

**федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»**

На правах рукописи

Васильев Евгений Викторович

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

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: д.ф.-м.н., профессор Мерсон Дмитрий Львович

Тольятти – 2018

Оглавление

Введение	4
1. Литературный обзор	11
1.1. Обзор современных исследований в области магния и его сплавов.....	11
1.2. Механизмы пластической деформации в магниевых сплавах.....	16
1.3. Акустическая эмиссия как экспериментальный метод исследования механизмов деформации	19
1.4. Выводы	21
2. Материалы и методы проведения экспериментальных исследований.....	22
2.1. Материалы.....	22
2.2. Механическая подготовка и травление	25
2.3. Микроструктурные и фрактографические исследования	26
2.4. Механические испытания с записью видеоданных и сигналов акустической эмиссии	27
2.5. Испытания на малоцикловую и многоцикловую усталость	31
2.6. Выводы	34
3. Микроструктура и механические характеристики при статических и циклических испытаниях в зависимости от предварительной обработки сплавов	35
3.1. Микроструктура магниевых сплавов	35
3.2. Анализ механических характеристик сплавов в испытаниях на растяжение	43
3.3. Малоцикловая и многоцикловая усталость	46
3.4. Выводы	51
4. Фрактографическое исследование усталостных изломов	52
4.1. Анализ изломов при помощи СЭМ	53
4.2. Анализ изломов при помощи КЛСМ.....	64
4.3. Выводы	67
5. Кинетика механизмов деформации магниевых сплавов.....	68
5.1. Циклическая деформация чистого магния.....	70
5.2. Циклическая деформация сплава ZK30	74
5.3. Растяжение с высокоскоростной видеосъемкой	89
5.4. Выводы	93
6. Феноменологическое моделирование кинетики накопления двойников.....	94
6.1. Модель кинетики изменения объемной доли деформационных двойников.....	94
6.2. Выводы	104

Заключение.....	105
Выводы	106
Список использованных источников.....	109
Приложение 1. Алгоритм анализа видеоданных (последовательности изображений) в пакете MatLab	122
Приложение 2. Изменение микроструктуры сплава ZK60 при циклической деформации	124

Введение

Актуальность темы. С момента открытия почти двести лет назад магний привлекает к себе повышенный интерес конструкторов 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. Все это приводит к тому, что уже сейчас созданы сплавы с весьма привлекательными характеристиками, например, сплавы с LPSO структурой [5,35]. Активно развиваются промышленные технологии получения магниевых сплавов и готовых изделий из них. С каждым годом увеличивается количество публикаций на конференциях и симпозиумах. Изучением магниевых сплавов активно занимаются как зарубежные, так и отечественные 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).

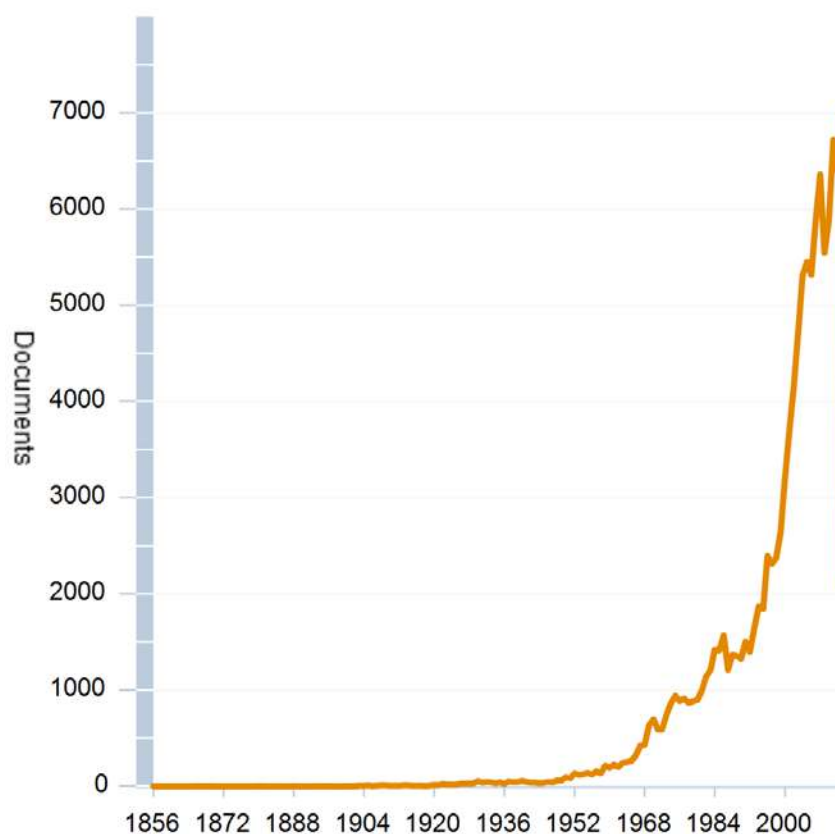


Рисунок 1 – Общее количество публикаций по теме магния, индексируемых в системе Scopus

В то же время, публикационная активность российских ученых по сравнению с зарубежными коллегами крайне мала, что подтверждается данными международных систем цитирования (Рисунок 2). При том, что Россия занимает второе место в мире по производству магния, она значительно отстаёт в развитии наукоемких технологий в данной области. В то время как за рубежом создаются крупные научно-исследовательские центры по изучению и разработке новых магниевых сплавов, в России основные исследования ведутся в отдельных организациях, среди которых Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук (Уфа), Уфимский государственный авиационный технический университет (Уфа) Белгородский государственный университет (Белгород), Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (Москва), Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии наук (Москва) и др..

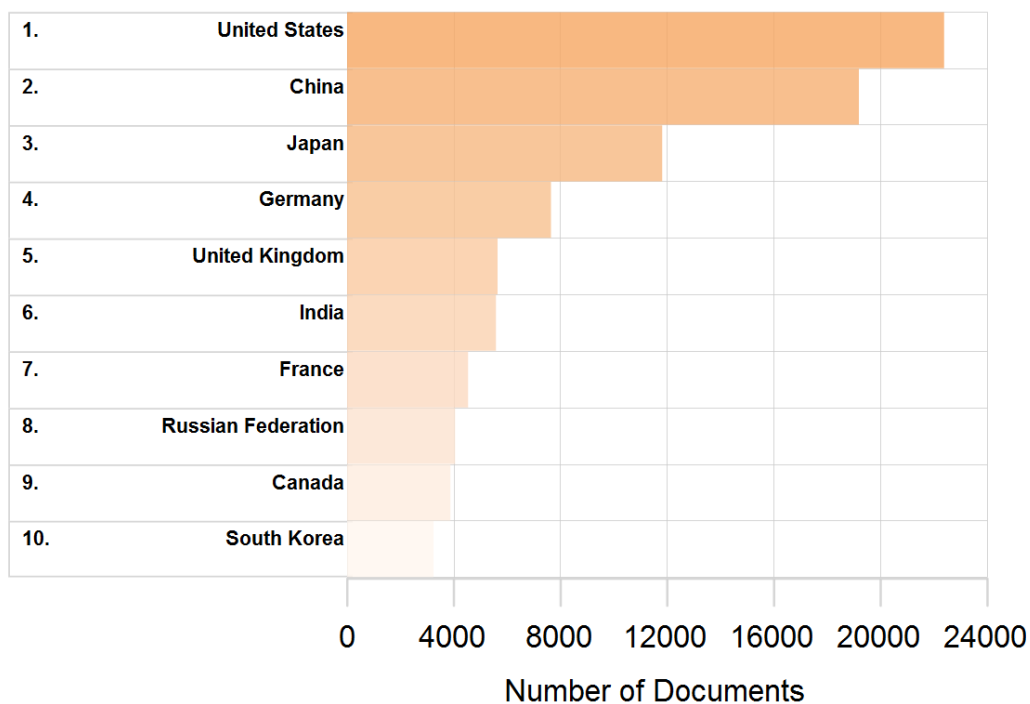


Рисунок 2 - Количество публикаций, индексируемых системой Scopus по магниевой тематике в разных странах

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 системы 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.
- 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 научно-исследовательского института прогрессивных технологий в рамках Федеральной целевой программы «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 21 работе, из них 10 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.

	Обозначения на рисунках
Stress, МПа	Напряжение, МПа
Strain	Деформация
Engineering strain, %	Деформация, %
Engineering stress, МПа	Напряжение, МПа
Tension	Растяжение
Compression	Сжатие
Time, sec	Время, сек
Number of elements, N_{Σ}	Количество элементов кластера
Cluster	Кластер
E_{Σ} /(arb. units)	Суммарная энергия элементов кластера
Maximum amplitude	Максимальная амплитуда
Frequency	Частота
Normalized psd	Нормализованная мощность спектральной плотности
Median frequency	Медианная частота
Σ energy	Суммарная энергия
Amp.	Амплитуда
f(KHz)	Частота, кГц
Sigma, МПа	Напряжение, МПа
M_{tilda}	Ориентационный фактор двойникования
Model	Разработанная модель
data	Экспериментальные данные

1. Литературный обзор

1.1. Обзор современных исследований в области магния и его сплавов

Несмотря на значительный прогресс в области магния и его сплавов, до сих пор существует много принципиальных и/или технологически важных вопросов, требующих ответа до того, как этот класс инженерных материалов сможет найти более широкое применение [6]. Актуальные вопросы, которые сформулированы научным сообществом на настоящий момент, можно суммировать следующим образом:

- 1). Каковы ключевые факторы в управлении статической и усталостной прочностью и сопротивлению ползучести деформируемых магниевых сплавов?
- 2). Что диктует зарождение и рост различных деформационных двойников в различных условиях нагрузки?
- 3). Как добиться случайной ориентации, т.е. значительно ослабить текстуру в деформируемых сплавах магния и улучшить за счет этого формуемость этих сплавов?
- 4). Какие микроструктурные факторы определяют асимметрию пластической деформации в направлении растяжения/сжатия? Иначе говоря, как можно управлять асимметрией пластической деформации магниевых сплавов?

Суммируя сложившиеся подходы к ответам на эти вопросы, можно охарактеризовать текущий статус в следующих четырех основных областях исследований:

- 1). Использование возможностей и подходов вычислительной науки и техники для развития сплава, в том числе термодинамические и первые принципы моделирования [7-12];
- 2). Понимание механизма теплостойкости и формирования жаропрочных магниевых сплавов [12-17];
- 3). Понимание механизма и моделирование деформации, в том числе механического двойникования и динамической рекристаллизации [19-27];
- 4). Управление текстурой с помощью легирования и термомеханической обработки [28-33].

Первая из названных задач, с которой в настоящее время сталкивается исследовательское сообщество по всему миру, связана с недостаточным пониманием деформационного поведения магниевых сплавов. Несмотря на многочисленные усилия, которые предпринимались в данном направлении в последнее десятилетие, многие их свойства по-прежнему изучены недостаточно хорошо. Это в свою очередь препятствует созданию экономически эффективных технологий получения и обработки магниевых сплавов и изделий из них [34-35].

Магний имеет гексагональную плотноупакованную кристаллическую решетку с соотношением кристаллографических осей $c/a \sim 1,633$. При комнатной температуре пластическая деформация магния осуществляется путем дислокационного скольжения по базисной плоскости $[0001] \langle 1120 \rangle$ (наименьшее критическое напряжение сдвига), пирамидальной [36] и призматической плоскостям (большее критическое напряжение сдвига) $[1010] \langle 1120 \rangle$. Все эти плоскости дислокационного скольжения обеспечивают не более 4 независимых систем деформации, и для удовлетворения критерию Фон Мизеса (для однородной пластической деформации необходимо не менее пяти независимых систем скольжения) требуется еще как минимум одна система деформации. И ее реализацию в магниевых сплавах обеспечивает двойникование [37,38]. Двойникование в магнии происходит преимущественно по плоскостям $[10-12]$ – двойникование растяжения, связанное с удлинением оси c , и $[10-11]$ – двойникование со сжатием вдоль оси c . Эти механизмы двойникования являются наиболее изученными [40] и согласно имеющимся в литературе данным, обеспечивают появление асимметрии деформационного поведения магниевых сплавов [62].

Асимметрия при сжатии и растяжения в металлах с ГПУ решеткой связана с активацией различных систем двойникования и дислокационного скольжения, а также с псевдо-упругой природой двойников – т.е. при разгрузке может происходить уменьшения двойника вплоть до его полного исчезновения, что аккомодирует некоторую упругую и пластическую деформацию [44]. Все это отражается в довольно необычном поведении петли гистерезиса циклической деформации.

Феномен асимметрии деформационного поведения приводит к появлению технологических трудностей при деформировании магниевых сплавов, а также негативно влияет на усталостную прочность [47], которая по-прежнему является одним из ключевых характеристик при создании конструкционных сплавов. При этом асимметрия деформационного поведения проявляется даже при наличии слабой текстуры [27] и оказывает негативное влияние на характеристики усталостного поведения.

Активация двойникования и дислокационного скольжения зависит от таких параметров структуры, таких как текстура, размер зерна, наличие легирующих элементов, а также от экспериментальных условий: скорости деформации и температуры испытания. При анализе деформационного упрочнения магниевых сплавов необходимо рассматривать не только дислокационное скольжение и двойникование по отдельности, но и взаимодействие между этими механизмами, что является довольно сложной задачей.

Кроме элементарных механизмов дислокационного скольжения и двойникования, важным аспектом деформационного поведения является наличие легирующих элементов [3].

К основным легирующим элементам конструкционных магниевых сплавов можно отнести: алюминий, цинк, цирконий, литий, марганец, а также иттрий, неодим и другие РЗМ. Рассмотрим влияние каждого из этих легирующих элементов более подробно.

Алюминий, как легирующий элемент, способствует твердорастворному упрочнению и, таким образом, улучшает механическую прочность. Кроме того, легирование магния алюминием может повысить коррозионную стойкость. Максимальная растворимость алюминия в магнии составляет 12,7 массовых процента, однако наиболее распространенными являются сплавы с содержанием алюминия до 9%.

Легирование цинком может улучшить коррозионную стойкость и механические свойства магния. Максимальная растворимость Zn в Mg составляет 6,2 масс. %. С помощью легирования магния цинком реализуется механизм твердорастворного упрочнения как следствие увеличения критического сдвигового напряжения для базисных плоскостей кристаллической решетки магния [129]. Легирование цинком имеет больший упрочняющий эффект чем легирование алюминием, так как в случае легирования цинком характерный радиус взаимодействия на ближнем порядке имеет атомные масштабы [129]. Это, конечно, улучшает некоторые технологические особенности литья, но более высокие концентрации цинка (более 2 % по массе) в комбинации с алюминием приводят к охрупчиванию сплава [128]. Также лимитирующим фактором на легирование цинком является тот факт, что повышение его массовой доли в сплаве приводит к растрескиванию и появлению микропор в процессе затвердевания расплава.

Следует отдельно отметить группу магниевых сплавов, которые являются показательным представителем деформируемых сплавов благодаря превосходному комплексу механических свойств и достаточно низкой стоимости. Легирование цирконием способствует уменьшению размера зерна и уменьшает температурный интервал кристаллизации, что в целом приводит к улучшению механических и литейных свойств. Наиболее известным и хорошо изученным представителем данной группы является сплав ZK60 Mg-6Zn-Zr, который имеет отличную прочность и пластичность, а также удовлетворительную общую коррозионную стойкость. Кроме того, данный сплав часто используется для исследования фундаментальных механизмов пластической деформации в гексагональных плотноупакованных микроструктурах.

Легирование марганцем может уменьшить размер зерна и повысить предел прочности магниевых сплавов а также повысить пластичность материала. Одна из важнейших функций марганца в магниевых сплавах - улучшение коррозионной стойкости путем преобразования металлов (например, железо), способных инициировать коррозию в относительно безобидные интерметаллидные соединения, такие как $Al_6Mn(Fe)$ и $Al_3Mn(Fe)$.

Литий является выгодным легирующим элементом для повышения прочности, улучшения формуемости и снижения веса магниевых сплавов, но в то же время значительно увеличивает скорость коррозии из-за его высокой электрохимической и химической активности [131-133]. Литий является единственным модификатором, который может изменить структуру кристаллической решетки магниевых сплавов из ГПУ в ОЦК. За счет этого он может быть использован для повышения пластичности магниевых сплавов, но оказывает негативное влияние на прочность.

Редкоземельные элементы улучшают механические характеристики, коррозионную стойкость и сопротивление ползучести магниевых сплавов. Большинство редкоземельных элементов способны обеспечить твердорастворное упрочнение магниевого сплава. Кроме того, все редкоземельные элементы могут образовывать сложные интерметаллидные фазы с алюминием или магнием. Эти интерметаллидные фазы препятствуют движению дислокаций и обуславливают дисперсионное упрочнение расплава. Условный предел текучести сплавов, содержащих РЗ элементы, может превышать 600 МПа, если они производятся быстрой закалкой. Также весьма высоким является значение $\sigma_{0,2}=470$ МПа сплава Mg-1.8Gd-1.8Y-0.7Zn-0.2Zr (ат.%), произведенного с помощью обычного горячего прессования. Groebner и Schmid-Fetzer [119,138] используя подход вычислительных фазовых диаграмм, построенных в среде CALPHAD, в качестве иллюстрации различий между тройными сплавами системы Mg-РЗ-РЗ, показали, что простое предположение о том, что все РЗ элементы ведут себя одинаковым образом – неправильно. Исторически легирование РЗ элементами магниевых сплавов опиралось на использование менее дорогих смесей РЗ металлов («мишметаллов»). Во многих работах было продемонстрировано, что различные РЗ металлы порождают различные интерметаллические фазы и приводят к существенно разным свойствам, поэтому необходимо понимать конкретные последствия введения различных РЗ элементов (и их комбинации) [138] в состав сплава, как на уровне термодинамического и *ab initio* моделирования.

В действительности, несмотря на многие факторы, прочность магниевых сплавов в значительной степени зависит от твердорастворного упрочнения и наличия первичных и вторичных упрочняющих фаз. В обоих случаях, решающим фактором для механических свойств материалов является пересыщение твердого раствора в литом состоянии. Сильное пересыщение твердого раствора легирующими элементами достигается в том случае, когда происходит кристаллизация из раствора на очень высокой скорости [51]. Быстрый переход в твердое или кристаллическое состояние обычно используется для производства тонких лент или порошков, из которых в последствии могут быть получены объемные материалы, а затем листы проката. Известно, что сплавы, полученные быстрой кристаллизацией из расплава, обладают специфической микроструктурой и свойствами, которые существенно отличаются

от литых сплавов, полученных методами традиционного литья. Их механические свойства значительно превышают те, которые соответствуют сплавам, полученным путем медленной кристаллизации. Одним из таких перспективных методов является разливка во вращающиеся водоохлаждаемые валки (Twin-Roll Casting – TRC [52-58]), что обеспечивает значительную скорость кристаллизации и оказывает благотворное влияние на микроструктуру [51, 119].

Кроме разливки-прокатки одним из технологически эффективных методов получения деформируемых сплавов магния является всесторонняя изотермическая ковка (ВИК), которая включает многократное повторение определенной последовательности простых операций свободной ковки - осадки и протяжки, что не требует сложного дорогостоящего инструмента и позволяет использовать существующее технологическое и прессовое оборудование. ВИК также является одним из эффективных способов измельчения структуры магниевых сплавов [77-79].

1.2. Механизмы пластической деформации в магниевых сплавах

Чистый магний имеет ГПУ решетку с соотношением осей $c/a \xi = 1,624$, что несколько меньше, чем идеальное значение для ГПУ упаковки твердых сфер $\xi = \sqrt{8/3} \approx 1.633$ [59]. Пластическая деформация в магнии может быть реализована скольжением по базисной, призматической и пирамидальной плоскостям, а также двойникованием (Таблица 1). Скольжение по наиболее плотно упакованной базисной плоскости (0001) в наиболее плотно упакованных направлениях $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, или базисное скольжение $\langle a \rangle$, является доминирующим механизмом деформации при низких гомологических температурах. Критическое приведенное напряжение сдвига (CRSS) для его активации составляет всего 0.45-0.81 МПа [7, 8]. Это примерно в сто раз меньше, чем напряжение сдвига для скольжения в пирамидальных или призматических плоскостях [5-6]. Поэтому другие, не базисные, системы скольжения являются вспомогательными по отношению к базисным. Однако, из-за низкой симметрии ГПУ решетки, возможность скольжения по базисной плоскости обеспечивают только две независимые системы скольжения, что меньше, чем требуется для однородной деформации поликристалла. Более того, даже когда все базисные и небазисные $\langle a \rangle$ системы активированы, они предоставляют только четыре независимо работающие системы скольжения, что все еще недостаточно для осуществления деформации поликристаллического материала в соответствии с принципом Тейлора, требующим, по крайней мере, пять независимых активных систем скольжения.

Таблица 1 – Возможные режимы деформации и критическое приведенное напряжение сдвига (CRSS) чистого магния при комнатной температуре

Режимы деформации	Кристаллографическая система		CRSS, МПа	Количество независимо работающих систем	Ссылка
	Плоскость	Направление			
Базисное скольжение $\langle a \rangle$	(0001)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	0.45-0.81	2	[59]
Призматическое скольжение $\langle a \rangle$	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	39.2	2	[59]
Пирамидальное скольжение I $\langle a \rangle$	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	48-87	4	[59]
Пирамидальное скольжение II $\langle c+a \rangle$	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$		5	[59]

Двойникование сжатия	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{2} \rangle$	100	5	[59]
Двойникование растяжения	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$	2	5	[59]

Таким образом, небазисные системы скольжения, т. е. пирамидальное скольжение типа $\Pi \langle c+a \rangle$ и/или механическое двойникование должно быть активировано, чтобы выполнялся принцип Тейлора. Работа небазисных систем скольжения зависит от CRSS этих систем, а также от целого ряда других факторов, включая состояние примесей и вторичных интерметаллидных частиц в сплаве, ориентировку соседних зерен, а также температуру деформации. Однако, помимо лития, который является единственным легирующим элементом способным изменить тип кристаллической решетки в магнии, ни один из металлов не является достаточно растворимым в магнии, чтобы значительно повлиять на отношение c/a . Таким образом, средства для управления механизмами деформации в магнии весьма ограничены. При комнатной температуре CRSS для пирамидального скольжения типа $\Pi \langle c+a \rangle$ почти на два порядка больше, чем для базисного скольжения типа $\langle a \rangle$, в то время как значение критического напряжения для двойникования сопоставимо с напряжением скольжения небазисного типа $\langle a \rangle$ (Таблица 1). Поэтому двойникование часто встречается в магнии как один из механизмов пластической деформации при комнатной температуре.

Возможные системы двойникования в магнии приведены выше (Таблица 1). В этом материале, как и во многих других металлах с ГПУ решеткой, системы двойникования преимущественно контролируются соотношением c/a . Из-за ГПУ симметрии решетки магния, существует пороговое значение соотношения c/a , которое для преимущественного направления сдвига в наиболее часто наблюдаемом и легко активируемом двойнике на плоскости $\{10\bar{1}2\}$ составляет $\xi = \sqrt{3} \approx 1.732$. Поскольку в магнии соотношение c/a меньше, $\xi < \sqrt{3}$, активация двойников $\{10\bar{1}2\}$, как правило, связана с удлинением вдоль оси «с» или с укорочением в направлении перпендикулярном к ней. Поэтому такие двойники, как правило, называют «двойниками растяжения». В связи с «полюсной» природой двойникования, подобный сдвиг может произойти только в одном направлении. Согласно теоретическим расчётам, сделанным Kocks и Westlake [139], двойникование такого типа может обеспечить максимальное удлинение на 6,4%. Морфологически эти двойники зарождаются в микроструктуре в форме напоминающей зерно чечевицы, затем растут в толщину и в конечном итоге могут занять все исходное зерно [60]. Обычно их интерьер имеет достаточно

однородный контраст при оптической микроскопии. Двойникование этого типа ведет к переориентации оси «с» исходного зерна на 86° в направлении $\langle 1\bar{2}10 \rangle$.

В случае другого типа двойникования, также довольно часто наблюдаемого в сплавах магния, двойники тонкие и длинные по форме [61]. С увеличением степени деформации скорее увеличивается плотность таких двойников, нежели их размер. Обычно их связывают с укорочением вдоль оси «с» и поэтому называют «двойниками сжатия» [62]. Такого рода двойникование происходит на плоскости $\{10\bar{1}1\}$ и ведет к переориентации исходного зерна на 56° в направлении $\langle 1\bar{2}10 \rangle$. Довольно часто это двойникование сопровождается вторичным двойникованием на плоскости $\{10\bar{1}2\}$ [62], что ведет к финальной переориентации на 38.7° относительно направления $\langle 1\bar{2}10 \rangle$. Такое двойникование иногда путают с двойниками в плоскости $\{30\bar{3}4\}$.

Большинство ученых начинает приходить к общему мнению в том, что механизмы деформации, отличные от базисного скольжения $\langle a \rangle$, проще активировать в материале с размером зерна порядка нескольких микрон и ниже. Поэтому ожидается, что уменьшение размера зерна может приводить не только к высокой прочности, но и к высокой пластичности.

1.3. Акустическая эмиссия как экспериментальный метод исследования механизмов деформации

Акустическая эмиссия (АЭ) - это явление при котором переходные упругие волны генерируются быстрым высвобождением энергии от локальных источников в материале, является уникальным инструментом для мониторинга механизмов деформации в режиме реального времени. В сочетании с многопараметрическим анализом, а также методами статистики и распознавания образов, АЭ может служить средством сопоставления работы скольжения и двойникования с кривыми нагружения.

Возможности АЭ как инструмента для анализа механизмов деформации получают все большее признание [24]. Например, Lu с соавторами [140] исследовал механические свойства экструдированного магниевого сплава AZ31B с двумя различными текстурами при одноосном растяжении. Монотонные и циклические испытания на растяжение проводились при температуре окружающей среды и контролировались при помощи сигналов АЭ. В смежной статье [141], иерархическая кластеризация и карты самоорганизации нейронных сетей Кохонена были использованы для различных типов деформационных процессов, происходящих во время механических испытаний, данные АЭ использовались в качестве входных векторов. Результаты АЭ, полученные в этой работе, соответствовали общепринятой тенденции: при деформации металлических материалов растяжением, АЭ достигает пика вскоре после начала пластического течения, а затем постепенно спадает. В работе [140], Lu и др. показали, что (а) отрыв дислокаций от примесных атомов должен быть исключен как потенциальный источник акустической эмиссии, так как АЭ в чистом магнии, не имеющем примесных атомов обладает теми же характеристиками, что и АЭ сплава AZ31, и (б) пороговое значение напряжение / деформация практически отсутствует для АЭ, т.е. АЭ начинается сразу же после начала нагружения.

