© 2017

СТРУКТУРА И ТЕКСТУРА МАГНИЯ ПОСЛЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Д.А. Комкова, аспирант, ведущий инженер лаборатории прочности **А.Ю. Волков**, доктор технических наук, заведующий лабораторией прочности Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

Ключевые слова: магний; пластическая деформация; мегапластическая деформация; микроструктура; механические свойства.

Аннотация: Магний и его сплавы относятся к наиболее легким металлическим конструкционным материалам, однако возможности применения магниевых сплавов на сегодняшний день сильно ограничены из-за плохой обрабатываемости и низкой пластичности при низких температурах, что связано со сложной кристаллической структурой магния и ограниченным числом активных систем скольжения. Существенно улучшить механические свойства материала можно за счет создания мелкозернистой структуры методами мегапластической деформации.

В работе с помощью метода сканирующей электронной микроскопии, EBSD-анализа и испытаний на растяжение были исследованы структура, текстура и механические свойства магниевых пластин и фольг толщиной 1 мм и 120 мкм соответственно, полученных в результате мегапластической деформации методами поперечного выдавливания (первый этап) и дальнейшей прокатки (второй этап) при комнатной температуре и при температуре около –100 °C. Суммарная истинная деформация после двух этапов составила *e*~6,0.

В результате деформации произошло существенное измельчение исходного размера зерна: от 7 мм до 4,5 мкм. Во всех образцах наблюдается формирование бимодальной структуры, в которой крупные зерна окружены более мелкими. Основная роль в измельчении зерна отводится процессам фрагментации и непрерывной динамической рекристаллизации. С увеличением степени деформации отмечается усиление текстуры базиса (0001). Не было обнаружено следов интенсивного двойникования, которое является одним из основных деформационных механизмов в магнии. Испытания на растяжение показали, что для 120-мкм фольги удалось достичь некоторого улучшения пластических свойств по сравнению с 1-мм пластиной.

введение

Благодаря своим уникальным свойствам, таким как малая плотность, превосходная удельная жесткость, прочность и высокая экологическая безопасность, магний и его сплавы обладают большим потенциалом для применения в различных отраслях промышленности. Использование магниевых сплавов в значительной степени может способствовать облегчению общей конструкции транспортных средств, экономии энергии, а также созданию новых более энергоемких источников тока – магниевых батарей [1; 2].

Однако пластичность магния и его сплавов при комнатной и более низких температурах чрезвычайно мала, поэтому данные материалы с трудом поддаются технологическим обработкам. Этот недостаток связан с особенностями строения кристаллической решетки магния: как и все металлы с гексагональной плотноупакованной решеткой, магний не обладает достаточным количеством независимых систем скольжения. Чаще всего деформация происходит по базисной плоскости (0001), в результате чего формируется базисная текстура (0001), которая препятствует дальнейшей обработке без последующего разрушения [1–5].

Уменьшение зерна в магнии до субмикронного размера может привести к улучшению механических свойств. Достичь существенного измельчения структуры можно за счет применения методов мегапластической деформации (МПД).

Обработка магния и его сплавов методами пластической деформации, как правило, проводится при высоких температурах (200–400 °C) [6–10], что позволяет активировать небазисные системы скольжения. Однако минимальный размер зерна, полученный после деформации методом равноканального углового прессования (РКУП), по результатам большого количества работ [11–13] составляет не менее 2 мкм. Снижение размера зерна до субмикронного уровня невозможно, так как температура деформации выше температуры рекристаллизации и приводит к значительному росту зерна. Деформация магния и его сплавов при температурах ниже 100–200 °С зачастую приводит к разрушению материала. К примеру, в работах [14–16] представлены результаты деформации магния различными методами при температурах ниже 150 °С, в результате чего исследуемые образцы разрушились или растрескались.

