

На правах рукописи



Васильев Евгений Викторович

**КИНЕТИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ МЕХАНИЗМОВ ДЕФОРМАЦИИ
МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ ПРИ СТАТИЧЕСКОМ И ЦИКЛИЧЕСКОМ
НАГРУЖЕНИИ**

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Самара - 2018

Работа выполнена в НИО-2 «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» Научно-исследовательского института прогрессивных технологий федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тольяттинский государственный университет» (ФГБОУ ВО ТГУ).

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор
Мерсон Дмитрий Львович

Официальные
оппоненты: **Волков Алексей Юрьевич**
доктор технических наук, главный научный сотрудник, заведующий лабораторией, Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук

Кулясова Ольга Борисовна
кандидат технических наук, старший научный сотрудник, ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет»

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук (ИПСМ РАН), г. Уфа

Защита состоится 14 декабря 2018 года в 15:00 на заседании диссертационного совета Д 212.217.01 на базе ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет» по адресу: 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244, главный корпус, аудитория 200.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет» и на сайте www.samgtu.ru.

Отзывы по данной работе в двух экземплярах, заверенные гербовой печатью организации, просим направлять на имя ученого секретаря диссертационного совета Д 212.217.01 по адресу: Россия, 443100, Самара, ул. Молодогвардейская, 244, главный корпус, ученому секретарю диссертационного совета Д 212.217.01, тел. (846) 242-27-76, e-mail: mtm.samgtu@mail.ru

Автореферат разослан «__» _____ 20__ года.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.217.01
кандидат технических наук



Д.А. Майдан

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы: С момента открытия почти двести лет назад магний привлекает к себе повышенный интерес конструкторов и исследователей в связи с высочайшей удельной прочностью. При более высокой прочности магний обладает жесткостью и плотностью, сопоставимой с самыми прогрессивными полимерами и при этом, в отличие от полимеров и алюминия, легко утилизируется и относительно легко перерабатывается для вторичного использования. Все это делает сплавы магния очень привлекательными для транспортных отраслей промышленности, где снижение веса является одной из приоритетных задач.

Следует также отметить, что магний обладает биосовместимостью и способностью к постепенному рассасыванию в биологических средах, и может применяться для изготовления биоразлагаемых изделий медицинского назначения (например, конструкций остеосинтеза или сосудистых стентов). Кроме того, магний является перспективным материалом в альтернативной энергетике для создания аккумуляторов водорода.

Несмотря на привлекательные свойства, магниевые сплавы имеют и ряд недостатков: низкая прочность и пластичность в литом состоянии, плохая деформируемость, низкая коррозионная стойкость. В настоящее время наблюдается большое количество исследований, направленных на решение данных проблем, активно развиваются государственные, международные научные программы и отраслевые проекты по созданию новых сплавов. Ведущие организации по разработке и изучению магниевых сплавов находятся в таких странах, как США, Россия, Китай, Япония, Германия, Англия, Корея и др. Исследования в данной области активно проводят как отечественные, так и зарубежные ученые: Mordlike B.L., Song G.L., Kawamura Y., Witte F., Agnew S.R., Barnett M.R., Mathis K., Эстрин Ю.З., Виноградов А.Ю., Маркушев М.М., Добаткин С.В., Валиев Р.З. и многие другие. Тем не менее, при всем обилии разработок, физико-механические характеристики магниевых сплавов по-прежнему оставляют желать лучшего - главным образом, из-за пробелов в понимании механизмов деформации, а потенциал повышения их характеристик далеко не исчерпан.

Таким образом, по-прежнему актуальным остается проведение работ, направленных на получение сплавов с повышенными эксплуатационными характеристиками, а также фундаментальное понимание природы изменения свойств. При этом ключевой задачей является понимание связи механизмов деформации с условиями нагружения и состоянием микроструктуры, которая в конечном итоге и обеспечивает получение заданных характеристик.

Цель работы – *установление физических закономерностей реализации механизмов деформации магниевых сплавов в зависимости от их исходной микроструктуры и вида нагружения.*

В диссертационной работе были поставлены и решены следующие **исследовательские задачи:**

- 1) Подобрать комплекс стандартных методик исследования и характеристики магниевых сплавов; разработать методику анализа видеоданных для автоматизации подсчета образующихся двойников.

- 2) Получить магниевые сплавы в различном структурном состоянии путем применения различных схем и режимов механической и термической обработок.
- 3) Определить основные зависимости между условиями обработки и получаемой микроструктурой.
- 4) Установить связь между структурными параметрами сплавов и их механическими свойствами при статическом и циклическом нагружении в зависимости от режимов обработки.
- 5) Выявить особенности морфологии поверхности и характера разрушения сплавов в различном структурном состоянии.
- 6) С помощью уникального испытательного стенда, позволяющего в процессе статических и циклических испытаний вести одновременно скоростную видеосъемку поверхности и запись сигналов акустической эмиссии (АЭ), установить особенности протекания механизмов деформации, ответственных за механическое поведение магниевых сплавов.
- 7) Разработать феноменологическую модель кинетики накопления двойников, учитывающую экспериментально наблюдаемые микроструктурные параметры.

Объект исследования: чистый магний, магниевые сплавы ZK60 (Mg-5,8Zn-0,8Zr) и ZK30 (Mg-2,6Zn-0,01Zr).

Предмет исследования: влияние структурных факторов и условий нагружения на кинетику деформационных процессов в магниевых сплавах и их механическое поведение в целом.

Научная новизна:

- На основе синхронизированной записи механических диаграмм, сигналов акустической эмиссии и видеосъемки поверхности установлены особенности деформационного поведения и работы механизмов деформации для чистого магния и сплавов Mg-Zn-Zr при различных условиях нагружения.

- Установлен нижний предел скорости образования двойника, который находится на уровне 100 м/с, и скорости роста двойника - 10^{-4} - 10^{-3} м/с.

- Впервые экспериментально установлена линейная зависимость амплитуды сигнала АЭ от длины образующегося двойника и корреляция между распределениями амплитуд сигналов и размеров зерен.

- Разработана феноменологическая модель кинетики двойникования, которая учитывает структурные характеристики материала и позволяет определять объемную долю двойников как функцию от приложенного напряжения.

Практическая значимость:

- Разработанный алгоритм обработки видеоданных может быть с успехом применен для количественного анализа процесса двойникования и упрощения рутинной работы по обработке больших объемов данных.

- Применение методов интенсивной пластической деформации позволило для сплава Mg-5,8Zn-0,8Zr (ZK60) получить механические характеристики на уровне: временное сопротивление 325 МПа, относительное удлинение 40% и

предел выносливости 120 МПа, сочетание которых является превосходным показателем для данного сплава и повышает его привлекательность для применения в автомобильной и авиакосмической отраслях.

- Установленные особенности деформационного поведения чистого магния и его сплавов и разработанная феноменологическая модель накопления двойников могут быть использованы для разработки и прогнозирования свойств новых сплавов с повышенными механическими характеристиками.

- Используемая в работе методика кластерного анализа сигналов акустической эмиссии для идентификации процессов дислокационного скольжения и двойникования в магниевых сплавах может быть применима для изучения кинетики механизмов деформирования и в других материалах.

Методология и методы исследования:

Работа включала изучение литературных источников, теоретическое моделирование процесса двойникования и практические исследования различными методами, в качестве которых применялись: оптическая и сканирующая электронная микроскопия, анализ картин дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD), запись и анализ сигналов АЭ, механические испытания по схеме одноосного растяжения-сжатия, испытания на малоцикловую и многоцикловую усталость, видеосъемка поверхности образца.

Положения, выносимые на защиту:

- 1) Описание влияния механической и термической обработки на микроструктуру и механическое поведение магниевых сплавов при различных видах нагружения.
- 2) Алгоритм обработки видеоданных и принципы интерпретации результатов кластерного анализа сигналов акустической эмиссии применительно к магниевым сплавам.
- 3) Результаты исследования кинетики двойникования и дислокационного скольжения в чистом магнии и сплаве ZK30 при статическом и циклическом нагружении.
- 4) Феноменологическая модель кинетики двойникования, позволяющая определять объемную долю образующихся в материале двойников в зависимости от приложенного напряжения.

Связь работы с научными программами и темами:

Работа выполнена в Тольяттинском государственном университете на базе НИИ Прогрессивных технологий в рамках ФПЦ «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы», соглашения №14.586.21.0021, № 14.583.21.0006, а также при поддержке грантов на проведение работ по постановлению Правительства РФ от 09.04.2010 № 220 «О государственной поддержке научных исследований, проводимых под руководством ведущих ученых в российских образовательных учреждениях высшего профессионального образования» № 11.G34.31.0031 (первая очередь).