В серии публикаций [142-143], Chmelik с соавторами исследовали влияние различных металлургических факторов (текстура, размер зерна и состав твердого раствора) на АЭ, вызванную двойникованием и скольжением при различных схемах нагружения (растяжение или сжатие) в нескольких магневых сплавах (AZ31, AZ61 и AZ80). Самый высокий уровень АЭ наблюдался в материале с самым большим размером зерна, что было объяснено появлением и распространением внутри зерен механических двойников с большим размером. Аналогичные выводы были сделаны Li и Enoki [144], которые связали АЭ в сплаве AZ31 с зарождением двойников при деформациях ниже 0,7% и их ростом, сопровождаемым дислокационным скольжением при более высоких деформациях.

Однако в этих исследованиях, различие между АЭ сигналом от дислокационного скольжения и от двойникования обсуждалось, главным образом, качественно. Li и Enoki

использовали преобразование Фурье для АЭ сигнала, чтобы продемонстрировать изменение типа АЭ при переходе механизма деформации от двойникования к дислокационному скольжению. Основываясь, в основном, на подсчете совокупного количества АЭ всплесков, Lou и соавторы [66] выявили два уровня напряжений для активации двойникования в сплаве AZ31B, связанными либо с двумя различными механизмами двойникования, либо с двумя типами ориентировок двойников. Они связали всплески АЭ с зарождением двойников, в то время как выразили сомнения относительно возможности обнаружения АЭ сигнала, вызванного ростом двойников.

Эти результаты являются убедительной иллюстрацией возможностей метода АЭ, как инструмента в исследовании механизмов деформации в ГПУ металлах и, в частности, в Mg сплавах. Более того, эти возможности могут быть усилены за счет нового метода классификации сигнала для анализа АЭ, который разрабатывается в Тольяттинском государственном университете. Подробно об этом методе рассказывается в работе [66]. Этот метод позволяет проводить *in-situ* мониторинг работающих механизмов деформации при нагружении материалов. Таким образом, он должен позволить устранить возможные артефакты от прямого и/или обратного двойникования, которое может происходить при разгрузке образца при обычном металлографическом анализе микроструктуры по окончании испытаний на растяжение или сжатие.

1.4. Выводы

На основании всего вышеизложенного можно сделать вывод о том, что магниевые сплавы привлекают к себе все большее внимание мирового сообщества в связи с высочайшей удельной прочностью. При практическом внедрении они способны обеспечить получение значительной экономии за счет снижения веса транспортных средств. В связи с этим с практической точки зрения актуальным вопросом остается разработка новых высокопроизводительных и экономически эффективных методов получения сплавов с высокими эксплуатационными характеристиками.

С фундаментальной точки зрения в мировой практике существует понимание того, что магниевые сплавы имеют сложную микроструктуру, а их свойства тесно взаимосвязаны и должны изучаться одновременно, в идеале с использованием нескольких взаимодополняющих технологий исследования и самых современных экспериментальных методов, в частности, при помощи метода акустической эмиссии.

Как и в случае любых материалов, одним из важнейших направлений исследований является подбор оптимального химического состава. Среди большого разнообразия конструкционных магниевых сплавов наиболее привлекательной выглядит система Mg-Zn-Zr благодаря отличным механическим характеристикам и низкой стоимости. И даже несмотря на то, что исследованию данной категории сплавов посвящено огромное количество работ, многие фундаментальные и прикладные аспекты до сих пор изучены недостаточно хорошо, в связи с чем проведение работ в данной области остается по-прежнему актуальным.

Критическим вопросом при изучении магниевых сплавов является понимание фундаментальных механизмов деформации – дислокационного скольжения и двойникования, а также их сложного взаимодействия в процессе нагружения. Особенно важным здесь является моделирование, позволяющее спрогнозировать поведение магниевых сплавов в заданных условиях нагружения.

2. Материалы и методы проведения экспериментальных исследований

2.1. Материалы

Как было показано в литературном обзоре, одними из наиболее перспективных магниевых сплавов конструкционного назначения являются сплавы системы Mg-Zn-Zr. Деформируемые магниевые сплавы группы Mg-Zn-Zr отличаются высокими механическими свойствами – высокой удельной прочностью и плотностью, что обусловлено упрочняющим воздействием цинка и циркония. В связи с этим, в качестве основных материалов были выбраны коммерчески доступные сплавы системы ZK30 и ZK60. Для получения набора структурных состояний использовали различные методы изготовления и обработки, в частности, хорошо зарекомендовавшие себя в мировой практике (см. также раздел 1.1): литье в песок, разливка во вращающиеся валки, экструзия, всесторонняя изотермическая ковка (ВИК), равноканальное угловое прессование (РКУП), термическая обработка, а также комбинация этих методов. Основной химический состав, способ получения и маркировка используемых материалов представлены ниже (Таблица 2, Таблица 3).

Деформационную обработку методом РКУП проводили на 30 тонном прессе в оснастке, состоящей из круглых каналов диаметром 10 мм с углом пересечения $\Phi=120^\circ$. Для прессования использовались заготовки длиной 110 мм из сплава ZK60 после литья, горячего прессования и гомогенизации. Прессование осуществляли при температурах 250°C за 2-4 прохода по маршруту Вс (с вращением заготовки на 90°).

Для всесторонней изотермической ковки (ВИК) использовали заготовки с размерами $70\times 70\times 170$ мм после литья и гомогенизации. ВИК проводили с помощью гидравлического пресса с набором изотермических штампов за один шаг при температуре 400°C (образец ZK60-MIF400) и в два шага при 400°C и 300°C (образец ZK60-MIF300). Каждый шаг состоял из нескольких циклов, включая несколько операций осадки с изменением оси. Общее количество циклов равнялось 6 и 12 соответственно с истинной деформацией заготовки $\epsilon = 4,2$ для ZK60-MIF400 и 7,2 для ZK60-MIF300. Схема обработки ВИК, направления осей деформации и внешний вид обработанной заготовки сплава ZK60 приведены ниже (Рисунок 3).

Таблица 2 – Основной химический состав, способ получения и маркировка материалов, использованных в работе

Материал	Легирующие элементы	Маркировка	Способ изготовления, деформационная обработка
Чистый магний	- (Mg 99,98%)	Mg 99,98	Литье в песок
ZK60	5,8% Zn 0,8% Zr	ZK60 as-cast	Литье в песок
		ZK60 hot pressed (HP)	Горячее прессование при 350°C
		ZK60-ECAP+MIF300	Гомогенизация при 330°C, 10 часов + 460°C, 7 часов; РКУП 320°C, маршрут Вс (с вращением заготовки на 90°), 120°, 2 прохода; ВИК 300°C, 2 цикла
		ZK60-MIF400 (направление вырезки X, Z)	Всесторонняя изотермическая ковка 6 циклов при 400°C
		ZK60-MIF300 (направление вырезки X, Z)	Всесторонняя изотермическая ковка 6 циклов при 400°C + 6 циклов при 300°C
		ZK60-ECAP250	Термообработка по режиму Т4 (413°C, 24 часа). РКУП при 250°C, скорость прессования 10 мм/мин
ZK30	2,6% Zn 0,01% Zr	ZK30	Литье во вращающиеся валки; термообработка по режиму Т4 (413°C, 24 часа)

Таблица 3 – Элементный химический состав материалов, использованных в работе

Материал	Содержание химических элементов, масс. %									
	Mg	Zn	Zr	Al	Mn	Cu	Si	Fe	Ni	Be
Чистый магний Mg 99,98	99,98	0,0017	<0,0001	0,0021	0,0021	0,0002	0,0021	0,0011	0,0004	<0,0001
ZK30	97,3	2,606	0,0101	0,0071	0,0139	0,005	0,0047	0,0015	0,002	<0,0001
ZK60	93,3	5,8	0,8	0,004	0,006	0,0009	0,002	0,0011	0,0011	<0,0001

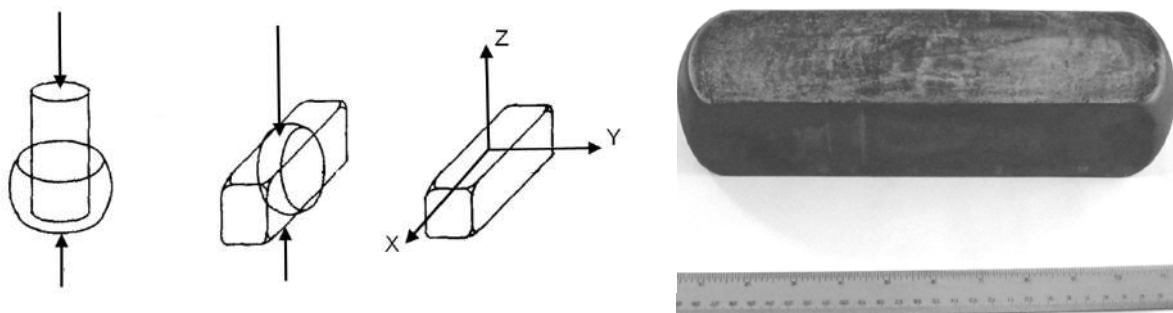


Рисунок 3 - Схема обработки всесторонней изотермической ковкой (ВИК), направления осей деформации и внешний вид обработанной заготовки сплава ZK60

Литье во вращающиеся валки осуществляли из расплава в водоохлаждаемые медные валки с получением полосы проката толщиной 4 мм и шириной 60 мм. Ниже представлена схема и обозначение основных осей для получаемого проката (Рисунок 4).

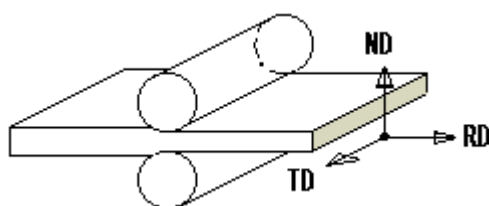


Рисунок 4 – Обозначения основных осей для заготовок, полученных методом литья в сдвоенные валки (Twin Roll Casting): RD – направление прокатки (rolling direction), TD – поперечное направление (transverse direction), ND – направление по нормали (normal direction)

2.2. Механическая подготовка и травление

Для подготовки образцов использовалась стандартная металлографическая методика, которая включала шлифование на наждачной бумаге вплоть до зернистости 2500 Grit и полирование на алмазной суспензии до получения зеркального блеска поверхности. Затем образцы промывались в органическом растворителе (спирт, ацетон) и обезжиривались в ультразвуковой ванне.

Для выявления структуры сплавов для оптической микроскопии использовались травители различного состава:

- (1) 2 г пикриновой кислоты, 5 мл уксусной кислоты, 10 мл дистиллированной воды
100 мл этанола;
- (2) 6 г пикриновой кислоты, 100 мл этилового спирта;
- (3) 90 мл этилового спирта, 10 мл азотной кислоты.

В большинстве случаев травители на основе пикриновой кислоты хорошо выявляют микроструктуру магния и его сплавов, однако образует пленку на поверхности. В связи с этим для электронной микроскопии и EBSD анализа предпочтительно использовался состав с азотной кислотой.

2.3. Микроструктурные и фразктографические исследования

Анализ микроструктуры проводили на оптическом микроскопе Axiovert 40 MAT и сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) SIGMA фирмы Karl Zeiss (Рисунок 5). Съемку производили с использованием детекторов вторичных электронов – In-lens и SE, а также обратно-отраженных электронов – AsB.

Для получения картин дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD) применялась камера Hikari XP фирмы EDAX, встроенная в СЭМ SIGMA. Анализ данных, полученных методом EBSD, производили с помощью оригинального программного обеспечения фирмы EDAX.



Рисунок 5 - Сканирующий электронный микроскоп SIGMA Karl Zeiss

Анализ изломов образцов также проводили при помощи конфокального лазерного сканирующего микроскопа (КЛСМ) Lext OLS4000, Olympus. Данный микроскоп может работать в режиме, как обычного светового металлографического микроскопа, так и в режиме КЛСМ, позволяя получать точные топографические карты исследуемых поверхностей с высоким латеральным и аксиальным разрешением.

2.4. Механические испытания с записью видеоданных и сигналов акустической эмиссии

Механические испытания проводили на испытательной машине Kammrath&Weiss (Рисунок 6, Рисунок 7) с максимальной нагрузкой 10 кН. Образцы для механических испытаний вырезались электроэрозионной обработкой и подготавливались по стандартной методике, описанной в разделе 2.2. Испытания на растяжение проводили согласно требованиям ГОСТ 1497-84. «Металлы. Методы испытаний на растяжение» по методике, описанной в предыдущем разделе. Скорость нагружения по умолчанию составляла $0,001 \text{ с}^{-1}$, если не указано другое.



Рисунок 6 – Внешний вид испытательного стенда

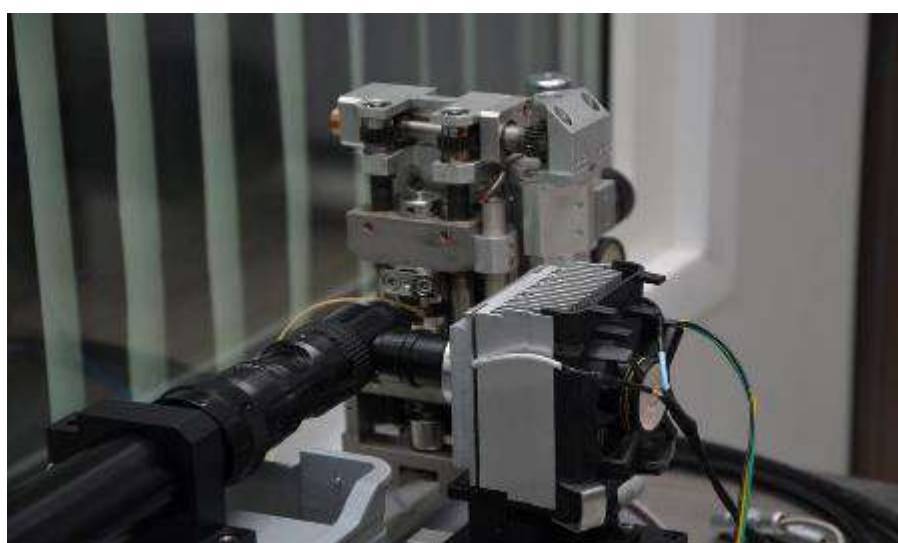


Рисунок 7 – Испытательная машина Kammrath&Weiss с установленным образцом

Геометрия образцов для испытаний на растяжение, циклическую деформацию и растяжение с высокоскоростной видеосъемкой представлена ниже (Рисунок 8). В испытаниях с высокоскоростной камерой использовали образцы со специальным надрезом (Рисунок 9) для локализации деформации в поле наблюдения камеры. В испытаниях на сжатие испытывали образцы с геометрией 4x4x6 мм.

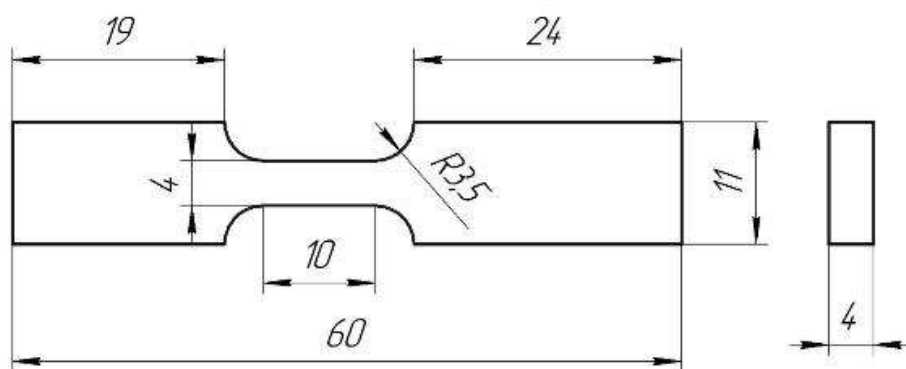


Рисунок 8 – Геометрия образцов для испытаний на растяжение и циклическую деформацию

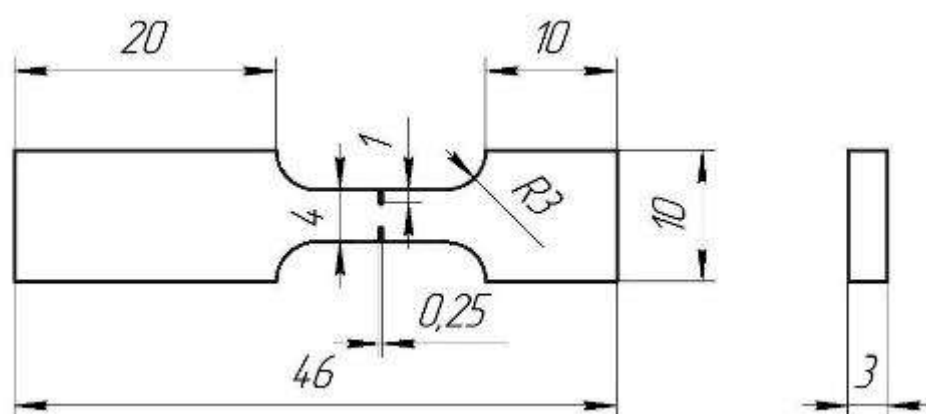


Рисунок 9 – Геометрия образцов для испытаний с высокоскоростной видеосъемкой

Запись видеоданных осуществляли камерой Pike для низкоскоростной видеосъемки (до 60 fps), камерой Photron для высокоскоростной видеосъемки (до 120000 fps). Для камеры Photron, в связи с ограничением буфера памяти до ~15 секунд записи на максимальной скорости съемки, запись проводилась по следующему принципу: запускали испытание на растяжение образца, визуально детектировали активность двойника (зарождение, рост, уменьшение), останавливали растяжение и вручную подавали сигнал на запись, после чего камера проводила запись последних 15 секунд с момента подачи сигнала. Затем продолжали нагружение образца и последовательную съемку отдельных событий активности двойников.

Для анализа объемной доли двойников по видеоданным исходное видео обрабатывалось в программе Matlab (Рисунок 10) по специально разработанному алгоритму, представленному в приложении 1 и работе [110]. Данный алгоритм позволяет считывать из заданной папки видеофайл, производить последовательное вычитание кадров, бинаризацию, рассчитывать площадь двойников и записывать полученные результаты в файл.

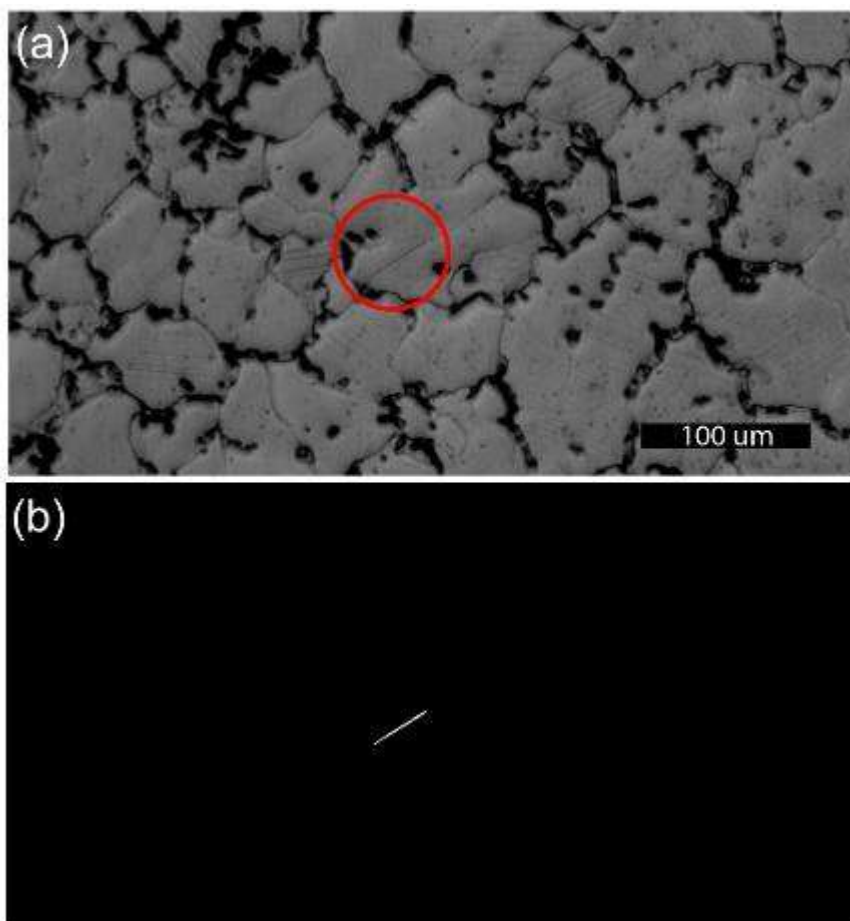


Рисунок 10 – Результат бинаризации видеоданных

Из полученных бинарных изображений определяли площадь двойников в пикселях. Условно принимая, что двойник имеет форму ромба, причем одна диагональ (длина двойника) больше другой (толщины) в 10 раз, можно определить меньшую диагональ по формуле

$$x = (S/5)^2, \quad (1)$$

где x – толщина двойника;

S – площадь двойника.

Учитывая, что двойник имеет линзообразную форму, рассчитаем радиус круга, в который вписан сегмент - половина сечения линзы:

$$R = h/2 + c^2/8h, \quad (2)$$

где h – высота, $h=0,5x$;

c – длина хорды, $c=10x$.

Тогда объем сегмента шара можно вычислить по формуле:

$$V_{\text{сегм}} = \pi \cdot h^2 (R - h/3) \quad (3)$$

А объем линзы будет равен:

$$V_{\text{линзы}} = V_{\text{сегм}} \quad (4)$$

Принимая, что двойники равномерно распределены в зерне размером 100 пикселей, относительная доля двойников в объеме $1000x1000x100$ пикселей будет равна:

$$V_{\text{отн}} = V_{\text{сегм}}/10^8 \quad (5)$$

А суммарный относительный объем:

$$V_{\text{отн.сумм.}} = \Sigma V_{\text{отн}} \quad (6)$$

Полученные таким образом данные экспортировались в таблицу как значение времени образования двойника (X) и значение суммарного относительного объема (Y)

Для записи сигналов акустической эмиссии (АЭ) применялся широкополосный датчик Pico 200-700 кГц, который крепился на лопатках образцов через промасляную бумажную прокладку для уменьшения электрических помех. Сигнал АЭ усиливался на 60 дБ (если не указано другое) в диапазоне частот от 10 до 1200 кГц передавался на ПК с платой сбора данных PASC PCI-2. Запись АЭ выполнялась непрерывно, без порогового значения, с разрешением по амплитуде в 18 бит и частотой дискретизации 2 МГц.

Для кластеризации АЭ сигналов и идентификации доминирующего механизма деформации, непрерывный стрим (поток сигналов АЭ) делился на последовательные сигналы размером 1024 или 4096 мкс. Далее рассчитывалась функция спектральной плотности (ФСП) Фурье $G(f)$ с применением технологии Велча. Из соответствующей ФСП рассчитывалась энергия по функции $E = \int_{f_{\min}}^{f_{\max}} G(f) df$ и медианная частота f_m ФСП по формуле

$\int_0^{f_m} G(f) df = \int_{f_m}^{\infty} G(f) df$ [90,91]. Разделенные сигналы АЭ анализировались при помощи алгоритма ASK, предложенного в [66]. В качестве входных данных для алгоритма ASK использовалась нормализованная ФСП $\tilde{G}(f) = G(f) / E$. Данный алгоритм сравнивает различие между ФСП, используя симметричную версию дивергенции Кульбака-Лейблера как статистическое измерение схожести между двумя наборами данных. В результате каждый сигнал относится к определенному кластеру. Особенностью данного алгоритма является то, что он сам определяет действующее количество кластеров. Детальное описание работы алгоритма можно найти в работе [66].

Соотнесение кластеров и их возможных источников осуществлялось по следующему принципу:

- Электронному шуму аппаратуры обычно соответствуют сигналы с низкочастотной ФСП, низкой амплитудой и энергией. Исходя из условий эксперимента, когда до начала нагружения записывается только шум, его кластер имеет линейное увеличение количества событий, которое резко прерывается сразу после начала испытания. В дальнейшем анализе все сигналы, отнесенные к шуму, не учитываются.
- Различие в функциях спектральной плотности для дислокационного скольжения и двойникования в силу неодинаковости физической природы процессов. Двойникование – быстрый, динамичный процесс выстраивания ансамбля частичных дислокаций и потому является мощным источником сигналов акустической эмиссии, которые представляют собой сигналы импульсного типа, в отличие от сигналов, производимых дислокационным скольжением.
- В силу меньшего CRSS дислокационный кластер дислокационного скольжения должен активизироваться раньше двойникования.
- Данные активности кластеров соотносились с прямыми наблюдениями, после чего можно было сделать вывод об активности того или иного механизма.

2.5. Испытания на малоцикловую и многоцикловую усталость

Для испытания на малоцикловую и многоцикловую усталость использовались образцы, геометрия которых представлена ниже (Рисунок 11, Рисунок 12). Образцы вырезались электроискровым методом и полировались по методике, представленной в подразделе 2.2.

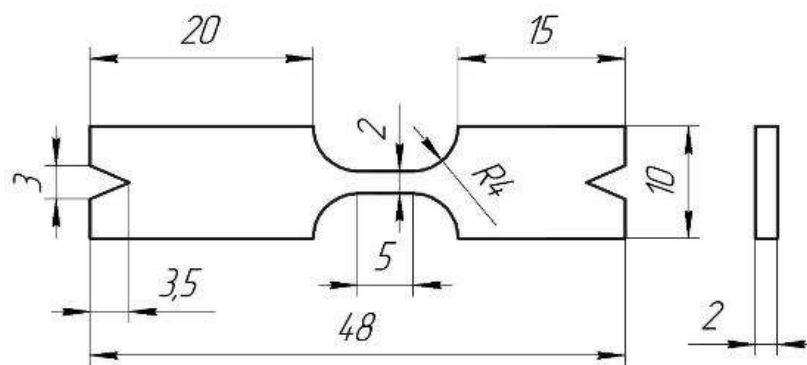


Рисунок 11 – Геометрия образцов для испытания на малоцикловую усталость

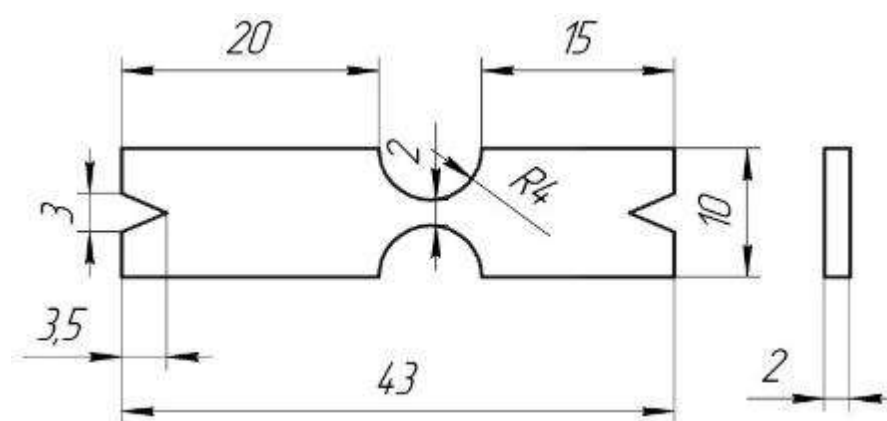


Рисунок 12 – Геометрия образцов для испытаний на многоцикловую усталость

Испытания на усталость проводились в соответствии с рекомендациями государственного стандарта ГОСТ 25.502-79 Расчеты и испытания на прочность в машиностроении. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость. Испытания проводили на универсальной электродинамической машине Instron E1000 (рисунок 13).