В Институте физики металлов УрО РАН в лаборатории прочности разработана технология поперечного выдавливания магния при комнатной температуре с последующей прокаткой. Данный метод позволяет получить магниевые пластины и фольги толщиной от 1 мм до нескольких микрометров. Цель работы – изучение структуры, текстуры и механических свойств тонкой пластины и фольг магния, полученных в результате мегапластической деформации методами поперечного выдавливания и последующей прокатки при комнатной и более низкой температурах.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исходного материала использовался технически чистый литой магний марки МГ-90 (99,98 %) со столбчатой структурой. Средняя длина зерна составляла 7,7 мм, ширина – 2,4 мм (рис. 1). Из центральной части слитка вдоль оси зерна была вырезана цилиндрическая заготовка диаметром 40 мм и высотой 50 мм.

Мегапластическая деформация заготовки осуществлялась в несколько этапов: поперечное выдавливание и прокатка. На первом этапе заготовка помещалась в специальный контейнер (рис. 2 а), в нижней части которого расположена щель, через которую под действием приложенной нагрузки магний истекает в виде пластины толщиной 1 мм (рис. 2 б). Деформация осуществлялась при комнатной температуре и за один проход составила $e\sim3,9$. Величина прикладываемой нагрузки – 1,2 ГПа.



Рис. 1. Макроструктура магниевого слитка

Полученные 1-мм пластины были затем прокатаны при комнатной температуре и при температуре -100 °C до фольги толщиной 120 мкм. При прокатке деформация заготовки увеличилась до $e \sim 6,0$. На описанную методику изготовления магниевых фольг методом поперечного выдавливания и последующей прокатки разработан и получен патент РФ [17].

Для исследования микроструктуры и текстуры была использована сканирующая электронная микроскопия (СЭМ, микроскоп QUANTA 200 FEI с детектором для проведения EBSD-анализа).

При подготовке образцов к СЭМ и EBSD-анализу поверхности пластин были сначала механически отшлифованы, а затем отполированы до зеркального блеска с помощью алмазной пасты и фетра. Для электрополировки использовался раствор 95 % метилового спирта и 5 % азотной кислоты. Рабочее напряжение – около 5 В при температуре –10 °С. 120-мкм фольги сразу подвергались электрополировке без предварительной механической обработки. Механические испытания на растяжение выполнялись при комнатной температуре на испытательной машине Instron. Испытаниям подвергались пластина толщиной 1 мм и фольга 120-мкм, полученная при комнатной температуре. Общая длина образца для проведения испытаний составляла 150 мм, длина рабочей части – 50 мм, ширина – 10 мм. Скорость растяжения – 0,2 мм/мин (относительная скорость растяжения – 0,7·10⁻⁴ сек⁻¹). Для получения достоверных результатов испытывалось не менее 5 образцов на точку.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Микроструктуры и гистограммы распределения зерен по размерам для 1-мм пластины и 120-мкм фольг, полученных в результате прокатки 1-мм пластин при комнатной температуре и температуре -100 °C, представлены на рис. 3. Для всех образцов стоит отметить формирование неоднородной структуры, в которой крупные зерна с криволинейными границами соседствуют с участками более мелких. На рис. 3 а можно увидеть пример структуры типа «ожерелье»: рекристаллизованное зерно порядка 15 мкм окружено кристаллитами с размерами от 1 до 5 мкм. Для 1-мм пластины средний размер зерен составил 7 мкм, наименьший – 500 нм. Такое существенное измельчение структуры по сравнению с исходной крупнозернистой структурой слитка может быть связано с процессами фрагментации и динамической рекристаллизации в процессе деформации магния [2-4].

После прокатки при комнатной температуре 1-мм пластины до фольги 120-мкм происходит дальнейшее измельчение зеренной структуры (рис. 3 б, 3 д). Средний размер зерна оказался равен 4,8 мкм. Несмотря на высокую долю зерен с размерами до 2 мкм, наблюдается увеличение доли зерен с размерами более 10 мкм. Такой эффект, вероятно, вызван локальным разогревом пластины в области прокатки.