Достоверность полученных в работе результатов обеспечивается корректностью поставленных задач, использованием апробированных

экспериментальных методов, а также обоснованностью используемых приближений и совпадением результатов, полученных различными методами.

Апробация работы: основные результаты работы докладывались и обсуждались на конференциях: VII и VIII Международная школа «Физическое материаловедение» (Тольятти, 2016 и 2017), MRC International Symposium, MRC2016 (Киото, 2016), Открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» (Уфа, 2016), I и II Международный научный форум молодых ученых «Наука будущего – наука молодых» (Севастополь, 2015 и Казань, 2016), Всероссийский форум молодых ученых (Екатеринбург, 2017), IX-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2018» (Москва, 2018), Всероссийская конференция с международным участием «Актуальные проблемы метода акустической эмиссии» (Тольятти, 2018).

Публикации: результаты диссертации опубликованы в 20 работах, из них 9 в рецензируемых изданиях, входящих в систему цитирования WoS и Scopus и рекомендованных ВАК РФ.

Личный вклад автора состоит в анализе литературных источников и состояния проблемы, постановке целей и задач исследования, подготовке основной части образцов, проведении 95% всех экспериментальных исследований и обработке полученных результатов. Автором лично были представлены результаты проведенных испытаний и исследований в форме устных докладов на конференциях. Обсуждение и интерпретация результатов проводились автором совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

Структура и объем диссертации: диссертация изложена на 125 страницах машинописного текста, включает 66 рисунков и 8 таблиц. Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, заключения и списка использованных источников, содержащего 160 наименований, 2 приложений.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цели и задачи исследования, показана научная новизна и практическая значимость диссертационной работы, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** приведен обзор современных исследований в области магния и его сплавов, состоящий из трех подразделов. В частности, рассмотрены способы получения сплавов магния с мелкозернистой структурой и повышенными механическими характеристиками; механизмы пластической деформации в магниевых сплавах, а также возможности применения метода акустической эмиссии для анализа деформационных процессов в магнии. Отмечены существующие проблемы в актуальных на сегодняшний момент разработках: сложность и трудоемкость существующих методов получения деформируемых магниевых сплавов, недостаточное понимание фундаментальных основ получения сплавов с повышенными механическими характеристиками, необходимость прогнозирования свойств новых сплавов. В выводах первой главы заключено, что с практической точки зрения актуальным вопросом остается разработка новых

высокопроизводительных и экономически эффективных методов получения деформируемых сплавов. Показано, что физические, механические и химические свойства магниевых сплавов тесно взаимосвязаны и должны исследоваться одновременно, в идеале с использованием нескольких взаимодополняющих технологий и современных экспериментальных методов, в частности, при помощи метода акустической эмиссии. При этом важнейшим вопросом при изучении магниевых сплавов является понимание фундаментальных механизмов деформации – дислокационного скольжения и двойникования, а также их работы (реализации) в процессе нагружения.

Во **второй главе** описаны материалы и исследовательские методы, применявшиеся в диссертационной работе. В **разделе 2.1** представляются подробности способов получения и обработки использованных в работе материалов – чистого магния, сплавов ZK30 (Mg-2,6Zn-0,01Zr) и ZK60 (Mg-5,8Zn-0,8Zr) при помощи различных методов (Таблица 1).

Таблица 1 – Основной химический состав, способ получения и маркировка материалов, использованных в работе

Материал	Легирующие элементы	Маркировка	Способ изготовления и обработки
Чистый магний	- (Mg 99,98%)	Mg 99,98	Литье в песок
ZK60	5,8% Zn 0,8% Zr	ZK60 Литой	Литье в песок
		ZK60 Горячее прессование	Горячее прессование при 350°C
		ZK60 РКУП+ВИК 300°C	Гомогенизация при 330°C, 10 часов + 460°C, 7 часов; РКУП при 320°C, маршрут Вс (с вращением заготовки на 90°), 2 прохода; ВИК при 300°C, 2 цикла
		ZK60 ВИК 400°C (направления вырезки образцов: X, Z)	Всесторонняя изотермическая ковка 6 циклов при 400°C
		ZK60 ВИК 400°C+300°C (направление вырезки образцов: X, Z)	Всесторонняя изотермическая ковка 6 циклов при 400°C + 6 циклов при 300°C
		ZK60 РКУП 250°C	Термообработка по режиму Т4 (413°C, 24 часа). РКУП при 250°C, маршрут Вс
ZK30	2,6% Zn 0,01% Zr	ZK30	Литье во вращающиеся валки; термообработка по режиму Т4 (413°C, 24 часа)

Раздел 2.2 посвящен описанию методики механической подготовки образцов и выявлению их структуры. Образцы шлифовали на абразивной бумаге и полировали на алмазных суспензиях до получения зеркального блеска поверхности. Для выявления структуры использовался травители различных составов. В **разделе 2.3** описаны методы микроскопии и фрактографии. Анализ микроструктуры проводили на оптическом микроскопе Axiovert 40 MAT и сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) SIGMA фирмы Karl Zeiss. Анализ данных, полученных методом дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD), производили с помощью оригинального программного обеспечения фирмы EDAX. Изучение изломов образцов проводили при помощи СЭМ SIGMA и конфокального лазерного сканирующего микроскопа (КЛСМ) Olympus Lext OLS4000. В **разделе 2.4** рассмотрена методика проведения механических испытаний с записью видеоданных и сигналов акустической эмиссии. Механические испытания проводили на электромеханической машине Kammrath&Weiss с максимальной нагрузкой 10 кН. Скорость нагружения по умолчанию составляла $0,001 \text{ с}^{-1}$, если не указано другое. Запись видеоданных осуществляли камерой Pike для низкоскоростной видеосъемки (до 60 fps), камерой Photron для высокоскоростной видеосъемки (до 120000 fps). Для анализа объемной доли двойников по видеоданным исходное видео обрабатывалось в программе Matlab по специально разработанному алгоритму, который позволяет считывать из заданной папки видеофайл, производить последовательное вычитание кадров и бинаризацию результата вычитания, а затем рассчитывать площадь и объемную долю двойников. Запись сигналов акустической эмиссии (АЭ) вели беспороговым методом в полосе частот 10-1200 кГц с частотой дискретизации 2 МГц при помощи 18-битной платы АЦП PCI-2 (РАС) и широкополосного датчика Pico 200-700 кГц с предусилением 60 дБ. Далее исходный поток волновых форм («стрим») разбивался на отдельные короткие участки равной длины ($\approx 2 \text{ мс}$) и обрабатывался при помощи алгоритма ASK, а результате работы алгоритма получалось распределение сигналов АЭ на кластеры, которые соотносились с механизмами деформации. В **разделе 2.4** описана методика испытаний на малоцикловую и многоцикловую усталость. Испытания проводили на универсальной испытательной машине Instron E1000. Испытания на малоцикловую усталость проводили при симметричном знакопеременном режиме с амплитудой полной деформации 0,4%, 0,8%, 1%, 2% до разрушения образца либо по достижении $2 \cdot 10^4$ циклов. Испытания на многоцикловую усталость проводились при постоянной амплитуде напряжения в цикле по симметричному знакопеременному режиму с частотой 60 Гц до разрушения образца либо по достижении $2 \cdot 10^7$ циклов.

В **третьей главе** описаны результаты исследования микроструктуры и механических характеристик магниевых сплавов при статических и циклических испытаниях в зависимости от условий обработки. В **разделе 3.1** установлены особенности микроструктуры сплавов ZK60 и ZK30 при различных условиях получения и обработки. С точки зрения микроструктурных характеристик (Рисунок 1), наилучшие результаты получены после проведения двухстадийной ВИК и 4 проходов РКУП. По использованным в работе режимам удалось добиться

получения однородной рекристаллизованной структуры со средним размером зерна порядка 2-5 мкм, измельчения и однородного распределения интерметаллидных фаз.