Рисунок 13 – Универсальная испытательная машина Instron E1000

Испытания на малоцикловую усталость проводили при симметричном знакопеременном режиме с амплитудой полной деформации 0,4%, 0,8%, 1%, 2%. Испытания останавливались при разрушении образца либо по достижении 2×10^4 циклов.

Испытания на многоцикловую усталость проводились при постоянной амплитуде напряжения в цикле по синусоидальному закону перемещения траверсы. Прилагаемые величины напряжения в цикле подбирались экспериментально из следующего ряда: 200 МПа, 150 МПа, 125 МПа, 115 МПа, 105 МПа, 95 МПа. Для определения предела выносливости, значения малых напряжений подбирались индивидуально для каждого сплава. Коэффициент асимметрии цикла был принят равным $R=-1$ для получения симметричного знакопеременного режима. Частота испытания составила 60 Гц. Испытания останавливались при разрушении образца либо по достижении 2×10^7 циклов, что типично выбирается в качестве области нахождения предела усталости материала при многоцикловых испытаниях.

2.6. Выводы

В данном разделе был обоснован выбор составов и методов модификации структуры исследуемых сплавов магния. Подобран комплекс стандартных методик по изучению структуры и свойств магниевых сплавов при помощи оптической, лазерной конфокальной и сканирующей электронной микроскопии; механических испытаний на растяжение, сжатие и циклическую деформацию; анализа изломов. Кроме того, была адаптирована *in-situ* методика механических испытаний с записью акустической эмиссии и одновременной видеосъемкой поверхности образца на скорости до 120 тысяч кадров в секунду. Также была разработана оригинальная методика анализа видеоданных, которая позволяет разбивать исходный видеофайл на кадры, проводить их последовательное вычитание с бинаризацией по регулируемым параметрам и определять объемную долю образующихся в структуре материала двойников.

3. Микроструктура и механические характеристики при статических и циклических испытаниях в зависимости от предварительной обработки сплавов

3.1. Микроструктура магниевых сплавов

Микроструктура является ключевым элементом в управлении свойствами магниевых сплавов и, в частности, наиболее важное влияние имеют: морфология и размер зерен, текстура (преимущественная ориентировка зерен), наличие и распределение вторых фаз, дислокационная и двойниковая структура, ликвация и технологические дефекты и пр. В данном подразделе проанализирована микроструктура магниевых сплавов системы Mg-Zn-Zr после различных способов изготовления и обработки: горячего прессования, литья во вращающиеся валки, всесторонней изотермическойковки (ВИК), равноканального углового прессования (РКУП) и комплексной обработки.

В исходном литом состоянии сплав ZK60 имеет довольно однородное распределение зерна с размерами порядка 123 мкм, характеризуется крупнозернистой матрицей α -Mg со вторыми фазами, декорирующими границы зерен и тройные стыки (Рисунок 14). Рентгеноструктурный анализ на рентгеновском дифрактометре SHIMADZU XRD-7000 идентифицирует эту основную избыточную фазу как $MgZn_2$ (Рисунок 15). После горячего прессования микроструктура по-прежнему довольно однородная со слабой текстурой, т.е. зерна не имеют ярко-выраженной преимущественной кристаллографической ориентации (Рисунок 16, г).

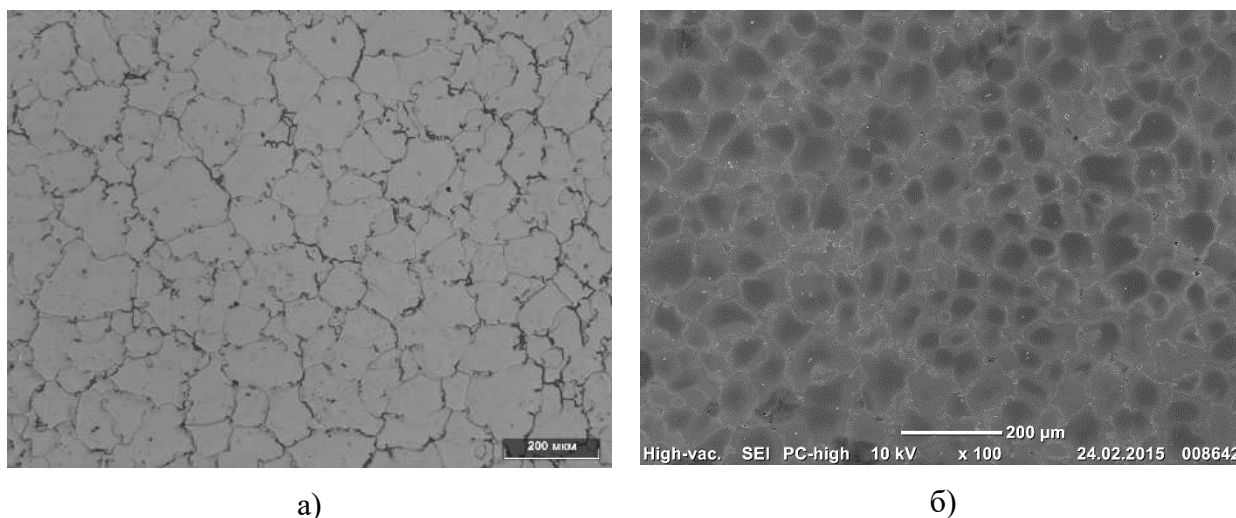


Рисунок 14 - Микроструктура сплава ZK60 в исходном литом состоянии: а – оптическая микроскопия; б – сканирующая электронная микроскопия

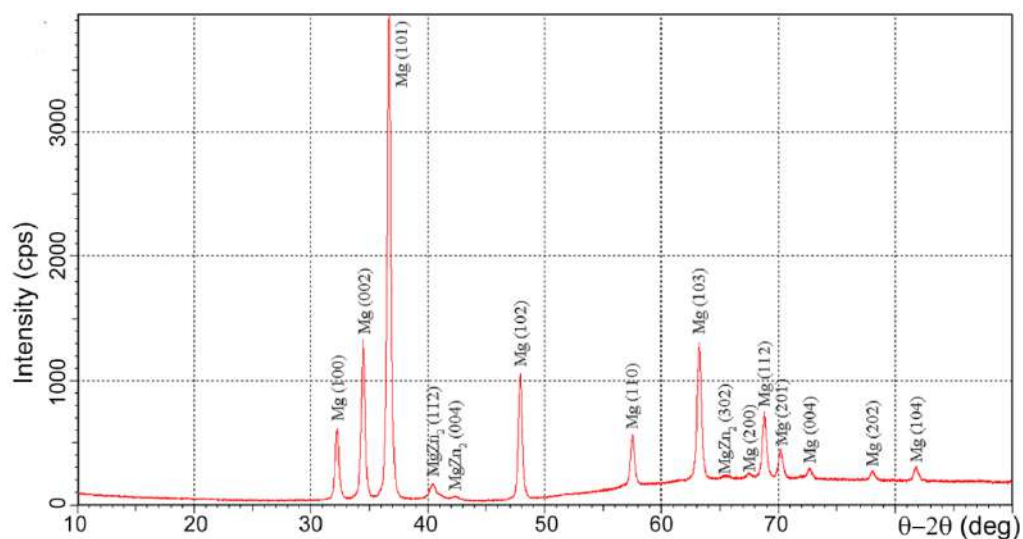


Рисунок 15 – Результаты рентгеноструктурного анализа сплава ZK60

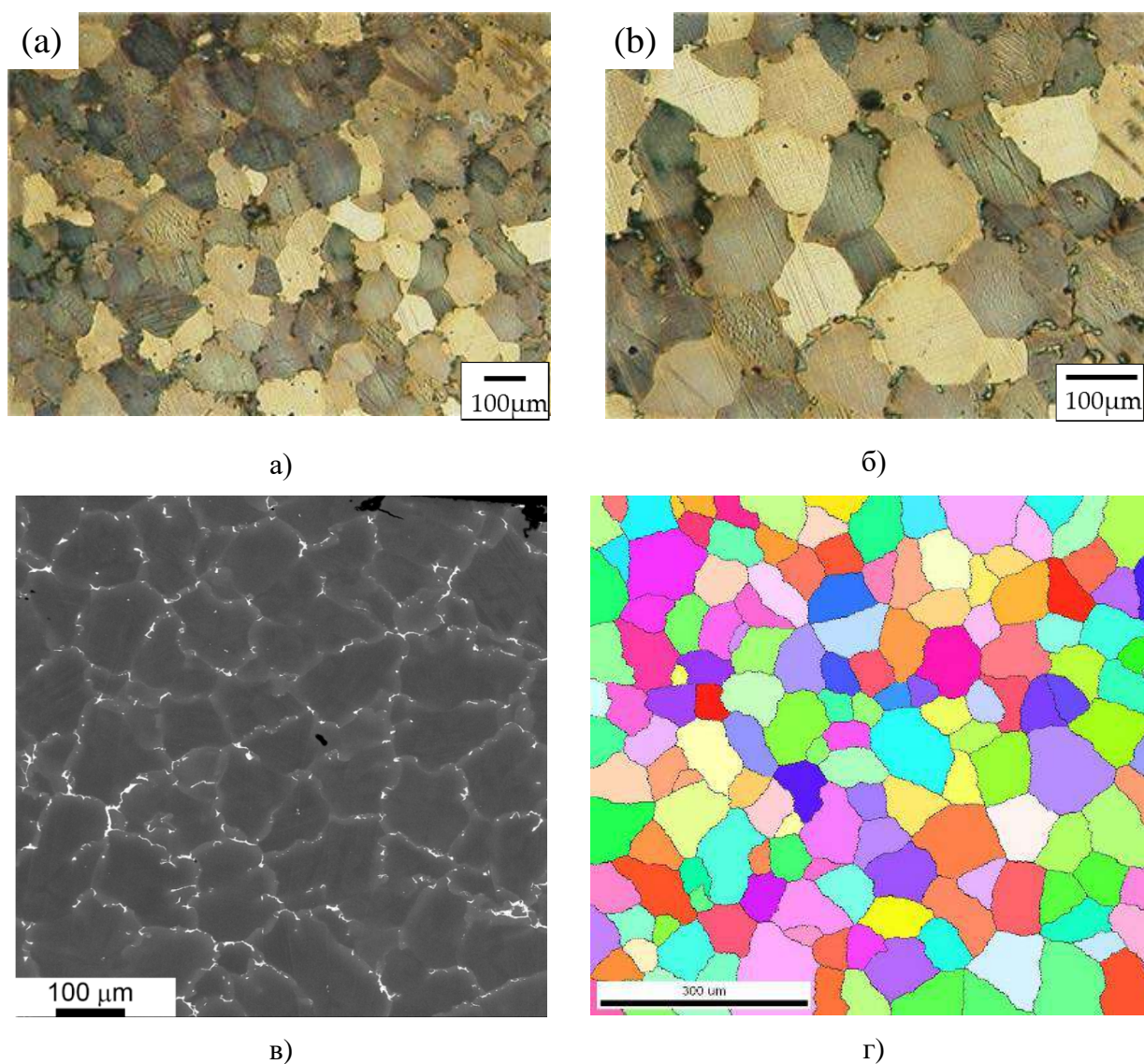


Рисунок 16 - Микроструктура сплава ZK60 после горячего прессования: а, б – оптическая микроскопия; в – изображение СЭМ в BSE детекторе, г - EBSD карта ориентации зерен

Проведение равноканального углового прессования при относительно низкой гомологической температуре 250°C способствует значительному измельчению структуры сплава ZK60 за счет динамической рекристаллизации. В то же время, 2-х проходов РКУП явно недостаточно для получения однородной рекристаллизованной структуры и по-прежнему наблюдается большое количество вытянутых нерекристаллизованных зерен. После 4 проходов прессования структура становится более однородной со средним размером зерна порядка 2 мкм.

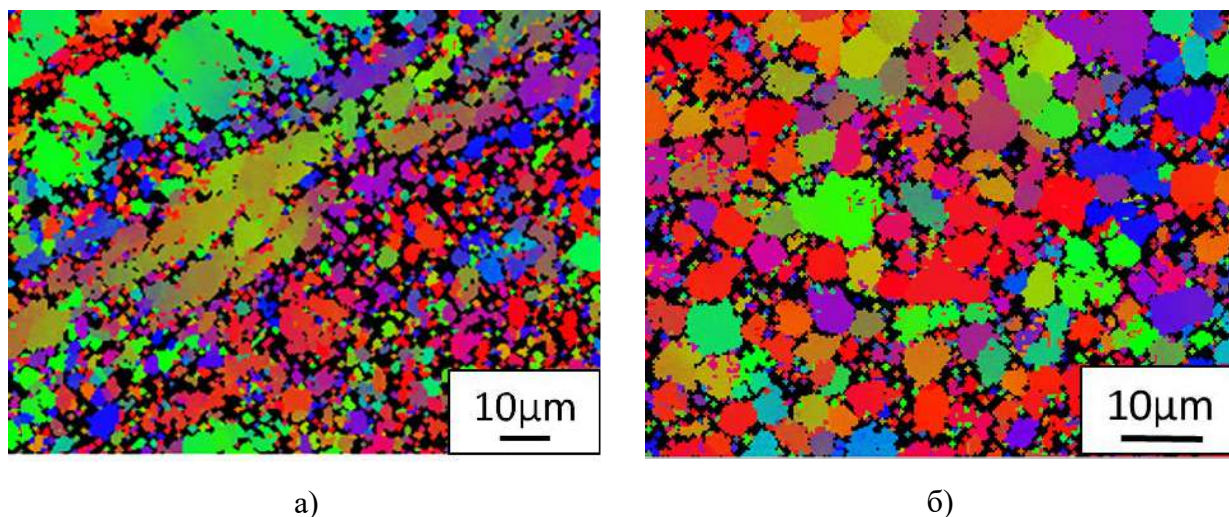


Рисунок 17 – EBSD карты зеренной ориентации сплава ZK60-ECAP250 после гомогенизации и последующей РКУП обработки: а - 2 прохода при 250°C, б – 4 прохода при 250°C

После обработки ВИК (Рисунок 18-Рисунок 20) и гибридной обработки РКУП+ВИК (Рисунок 21) сплавы демонстрируют частично рекристаллизованную мелкозернистую микроструктуру. Поскольку обработка была выполнена при высокой (для магния) гомологической температуре, основной механизм измельчения зерен связан с динамической рекристаллизацией, что приводит к образованию очень мелких равноосных зерен размером от 1 до 10 мкм. Однако, поскольку динамическая рекристаллизация не была полностью завершена во время первой обработки ВИК при 400°C, это приводит к очень гетерогенной структуре зерен, состоящей из мелких рекристаллизованных зерен и грубых (несколько десятков или даже сотен микрометров) исходных зерен, внедренных в облако более тонких зерен. Бимодальность распределения зерна в этом случае особенно очевидна из карт EBSD (Рисунок 22а).

Микроструктура после двухступенчатой ВИК (при 400°C + 300°C) была гораздо более однородной, состоящей из мелких, равноосных зерен с объемной долей 75%-80%, хотя она все еще не может считаться полностью однородной. Размер зерна составляет 7.1 ± 0.4 мкм для

сплава ZK60-MIF400 и 5.0 ± 0.3 для сплава ZK60-MIF300. Таким образом, значительное измельчение зерна произошло из-за ИПД, что является разумным и ожидаемым. Кроме того, выделение избыточных фаз Mg-Zn сохраняется в сплаве ZK60 и после обработки ВИК, хотя их размер намного меньше, чем в литом сплаве, и распределение более однородно.

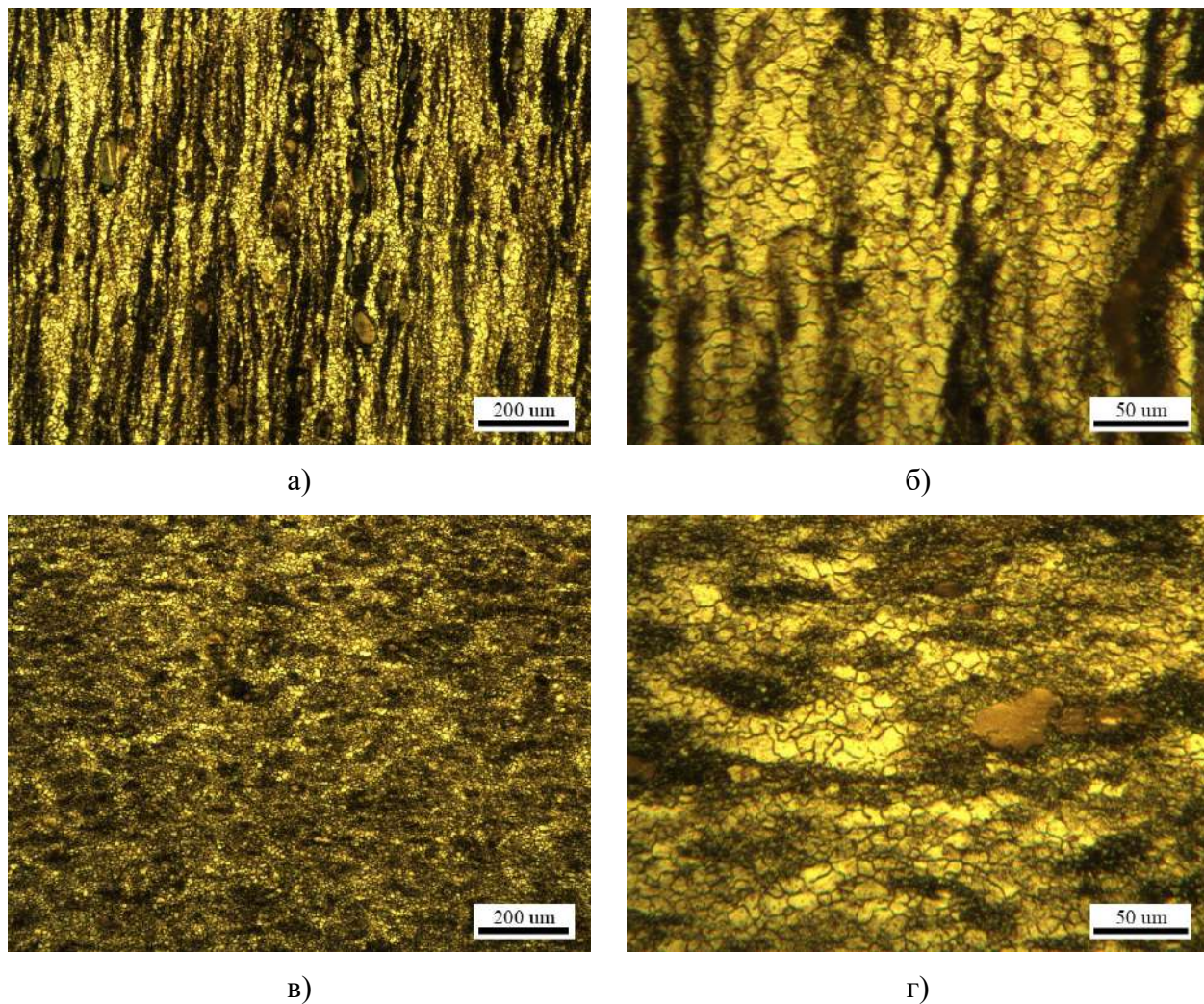
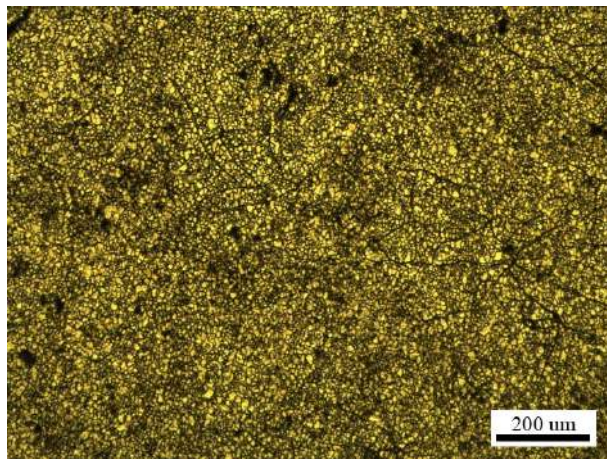
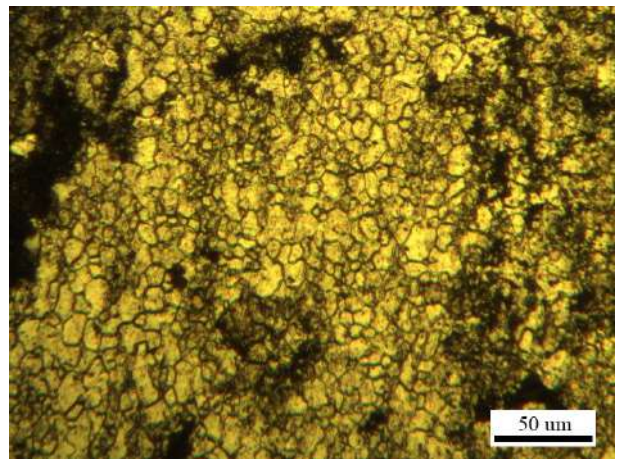


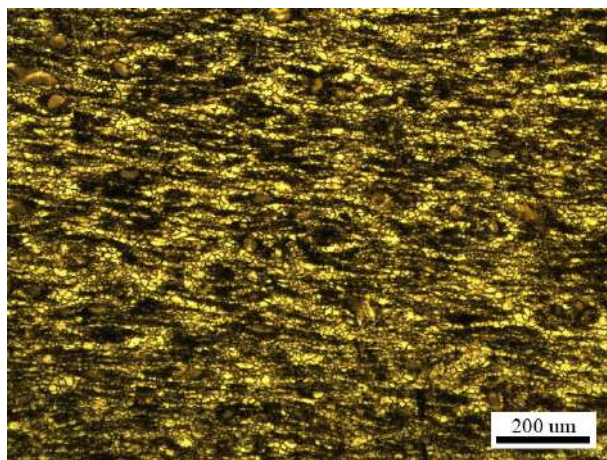
Рисунок 18 – Микроструктура сплава ZK60-MIF400: а, б – направление X; б, в – направление Z



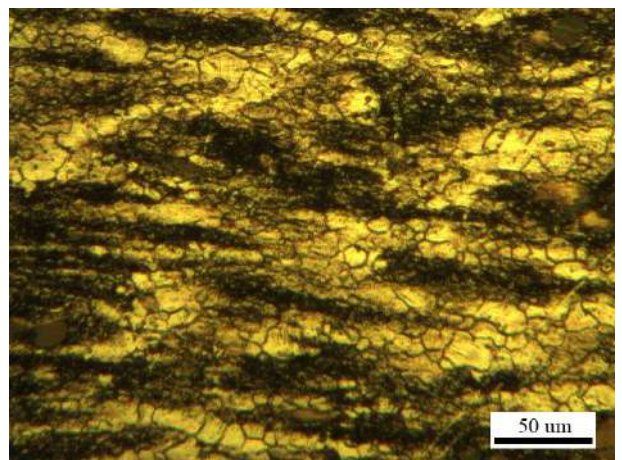
а)



б)

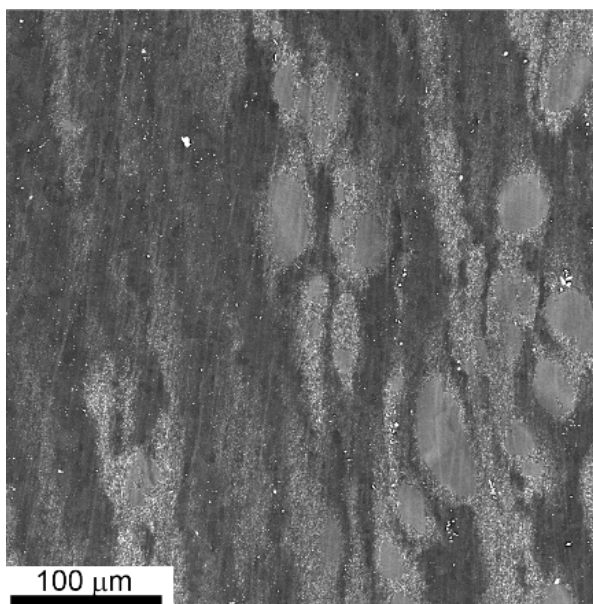


в)

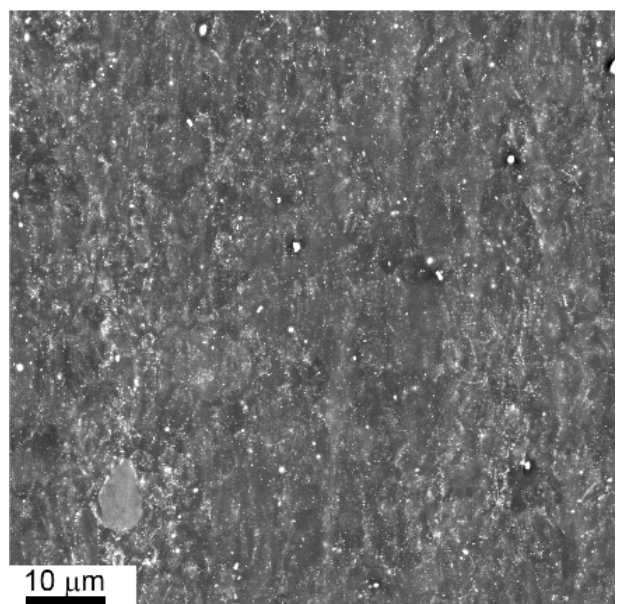


г)

Рисунок 19 – Микроструктура сплава ZK60-MIF300: а, б – направление X; в, г – направление Z

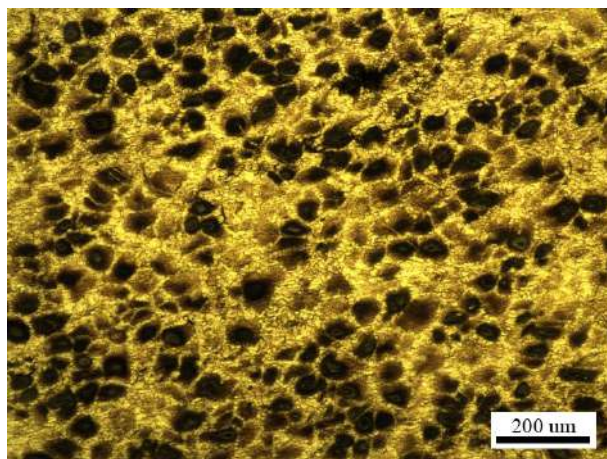


а)