В результате низкотемпературной прокатки 1-мм пластины до фольги (рис. 3 в, 3 е) средний размер зерна уменьшился до 4,2 мкм. Однако, как и в предыдущем образце, здесь наблюдается формирование большого количества зерен с размерами, превышающими 10 мкм.

Подробные результаты EBSD-исследований для пластины и фольг приведены на рис. 4. На EBSD-картах микроструктуры зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентацией (цветовой код



Рис. 2. Мегапластическая деформация магния: а – схема метода поперечного выдавливания; б – полученные в результате 1-мм пластина (1) и 120-мкм фольга (2)



Рис. 3. Микроструктура 1-мм пластины (а), 120-мкм фольги, полученной прокаткой при комнатной температуре (б), 120-мкм фольги, полученной при температуре – 100 °C (в), и гистограммы распределения зерен по размерам в 1-мм пластине (г),

120-мкм фольге при комнатной температуре (д), 120-мкм фольге при температуре –100 °С (е)



Рис. 4. EBSD-карты микроструктуры, полюсные фигуры (0001) и распределение углов разориентировок границ: а, г – 1-мм пластина; б, д – 120-мкм фольга при комнатной температуре; в, е – 120-мкм фольга при температуре –100°С

ориентировок расположен на рис. 4 а в правом нижнем углу). В правом верхнем углу карт в виде вставок представлены полюсные фигуры (0001) (ПФ).

Во всех образцах отмечается образование текстуры базиса (0001), о чем свидетельствует преобладание красного цвета в ориентационных картах. Однако после прокатки текстура становится более ярко выраженной. Сравнение ПФ (0001) на рис. 4 а с ПФ, представленными в литературе [18], показывает, что текстура магния после поперечного выдавливания схожа с текстурой образца после РКУП по маршруту А. ПФ (0001) тонких фольг размыты преимущественно вдоль направления прокатки RD, что соответствует формированию текстуры прокатки.

На рис. 4 г, 4 д и 4 е показаны гистограммы распределения углов разориентировок границ. Для всех образцов наблюдается высокая доля малоугловых границ, что может говорить о присутствии субструктуры, образующейся в результате сильных деформационных воздействий. На гистограмме для фольги 120 мкм, полученной в результате низкотемпературной прокатки, присутствует небольшой пик в диапазоне $30-40^{\circ}$. Известно [19; 20], что такой угол разориентации границ может соответствовать двойному двойникованию $\{10\overline{11}\}-\{10\overline{12}\}(38^{\circ} < 11\overline{20} >)$. Стоит отметить, что следов активного двойникования по результатам СЭМ и EBSD-анализа практически не обнаружено.

В работе были проведены механические испытания на растяжение 1-мм пластины и фольги 120 мкм, полученной при комнатной температуре. При проведении механических испытаний на растяжение был выявлен разброс в значениях удлинения и пределов прочности образцов. При этом пределы текучести всех образцов практически совпадали (разброс внутри групп составил ±3 %). Этот результат предположительно связан с тем, что, как правило, на пластические свойства сильное влияние оказывает качество образцов, подготовленных для испытаний. В процессе изготовления на кромках образцов могут появиться микротрещины, невидимые глазу, но тем не менее оказывающие серьезное влияние на поведение материала при растяжении. Поэтому в данной работе приведены результаты испытаний пластины и фольги, которые продемонстрировали максимальное удлинение.



и фольги 120 мкм (2), полученные при скорости растяжения 7·10⁻⁴ сек⁻¹

Диаграммы растяжения образцов представлены на рис. 5. Можно заметить явное отличие в наклоне кривых. Такая разница демонстрирует различия в текстуре образцов. Кривая 2 типична для образцов магния, полученных прокаткой при комнатной температуре, в результате чего они приобретают острую текстуру базиса, или иначе текстуру прокатки. Кривая 1 соответствует образцу, который не обладает ярко выраженной текстурой. По результатам испытаний предел текучести пластины составляет 132 МПа. Дополнительная деформация прокаткой до толщины 120 мкм приводит к значению 135 МПа. Предел прочности фольги (202 МПа) выше, чем у пластины (162 МПа), фольга также демонстрирует более высокое удлинение до разрыва (8,3 % против 5,5 % соответственно). Подобные значения для магния в литературе отмечаются достаточно часто, в среднем удлинение при растяжении при комнатной температуре составляет 5-8 % [7].