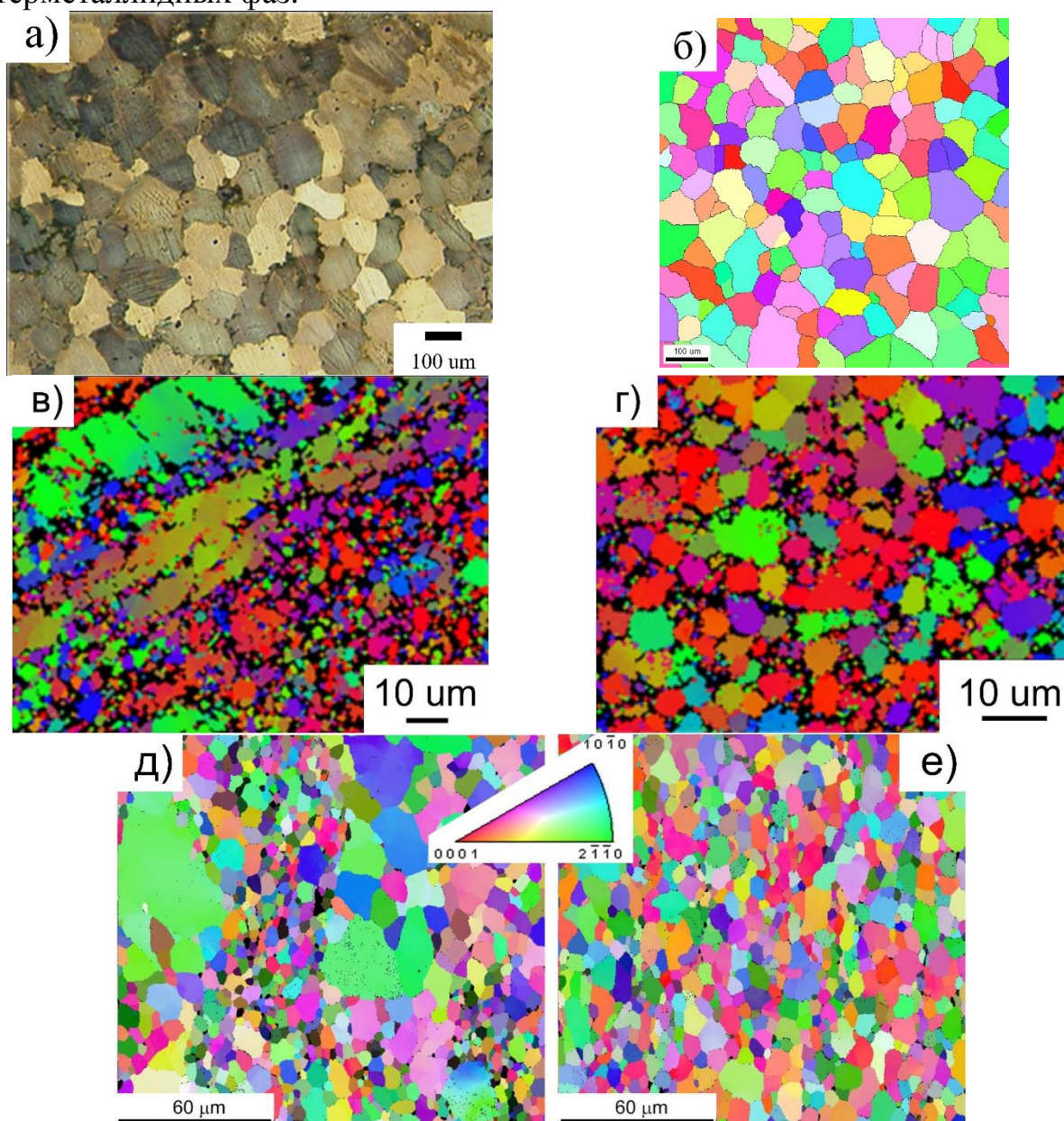


Рисунок 1 – Микроструктура сплава ZK60 после: а, б – горячего прессования, в - 2 проходов РКУП при 250°C, г – 4 проходов РКУП при 250°C, д – всесторонней изотермической ковки (ВИК) при 400°C, е – двухстадийной ВИК 400°C+300°C

Исследование механических характеристик в испытаниях на растяжение, описанное в **разделе 3.2**, показывает (Рисунок 2), что получение однородной рекристаллизованной структуры после всесторонней изотермической ковки или РКУП приводит к значительному улучшению прочности, пластичности и усталостных свойств магниевого сплава ZK60. Наилучшие характеристики при статическом растяжении были получены на образцах после 4 проходов РКУП (предел прочности $\sigma_B=325$ МПа, относительно удлинение $\epsilon=40\%$) и ВИК: $\sigma_B=300-325$ МПа, $\epsilon=31\%$. При этом высокая пластичность полученных после ИПД полуфабрикатов позволяет с уверенностью утверждать, что можно в дальнейшем

легко добиться получения более высоких прочностных и усталостных характеристик при помощи холодной или теплой деформации на небольшую величину для реализации дислокационного упрочнения и старением для дисперсионного упрочнения.

В разделе 3.3 показано, что обработка методами ИПД приводит к значительному улучшению усталостных свойств магниевого сплава ZK60 по сравнению с исходным материалом (Рисунок 3, Рисунок 4). При общей корреляции со статической прочностью на растяжение, результаты малоциклового и многоциклового усталости являются весьма чувствительными к микроструктуре.

Наивысший предел выносливости продемонстрировали образцы, обладающие наиболее однородной мелкозернистой микроструктурой после двухступенчатой ВИК при 300°C (110 МПа на базе $2 \cdot 10^7$ циклов) и после 4 проходов РКУП при 250°C (120 МПа), что является довольно высоким показателем для данного сплава.

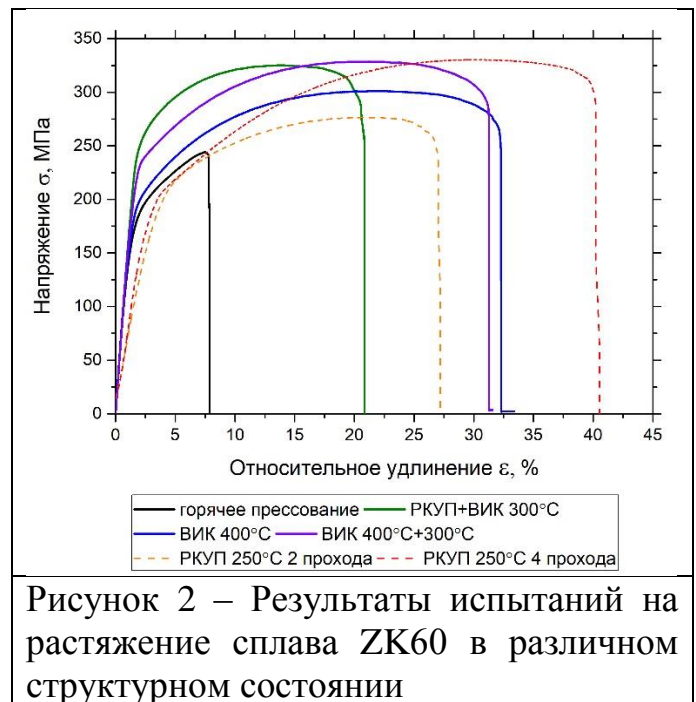


Рисунок 2 – Результаты испытаний на растяжение сплава ZK60 в различном структурном состоянии

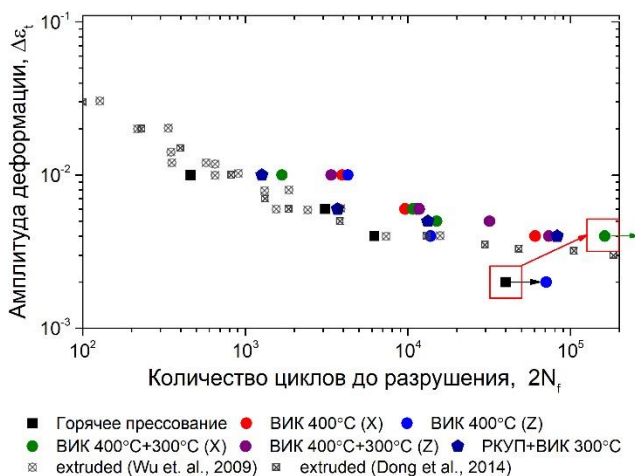


Рисунок 3 – Испытание на малоцикловую усталость сплава ZK60

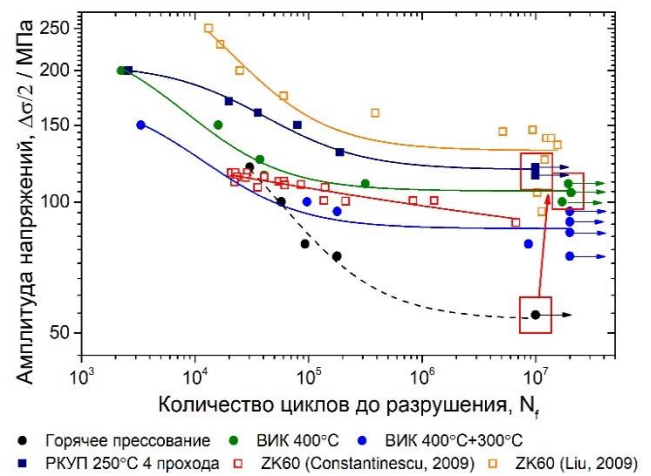


Рисунок 4 – Испытание на многоцикловую усталость сплава ZK60

В разделе 3.4 представлены основные выводы к главе.