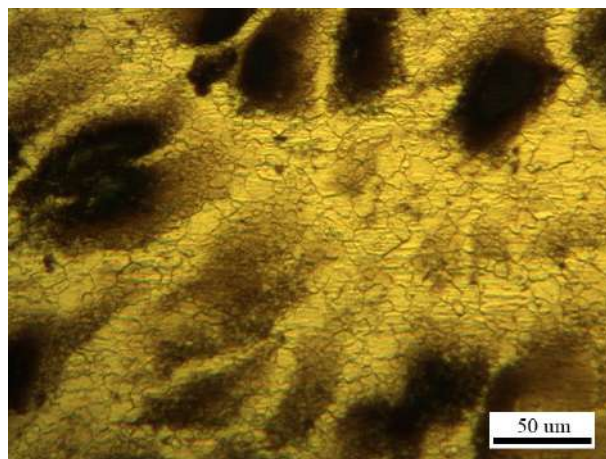


б)

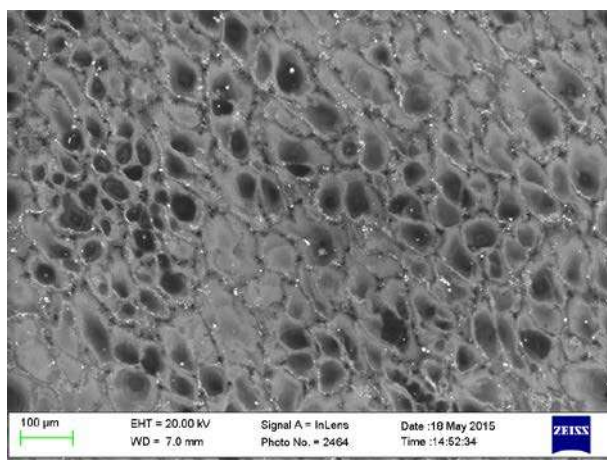
Рисунок 20 – СЭМ-изображения микроструктуры сплавов: а - ZK60-MIF400, б - ZK60-MIF300



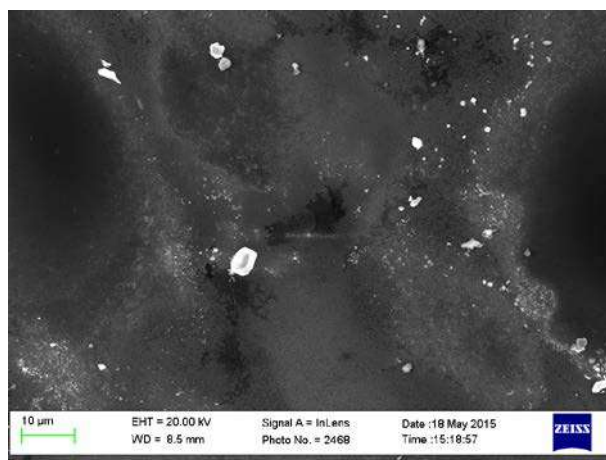
а)



б)



в)



г)

Рисунок 21 – Микроструктура сплава ZK60-ECAP+MIF300 после обработки РКУП и ВИК: а, б – оптическая микроскопия; в, г - СЭМ, детектор InLens

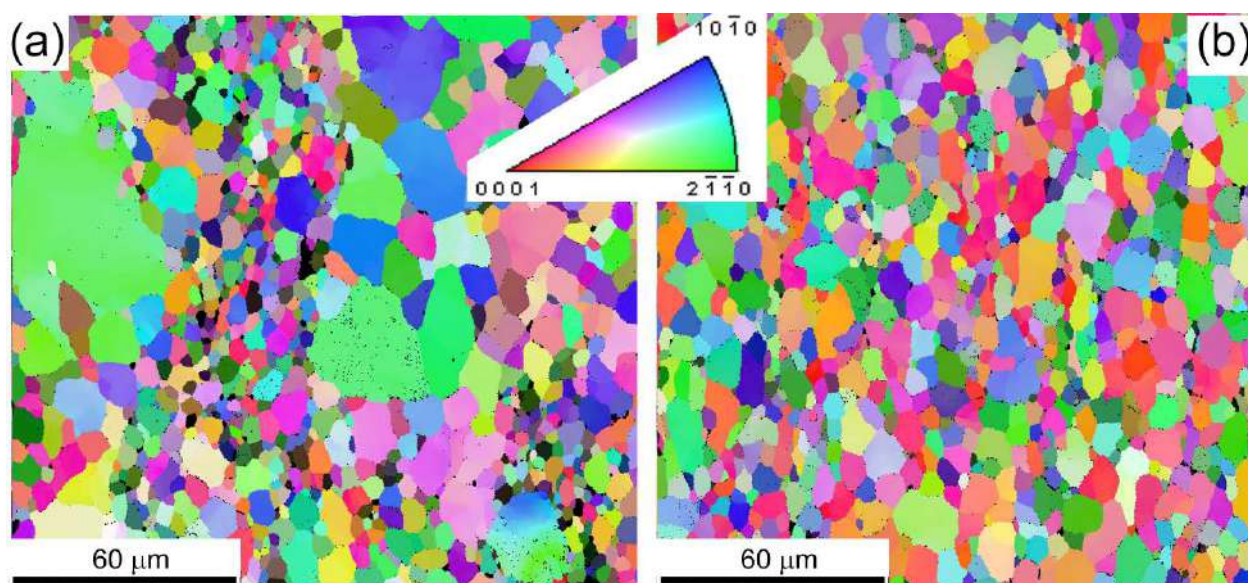
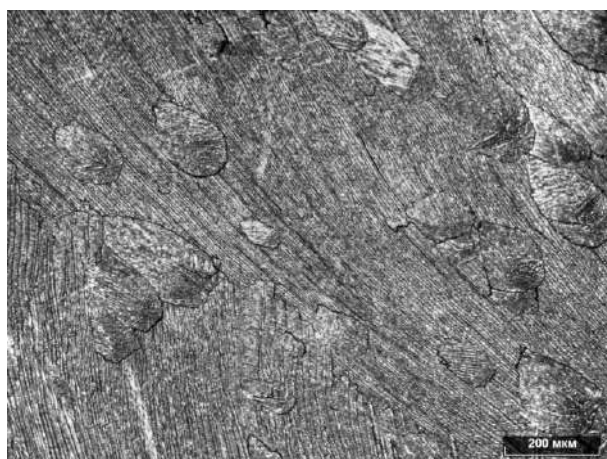


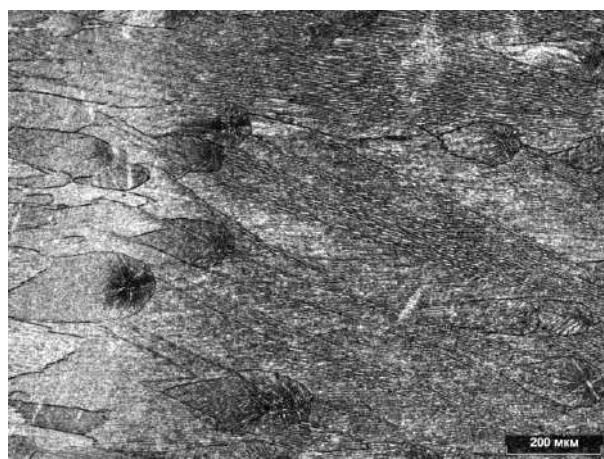
Рисунок 22 – EBSD карты зеренной ориентации для сплавов: (а) ZK60-MIF400, (б) ZK60-MIF300

Микроструктура полосы после литья во вращающиеся валки сплава ZK30 представляет собой комбинацию нерекристаллизованных и равноосных рекристаллизованных зерен, дендритов, эвтектики. Трещины и дендриты наблюдаются преимущественно по краям полосы.

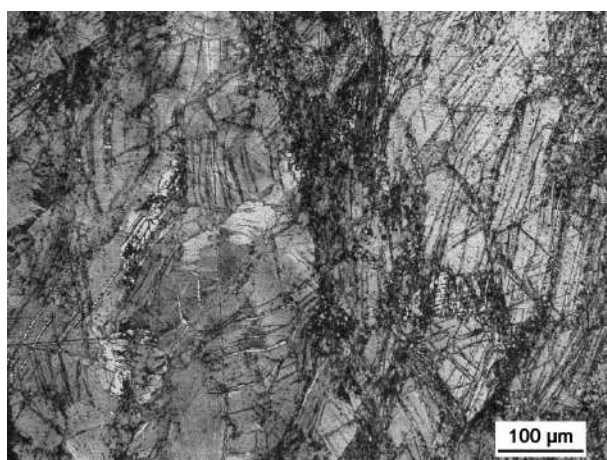
В целом, после литья во вращающиеся валки сплав находится в сильнодеформированном состоянии с большим количеством деформационных двойников и внутренними напряжениями (Рисунок 23). Для улучшения структуры осуществляли отжиг по режиму T4 (нагрев до 413 °С, выдержка 24 ч, охлаждение на воздухе).



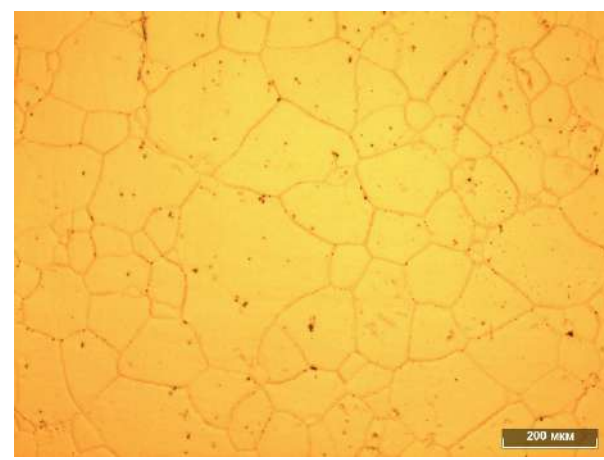
а)



б)



в)



г)

Рисунок 23 – Микроструктура сплава ZK30 после – литья во вращающиеся валки: а-в – исходное состояния; г – после гомогенизирующего отжига по режиму T4

Таким образом, по результатам микроструктурных исследований можно заключить, что РКУП и ВИК являются эффективными методами измельчения структуры и получения готовых заготовок. С повышением числа циклов обработки микроструктура становится более проработанной и однородной, что должно благоприятно сказываться на механических свойствах. В то же время, после литья во вращающиеся валки прокат находится в

сильнодеформированном состоянии и требует дальнейшей обработки для получения удовлетворительной структуры. С технологической точки зрения привлекательным выглядит метод ВИК, с помощью которого удалось добиться существенно снижения размер зерна при хорошей однородности микроструктуры и достаточно больших размерах получаемых заготовок.

3.2. Анализ механических характеристик сплавов в испытаниях на растяжение

Из литературных данных хорошо известно, что главными параметрами в техномеханической обработке магния являются температура и степень деформации [93]. Влияние этих факторов на механические свойства магниевых сплавов суммированы в работе [94]. В целом, вне зависимости от схемы обработки, предел прочности и предел текучести увеличиваются с понижением температуры обработки [96]. В то же время, важным фактором в деформационной обработке магния является динамическая рекристаллизация, которая протекает при повышенной температуре и ведет к эволюции микроструктуры и измельчению зерна [96].

Из полученных данных в испытаниях на одноосное растяжение (Рисунок 24, Рисунок 25) можно заключить следующее. В исходном литом состоянии сплав ZK60 имеет невысокие показатели как прочности, так и пластичности соответственно на уровне $\sigma_B=150$ МПа и $\epsilon=5\%$. При меньшем легировании сплав ZK30 после литья во вращающиеся валки имеет несколько лучшие показатели прочности $\sigma_B=220$ МПа при аналогичной пластичности $\epsilon=5\%$ по сравнению с литым ZK60. Вопреки ожиданиям, технология TRC не обеспечивает получение готовых высокопрочных полуфабрикатов и, возможно, требует дальнейшей оптимизации технологических режимов разлива-прокатки. В целом, в исходном состоянии сплавы имеют довольно невысокие показатели прочности и пластичности, которые, однако, могут быть несколько улучшены путем проведения горячей экструзии, прессования или термообработки.

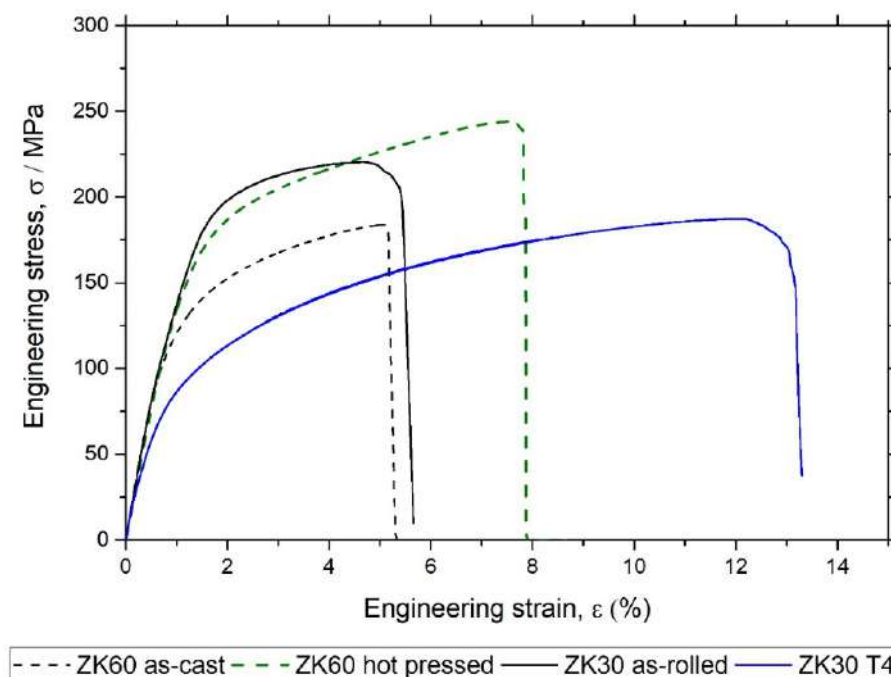


Рисунок 24 – Результаты испытаний на растяжение сплавов в различном структурном состоянии

Однако наибольший эффект достигается при проведении интенсивной пластической деформации, которая способствует значительному измельчению зерна и вторых фаз, формированию кристаллографической текстуры и повышению плотности дислокаций.

Так, после 2 проходов РКУП при 250°C предел прочности повышается до 275 МПа при относительном удлинении 27%, что является довольно хорошим, но не рекордным результатом. По всей видимости, лимитирующим фактором здесь является наличие довольно крупных нерекристаллизованных зерен. Увеличение количества проходов РКУП до четырех ведет к еще большему повышению прочности до 325 МПа при выдающихся показателях относительного удлинения $\epsilon=40\%$. Очевидно, это связано с практически полностью завершенными процессами рекристаллизации и получением очень однородной мелкозернистой структуры.

С другой стороны, проведение комбинированной обработки РКУП 320°C 2 прохода + ВИК при 300°C обеспечивает получение высокопрочного материала на уровне $\sigma_B=325$ МПа с худшими показателями удлинения $\epsilon=21\%$. Вероятно, значительную роль в «охрупчивании» данного сплава играет довольно крупная сетка интерметаллидных частиц, расположенных по границам исходных зерен.

Прочность образцов после обработки ВИК достигает аналогичных показателей для образцов после 4 проходов РКУП при большей пластичности последних, что, по всей видимости, связано с более низкой температурой обработки и меньшим размером зерна. Тем не менее, полученные значения прочности и пластичности подтверждают высокую эффективность проведенной деформационной обработки и значительный эффект от измельчения и, возможно, текстурирования структуры (эволюцию текстуры для различных типов обработки можно найти в работах: [145] для РКУП, [78,79] для ВИК).

Стоит также заметить, что результатом различий микроструктур (и текстур), формирующихся при ВИК и РКУП, является явно различное поведение деформационного упрочнения. Несмотря на достигнутые достаточно высокие свойства, высокая стоимость РКУП, связанная с энерго- и трудозатратами на подготовку образцов и проведение многопроходной термомеханической обработки, а также острая необходимость масштабирования процесса, делает этот процесс мало конкурентным в сравнении с всесторонней изотермической ковкой, потенциал которой для повышения механических свойств остается высоким при промышленных размерах обрабатываемых заготовок.

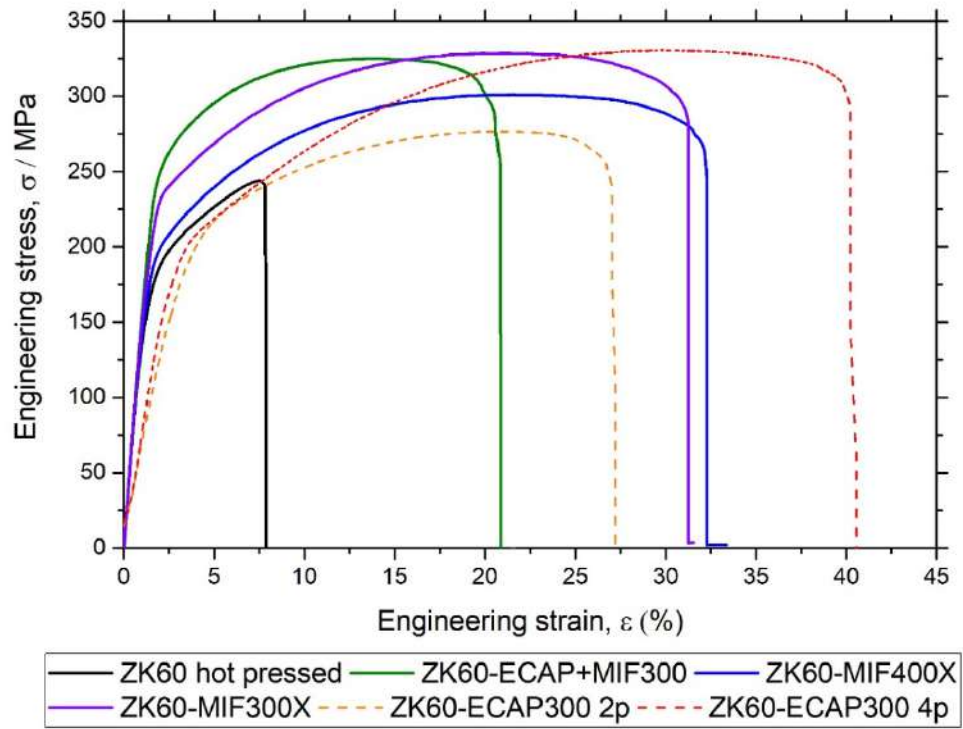


Рисунок 25 – Результаты испытаний на растяжения сплавов в различном структурном состоянии

3.3. Малоцикловая и многоцикловая усталость

Результаты, изложенные в данном параграфе, опубликованы в работах [114, 115]. Как было отмечено в работе [148], традиционная стратегия улучшения усталостных свойств основана на следующих двух эмпирических законах: (1) чем выше предел прочности на монотонное растяжение, тем выше предел выносливости в многоцикловой усталости и (2) чем выше пластичность, тем выше предел выносливости в малоцикловой области. Таким образом, повышение как прочности, так и пластичности магниевых сплавов является ключевым фактором для улучшения их усталостных свойств в режимах многоцикловой и малоцикловой усталости, что подтверждается результатами, полученными для различных магниевых сплавов, например, ZK60 и AZ31 [146, 147]. На основе этого, а также данных по одноосному растяжению, представленных в предыдущем разделе, можно предположить значительное улучшение усталостных свойств для исследуемых сплавов после ИПД.

Диаграмма малоцикловой усталости в виде зависимости количества циклов до разрушения от амплитуды деформации приведена ниже (Рисунок 26).

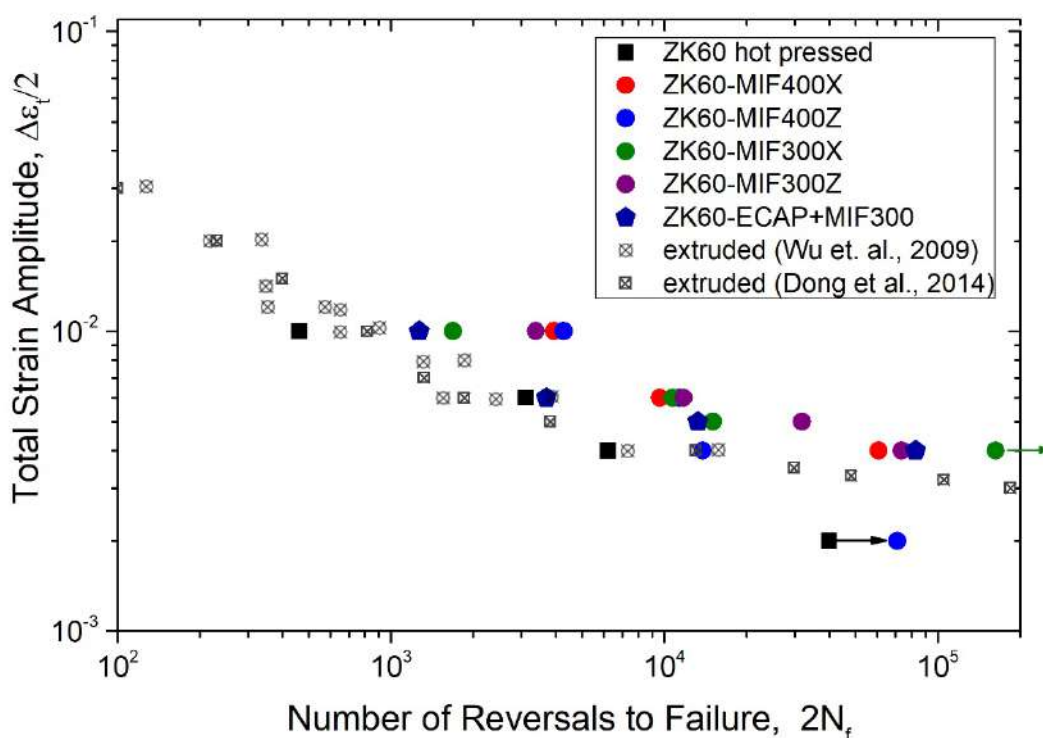


Рисунок 26 – Зависимость количества циклов до разрушения от амплитуды деформации

Деформационная обработка сплава ZK60 приводит к улучшению усталостных характеристик как при больших, так и при малых деформациях. Однако, если при больших амплитудах различие между образцами хоть и заметно, но не слишком велико, то наиболее значительное повышение усталостной выносливости отмечено при понижении амплитуды

деформации до $4 \cdot 10^{-2}$ для мелкозернистых образцов. Можно также отметить, что для образцов после одноступенчатой ВИК при 400°C наблюдается заметное различие в значениях малоциклового выносливости в зависимости от направления вырезки, что может свидетельствовать о неоднородности заготовки по осям и незавершившемся процессе рекристаллизации. В то же время, для однородной рекристаллизованной микроструктуры после двухступенчатой ВИК и гибридной РКУП+ВИК количество циклов до разрушения не имеет значительных различий,

Для испытаний на многоцикловую усталость использовали образцы сплава ZK60 после горячего прессования, всесторонней изотермической ковки и РКУП. Полученные диаграммы Веллера, совмещенные с литературными данными, представлены ниже (Рисунок 27, Таблица 4).

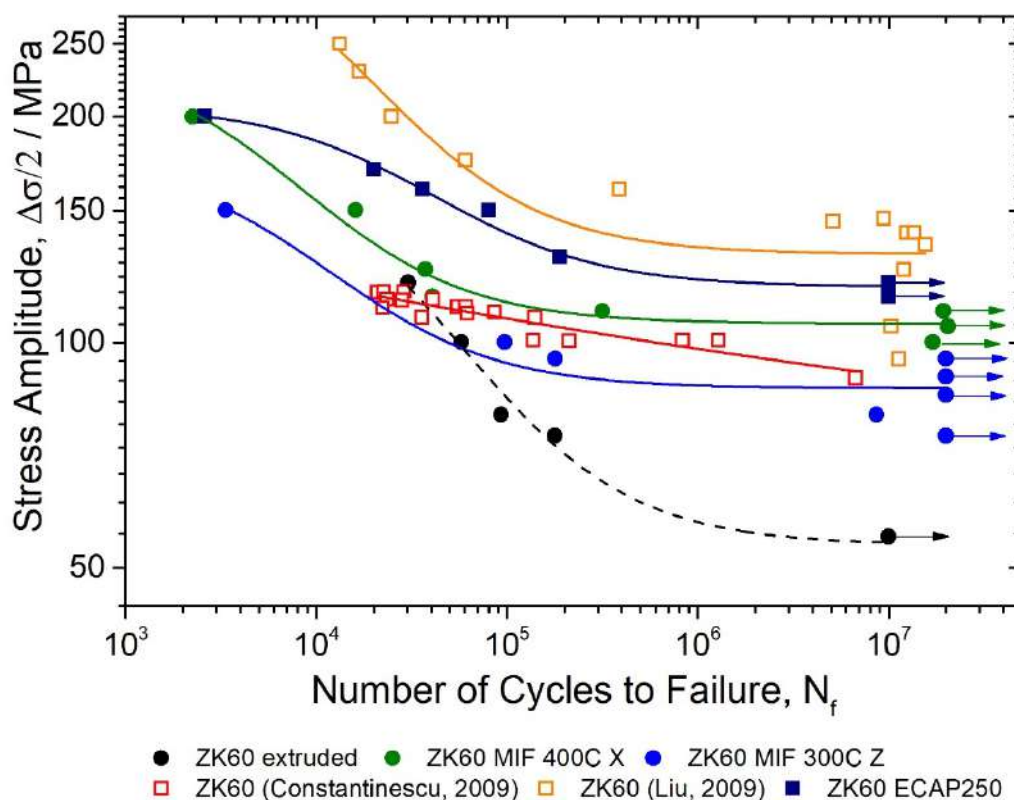


Рисунок 27 – Испытание на многоцикловую усталость сплава ZK60 после термомеханической обработки методами ВИК и РКУП

Таблица 4 – Механические свойства образцов сплава ZK60 после различных видов обработки

Материал	Способ обработки	Условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочности σ_{UTS} , МПа	Относительное удлинение при растяжении ϵ_t , %	Предел выносливости σ_{-1} , МПа
ZK60-MIF300X	ВИК 300°C	176	329	43,1	110 ⁺⁵
ZK60-MIF400Z	ВИК 400°C	113	292	49,0	90 ⁺⁵
ZK60-MIF400X		141	301	44,5	80 ⁺⁵
ZK60	Горячая Экструзия	136	244	10,8	58
ZK60-ESAP250	РКУП	162	330	42,5	120 ⁺⁵

Обработка методами ИПД приводит к значительному улучшению усталостных свойств магниевого сплава ZK60 по сравнению с исходным материалом, полученным прямой экструзией, что отражается в повышении предела выносливости с 58 МПа до 110 МПа для ВИК и 120 МПа для РКУП, что является довольно высоким показателем для этого сплава и сравнимо с аналогичным для многих алюминиевых сплавов.