выводы

В результате применения многоэтапного метода МПД, который включает в себя поперечное выдавливание и последующую прокатку, удалось достичь высоких степеней деформации (суммарно е~6). Уже после первого этапа деформации происходит существенное измельчение исходной структуры от нескольких миллиметров до десятков микрон, что может быть связано с процессами фрагментации и динамической рекристаллизации. Дальнейшая прокатка пластины при комнатной температуре до фольги толщиной 120 мкм приводит к уменьшению среднего размера зерна и формированию более острой текстуры базиса по сравнению с пластиной. При изучении микроструктуры образцов не наблюдается следов активного двойникования, которое наряду с базисным скольжением является важным механизмом при деформации магния и его сплавов. Механические свойства образцов остались в пределах известных из литературы данных.

Изучение структуры и текстуры образцов проводилось в ОЭМ ЦКП УрО РАН. Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Деформация», № 01201463327) и при поддержке УрО РАН (проект № 15-17-2-11).

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Эмли Е.Ф. Основы технологии производства и обработки магниевых сплавов. М.: Металлургия, 1972. 192 с.
- Langdon T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement // Acta Materialia. 2013. Vol. 61. P. 7035–7059.
- Кайбышев Р.О., Ситдиков О.Ш. Структурные изменения в процессе пластической деформации чистого магния // Физика металлов и металловедение. 1992. № 6. С. 103–113.
- Кайбышев Р.О., Ситдиков О.Ш., Галиев А.М. Механизмы пластической деформации магния. І. Деформационное поведение крупнозернистого магния //

Физика металлов и металловедение. 1995. Т. 80. № 3. С. 174–184.

- 5. Biswas S., Dhinwal S.S., Suwas S. Roomtemperature equal channel angular extrusion of pure magnesium // Acta Materialia. 2010. Vol. 58. P. 3247–3261.
- Martin E., Mishra R.K., Jonas J.J., Czerwinski Fr. Deformation structures and recrystallization in magnesium alloys // Magnesium alloys – Design, processing and properties. InTech. 2011. P. 22–42.
- Zarandi F., Yue St., Czerwinski Fr. Magnesium sheet: challenges and opportunities // Magnesium alloys – Design, processing and properties. InTech. 2011. P. 298– 317.
- Нугманов Д.Р., Исламгалиев Р.К. Структура и механические свойства сплава АМ60В после равноканального углового прессования и прокатки // Металловедение и термическая обработка металлов. 2011. № 1. С. 8–14.
- 9. Нугманов Д.Р., Ситдиков О.Ш., Маркушев М.В. Эволюция микроструктуры магниевого сплава МА14 в процессе всесторонней изотермической ковки // Письма о материалах. 2011. Т. 1. № 4. С. 213–216.
- Нугманов Д.Р., Ситдиков О.Ш., Маркушев М.В. Структура магниевого сплава МА14 после всесторонней изотермической ковки и последующей изотермической прокатки // Физика металлов и металловедение. 2015. Т. 116. № 10. С. 1047–1055.
- Agnew S.R., Horton J.A., Lillo T.M., Brown D.W. Enhanced ductility in strongly textured magnesium produced by equal channel angular processing // Scripta Material. 2004. Vol. 20. P. 377–382.
- Agnew S.R., Mehrotra P., Lillo T.M. Texture evolution of five wrought magnesium alloys during route a equal channel angular extrusion: experiments and simulations // Acta Materialia. 2005. Vol. 53. P. 3135–3146.
- Agnew S.R., Mehrotra P., Lillo T.M. Crystallographic texture evolution of three wrought magnesium alloys during equal channel angular extrusion // Material Science and Engineering A. 2005. Vol. 408. P. 72–85.
- 14. Swiostek J., Goken J., Letzig D., Kainer K.U. Hydrostatic extrusion of commercial magnesium alloys at 100°C and its influence on grain refinement and mechanical properties // Materials Science and Engineering A. 2006. Vol. 424. P. 223–229.
- Tork N.B., Pardis N., Ebrahimi R. Investigation on the feasibility of room temperature plastic deformation of pure magnesium by simple shear extrusion process // Material Science and Engineering A. 2013. Vol. 560. P. 34–39.
- 16. Kitahara H., Maruno F., Tsushida M., Ando S. Deformation behavior of Mg single crystals during a single ECAP pass at room temperature // Materials Science and Engineering A. 2014. Vol. 590. P. 274–280.
- 17. Каменецкий Б.И., Соколов А.Л., Волков А.Ю., Антонова О.В., Клюкин И.В. Способ изготовления фольги из магния: патент РФ № 2563077, 2014.
- Satyam S., Gottstein G., Kumar R. Evolution of crystallographic texture during equal channel angular extrusion (ECAE) and its effects on secondary processing of magnesium // Materials Science and Engineering A. 2007. Vol. 471. P. 1–14.