В четвертой главе представлены результаты фрактографического анализа усталостных изломов. В разделах 4.1 и 4.2 показано, что для крупнозернистого сплава ZK60 после малоциклового усталости в области зарождения и роста трещины излом имеет характер внутрикристаллитного разрушения. Наличие крупных интерметаллидов по границам зерен и легкое двойникование в крупном

зерне ведут к снижению усталостных характеристик, что и было установлено в разделе 3.3, и хрупкому характеру разрушения.

В то же время в изломах мелкозернистых образцов после малоцикловой и многоцикловой усталости практически не наблюдается двойникования и крупных интерметаллидов и при этом в изломе повышается доля вязкой составляющей. Критическая площадь, соответствующая области стабильного роста трещины до момента долома, довольно велика. Наблюдается наличие вторичных трещин и микротрещин. Все это свидетельствует о хорошей сопротивляемости росту трещины.

Таким образом, можно заключить, что блокировка легкого двойникования и активация небазисных систем скольжения при измельчении зерна ведет к повышению сопротивления росту трещины, повышению усталостных характеристик и изменению механизма разрушения в сторону более вязкого. Для установления особенностей процесса усталости необходимо научиться отслеживать работу механизмов дислокационного скольжения и двойникования в процессе циклического нагружения *in-situ* методами

В разделе 4.3 представлены основные выводы к главе.

В пятой главе проведен анализ кинетики механизмов деформации магниевых сплавов. В частности, в разделах 5.1 и 5.2 проведен анализ циклических испытаний для чистого магния и сплава ZK30 соответственно. Для определения кинетики механизмов деформации анализировались данные из трех независимых источников: кривые нагружения, оптические наблюдения изменения микроструктуры, результаты анализа сигналов акустической эмиссии (АЭ).

При анализе кривых нагружения было установлено, что уже на первом цикле деформации крупнозернистых материалов (чистый магний, сплав ZK30) отмечена асимметрия механического поведения при сжатии и растяжении (Рисунок 5 а, б), а именно: разница в значениях предела текучести (1), предела прочности и деформационного упрочнения, нелинейность хода деформации при разгрузке (2), а также перегиб кривой, связанный со сменой преимущественного дислокационного скольжения на двойникование (3). После первого цикла деформации (Рисунок 5 в, г) характер петли гистерезиса на стадии растяжения значительно изменяется, что вызывается изменением в механизмах деформации и сдвигом начала двойникования в положительную область по деформации.

По данным видеосъемки на первом цикле деформации с амплитудой деформации 1% отмечены следующие особенности (Рисунок б). На стадии сжатия наблюдается подавляющая активность двойникования, тогда как на стадии растяжения происходит интенсивная макропластическая деформация, сопровождающаяся образованием деформационного рельефа, который порождается дислокационным скольжением и незначительным двойникованием. На втором и последующих циклах деформации визуально наблюдается, что на этапе растяжения большей частью происходит детвиннинг (раздвойниковывание), в то время как при сжатии, по-прежнему, доминирует двойникование.

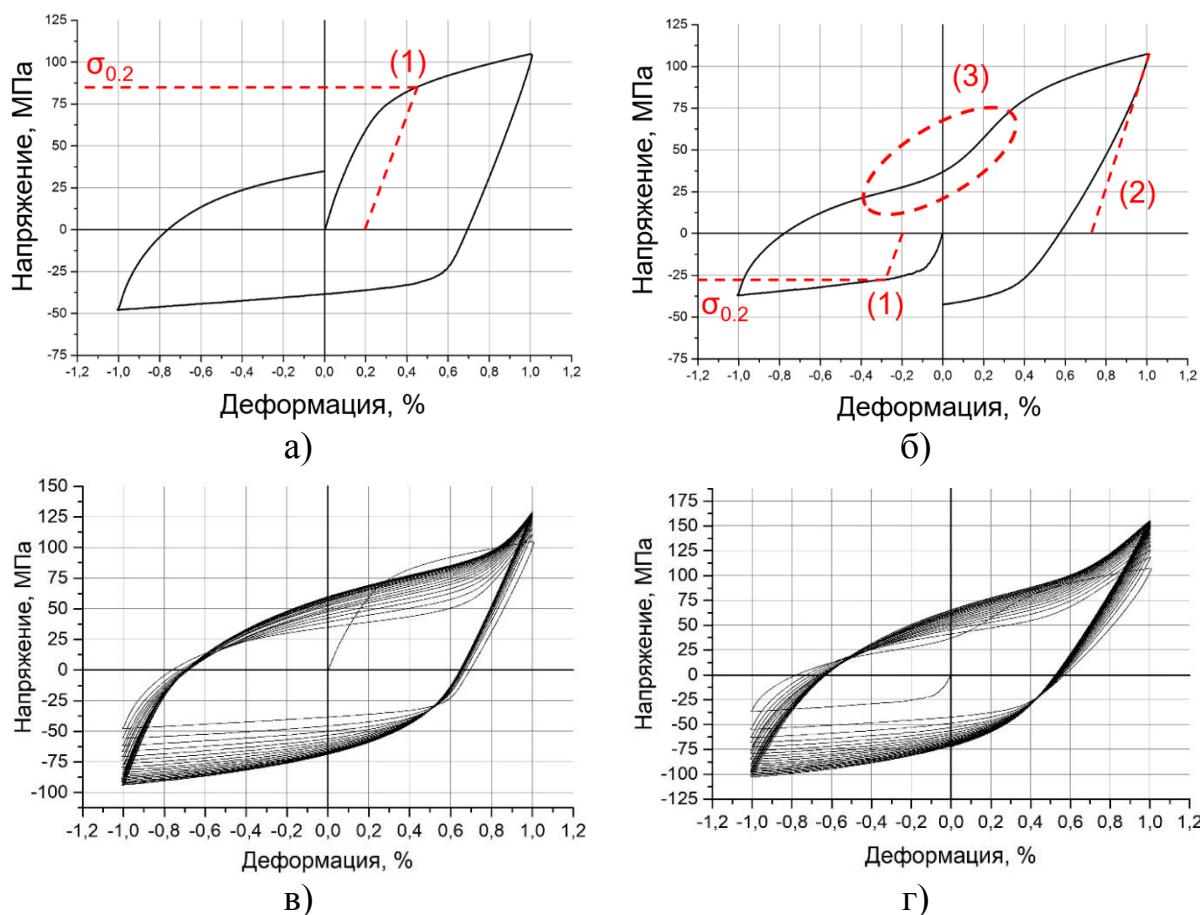


Рисунок 5 – Кривые циклического нагружения для сплава ZK30: а, б – с начальным циклом растяжения; б, г – с начальным циклом сжатия; (1) - разница в значениях предела текучести на сжатие и растяжение, (2) - неупругость деформации при разгрузке, (3) - перегиб кривой при растяжении после сжатия

Анализ результатов АЭ (Рисунок 7) показывает явное различие в тренде развития медианной частоты и энергии сигналов при сжатии и растяжении. При сжатии, когда преимущественно происходит двойникование, энергия сигналов АЭ довольно высока, а медианная частота находится в диапазоне 250-400 кГц, а при растяжении, когда преобладает скольжение, происходит снижение энергии АЭ и повышение медианной частоты ее сигналов.