Большинство экспериментальных результатов, известных из литературных источников, относящихся к многоциклового усталости сплава ZK60, было получено в условиях по схеме вращение-изгиб (Таблица 5). Выбор данной схемы испытаний, принятых в промышленной практике из-за простоты, мало пригоден в случае академических исследований, так как он неизбежно приводит к существенно завышенным результатам и не отражает реальных усталостных характеристик. Это происходит из-за того, что под действием повреждающих растягивающих напряжений в каждом цикле оказывается не все сечение образца, а лишь его часть. Таким образом, существует градиент напряжений по сечению. Результаты, полученные по схеме вращение-изгиб тем хуже и менее предсказуемы, чем выше пластичность материала, т.к. формула расчета изгибающего момента, полученная из механики упругого континуума, адекватно не работает, если есть пластическая деформация, которая практически всегда наблюдается для магниевых сплавов при выбранных нагрузках. Есин [82] предложил простой аналитически решаемый и экспериментально проверенный способ соотнесения кривых усталости, полученных различными методами тестирования с использованием микропластического энергетического критерия усталости. Было экспериментально

подтверждено, что кривые усталости, полученные путем симметричного знакопеременного нагружения растяжения-сжатия и вращения-изгиб могут быть связаны фактором коррекции 2/3, что является довольно консервативной (мягкой) оценкой, но даже применение такого фактора существенно снижает реальный предел выносливости сплавов, представленных ниже (Таблица 5). Таким образом, предел выносливости 110-120 МПа в испытаниях на растяжение-сжатие является хорошим уровнем по сравнению со 150-170 МПа с учетом коэффициента 0,66 при вращении-изгибе. Исходя из этого можно заключить, деформационная обработка методами РКУП и ВИК, обеспечивает получение усталостных свойств, не уступающих известным мировым аналогам.

Таблица 5 – Литературные данные усталостной выносливости

Метод получения	ϵ_{total}	Прочность		Усталость		Ссылка
		σ_{YS} , МПа	σ_{UTS} , МПа	σ^{-1} , МПа	Условия	
Экструзия 350°C	-	136	280	95	Растяжение-сжатие	[149]
Экструзия (кратность ~4.5)+ Экструзия (кратность 12) при 300°C	2.87	290	335	145	Вращение-изгиб	[80]
Экструзия (кратность ~4.5)+ Экструзия (кратность 44) при 300°C	4.37	280	340	150		
Экструзия (кратность ~4.5) + Экструзия (кратность 44) + осадка, 300°C	4.37	350	390	170		
Экструзия (кратность 22) при 350°C	3.57	295	340	140		
Экструзия (кратность 22) при 350°C + РКУП 2 прохода, маршрут Вc при 250°C	5.87	285	335	120		
Экструзия (кратность 22) при 350°C + РКУП 4 прохода, маршрут Вc при 250°C, уменьшение температуры на 10°C за проход.	8.17	310	340	145		

Гомогенизация при 400°C в течение 14 часов + Экструзия 100→26.8 мм при 390°C	3.04	237	312	140		[150]
Гомогенизация при 400°C в течение 14 часов + Экструзия 100→26.8 мм при 390°C + отжиг при 150°C в течение 24 часов	3.04	273	329	150		[151]

ϵ_{total} - полная эквивалентная деформация в ходе ТМО, σ_{YS} – условный предел текучести, σ_{UTS} – временное сопротивление разрушению, σ^{-1} предел усталости при 1×10^7 симметричных циклах (R=-1).

3.4. Выводы

- 1) РКУП и ВИК являются эффективными методами измельчения структуры и получения готовых заготовок. По использованным в работе режимам удалось добиться уменьшения среднего размера зерна вплоть до 5 мкм при помощи метода ВИК и до 2 мкм после РКУП. С повышением числа циклов обработки микроструктура становится более проработанной и однородной. В то же время, после литья во вращающиеся валки прокат находится в сильнодеформированном состоянии и требует дальнейшей обработки для получения удовлетворительной структуры. Кроме того, возможно требуется оптимизации технологических режимов разлива-прокатки.
- 2) Обработка методом всесторонней изотермическойковки или равноканального углового прессования приводит к значительному улучшению прочности, пластичности и усталостных свойств магниевого сплава ZK60. При этом наилучшие характеристики при статическом растяжении были получены на образцах после 4 проходов РКУП: предел прочности $\sigma_B=325$ МПа, относительно удлинение $\epsilon=40\%$. Хорошие результаты также показали образцы после ВИК: σ_B на уровне 300-325 МПа, $\epsilon=31\%$. Преимущество РКУП по сравнению с ВИК может быть объяснено более мелкозернистой структурой и, возможно, текстурой.
- 3) При общей корреляции со статической прочностью на растяжение, результаты 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).
- 4) С технологической точки зрения привлекательным выглядит метод ВИК, с помощью которого удалось добиться существенного снижения размера зерна, относительной однородности микроструктуры и повышения механических характеристик при достаточно больших размерах получаемых заготовок и простоте метода обработки.
- 5) Высокая пластичность полученных после ИПД полуфабрикатов (30-40%) позволяет с уверенностью утверждать, что получения более высоких прочностных и усталостных характеристик (при практической необходимости) можно в дальнейшем легко добиться традиционными методами термомеханической обработки – холодной (теплой) деформацией на небольшую величину для реализации дислокационного упрочнения и старением для дисперсионного упрочнения.

4. Фрактографическое исследование усталостных изломов

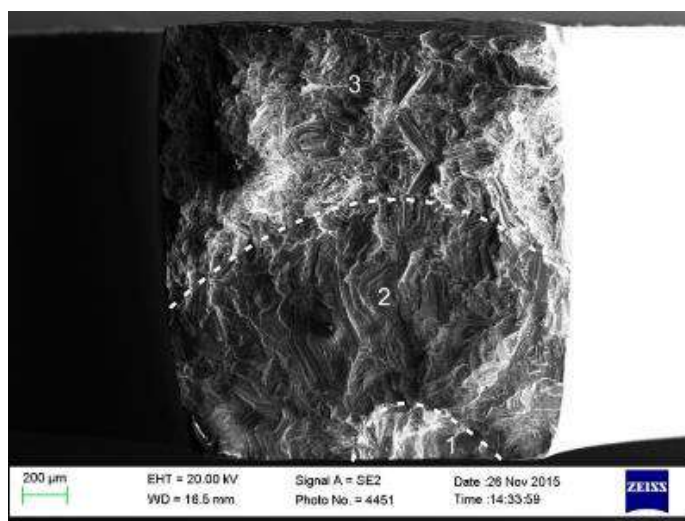
Результаты, изложенные в данном разделе, опубликованы в работе [119]. Для того, чтобы предотвращать катастрофическое разрушение конструкций, необходимо иметь детальное представление о процессе и причинах разрушения. Как известно из литературных данных [152], большая часть разрушений происходит по причине усталости материала. При этом наиболее опасным является циклическое нагружение с большими амплитудами деформации, которое способно привести к разрушению уже через довольно малое количество циклов. В связи с вышеозвученным, после проведения лабораторных испытаний на усталость и определения численных параметров возникает вопрос – какова была причина разрушения? Какие микроструктурные параметры влияют на разрушение? Что необходимо предпринять для предотвращения катастрофического разрушения и увеличения предела выносливости материала?

В данном разделе была предпринята попытка найти ответы на озвученные вопросы и установить особенности усталостного разрушения магниевого сплава ZK60 в различном структурном состоянии. Методика проведения фрактографических исследований приведена в подразделе 2.3. Изучение изломов проводили после испытаний на малоцикловую и многоцикловую усталость.

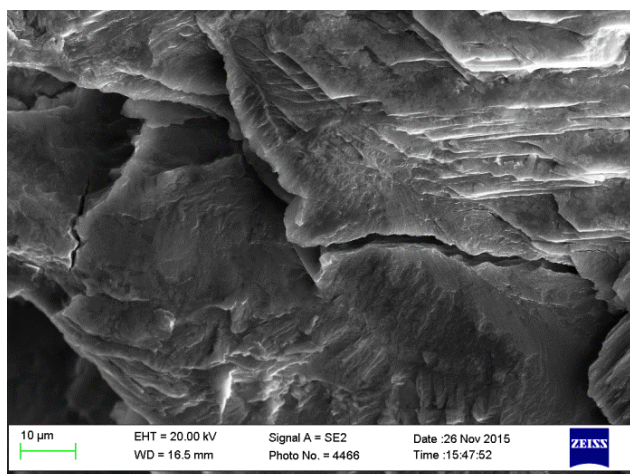
4.1. Анализ изломов при помощи СЭМ

При исследовании морфологии усталостных изломов с помощью СЭМ на большинстве образцов удастся идентифицировать характерные области роста трещины: зону инициации разрушения, зону стабильного роста трещины и зону долома. Ниже представлены фотографии излома образца из сплава ZK60 в исходном крупнозернистом состоянии после испытаний на малоцикловую усталость при полной амплитуде деформации 0.8% (Рисунок 28). В области зарождения и устойчивого роста трещины излом имеет характер внутрикристаллитного разрушения. Заметны также следы двойникования и наличие микротрещин. Зона долома характеризуется механизмом вязкого разрушения с участками скола. В целом в изломе доминируют следы двойникования из чего можно заключить, что трещина проходит преимущественно по границам механических двойников.

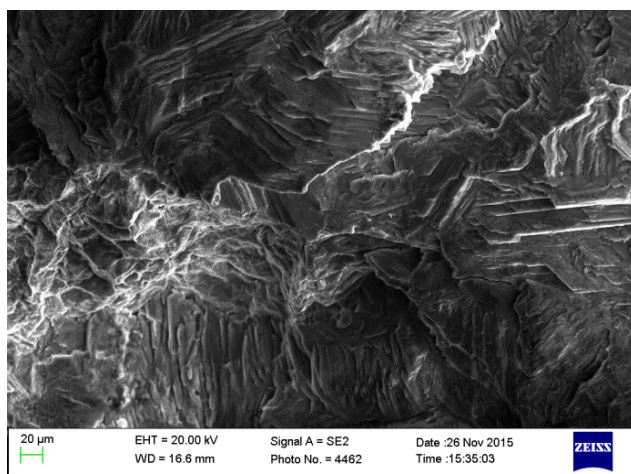
Двойникование является механизмом деформации, который оказывает сильное влияние на усталость магниевых сплавов по ряду причин. Во-первых, во время циклической деформации предположительно существуют сильные взаимодействия между скольжением и двойникованием [99]. Во-вторых, двойникование может способствовать переориентации кристалла в трудных для деформации направлениях. И наконец, возрастающая с циклами объемная доля двойников может служить барьером для движения дислокаций и наоборот. Такие сложные деформационные взаимодействия могут быть важными механизмами накопления повреждений, которые в конечном итоге приводят к массивному формированию полос сдвига и инициированию трещин, когда скольжение и двойникование не могут более аккомодировать дальнейшую пластическую деформацию. Более подробно кинетика двойникования и дислокационного скольжения при циклической деформации, а также ее влияние на усталостные свойства будут рассмотрены в следующем разделе.



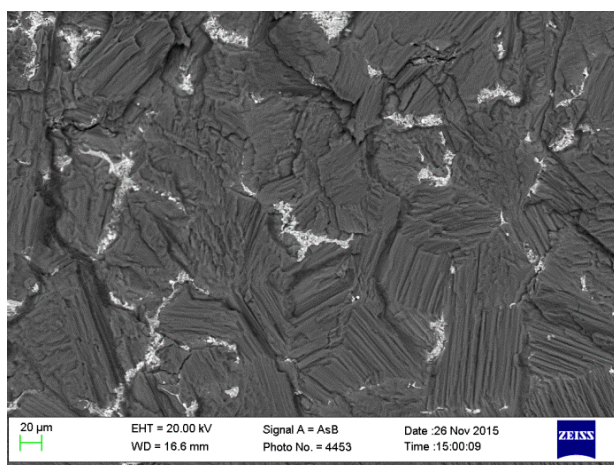
a)



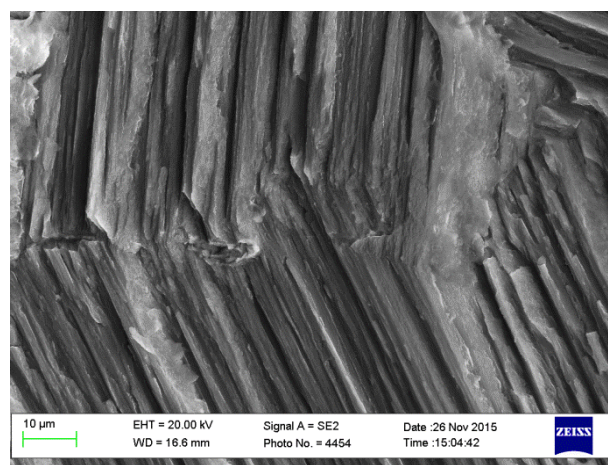
б)



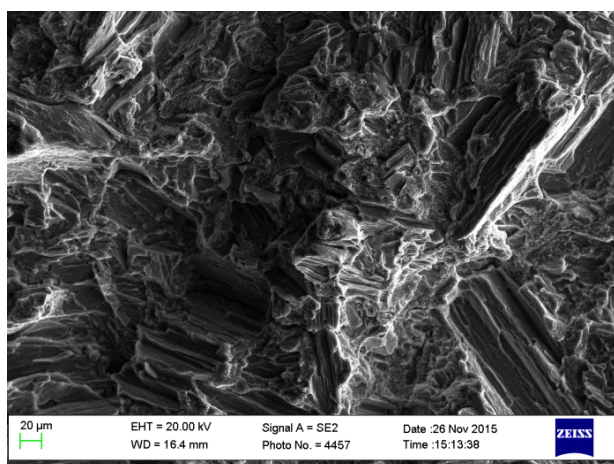
в)



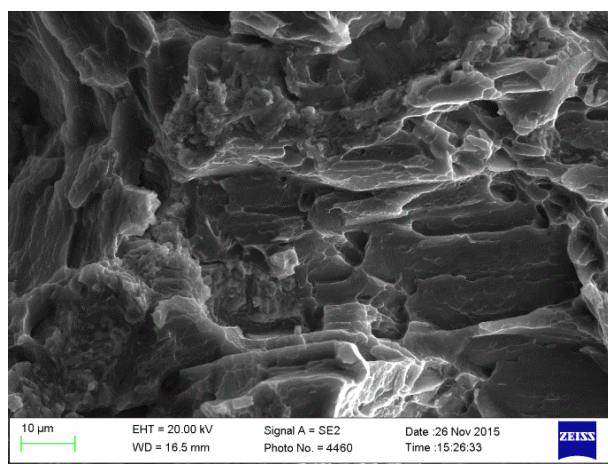
г)



д)



е)



ж)

Рисунок 28 – Морфология излома образца ZK60 после малоциклового усталости при полной амплитуде деформации 0,8%: а – общий вид излома (зона 1 – зарождения трещины, 2 – стабильного роста трещины, 3 – зона долома); б, в – зона 1; г, д – зона 2; е, ж – зона 3.

После усталостного разрушения образцов, прошедших различные операции ИПД, структура излома кардинально меняется. Разрушение в области зарождения и стабильного

роста трещины преимущественно происходит по механизму скола с образованием «ручьистого» узора, местами отмечено наличие микротрещин. В зоне долома доминирует вязкий механизм разрушения, при этом поверхности ямок отражают пластичный рельеф с выделенными следами скольжения в базисной плоскости. Следы двойникования практически незаметны. (Рисунок 29, Рисунок 30).

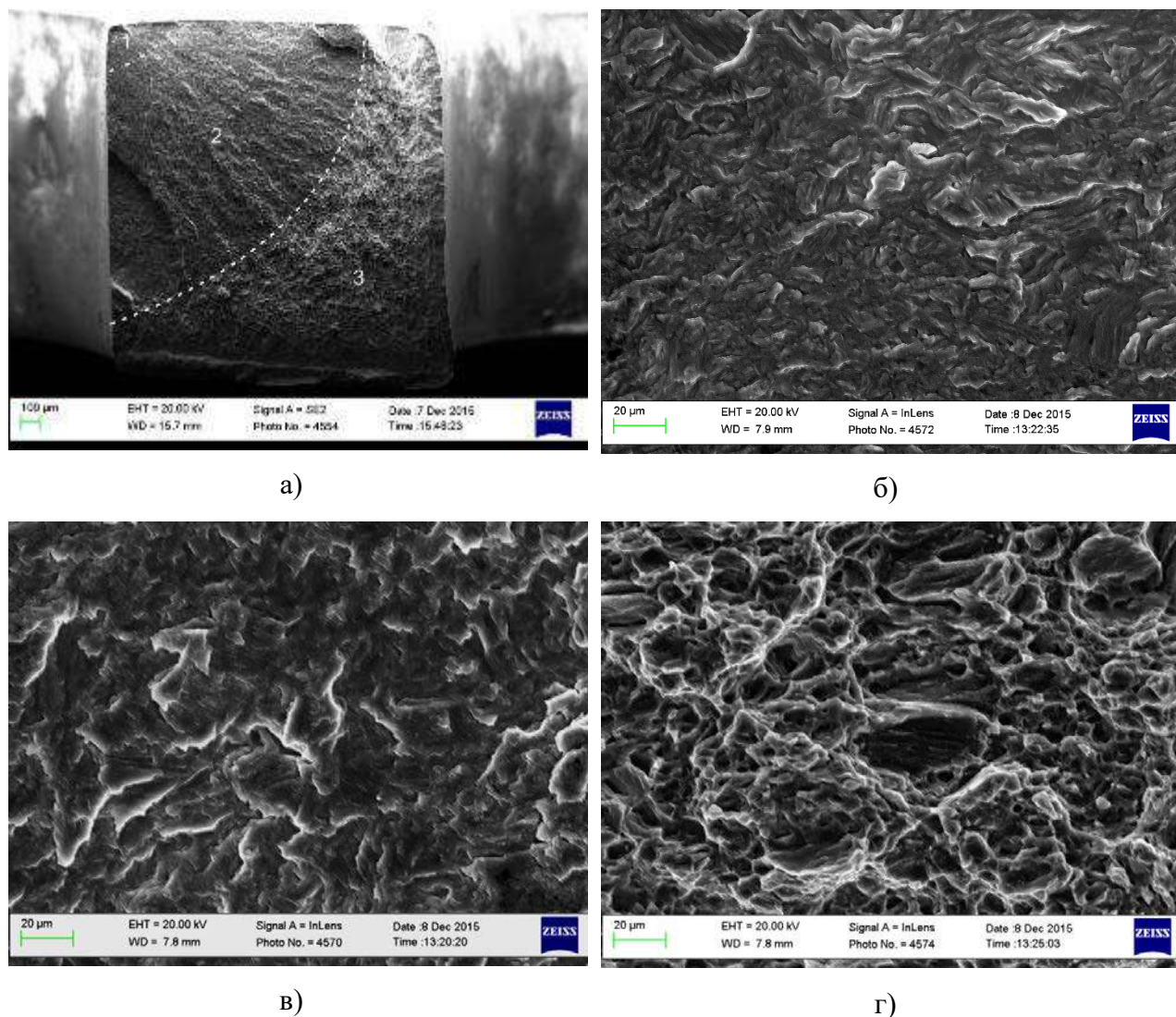
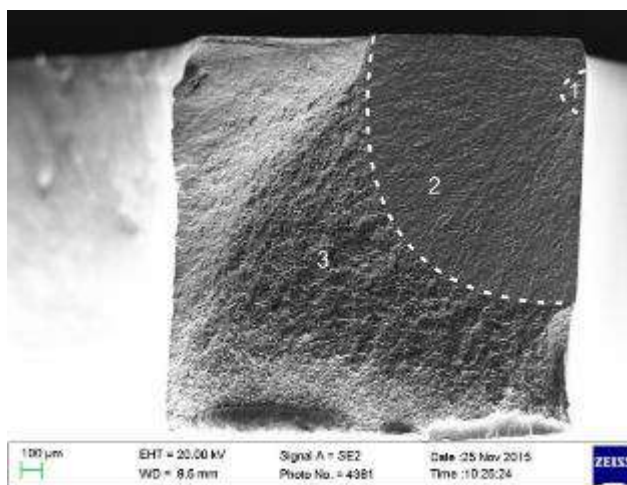
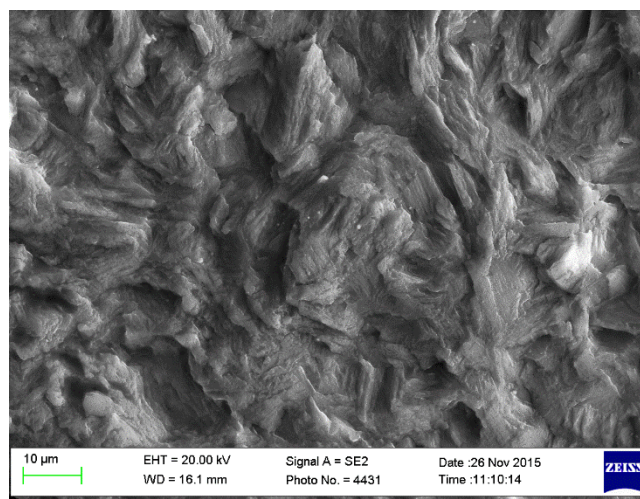


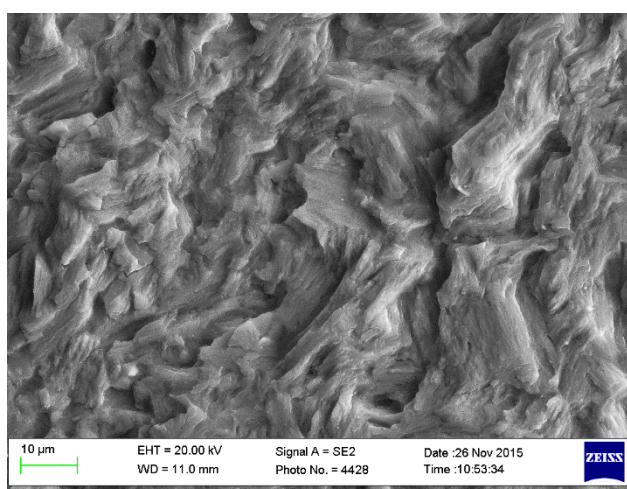
Рисунок 29 – Морфология излома образца ZK60-MgF400X после малоциклового усталости при полной амплитуде деформации 1 %: а – общий вид излома (зона 1 – зарождения трещины, 2 – стабильного роста трещины, 3 – зона долома); б – зона 1; в – зона 2; г – зона 3.



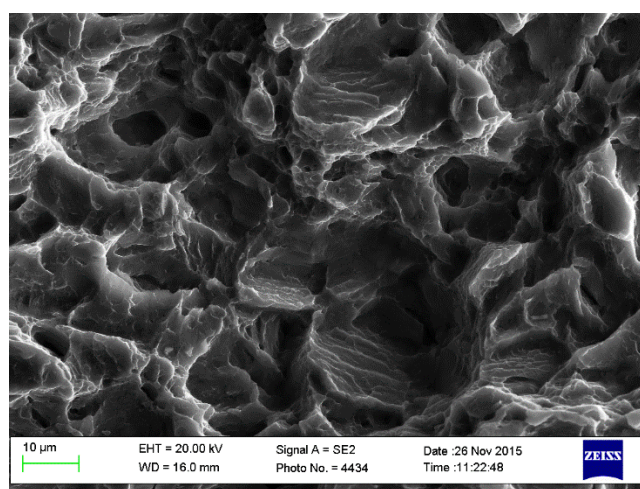
a)



б)



в)



г)

Рисунок 30 – Морфология излома образца ZK60-MIF300X после малоциклового усталости при полной амплитуде деформации 1 %: а – общий вид излома (зона 1 – зарождения трещины, 2 – стабильного роста трещины, 3 – зона долома); б – зона 1; в – зона 2; г – зона 3.

Разрушение образцов в мелкозернистом состоянии при полной амплитуде деформации 2% имеет следующие особенности:

- 1) Не всегда удается идентифицировать характерные области усталостного разрушения. Очаг разрушения не ассоциируется в явном виде со структурными особенностями сплавов, но, скорее всего, связан с необратимой локальной пластической деформацией (Рисунок 31).
- 2) На некоторых образцах наблюдаются множественные очаги зарождения трещины (Рисунок 32).
- 3) В области стабильного роста трещины разрушение происходит преимущественно по механизму скола с образованием «ручьистого узора».
- 4) На некоторых образцах отмечено наличие микротрещин с увеличением их количества и размера при приближении к зоне зарождения магистральной трещины (Рисунок 33).
- 5) Разрушение в зоне долома носит ямочный характер с явными следами пластической деформации.