- 19. Qin H., Zhang X., Dong Q. Microstructure and texture evolution for dynamic plastic deformed pure magnesium during isothermal annealing // Materials Science and Engineering A. 2015. Vol. 626. P. 94–101.
- Al-Samman T., Molodov K.D., Molodov D.A., Gottstein G., Suwas S. Softening and dynamic recrystallization in magnesium single crystals during c-axis compression // Acta Materialia. 2012. Vol. 60. P. 537– 545.

REFERENCES

- 1. Emli E.F. Osnovy tekhnologii proizvodstva i obrabotki magnievykh splavov [The basics of production engineering and magnesium alloys processing]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1972. 192 p.
- 2. Langdon T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, pp. 7035–7059.
- 3. Kaybyshev R.O., Sitdikov O.Sh. Structural changes during plastical deformation of pure magnesium. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1992, no. 6, pp. 103–114.
- Kaybyshev R.O., Sitdikov O.Sh., Galiev A.M. Mechanisms of plastic deformation of magnesium. Communication I. Deformation behaviour of coarse-grain magnesium. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1995, vol. 80, no. 3, pp. 174–184.
- 5. Biswas S., Dhinwal S.S., Suwas S. Roomtemperature equal channel angular extrusion of pure magnesium. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58, pp. 3247–3261.
- 6. Martin E., Mishra R.K., Jonas J.J., Czerwinski Fr. Deformation structures and recrystallization in magnesium alloys. *Magnesium alloys – Design, processing and properties. InTech*, 2011, pp. 22–42.
- Zarandi F., Yue St., Czerwinski Fr. Magnesium sheet: challenges and opportunities. *Magnesium alloys – Design*, processing and properties. InTech, 2011, pp. 298–317.
- 8. Nugmanov D.R., Islamgaliev R.K. Structure and mechanical properties of magnesium alloy AM60V after equal-channel angular pressing and rolling. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2011, vol. 667, no. 1, pp. 8–14.
- Nugmanov D.R., Sitdikov O.Sh., Markushev M.V. Microstructure evolution in MA14 magnesium alloy under multi-step isothermal forging. *Pisma o materialakh*, 2011, vol. 1, no. 4, pp. 213–216.
- Nugmanov D.R., Sitdikov O.Sh., Markushev M.V. Structure of magnesium alloy MA14 after multistep isothermal forging and subsequent isothermal rolling. *The physics of metals and metallography*, 2015, vol. 116, no. 10, pp. 993–1001.
- Agnew S.R., Horton J.A., Lillo T.M., Brown D.W. Enhanced ductility in strongly textured magnesium produced by equal channel angular processing. *Scripta Material*, 2004, vol. 20, pp. 377–382.
- 12. Agnew S.R., Mehrotra P., Lillo T.M. Texture evolution of five wrought magnesium alloys during route a equal channel angular extrusion: experiments and simulations. *Acta Materialia*, 2005, vol. 53, pp. 3135–3146.
- 13. Agnew S.R., Mehrotra P., Lillo T.M. Crystallographic texture evolution of three wrought magnesium alloys during equal channel angular extrusion. *Material Science and Engineering A*, 2005, vol. 408, pp. 72–85.