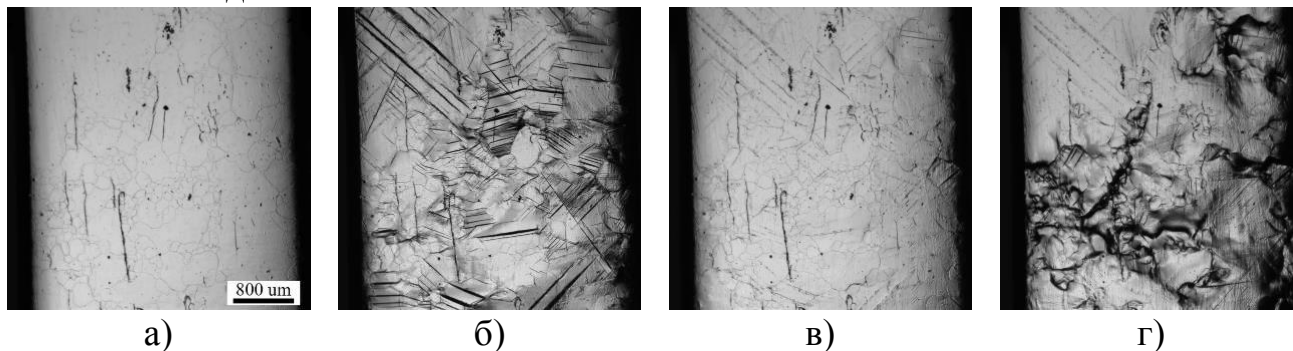


Рисунок 6 – Кадры видеоряда первого цикла деформации в испытании на сжатие-растяжение сплава ZK30 (амплитуда деформации 1%): а - исходное состояние; б – сжатие до $\epsilon = -1\%$; в – разгрузка до $\epsilon = 0\%$; г – растяжение до $\epsilon = 1\%$

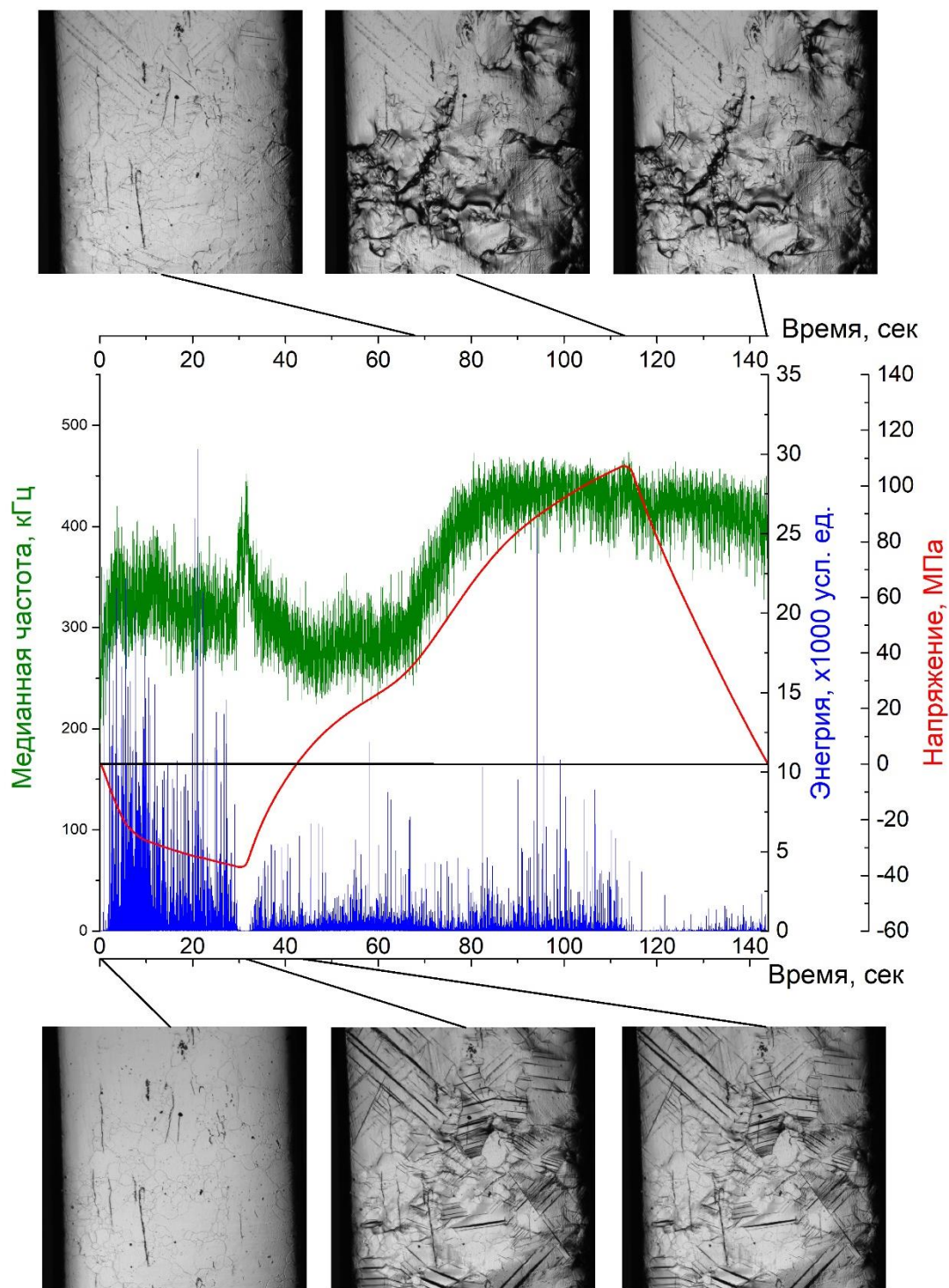
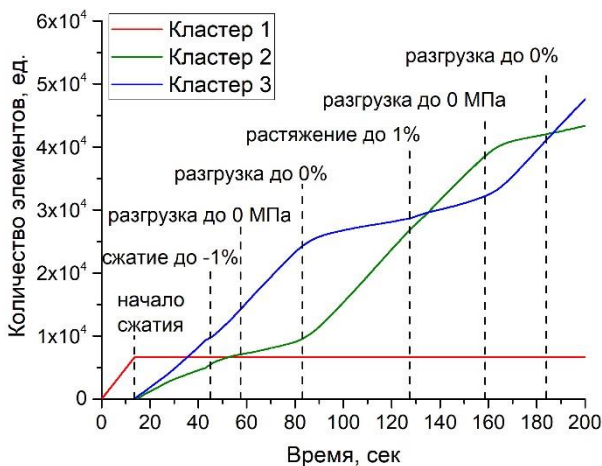


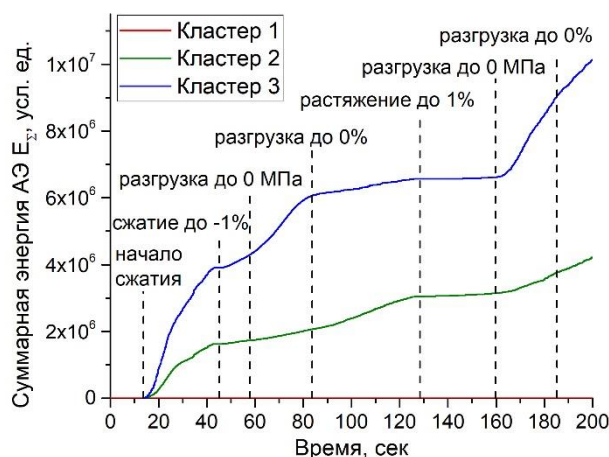
Рисунок 7 – Изменение энергии и медианной частоты АЭ сигналов в процессе циклического нагружения сплава ZK30 с полной амплитудой деформации 2% (1-й цикл)

Кластерный анализ (Рисунок 8) позволяет идентифицировать в АЭ несколько типов сигналов: электронный шум аппаратуры, который характеризуется малой энергией сигналов и функцией спектральной плотности (ФСП) с пиком в области <150 кГц (кластер № 1, сигналы которого активны только до начала испытания); двойникование с большой амплитудой и энергией сигналов, ФСП с пиком в области 150-200 кГц (кластер № 2, активен преимущественно при сжатии);

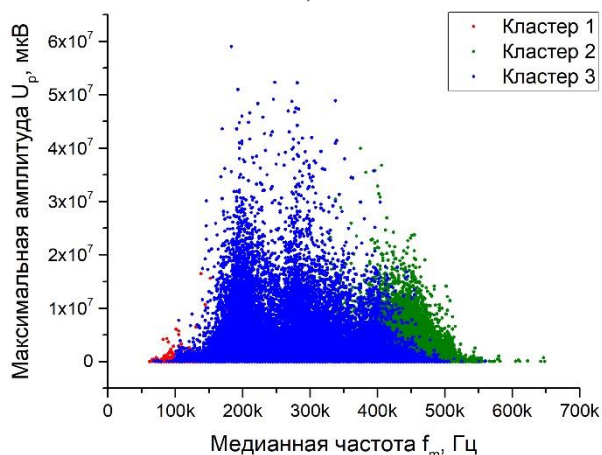
дислокационное скольжение с меньшей амплитудой и энергией сигналов, ФСП с пиком в области 400-600 кГц (кластер № 3, активен преимущественно при растяжении). Следует отметить, что активность кластеров совпадает с визуальными наблюдениями и четко отражает смену преимущественного двойникования при сжатии на дислокационное скольжение при растяжении и обратно. Все вышесказанное говорит о том, что АЭ, являясь непрямым методом наблюдения, действительно отображает изменения, происходящие в исследуемом сплаве при деформации.