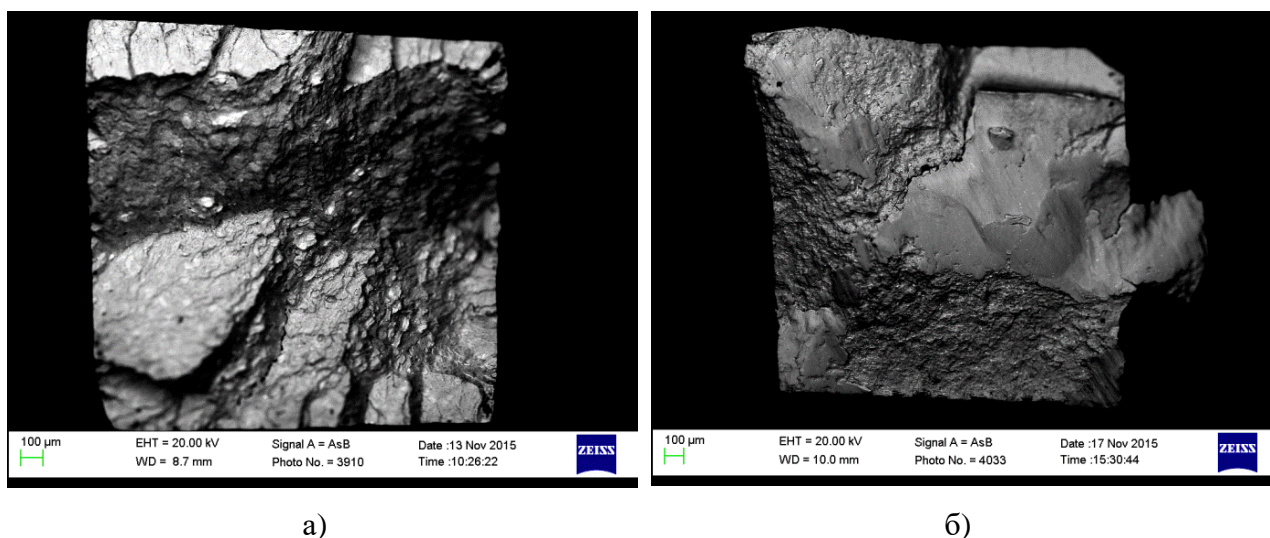
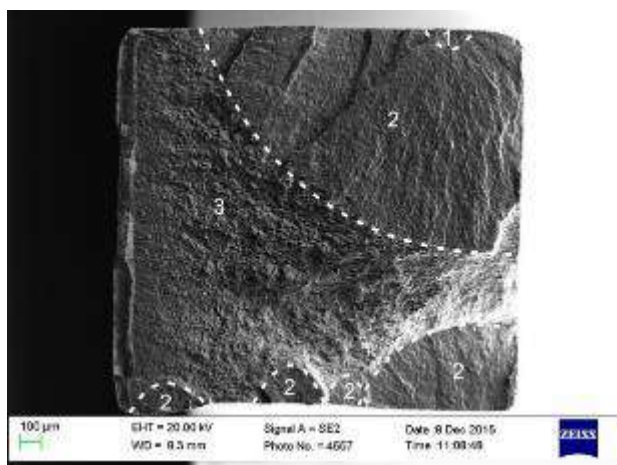
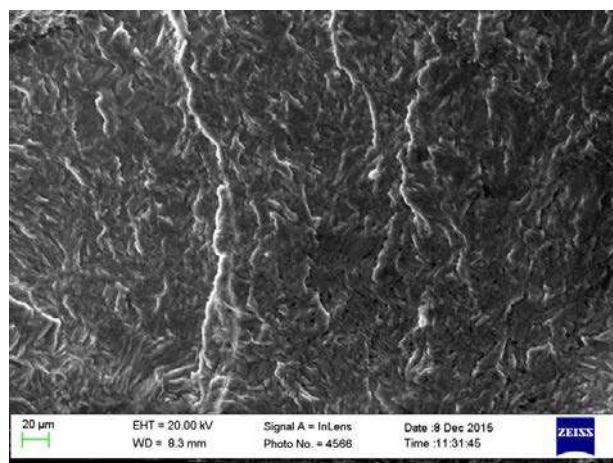


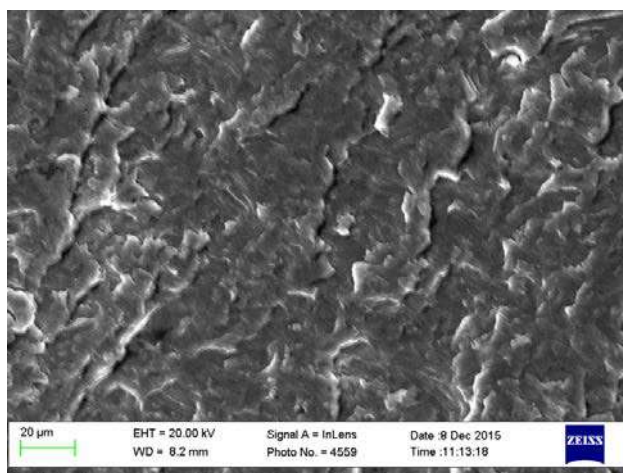
Рисунок 31 – Морфология излома после малоциклового усталости при полной амплитуде деформации 2,0% образцов: а – ZK60-ЕСАР+MIF300; б – ZK60-MIF300X



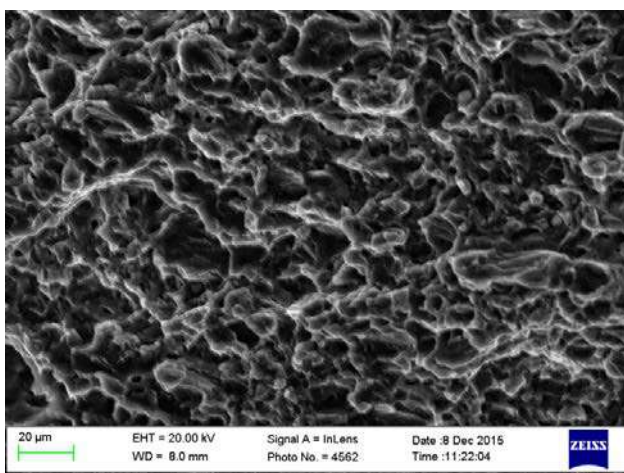
а)



б)

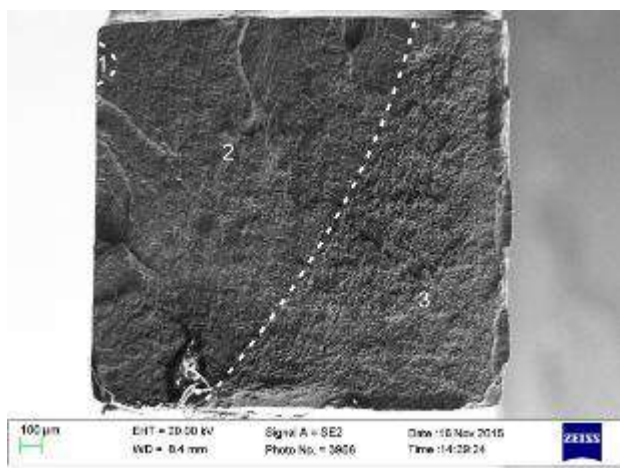


в)

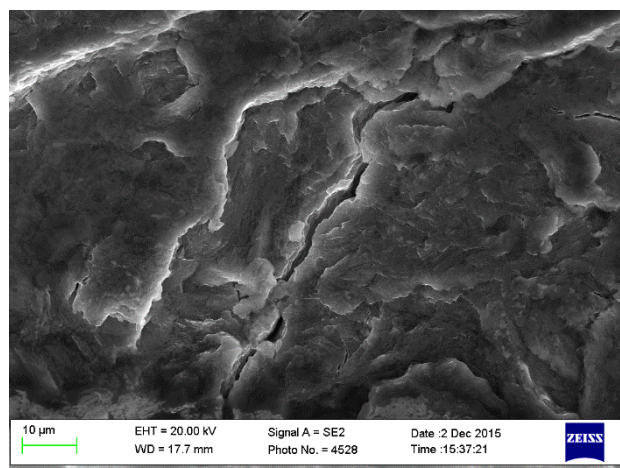


г)

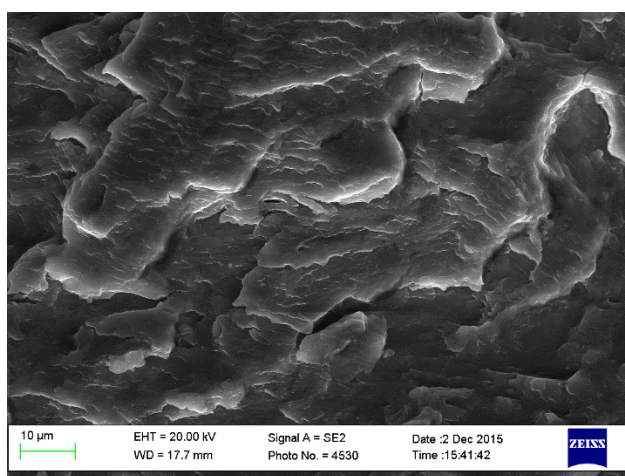
Рисунок 32 – Морфология излома образца ZK60-MIF400X после малоциклового усталости при полной амплитуде деформации 2,0%: а – общий вид излома (зона 1 – зарождения трещины, 2 – стабильного роста трещины, 3 – зона долома); б – зона 1; в – зона 2; г – зона 3.



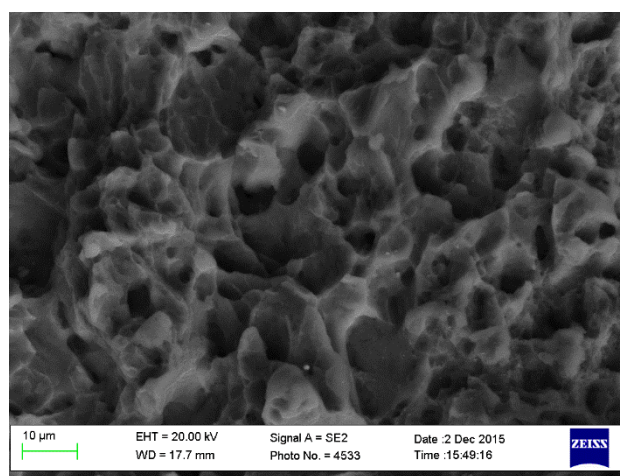
а)



б)



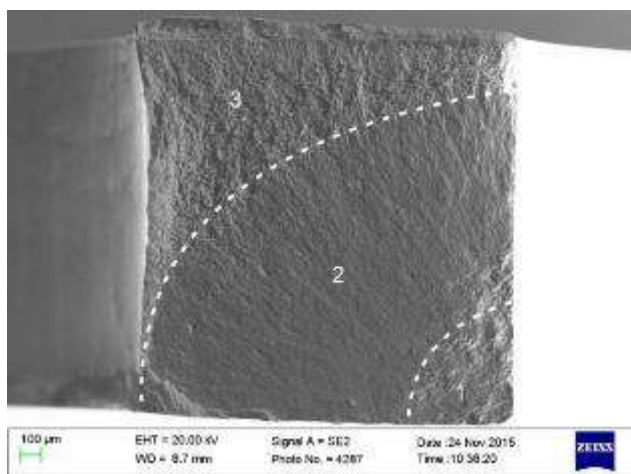
в)



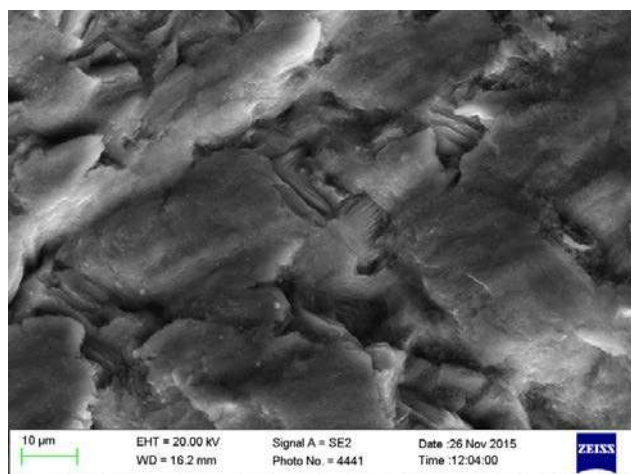
г)

Рисунок 33 – Морфология излома образца ZK60-MIF300Z после малоциклового усталости при полной амплитуде деформации 2,0%: а – общий вид излома (зона 1 – зарождения трещины, 2 – стабильного роста трещины, 3 – зона долома); б – зона 1; в – зона 2; г – зона 3.

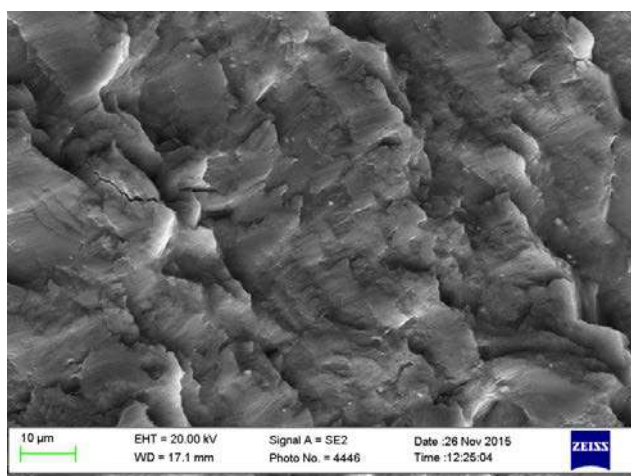
После испытаний сплава ZK60 на многоцикловую усталость результаты фрактографии в целом схожи с наблюдениями после малоциклового усталости. В крупнозернистом образце развитая топология усталостного рельефа определяется интенсивным двойникованием. В то же время, в мелкозернистых образцах (Рисунок 34, Рисунок 35) следы двойникования не наблюдаются, что говорит о преимущественном дислокационном скольжении по базисным плоскостям при малых амплитудах деформации. Однако, межкристаллитный характер разрушения выявлен более явно, что понятным образом связано с более низкой амплитудой деформации при многоцикловой усталости, где пластичность развита довольно слабо. Зона долома характеризуется ямочным рельефом, характерным для вязкого разрушения.



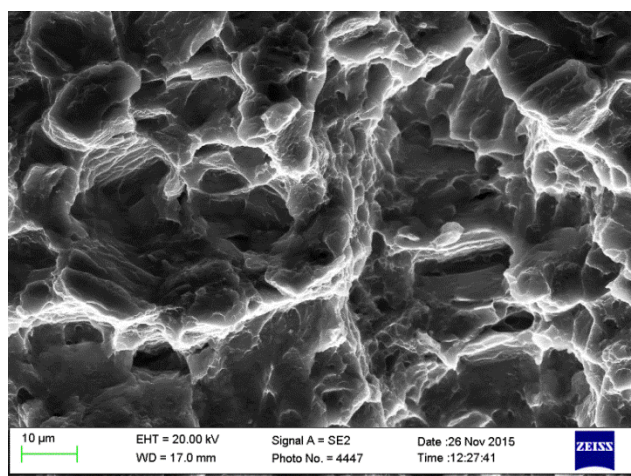
а)



б)

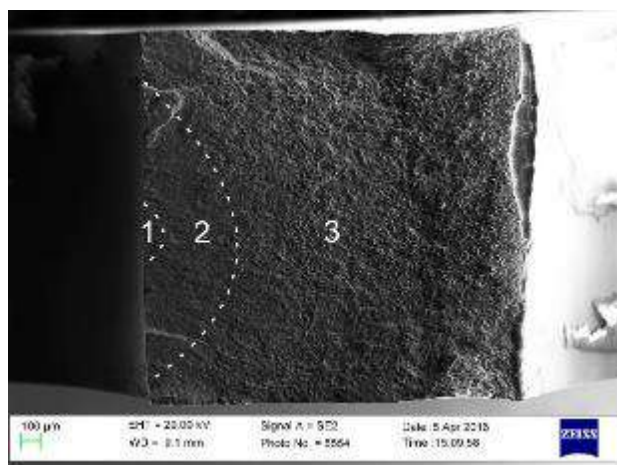


в)

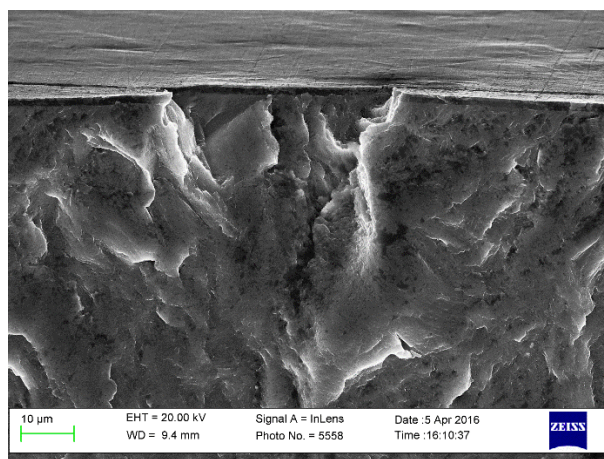


г)

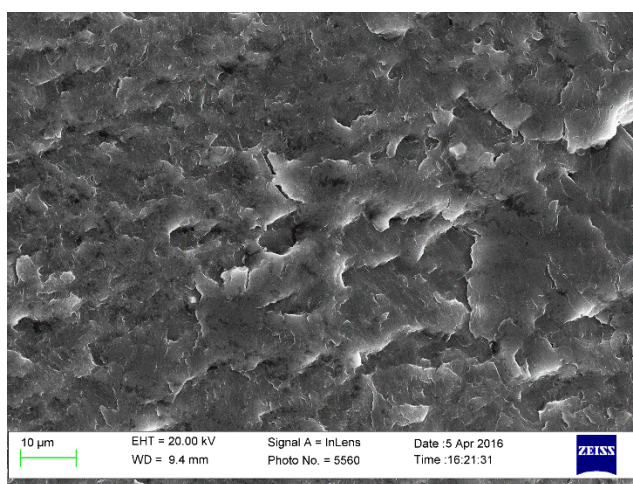
Рисунок 34 – Морфология излома образца ZK60-MIF300X после испытаний на многоцикловую усталость: а – общий вид излома (зона 1 – инициации разрушения, 2 – стабильного роста трещины, 3 – долома); б – зона 1; в – зона 2; г – зона 3.



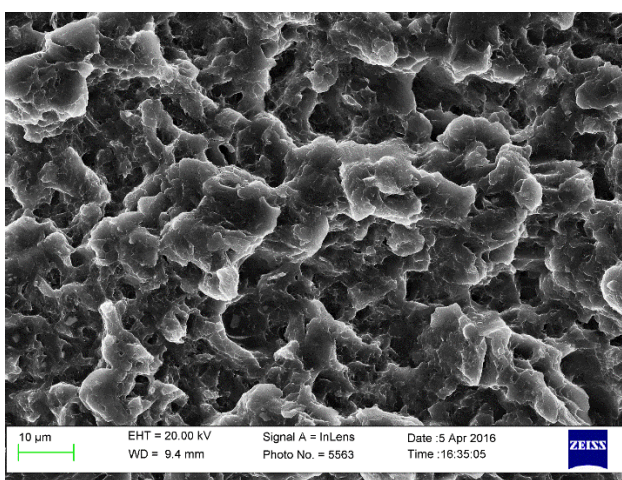
а)



б)



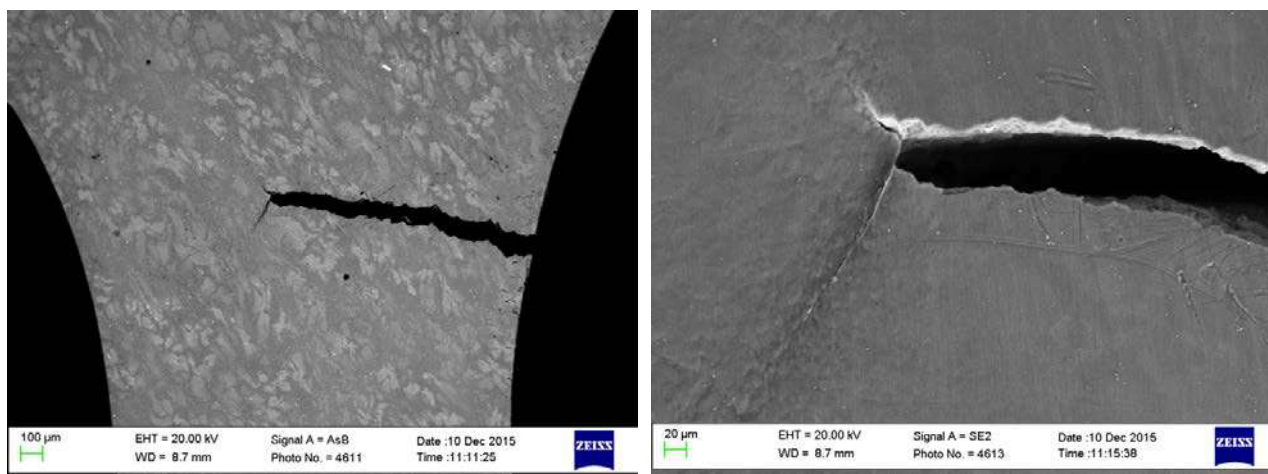
в)



г)

Рисунок 35 – Морфология излома образца ZK60-MIF400Z после испытаний на многоцикловую усталость при нагрузке 150 МПа: а – общий вид излома (зона 1 – инициации разрушения, 2 – стабильного роста трещины, 3 – долома); б – зона 1; в – зона 2; г – зона 3.

Для некоторых образцов, испытанных на пределе выносливости без разрушения, наблюдается ветвление микротрещин на конце магистральной трещины, что объясняет появление множественных вторичных трещин на микрофотографиях изломов (Рисунок 36). Также стоит отметить наличие большого числа микротрещин у края образца, которые являются инициаторами катастрофического разрушения. Данный факт говорит о хорошей сопротивляемости образца росту трещины (в случае низкого сопротивления, которое наблюдается типично у хрупких материалов, первая же микротрещина приводит к разрушению). Этот результат коррелирует с данными о хорошей пластичности образцов при монотонном растяжении и повышенной выносливостью в малоцикловой области.



а)

б)

Рисунок 36 – Внешний вид образца ZK60-MIF400x после многоциклового усталости: а – магистральная трещина ($\times 40$); б – ветвление микротрещин на конце магистральной трещины ($\times 200$)

Основные результаты наблюдений морфологии поверхности приведены ниже (Таблица 6, Таблица 7).

Таблица 6 – Характеристики морфологии усталостного излома исследуемых сплавов*

Маркировка образца	Качественные характеристики критической зоны распространения усталостной трещины (Область 2)				Относительный размер Области 2	
	Частицы	Трещины	Двойники	Бороздки	LCF	HCF
					$\Delta\varepsilon_t=1\%$	
ZK60	+++	-	+++	-	0,51±0,06	0,48±0,06
ZK60- MIF400X	-	++	+	-	0,38±0,03	0,57±0,04
ZK60- MIF300X	-	+++	+	-	0,32±0,02	0,63±0,06

*LCF – малоцикловая усталость; HCF – многоцикловая усталость; (+++) – многочисленные наблюдения явления; (++) - частота наблюдений явления невелика; (+) – малочисленные наблюдения; (-) – наблюдения отсутствуют.

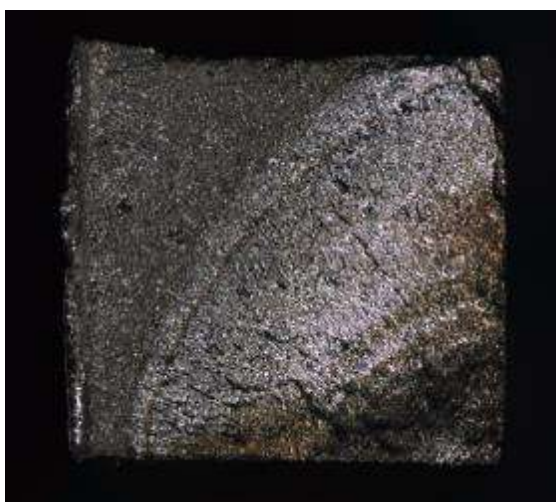
Таблица 7 – Характеристика механизмов разрушения

Сплав	ϵ^*	Механизм разрушения на области		
		Зарождения трещины	Устойчивого распространения трещины	Долома
Малоцикловая усталость				
ZK60 крупнозернистый	0,8%	хрупкое, следы двойникования и наличие микротрещин	внутрезёрненный скол, двойники	межкристаллитное разрушение, немногочисленные микротрещины
ZK60 мелкозернистый	0,8%, 1%	межкристаллитное хрупкое с характерным «ручьистым узором», микротрещины	скол с проявлением «ручьистого узора», микротрещины	вязкое
	2%	локализация пластической деформации, не удастся установить зоны и механизмы разрушения		
		скол с проявлением «ручьистого узора»	скол с проявлением «ручьистого узора»	вязкое
Многоцикловая усталость				
ZK60 крупнозернистый		межкристаллитный скол		
ZK60 мелкозернистый		скол с проявлением «ручьистого узора»		вязкое

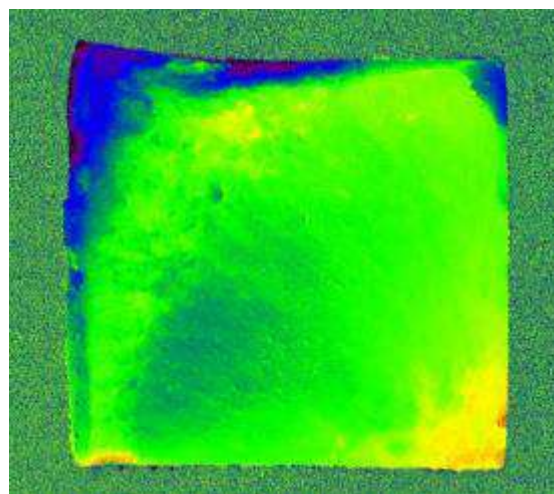
* Полная амплитуда деформации

4.2. Анализ изломов при помощи КЛСМ

При анализе полученных результатов на КЛСМ было выявлено 2 типа изломов: однородные по высоте и с большими высотными перепадами по сечению образца. Самые нижние участки излома окрашены в фиолетовый цвет, а по мере увеличения уровня среза излома цвет меняется в следующей спектральной последовательности: синий, зелёный, жёлтый, красный. Неоднородность изломов по высоте, характерная для больших амплитуд деформации (Рисунок 38), по всей видимости указывает на интенсивную пластическую деформацию и сдвиговый механизм вязкого разрушения. В то время как однородный по высоте рельеф без значительных перепадов (Рисунок 39, Рисунок 37), вероятно, соответствует хрупкому сколу и наблюдается на сплаве ZK60 в исходном крупнозернистом состоянии, а также мелкозернистых сплавах с малой амплитудой деформации. Следует отметить, что в целом результаты КЛСМ подтверждают данные, полученные при помощи СЭМ, но при этом могут дать не только более наглядное представление морфологии, но и количественную оценку рельефа поверхности.

