проскальзывание [9]. Для сравнения можно отметить, что для крупнозернистых образцов исследуемого сплава при тех же условиях m = 0.2.

Выводы

Применение метода ИПДК позволило сформировать нанокристаллическую структуру со средним размером зерна менее 100 nm в магниевом сплаве Mg–10 wt% Gd. При нагреве ИПДК-образцов до температуры 400°С было обнаружено выделение термостабильных частиц с размером менее 20 nm.

ИПДК-образцы продемонстрировали повышенную сверхпластичность с удлинением до разрушения 580% при температуре 400°С и скорости растяжения 10^{-3} s⁻¹. Сверхпластическое поведение образцов сопровождалось равномерным удлинением образцов без образования шейки и *m* = 0.49.

- 1. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Prog. Mater. Sci. 45, 103 (2000).
- 2. О.Б. Кулясова, Р.К. Исламгалиев, Г.И. Рааб, Металлы № 1, 104 (2004).
- 3. F.J. Humphreys, Acta mater. 45, 12 (1997).
- 4. I.J. Polmear, Materials Transactions 37, 1 (1996).
- J. Cizek, I. Prochazka, I. Stulikova, B. Smola, R. Kuzel, V. Cherkaska, R.K. Islamgaliev, O. Kuljasova, in: Proceedings of the 6th International Conference Magnesium Alloys and Their Applications, K.U. Kainer (ed.), WILEY-VCH Verlag, Weinheim (Germany) (2003), p. 202.
- 6. P. Vostry, B. Smola, I. Stulikova, F. von Buch, B.L. Mordike, Phys. Status Solidi A175 (1999).
- 7. *М.Е. Дриц, Н.Р. Бочвар, Э.С. Каданер и др.*, Диаграммы состояния систем алюминия и магния, Наука, Москва (1977).
- 8. *T.G. Nieh, J. Wadsworth, O.D. Sherby*, Superplasticity in metals and ceramics, University Press, Cambridge (1997).
- 9. Н.Ф. Юнусова, Р.К. Исламгалиев, Р.З. Валиев, Металлы № 2, 21 (2004).

O.B. Kulyasova, R.K. Islamgaliev

INCREASED SUPERPLASTICITY IN NANOSTRUCTURAL MAGNESIUM ALLOY Mg-10 wt% Gd

Peculiarities of structure and superplasticity of Mg-10 wt% Gd alloy nanocrystalline samples obtained by torsional severe plastic deformation (TSPD) under high pressure have been considered. The evolution of structure during the *in situ* heating in the column of transmission electron microscope has been studied. The increased superplasticity has been demonstrated, the optimal temperature and rate of superplastic deformation have been revealed, and values of parameter of flow-stress response to the velocity have been determined.

Fig. 1. Typical microstructures of TSPD-treated Mg-10 wt% Gd alloy: a – bright-field image; δ – numerals denote disperse particles

Fig. 2. Microstructure of TSPD-treated Mg–10 wt% Gd alloy subjected to *in situ* heating in microscope column to the temperature of, °C: a - 265, $\delta - 350$, e - 400

Fig. 3. Appearance of the TSPD-treated samples of Mg–10 wt% Gd alloy after mechanical tensile tests at 400°C: a – initial state; δ – maximum elongation 470%, velocity of deformation 10^{-2} s^{-1} ; e – 580%, 10^{-3} s^{-1}

Fig. 4. Relative elongation of TSPD-treated samples of Mg-10 wt% Gd alloy versus flow stress, T = 400°C, for different deformation velocities, s⁻¹: --- 10⁻³, ... - 10⁻², --- - 10⁻¹