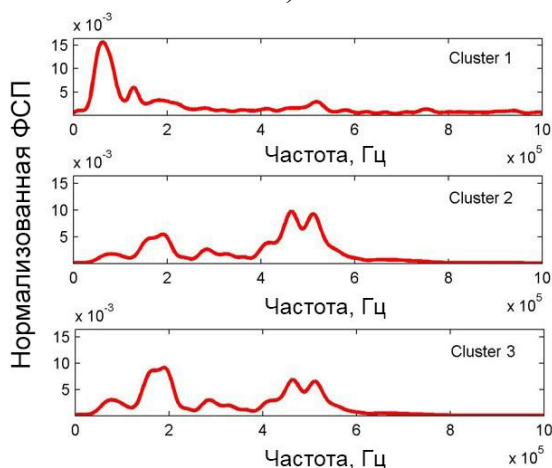
а)



б)



в)



г)

Рисунок 8 – Результаты кластерного анализа сигналов АЭ (испытание на растяжение-сжатие): а – количество элементов в кластерах; б – суммарная энергия кластеров; в – распределение сигналов АЭ в координатах Энергия-Медианная частота; г – функции спектральной плотности

Таким образом, при сопоставлении результатов анализа кривых механического нагружения, данных АЭ и изображений изменения микроструктуры было установлено, что асимметрия деформационного поведения магниевого сплава ZK30 обусловлена активацией различных механизмов – дислокационного скольжения и двойникования – при сжатии и растяжении. Такая асимметрия также частично объясняет природу усталости магниевых сплавов: при циклическом нагружении с постоянной амплитудой деформации основное накопление дефектов

происходит именно на стадии сжатия, в то время как при растяжении наблюдается их упругая релаксация (детвиннинг). Кроме того, эффект асимметрии, вызванный процессами двойникования-раздвойниковывания, приводит к тому, что в петле гистерезиса формируется положительное среднее напряжение (напряжение растяжения), которое оказывают негативное влияние на результирующие усталостные свойства.

В разделе 5.3 представлены результаты исследований скорости движения вершины двойника при зарождении и росте. Литература, посвященная двойникованию в металлах, изобилует предположениями о скоростях зарождения двойника, приближающихся к скорости звука, но этому до сих пор нет достоверного экспериментального подтверждения. Для проверки данного утверждения была проведена видеосъемка процесса двойникования со скоростью до 120 000 кадров в секунду. Было установлено, что распределение скоростей движения двойниковой вершины имеет бимодальный характер, в котором быстрая мода со скоростями от единиц до 100 м/с соответствует зарождению двойника, в то время как рост уже имеющегося в структуре двойника происходит на несколько порядков медленнее: со скоростью порядка 10^{-4} - 10^{-3} м/с. Таким образом, была получена нижняя оценка скорости зарождения двойника на уровне 100 м/с, которая опровергает распространенное утверждение о звуковой скорости данного процесса.

В разделе 5.4 представлены основные выводы к главе.

В шестой главе представлены результаты разработки феноменологической модели кинетики двойникования, основанной на микроструктурных наблюдениях, и ее экспериментальной проверке.

Модель основана на следующих положениях.

- 1). Зарождающийся двойник проскакивает через все зерно и приобретает длину порядка размера зерна; средняя толщина двойника h не зависит от размера зерна.
- 2). Двойник рождается равновесным, так что справедлива формула Фриделя для напряжения сдвига двойникования

$$\tau \cong \frac{G}{2} s \frac{h}{D}, \quad (1)$$

где G - модуль сдвига, s - деформация сдвига, производимого двойником, D - размер зерна, h - толщина двойника.

- 3). Распределение по размерам зерен в материале описывается логнормальной функцией. Объем двойника, генерируемого в зерне размера D , будет пропорционален $D^2 h$. Зерна с размером в интервале от D до $D + dD$, будут вносить следующий вклад в дифференциал объемной доли двойников F , определённой на интервале между минимальным и максимальным размером зерна $D_{\min} < D < D_{\max}$:

$$dF = \alpha \frac{hD^2}{D_m^3} f(D) dD \quad (2)$$

где D_m - средний размер зерна, определяемый как $D_m = \int_{D_{\min}}^{D_{\max}} D f(D) dD$ и α - является параметром модели, который определяет долю зерен, способных к двойникованию. Таким образом, он может быть зависимым от текстуры.

4). Предполагается, что существует критическое напряжение τ_y начала двойникования, при котором все зерна с размером больше, чем

$$D_y \cong \frac{sh G}{2 \tau_y} \quad (3)$$

будут производить двойники. Соответственно, объемная доля двойников определяется как

$$F_o = \frac{\alpha h}{D_m^3} \int_{D_m}^{D_y} D^2 f(D) dD, \quad (4)$$

что может рассматриваться как начальная объемная доля двойников. По мере того, как увеличивается действующее напряжение, все меньшие и меньшие зерна начинают вовлекаться в процесс двойникования. Учитывая, что $D = D(\tau)$ - обратимая функция напряжения сдвига согласно уравнению (1) и применяя статистический метод изменения переменной, функция плотности вероятности «страгивания двойников» в интервале напряжений $\tau(D_{\max}) < \tau < \tau(D_{\min})$ задается

выражением $g(\tau) = f(D(\tau)) \times \left| \frac{dD(\tau)}{d\tau} \right|$. Соответственно, скорость накопления двойников может быть выражена как

$$\dot{F} = \alpha \frac{h D^2(\sigma)}{D_m^3} g(\sigma) d\sigma \quad (5)$$

что и является исходным дифференциальным уравнением модели.

В то же время напряжение σ может быть выражено через уравнение $\sigma = M \tau$, где M - коэффициент Тейлора в формуле преобразования напряжения сдвига в нормальное. Данный коэффициент рассчитывается путем усреднения факторов

Шмида SF по ансамблю зерен различных ориентировок Φ как $M = \left\langle \frac{1}{SF(\Phi)} \right\rangle$.

Здесь скобки означают усреднение по углу Φ между осью c и осью нагрузки. M находится как интеграл,

$$M = \int_0^{\pi/2} \frac{1}{SF(\Phi)} \psi(\Phi) d\Phi, \quad (6)$$

где $\psi(\Phi)$ обозначает функцию распределения фактора Шмида по углу Эйлера Φ . Для заданной текстуры эту функцию распределения можно получить экспериментально.

На первой стадии развития модели можно ограничиться простейшим вариантом без учета изменения в распределении размера зерна при двойниковании и не принимая во внимание двойники, работающие в разных кристаллографических системах.

Как говорилось выше, зерна в поликристаллических агрегатах обычно распределены логнормально

$$f(D) = \frac{1}{D\sigma_D\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(\ln(D) - \mu_D)^2}{2\sigma_D^2}\right), \quad (7)$$

где μ_D и σ_D^2 - среднее значение и дисперсия распределения в $\ln(D)$ соответственно. Объединив уравнения (5) и (7), с учетом легко вычисляемой функции $g(\sigma)$

$$g(\sigma) = \frac{1}{\sigma\sigma_D\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{\left(\ln\left(\frac{MshG}{\sigma}\right) - \mu_D\right)^2}{2\sigma_D^2}\right) \quad (8)$$

окончательно получим исходное полное дифференциальное уравнение модели:

$$\frac{dF}{dt} = \frac{\alpha h^3 (MsG)^2}{2 D_m^3 \sigma_D \sqrt{2\pi}} \frac{1}{\sigma^3} \exp\left(-\frac{\left(\ln\left(\frac{MGsh}{2\sigma}\right) - \mu_D\right)^2}{2\sigma_D^2}\right) \frac{d\sigma}{dt} \quad (9)$$

Это выражение может быть интегрировано численно при условии, что известны параметры распределения размеров зерен и толщина двойника постоянна (приближение модели).

При проверке моделирования было установлено следующее. Модель предсказывает сильную зависимость объемной доли двойников в ходе растяжения или сжатия от микроструктуры материала - среднего размера зерна и распределения размеров зерен (Рисунок 9).