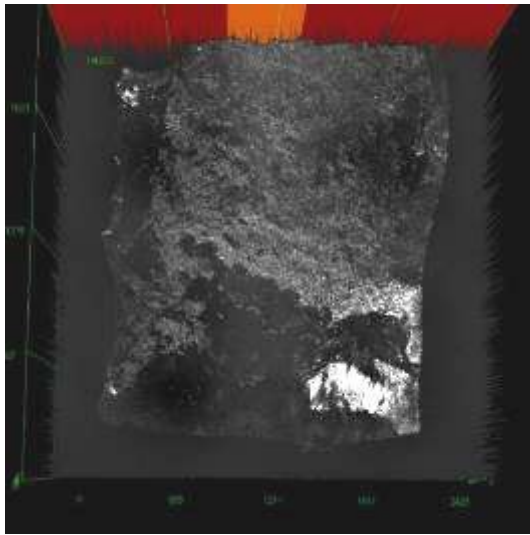


а)

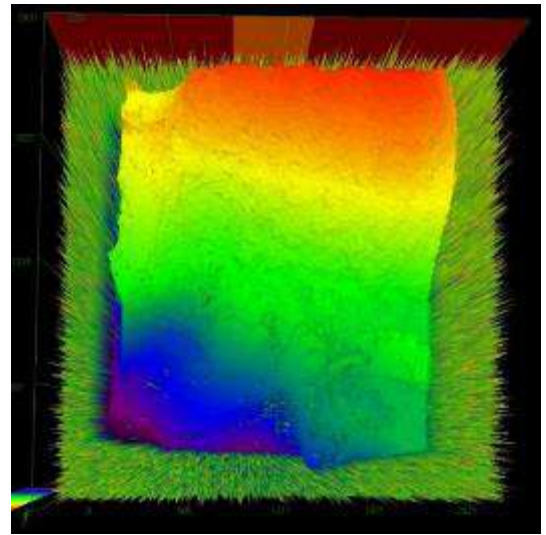


б)

Рисунок 37 – Морфология излома образца ZK60-MIF300х, полученная на КЛСМ после испытаний на многоцикловую усталость



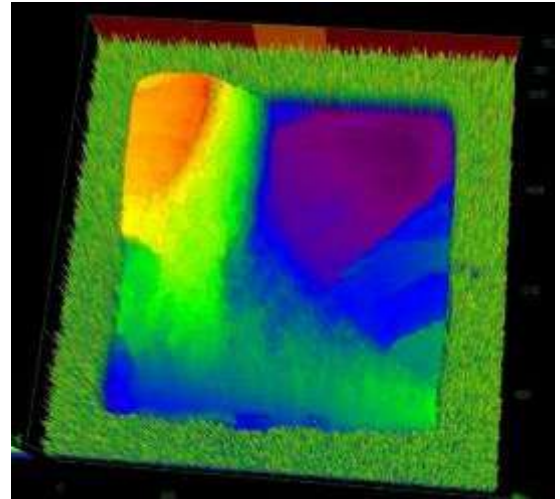
а)



б)



в)

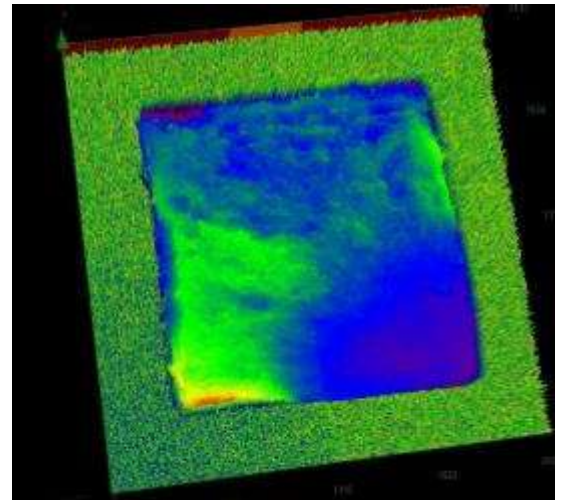


г)

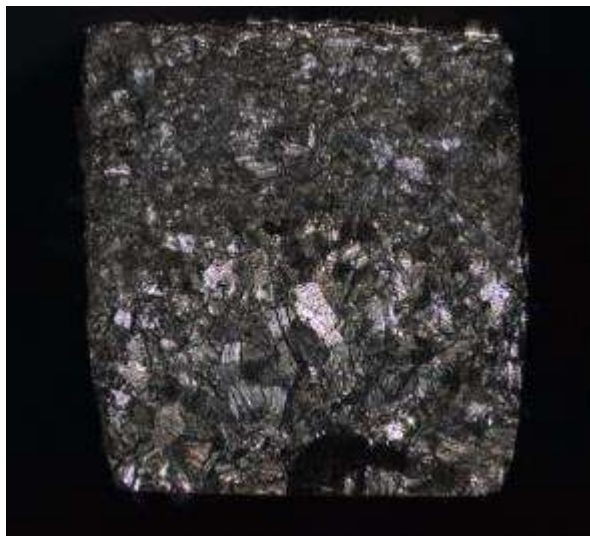
Рисунок 38 – Морфология изломов после испытаний на малоцикловую усталость с амплитудой полной деформации 2% для мелкозернистых сплавов: а, б – ZK60-MIF300x; в, г – ZK60-MIF400x



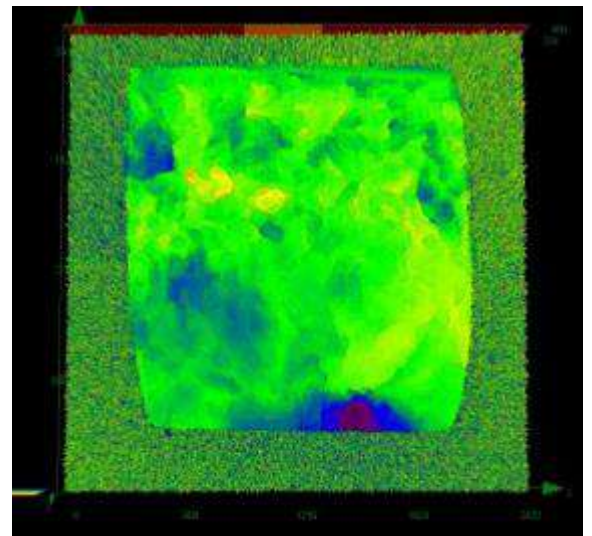
а)



б)



в)



г)

Рисунок 39 – Морфология изломов после испытаний на малоцикловую усталость с амплитудой полной деформации 0,8% для сплава ZK60: а, б – в мелкозернистом состоянии (ZK60-MIF400z); в, г – крупнозернистом состоянии

4.3. Выводы

В качестве выводов к данному разделу можно сказать следующее. В исходном состоянии сплав ZK60 имеет довольно низкую пластичность и крупное зерно, которое благоприятствует интенсивному двойникованию даже в условиях минимальной пластической деформации при испытаниях на многоцикловую усталость. Активное двойникование, по всей видимости, затрудняет дальнейшую пластическую деформацию по ряду причин, озвученных выше, и в целом снижает усталостные характеристики материала. Кроме того, на поверхности изломов наблюдается сетка хрупких интерметаллидов, которые очевидно снижают пластичность крупнозернистого материала. В связи с этим, в исходном состоянии сплав ZK60 имеет все признаки хрупкого разрушения и довольно невысокий предел выносливости, как было показано в предыдущем разделе.

После интенсивной пластической деформации происходит значительное измельчение зерна, которое ведет и к изменению механизмов усталостного разрушения. В изломах мелкозернистых образцов после малоциклового и многоциклового усталости практически не наблюдается двойникования и крупных интерметаллидов. Повышается доля вязкой составляющей в изломе. Критическая площадь, соответствующая области стабильного роста трещины до момента долома, довольно велика. Наблюдается наличие вторичных трещин и микротрещин. Все это свидетельствует о хорошей сопротивляемости материала росту трещины.

Таким образом, блокировка легкого двойникования и активация небазисных систем скольжения при измельчении зерна способствует повышению предела выносливости и одновременному улучшению малоциклового свойства, а также ведет к повышению сопротивления росту трещины и изменению механизма разрушения в сторону более вязкого. Все это говорит о благоприятном влиянии ИПД на усталостные характеристики материала, и данная обработка (в частности, методами РКУП и ВИК) может быть с успехом применена для повышения механических характеристик магниевых сплавов.

5. Кинетика механизмов деформации магниевых сплавов

Результаты, изложенные в данном разделе, опубликованы в работах [112-114,118,119]. Как было показано в предыдущем разделе, двойникование является ключевым механизмом деформации магниевых сплавов, определяющим их механическое поведение. Двойникование в магнии играет двоякую роль: с одной стороны, оно может повышать пластичность, а с другой – являться причиной снижения усталостных характеристик и вести к раннему разрушению материала [60,62]. Кроме того, зачастую именно двойникование ответственно за проявление деформационной асимметрии [109]. Поэтому фундаментальное понимание процесса двойникования важно с практической точки зрения при создании новых сплавов.

Несмотря на значительное количество как экспериментальных, так и теоретических работ по двойникованию в магнии [20,22,25,40,99-107], до сих пор существует много пробелов в фундаментальном понимании этого процесса. Например, нет единой теории зарождения двойника, которая удовлетворяла бы всем экспериментальным наблюдениям [105,108]. При всем обилии различных моделей образования двойника, очень мало теоретических работ, посвященных кинетике двойникования в процессе деформации. Кроме того, до сих пор не ясно, с какой скоростью происходит движение вершины двойника при его зарождении. Существуют предположения, что двойник растет со скоростью звука в металле [108,134], однако они не имеют достоверного экспериментального подтверждения.

Кинетика накопления двойников может быть определена при помощи прямых методов наблюдения, таких как оптическая или электронная микроскопия, или косвенных – например, нейтронной дифракцией. Однако, у данных методов есть ряд существенных недостатков, а именно: необходимо останавливать испытания для получения экспозиции, трудоемкость экспериментальных работ. В связи с этим, в данной работе было предложено использовать более простые и не менее эффективные методы – прямое наблюдение при помощи видеосъемки и анализ сигналов акустической эмиссии (АЭ). Как уже было рассмотрено в разделе 1.3, АЭ является структурно чувствительным методом и может успешно применяться для анализа механизмов деформации в магниевых сплавах.

Для того, чтобы понять природу активации и взаимодействия механизмов деформации в магнии и его сплавах, были проведены специальные циклические испытания с видеосъемкой и записью сигналов акустической эмиссии, описанные далее в разделах 5.1 и 5.2. Такие in-situ испытания позволяют сопоставить данные, полученные прямыми и косвенными наблюдениями и сделать выводы о доминирующем механизме деформации на каждом этапе. В качестве основных материалов был выбран чистый крупнозернистый магний в исходном литом состоянии и сплав ZK30 после разлива во вращающиеся валки и гомогенизирующего отжига. Выбор данных материалов обусловлен тем, что они довольно хорошо изучены в

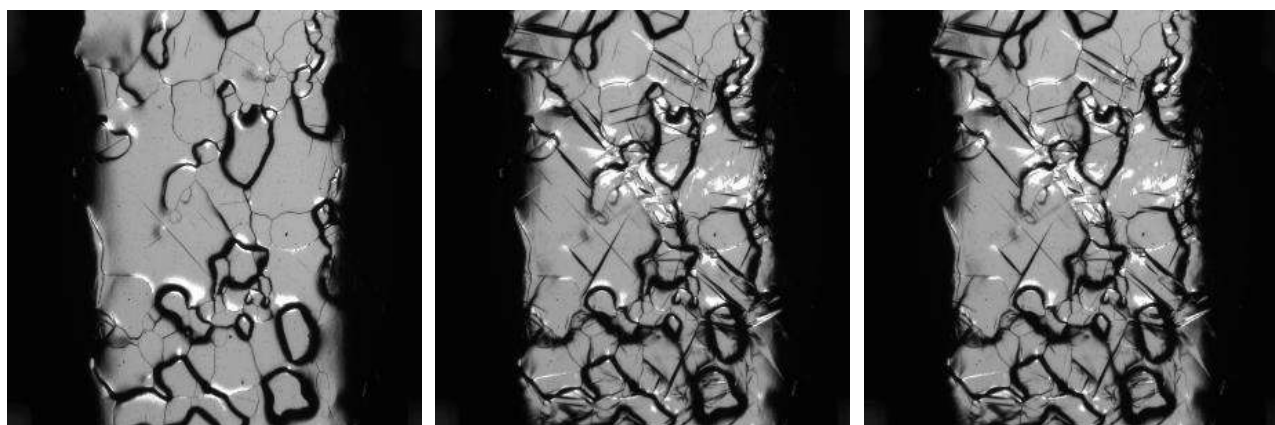
литературе, коммерчески доступны, а также являются своего рода модельными среди большого разнообразия сплавов на основе магния. Методика испытаний представлена в разделе 2.4.

А для того, чтобы установить скоростные параметры двойниковогоания, в частности, величины скорости движения двойниковой вершины при зарождении и дальнейшем росте, были проведены эксперименты с высокоскоростной видеосъемкой со скоростью записи до 120 тысяч кадров в секунду (раздел 5.3).

5.1. Циклическая деформация чистого магния

Первоначально проводились испытания для чистого магния, как модельного материала с ГПУ решеткой и характерной асимметрией механизмов деформации. При циклическом нагружении на сжатие-растяжение в процессе деформации чистого магния наблюдается следующее (Рисунок 40):

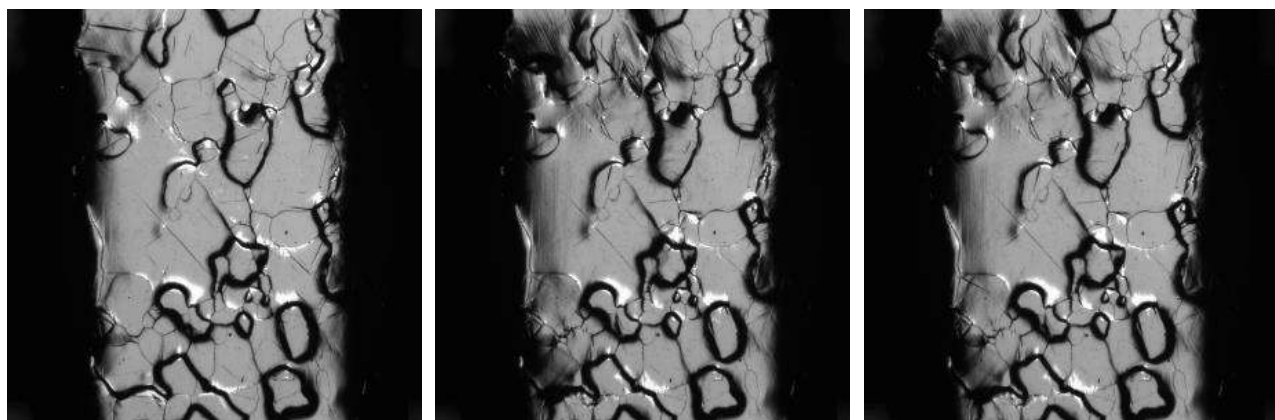
- На первом цикле при сжатии протекает интенсивное двойникование (Рисунок 40, б).
- При разгрузке до 0 МПа визуальных изменений не наблюдается (Рисунок 40, в).
- При разгрузке до 0% деформации наблюдается детвиннинг (уменьшение двойников вплоть до полного исчезновения), Рисунок 40, г.
- При растяжении после сжатия происходит дислокационное скольжение и макропластическая деформация (образование деформационного рельефа), Рисунок 40, д.
- При разгрузке после растяжения до 0 МПа визуальных изменений не наблюдается (Рисунок 40, е).
- При разгрузке до 0% деформации наблюдается образование новых двойников (Рисунок 40, ж).



а)

б)

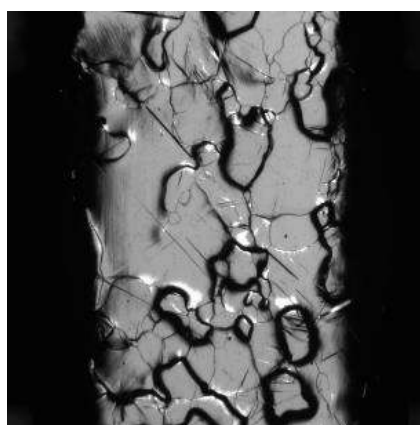
в)



г)

д)

е)



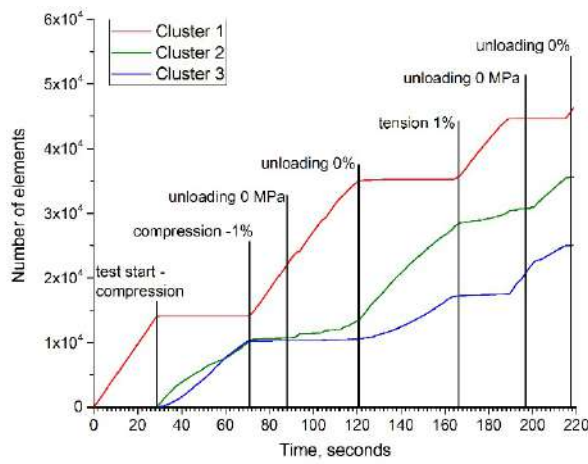
ж)

Рисунок 40 – Кадры видеоряда первого цикла деформации в испытании на сжатие-растяжение чистого магния (полная амплитуда деформации 1,7%): а - исходное состояние; б – сжатие до $\epsilon=1\%$; в – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; г – разгрузка до $\epsilon=0\%$; д – растяжение до $\epsilon=1\%$; е – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; ж – разгрузка до $\epsilon=0\%$

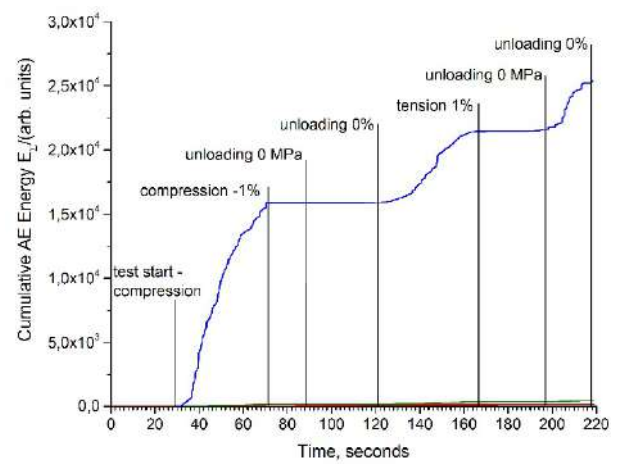
Анализ и кластеризация сигналов акустической эмиссии (АЭ) осуществлялись по методике, описанной в подразделе 2.4. В чистом магнии при испытании на сжатие-растяжение можно выделить следующие источники (Рисунок 41):

- Кластер 1 – шум, имеет явно низкочастотный спектр, низкую энергию сигналов и активен только до начала испытаний и при разгрузке.
- Кластер 2 – дислокационное скольжение. Имеет шумоподобный спектр, а также большое количество событий при незначительной энергии и амплитуде сигналов. Это может быть объяснено тем, что в чистом магнии дислокации ничем не закреплены и не имеют препятствий для движения. Следовательно, требуется минимальная энергия для их отрыва и, таким образом, при большом количестве элементарных актов реализации суммарная энергия низка. Кроме того, данный кластер активизируется раньше кластера 3 и, таким образом, может быть соотнесен со скольжением, имеющим CRSS меньше, чем двойникование.
- Кластер 3 – двойникование. Имеет функцию спектральной плотности (ФСП) с пиком в области частот 300-400 кГц. Количество событий невелико и сопоставимо с количеством событий скольжения, однако суммарная энергия кластера абсолютно доминирует в процессе деформации. Кроме того, отчетливо видно (Рисунок 41, б), что энергии на этапе сжатия значительно больше энергии на этапе растяжения, что хорошо подтверждается визуальными наблюдениями (активное двойникование при сжатии и единичное при растяжении).

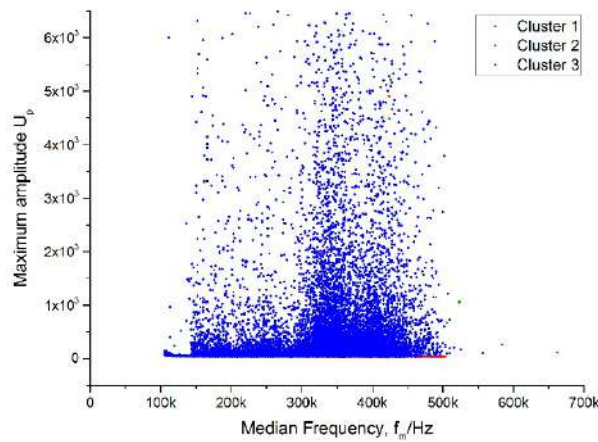
Таким образом, в данном случае интерпретация результатов кластеризации не вызывают каких-либо затруднений и сомнений. Следует также отметить, что дислокационное скольжение активно как при растяжении, так и при сжатии (однако суммарная энергия в обоих случаях незначительна). Это может быть объяснено следующим: во-первых, дислокационной природой двойникования, т.е. возникновение двойника сопровождается зарождением и движением дислокаций; во-вторых, активное дислокационное скольжение является одной из систем реализации пластической деформации для удовлетворения критерию Тейлора-Мизеса.



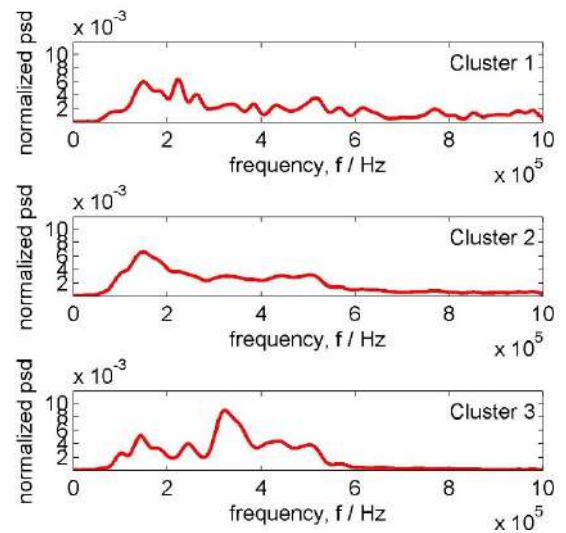
a)



б)



в)



г)

Рисунок 41 – Результаты кластерного анализа сигнала акустической эмиссии (чистый магний, полная амплитуда деформации 1,7%): а – количество элементов в кластерах; б – суммарная энергия кластеров; в – распределение сигналов АЭ в координатах Энергия-Медианная частота; г – функции спектральной плотности

5.2. Циклическая деформация сплава ZK30

Уже на первом цикле деформации отмечена заметная асимметрия поведения при сжатии и растяжении, а именно: разница в значениях предела текучести, предела прочности, и деформационного упрочнения, неупругость деформации при разгрузке, а также перегиб кривой, связанный со сменой преимущественного дислокационного скольжения на двойникование. Сама по себе асимметрия поведения механического двойникования растяжения и сжатия, характерная для магния и его сплавов, хорошо известна в литературе и обсуждалась ранее в главе 1.

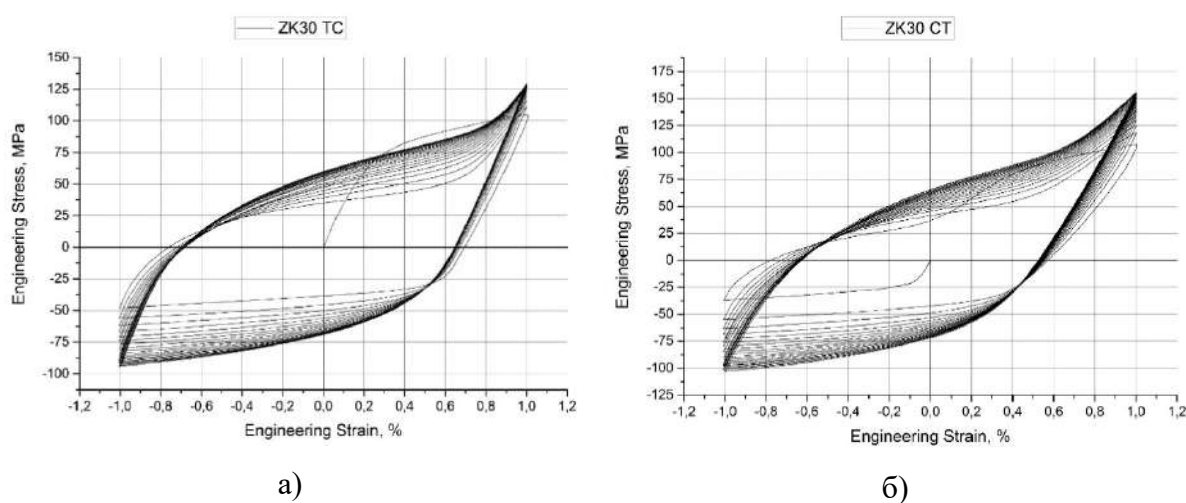


Рисунок 42 – Кривые циклического нагружения для сплава ZK30: а – с начальным циклом растяжения; б – с начальным циклом сжатия

В испытаниях на сжатие-растяжение (Рисунок 43), на первом цикле деформация в целом протекает аналогично чистому магнию, а именно с преимущественным двойникованием при сжатии (Рисунок 43, б) и дислокационным скольжением (макропластической деформацией) при растяжении (Рисунок 43, д). При разгрузке до 0 Н после сжатия виден небольшой детвиннинг, после растяжения заметные изменения отсутствуют.

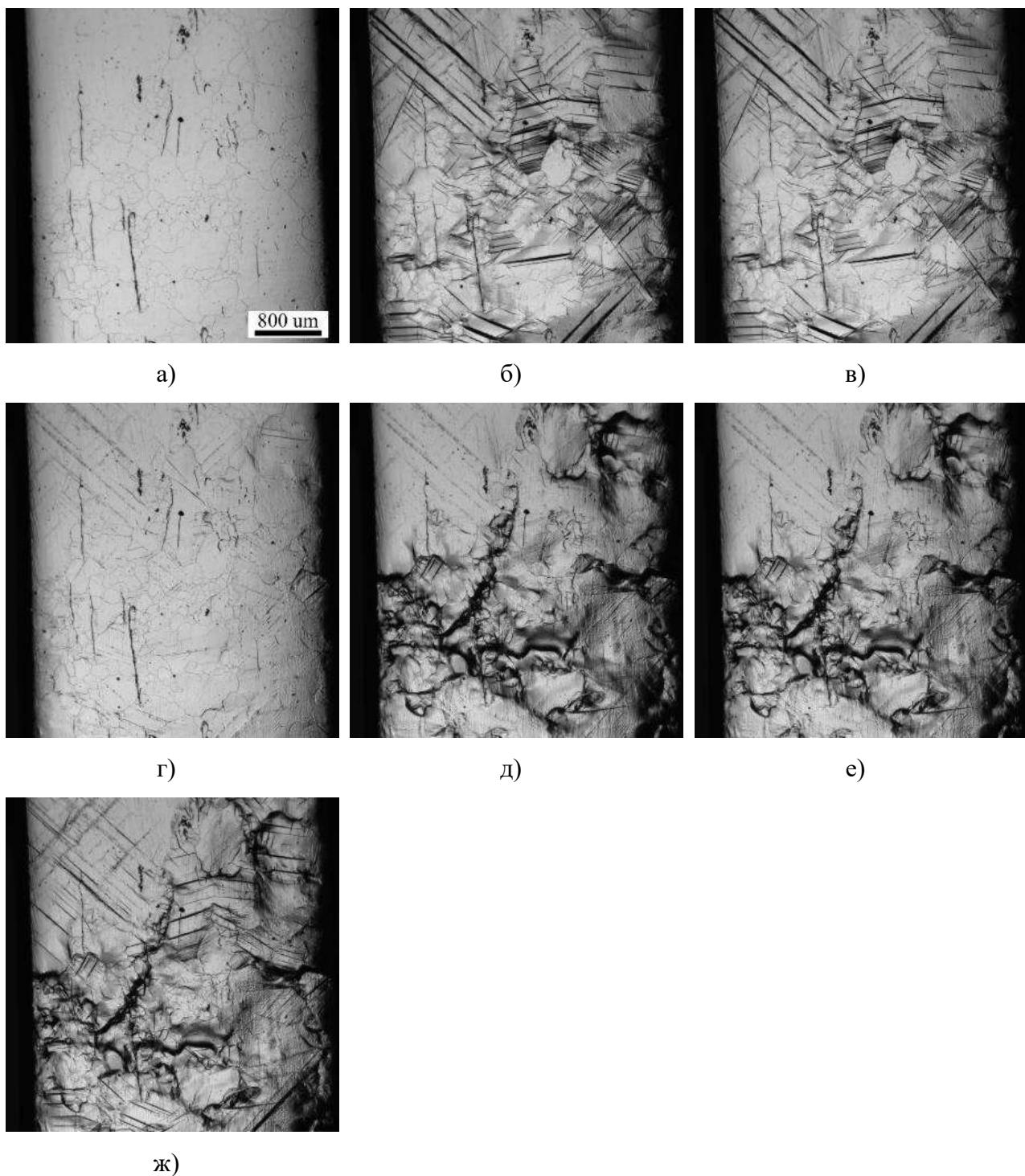


Рисунок 43 – Кадры видеоряда первого цикла деформации в испытании на сжатие-растяжение сплава ZK30 (полная амплитуда деформации 2%): а - исходное состояние; б – сжатие до $\varepsilon = -1\%$; в – разгрузка до $\sigma = 0$ МПа; г – разгрузка до $\varepsilon = 0\%$; д – растяжение до $\varepsilon = -1\%$; е – разгрузка до $\sigma = 0$ МПа; ж – разгрузка до $\varepsilon = 0\%$

В испытании на растяжение-сжатие (Рисунок 44) на первом цикле растяжения (Рисунок 44, б) наблюдается интенсивная макропластическая деформация (образование деформационного рельефа), дислокационное скольжение, незначительное двойникование. На этапе сжатия (Рисунок 44, д) наблюдается интенсивное двойникование, визуальные признаки

дислокационного скольжения отсутствуют. При разгрузке до 0 МПа (Рисунок 44, в) после растяжения наблюдается небольшой детвиннинг, в то время как на стадии разгрузки после сжатия видимые изменения отсутствуют (Рисунок 44, е). Следует также отметить, что визуальные наблюдения для сплава ZK30 в целом соответствовали наблюдениям и для сплава ZK60 (см. приложение 2).