- 14. Swiostek J., Goken J., Letzig D., Kainer K.U. Hydrostatic extrusion of commercial magnesium alloys at 100°C and its influence on grain refinement and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A*, 2006, vol. 424, pp. 223–229.
- Tork N.B., Pardis N., Ebrahimi R. Investigation on the feasibility of room temperature plastic deformation of pure magnesium by simple shear extrusion process. *Material Science and Engineering A*, 2013, vol. 560, pp. 34–39.
- 16. Kitahara H., Maruno F., Tsushida M., Ando S. Deformation behavior of Mg single crystals during a single ECAP pass at room temperature. *Materials Science and Engineering A*, 2014, vol. 590. pp. 274–280.
- 17. Kamenetskiy B.I., Sokolov A.L., Volkov A.Yu., Antonova O.V., Klyukin I.V. Sposob izgotovleniya folgi

iz magniya [Methods of production of magnesium foil], patent RF no. 2563077, 2014.

- Satyam S., Gottstein G., Kumar R. Evolution of crystallographic texture during equal channel angular extrusion (ECAE) and its effects on secondary processing of magnesium. *Materials Science and Engineering A*, 2007, vol. 471, pp. 1–14.
- 19. Qin H., Zhang X., Dong Q. Microstructure and texture evolution for dynamic plastic deformed pure magnesium during isothermal annealing. *Materials Science and Engineering A*, 2015, vol. 626, pp. 94–101.
- Al-Samman T., Molodov K.D., Molodov D.A., Gottstein G., Suwas S. Softening and dynamic recrystallization in magnesium single crystals during c-axis compression. *Acta Materialia*, 2012, vol. 60, pp. 537–545.

MAGNESIUM STRUCTURE AND TEXTURE AFTER THE LOW-TEMPERATURE MEGAPLASTIC DEFORMATION

© 2017

D.A. *Komkova*, postgraduate student, leading engineer of Laboratory of strength *A.Yu. Volkov*, Doctor of Sciences (Engineering), Head of Laboratory of strength

M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)

Keywords: magnesium; plastic deformation; megaplastic deformation; microstructure; mechanical properties. *Abstract:* Magnesium and its alloys belong to the lightest metal structural materials. However, at the moment, the application of magnesium alloys is limited due to their poor workability and low ductility at low temperatures that is caused by the crystalline structure of magnesium and the limited number of active slip systems. The mechanical properties of the material can be improved significantly by means of creation of the fine-grained structure using the megaplastic deformation methods.

The authors used the scanning electron microscopy method, EBSD-analysis and tensile tests to study the structure, texture and mechanical properties of 1-mm magnesium plates and 120- μ m magnesium foils produced in the result of megaplastic deformation using the transverse extrusion method (the first stage) and further rolling (the second stage) at room temperature and at the temperature of about -100°C. Total true strain after two stages was e~6.0.

In the result of deformation, the original grain size was significantly reduced from 7 mm to 4.5 μ m. All samples demonstrated the formation of the bimodal structure where the large grains are surrounded by smaller ones. The processes of fragmentation and continuous dynamic recrystallization play the main role in the grain refinement. With the increase of deformation degree, the basis texture (0001) strengthens. The authors did not find any traces of the intense twinning, which is one of the main deformation mechanisms in magnesium. Tensile tests showed the improvement of plastic properties of 120- μ m foil compared to a 1-mm plate.