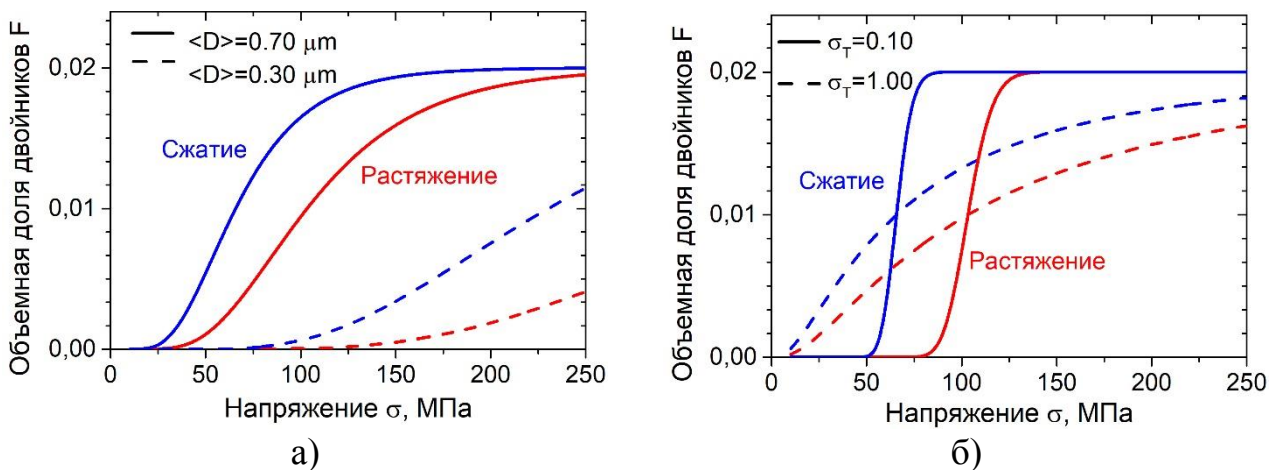


Рисунок 9 - Зависимость предсказанной доли двойников от текущего напряжения при различных значениях параметров распределения зерен – (а) средний размер зерна и (б) распределение размеров зерен (дисперсия) – при растяжении (красные линии) и сжатии (синие линии)

При этом на выходе модель дает разумные результаты, описывающие плавную кинетику накопления двойников и переход к насыщению. Эти результаты

показывают, что: (1) объемная доля двойников, зарождающихся при сжатии, выше, чем при растяжении при одном и том же действующем напряжении; (2) объемная доля двойников увеличивается с размером зерна и (3) для материала, имеющего широкий разброс размеров зерен, предсказана более плавная кривая накопления двойника чем для случая узкого распределения размеров зерен. Следует отметить, что все вышесказанное в достаточной степени подтверждается многочисленными литературными данными.

Экспериментальная проверка модели осуществлялась путем сравнения результатов моделирования и опытных данных, полученных видеонаблюдениями и методом АЭ. Первоначально были оценены возможности применения метода АЭ для количественного анализа процесса двойникования. Экспериментально установлено, что распределение максимальных амплитуд АЭ воспроизводит распределение размеров зерен, полученных EBSD, с хорошей точностью (Рисунок 10) – оба распределения логнормальны. То есть более крупные зерна способствуют генерации больших двойников и, соответственно, более высоких амплитуд сигналов АЭ.

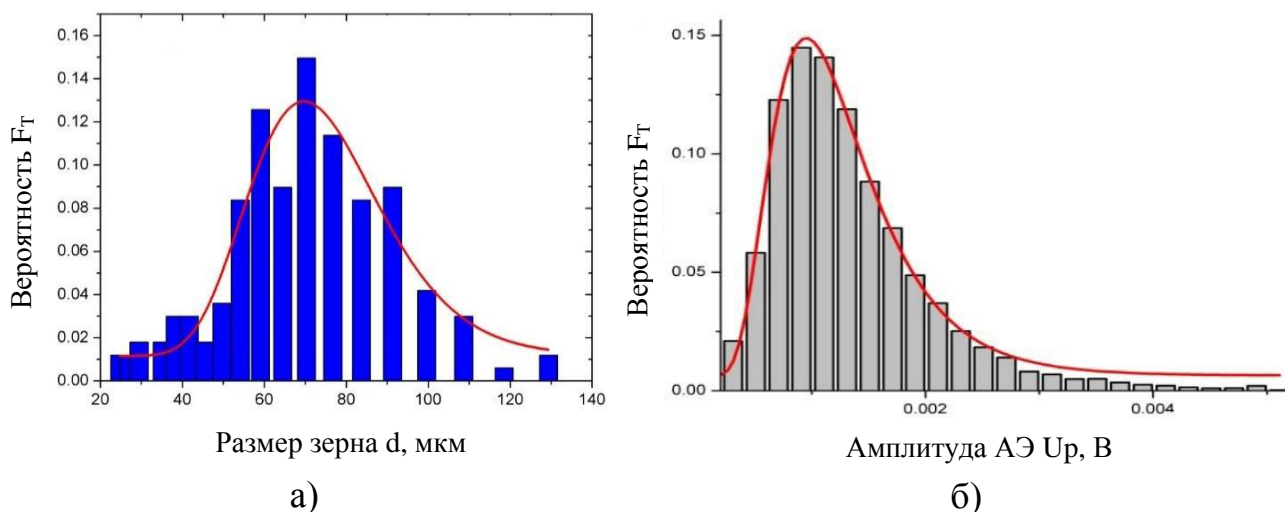


Рисунок 10 – Распределение размеров зерен (а) и амплитуд сигналов АЭ, соответствующих образованию двойников в сплаве ZK60

При этом важно отметить, что согласно полученным экспериментальным данным в прямых наблюдениях, амплитуда сигнала АЭ линейно зависит от длины образующегося двойника, как показано ниже (Рисунок 11), что фактически позволяет откалибровать АЭ систему, используя амплитуду сигнала АЭ как входное значение в модели объемной доли двойников. При проверке результатов моделирования было обнаружено, что кинетика накопления двойников имеет сигмоидальную форму, как в функции деформации, так и в функции напряжения (Рисунок 12), а результаты моделирования находятся в хорошем согласии как с данными АЭ, так и с результатами прямых наблюдений. Некоторые расхождения объясняются тем, что АЭ захватывает все события двойникования, происходящие в объеме деформируемого образца тела, в то время как прямые видео наблюдения ограничены небольшой частью поверхности. Расширение результатов локальных наблюдений на весь образец, конечно, является приближением. Тем не менее, эти

результаты рассматриваются, как качественная проверка модели двойникования, контролируемой напряжением.

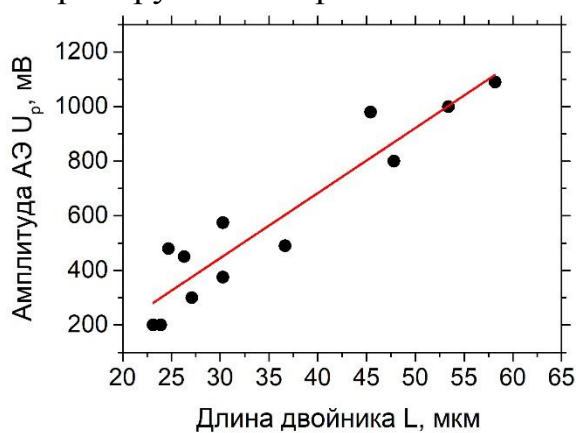


Рисунок 11 – Зависимость амплитуды сигнала АЭ от длины двойника

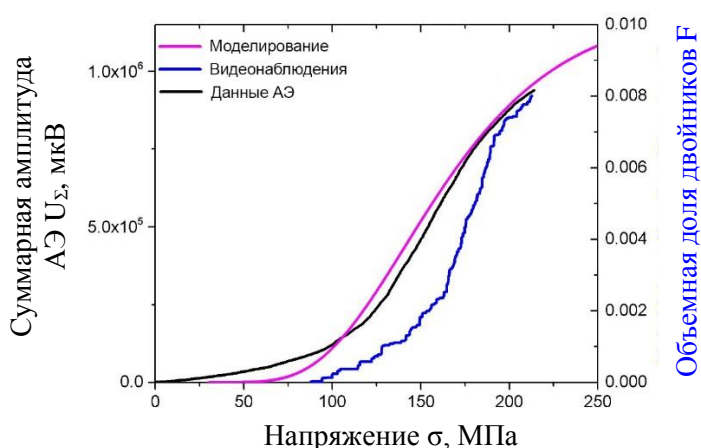


Рисунок 12 - Сравнение зависимости накопления объемной доли двойников от напряжения согласно разработанной модели с прямыми экспериментальными данными и данными по накоплению сигналов АЭ

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Разработана оригинальная методика анализа видеоданных, которая позволяет разбивать исходный видеофайл на кадры, проводить их последовательное вычитание с бинаризацией результата вычитания по регулируемым параметрам и определять объемную долю образующихся в структуре материала двойников.

2. Термомеханическая обработка методами всесторонней изотермическойковки и равноканального углового прессования позволяет получить заготовки магниевого сплава ZK60 с однородной мелкозернистой структурой и широким диапазоном механических свойств. Наилучшие характеристики достигнуты на образцах после 4 проходов РКУП: предел прочности на растяжение $\sigma_B=325$ МПа, относительно удлинение $\varepsilon=40\%$, предел выносливости $\sigma_{-1}=120$ МПа на базе $2 \cdot 10^7$ циклов. Близкие к ним результаты получены после ВИК: σ_B на уровне 300-325 МПа, $\varepsilon=31\%$, $\sigma_{-1}=110$ МПа.

3. Асимметрия деформационного поведения магниевых сплавов является прямым следствием активации различных систем двойникования при сжатии и растяжении, а также частично объясняет природу усталости магниевых сплавов: при циклическом нагружении с постоянной амплитудой деформации основное накопление двойниковых дефектов происходит на стадии сжатия, в то время как при растяжении наблюдается их упругая релаксация, т.е. раздвойниковывание (детвиннинг). Эффекты асимметрии и двойникования-раздвойниковывания приводят к тому, что в петле гистерезиса формируются положительные средние напряжения (напряжения растяжения), которые оказывают негативное влияние на результирующие усталостные свойства.

4. Измельчение зерна после ИПД подавляет двойникование и радикальным образом изменяет характер усталостного разрушения: повышается доля вязкой

составляющей в изломе и критическая площадь, соответствующая области стабильного роста трещины до момента долома.

5. Основные механизмы деформации магния и его сплавов - двойникование и дислокационное скольжение - тесно связаны друг с другом и достаточно уверенно идентифицируются в сигнале акустической эмиссии с помощью алгоритма кластеризации ASK. При этом результаты кластеризации АЭ находятся в хорошем согласовании с прямыми визуальными наблюдениями, что позволяет использовать акустическую эмиссию в качестве in-situ метода наблюдения за деформационными процессами в магнии и его сплавах.

6. Установлена линейная связь между амплитудой сигналов АЭ и длиной образующегося двойника; распределение амплитуд сигналов от двойников с хорошей точностью воспроизводит лог-нормальное распределение размеров зерен. Существует принципиальная возможность откалибровать АЭ систему и использовать амплитуду АЭ в качестве входного параметра для расчета объемной доли двойников по данным АЭ.

7. Нижний предел скорости движения вершины двойника при его зарождении находится на уровне 100 м/с и этот процесс регистрируется методом АЭ, в то время как скорость последующего роста составляет порядка 10^{-4} - 10^{-3} м/с и чувствительности АЭ метода недостаточно для детектирования данного процесса.

8. Разработана феноменологическая модель кинетики изменения объемной доли двойников в процессе деформации материалов, склонных к двойникованию, в том числе магниевых сплавов; при этом важной особенностью модели является то, что она учитывает структурные характеристики конкретного материала и опирается на тот факт, что двойникование – это не термоактивированный процесс, определяемый действующим напряжением. По результатам проверки моделирования было получено хорошее согласование с экспериментальными данными по видеонаблюдению за образованием двойников и активности наполнения кластеров АЭ.

9. С точки зрения разработки новых магниевых сплавов с высоким уровнем механических свойств, принципиально важным является: полное завершение процесса динамической рекристаллизации при термомеханической обработке; получение однородной мелкозернистой структуры; подавление двойникования; управление текстурой в направлении ослабления рандомизации текстурных максимумов; измельчение и равномерное распределение вторичных фаз.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, входящих в список ВАК и системы цитирования WOS и Scopus:

1. Linderov M., **Vasilev E.**, Markushev M., Merson D., Vinogradov A. Corrosion Fatigue of Fine Grain Mg-Zn-Zr and Mg-Y-Zn Alloys //Metals. 2017. Vol. 8. Issue 1. P. 20.
2. Мерсон Д., **Васильев Е.**, Маркушев М., Виноградов А. Коррозия магниевого сплава ZK60 после интенсивной пластической деформации. Письма о материалах. 2017. Т.7. №4. С.421-427
3. Vinogradov A., **Vasilev E.**, Merson D., Estrin Y. A Phenomenological Model of Twinning Kinetics //Advanced Engineering Materials. 2017. Vol. 19. Issue 1.
4. Селезнев М.Н., **Васильев Е.В.**, Виноградов А.Ю. Использование метода корреляции цифровых изображений для измерения локализованной деформации на примере двойникования магния и полос сдвига в металлическом стекле // Вектор науки тольяттинского государственного университета. 2016. № 4 (38). С. 45-51.
5. Vinogradov A., **Vasilev E.**, Linderov M., Merson D. Evolution of Mechanical Twinning during Cyclic Deformation of Mg-Zn-Ca Alloys //Metals. 2016. Vol. 6. Issue 12. P. 304.
6. Vinogradov A., **Vasilev E.**, Seleznev M., Mathis K., Orlov D., Merson D. On the limits of acoustic emission detectability for twinning // Material letters. 2016. Vol. 183. С. 417-419
7. Vinogradov A., **Vasilev E.**, Linderov M., Merson D. In situ observations of the kinetics of twinning – detwinning and dislocation slip in magnesium // Material Science & Engineering A. 2016. Vol. 676. P. 351-360.
8. **Vasilev E.**, Linderov M., Nugmanov D., Sitdikov O., Markushev M., Vinogradov, A. Fatigue Performance of Mg-Zn-Zr Alloy Processed by Hot Severe Plastic Deformation // Metals. 2015. № 5. P. 2316-2327.
9. Виноградов А.Ю., **Васильев Е.В.**, Линдеров М.Л., Мерсон Д.Л., Ржевская Е.О. Влияние равноканального углового прессования на структуру и механические свойства магниевых сплавов Mg-Zn-Ca // Вектор науки тольяттинского государственного университета. 2015. № 4 (34). С. 18-24.

Публикации в научных изданиях, не входящих в список ВАК:

10. Мерсон Д.Л., **Васильев Е.В.**, Виноградов А.Ю. Количественная оценка эффекта Баушингера в магниевых сплавах с эффектом асимметрии //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. №. 3. С. 55-58.
11. **Vasilev E.**, Merson D., Vinogradov A. Kinetics of Twinning and Dislocation Slip During Cyclic Deformation of ZK30 Magnesium Alloy //KnE Engineering. 2018. Vol. 3. Issue 4. P. 156-170.
12. **Васильев Е.В.**, Ржевская Е.О., Линдеров М.Л., Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л. Зависимость морфологии изломов магниевого сплава ZK60 от исходной микроструктуры после усталостных испытаний // Сборник тезисов докладов

научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур». – Москва. 2018. С. 65.

13. **Васильев Е.В.**, Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л., Брилевский А.И. Акустическая эмиссия при циклической деформации магниевого сплава ZK30 // Сборник материалов всероссийской конференции с международным участием «Актуальные проблемы метода акустической эмиссии». Тольятти. 2018. С. 76.

14. **Васильев Е.В.**, Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л. Кинетика и механизмы деформации магния и его сплавов // Сборник материалов и конкурсных докладов VIII Международной школы «Физическое материаловедение». Тольятти, 2017. С. 213-214.

15. **Васильев Е.В.**, Виноградов А.Ю. Кинетика и механизмы деформации магния и его сплавов // Сборник тезисов докладов XLIII Самарской областной студенческой научной конференции. Самара. 2017. С. 142.

16. Vinogradov A., Agletdinov E., **Vasilev E.**, Estrin Y. A phenomenological approach to modelling of twinning kinetics and work hardening in Mg alloys // Collected abstracts of Joint Symposium of Russia-Japan International Symposium, MRC2016. Kyoto. 2016. P. 1.

17. **Васильев Е.В.**, Виноградов А.Ю., Линдеров М.Л., Мерсон Д.Л. Механические свойства и кинетика деформации мелкозернистых магниевых сплавов Mg-Zn-Zr // Сборник тезисов докладов открытой школы-конференции стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы». Уфа. 2016. С. 37.

18. **Васильев Е.В.** Структура и свойства магниевых сплавов Mg-Zn-Ca после равноканального углового прессования // Сборник конкурсных докладов VII Международной школы с элементами научной школы для молодежи «Физическое материаловедение». Тольятти. 2016. С. 231-236.

19. **Васильев Е.В.**, Виноградов А.Ю. Кинетика и механизмы деформации магния и его сплавов // Сборник тезисов докладов XLII Самарской областной студенческой научной конференции. Самара. 2016. С. 24.

20. **Васильев Е.В.** Магниевые сплавы: назначение, свойства, тенденции и перспективы развития // Сборник тезисов участников форума «Наука будущего – наука молодых». Севастополь. 2015. Т. 2. С. 230.