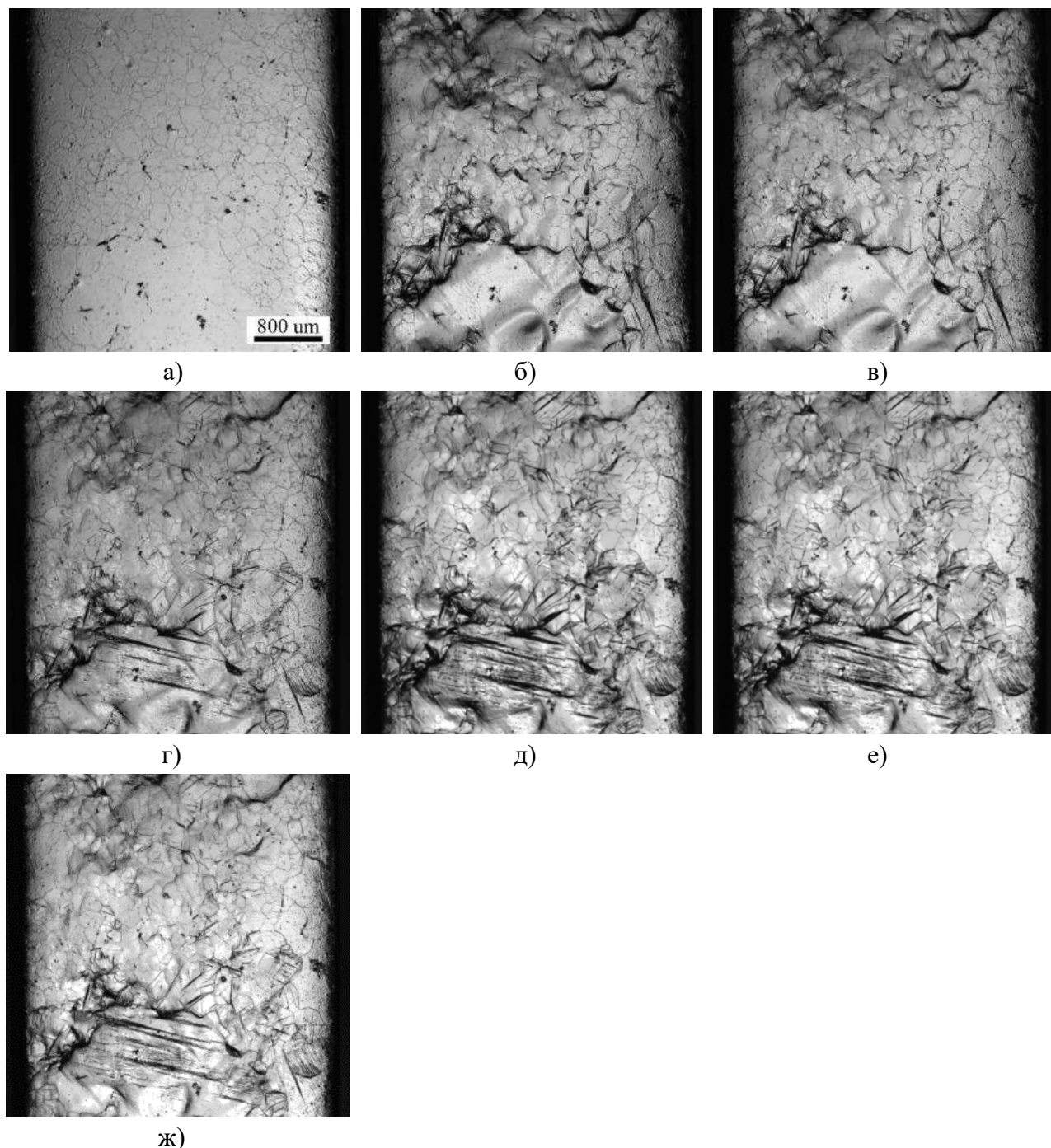


Рисунок 44 – Кадры видеоряда первого цикла деформации в испытании на растяжение-сжатие сплава ZK30 (полная амплитуда деформации 2%): а - исходное состояние; б – растяжение до $\epsilon=1\%$; в – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; г – разгрузка до $\epsilon=0\%$; д – сжатие до $\epsilon=-1\%$; е – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; ж – разгрузка до $\epsilon=0\%$

При дальнейшей циклической деформации наблюдаются некоторые визуальные изменения. Так, на 10 цикле для сплава ZK30 уже не заметно принципиальной разницы между нагружением на сжатие-растяжение (Рисунок 45) и растяжение-сжатие (Рисунок 47), причем, с каждым последующим циклом изменения минимальны (для примера приведен 20 цикл нагружения, см. Рисунок 46). В обоих случаях наблюдается следующее: на этапе растяжения происходит детвиннинг (Рисунок 45, д и Рисунок 47, б), в то время как при сжатии (Рисунок 45, б и Рисунок 47, д) по-прежнему доминирует двойникование. Это, очевидно, объясняется асимметрией деформационного поведения и активацией различных систем двойникования и скольжения при сжатии и растяжении и отчасти объясняет природу усталости магниевых сплавов. При циклическом нагружении с постоянной амплитудой деформации основное накопление дефектов происходит на стадии сжатия, в то время как при растяжении большей частью наблюдается их упругая релаксация (детвиннинг), что также подтверждается изменением формы петли гистерезиса после первого цикла.

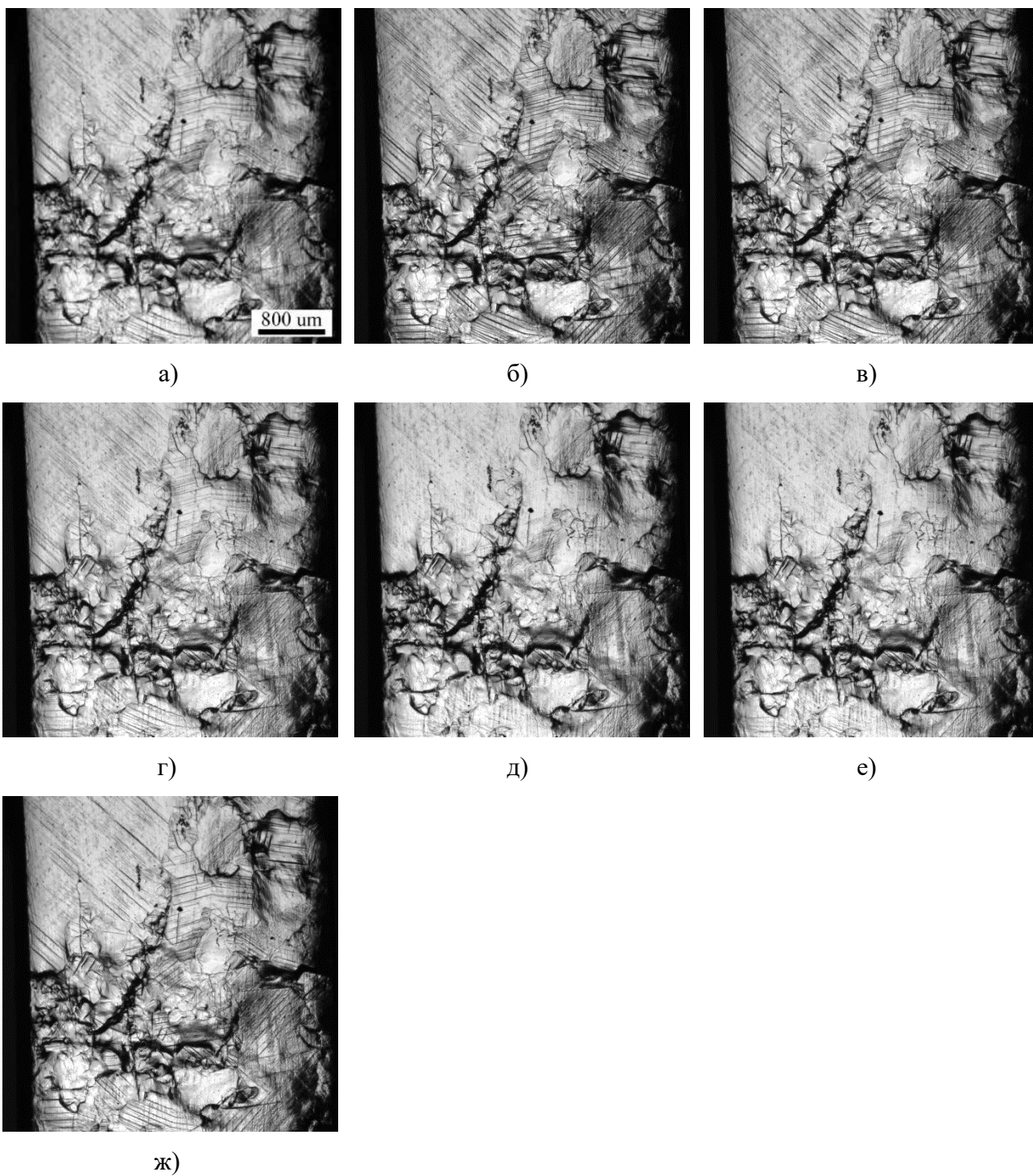
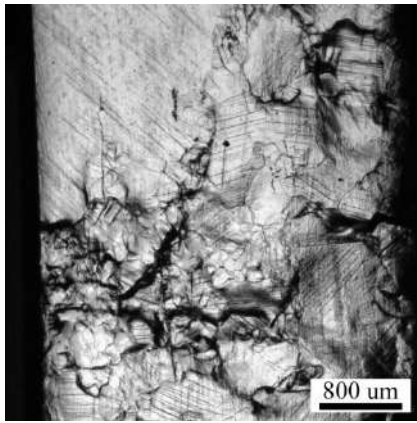
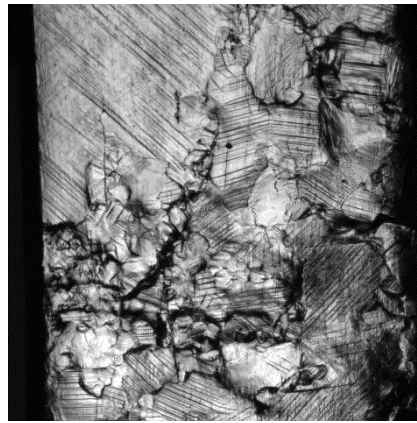


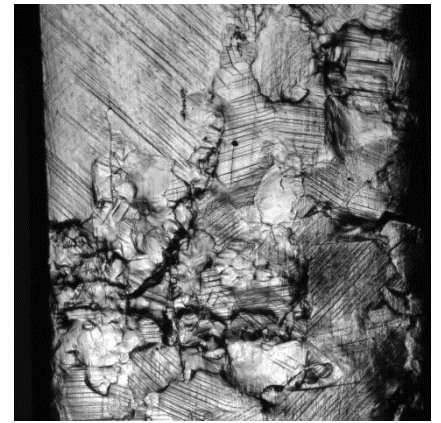
Рисунок 45 – Кадры видеоряда десятого цикла деформации в испытании на сжатие-растяжение сплава ZK30 (полная амплитуда деформации 2%): а - исходное состояние после 9 цикла; б – сжатие до $\varepsilon = -1\%$; в – разгрузка до $\sigma = 0$ МПа; г – разгрузка до $\varepsilon = 0\%$; д – растяжение до $\varepsilon = 1\%$; е – разгрузка до $\sigma = 0$ МПа; ж – разгрузка до $\varepsilon = 0\%$



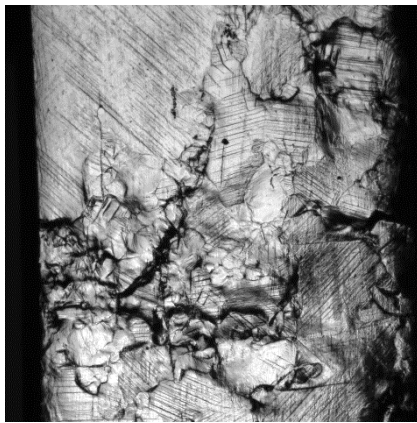
а)



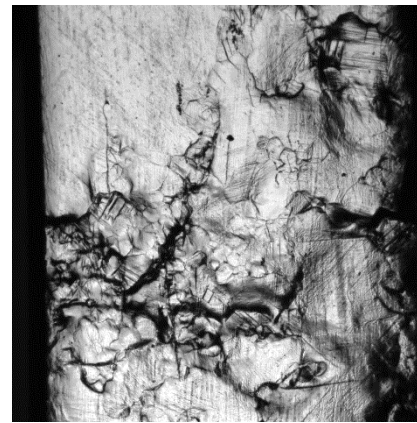
б)



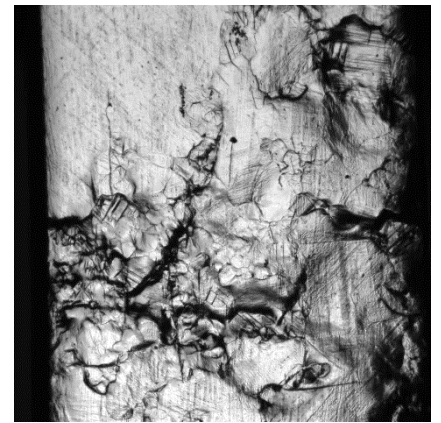
в)



г)



д)



е)



ж)

Рисунок 46 – Кадры видеоряда двадцатого цикла деформации в испытании на сжатие-растяжение сплава ZK30 (полная амплитуда деформации 2%): а - исходное состояние после 19 цикла; б – сжатие до $\epsilon = -1\%$; в – разгрузка до $\sigma = 0$ МПа; г – разгрузка до $\epsilon = 0\%$; д – растяжение до $\epsilon = -1\%$; е – разгрузка до $\sigma = 0$ МПа; ж – разгрузка до $\epsilon = 0\%$

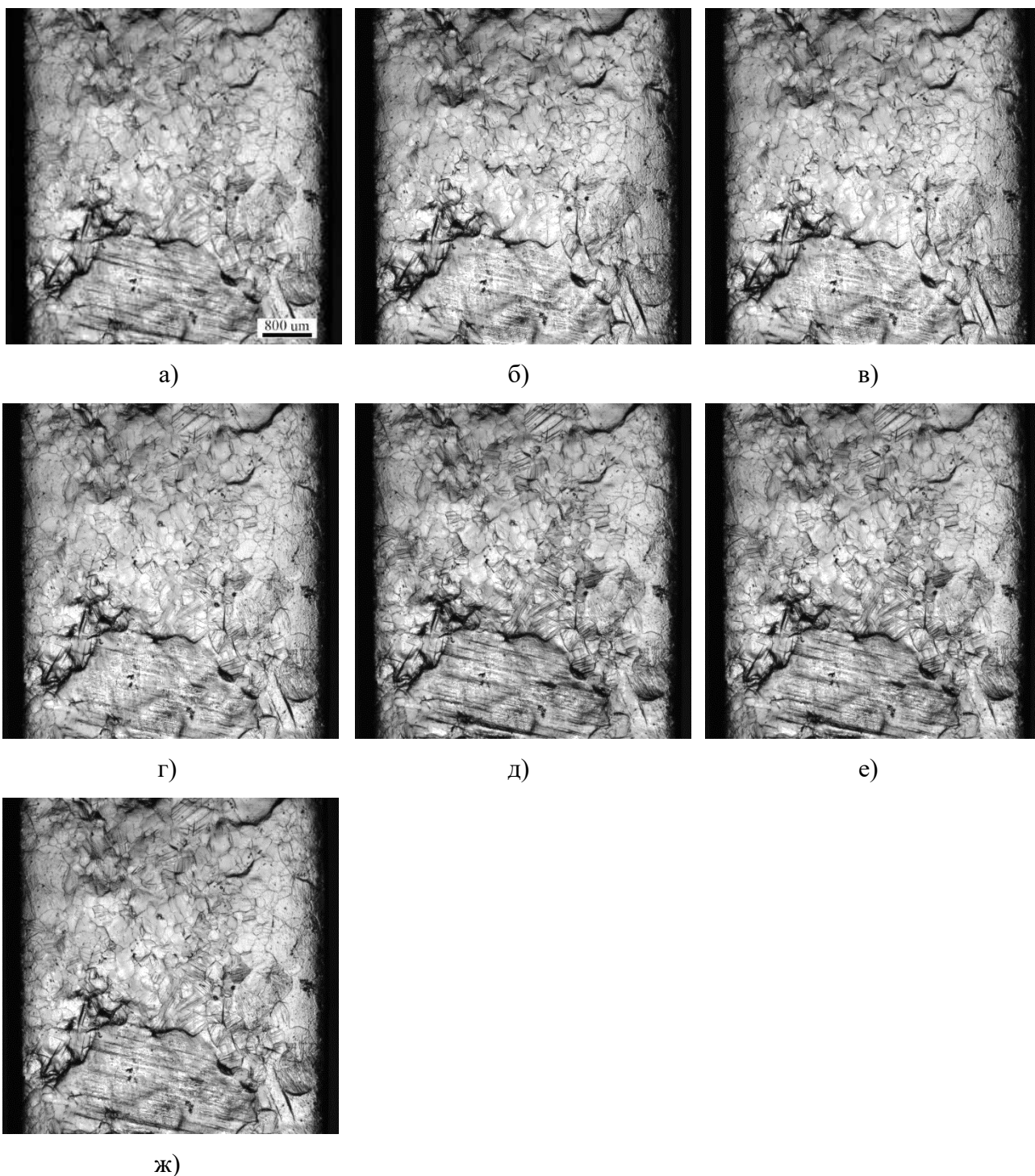


Рисунок 47 – Кадры видеоряда десятого цикла деформации в испытании на растяжение-сжатие сплава ZK30: а - исходное состояние; б – растяжение до $\epsilon=1\%$; в – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; г – разгрузка до $\epsilon=0\%$; д – сжатие до $\epsilon=-1\%$; е – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; ж – разгрузка до $\epsilon=0\%$

Одним из недостатков оптического метода наблюдения при видеосъемке является ограниченность разрешения оптической системы. Иными словами, при наблюдении большой площади образца разрешение не позволяет детально рассмотреть мелкие изменения

поверхности. И наоборот, при большем увеличении невозможно оценить процесс деформации в целом. В связи с этим, при проведении экспериментов всегда приходится искать компромисс, который позволит наблюдать изменения в достаточном количестве зерен с максимально возможным увеличением. Как уже было отмечено выше, оптическая микроскопия или нейтронная дифракция могут отчасти может решить данную проблему, однако в этом случае необходимо прерывать испытания и невозможно проводить наблюдения в режиме реального времени.

Для того, чтобы «заглянуть вглубь» процессов, протекающих при циклической деформации, в данной работе использовался метод акустической эмиссии (АЭ), который имеет высокую чувствительность по сравнению с оптическими методами, а что самое главное – позволяет вести запись данных в режиме реального времени и оценить динамику происходящих изменений.

Методика записи и анализа данных АЭ рассмотрена в разделе 2.4. Далее приводятся результаты анализа акустической эмиссии для проведенных выше испытаний на растяжение-сжатие и сжатие-растяжение магниевое сплава ZK60 с полной амплитудой деформации 2%.

Ниже приведена зависимость энергии E и медианной частоты f_m сигналов АЭ как функция от прилагаемого напряжения, а также изображения микроструктуры образца при циклическом нагружении (Рисунок 48 для 20 циклов нагружения и Рисунок 49 для первого цикла нагружения). Уже при первом наблюдении можно отметить, что в исследуемом сплаве систематически наблюдается один и тот же сценарий изменения поведения АЭ при циклическом нагружении. Четко видно, что на этапе сжатия энергия сигналов АЭ намного выше, чем при растяжении, что очевидно связано с активацией различных механизмов деформации и хорошо совпадает с данными литературы по наблюдению двойников при монотонном нагружении в разных направлениях [153]. Вообще, картина, представленная ниже, дает довольно богатую и новую информацию относительно развития тонких деформационных процессов при усталости магниевых сплавов, которую сложно получить другими методами (возможно, только с помощью нейтронной дифракции in-situ, что очень непросто и требует серьезной экспериментальной проверки). Например, присутствует явное различие в тренде развития функции спектральной плотности АЭ, отражающейся медианной частотой при сжатии и растяжении. При этом данные тренды поведения АЭ хорошо соотносятся с иллюстрациями микроструктуры, представленными на диаграммах (Рисунок 48 и Рисунок 49). В то время как визуально мы наблюдаем двойникование, энергия АЭ сигналов повышается, а медианная частота понижается. И наоборот, на стадии растяжения визуально наблюдается дислокационное скольжение, образование рельефа, а в поведении АЭ – энергия сигналов понижается, медианная частота повышается. Все это говорит о том, что АЭ, являясь

непрямым методом наблюдения, действительно отображает изменения, происходящие в исследуемом сплаве при деформации.

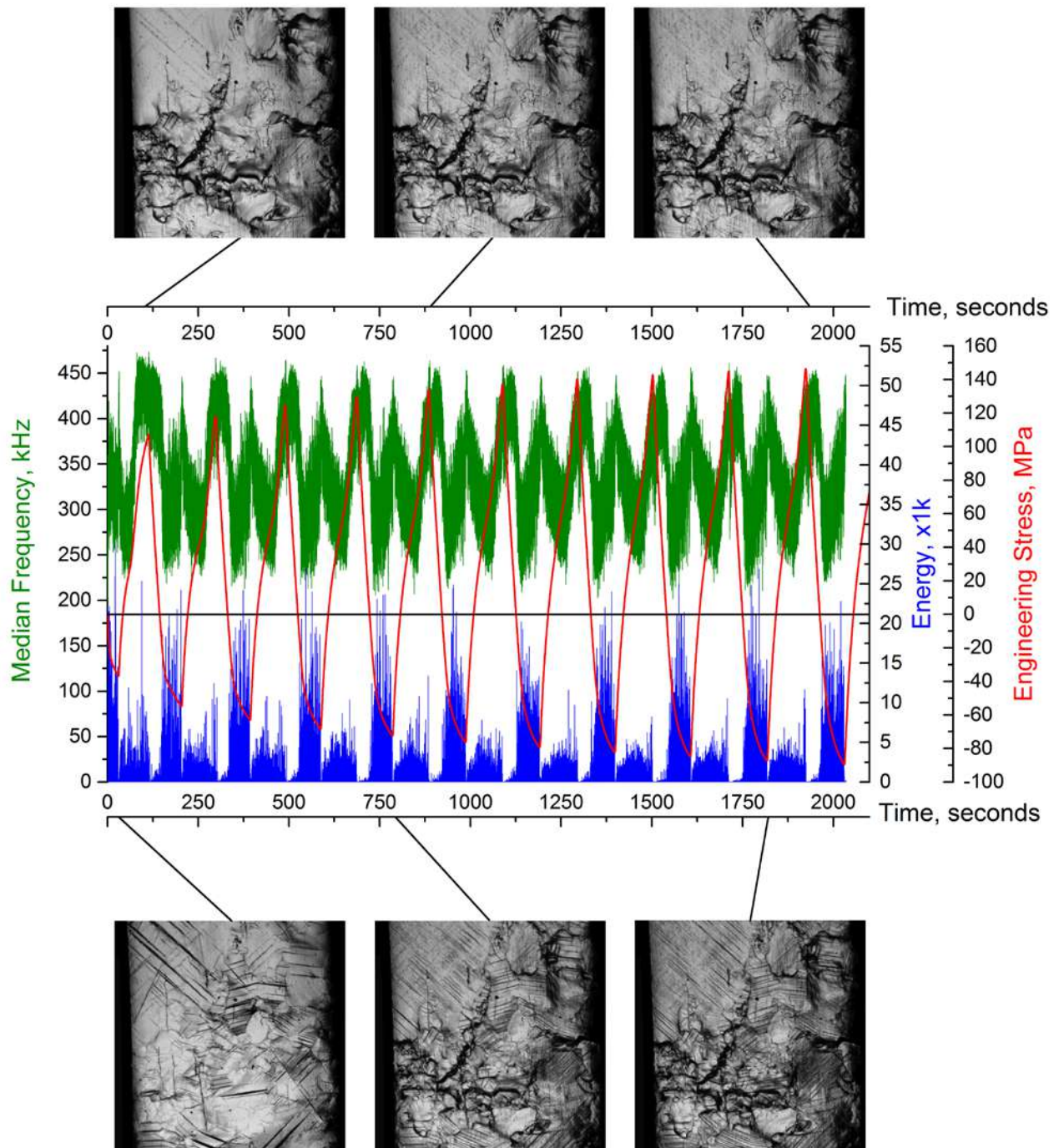


Рисунок 48 – Изменение энергии и медианной чистоты АЭ сигналов в процессе циклического нагружения сплава ZK30 с полной амплитудой деформации 2% (все испытание)

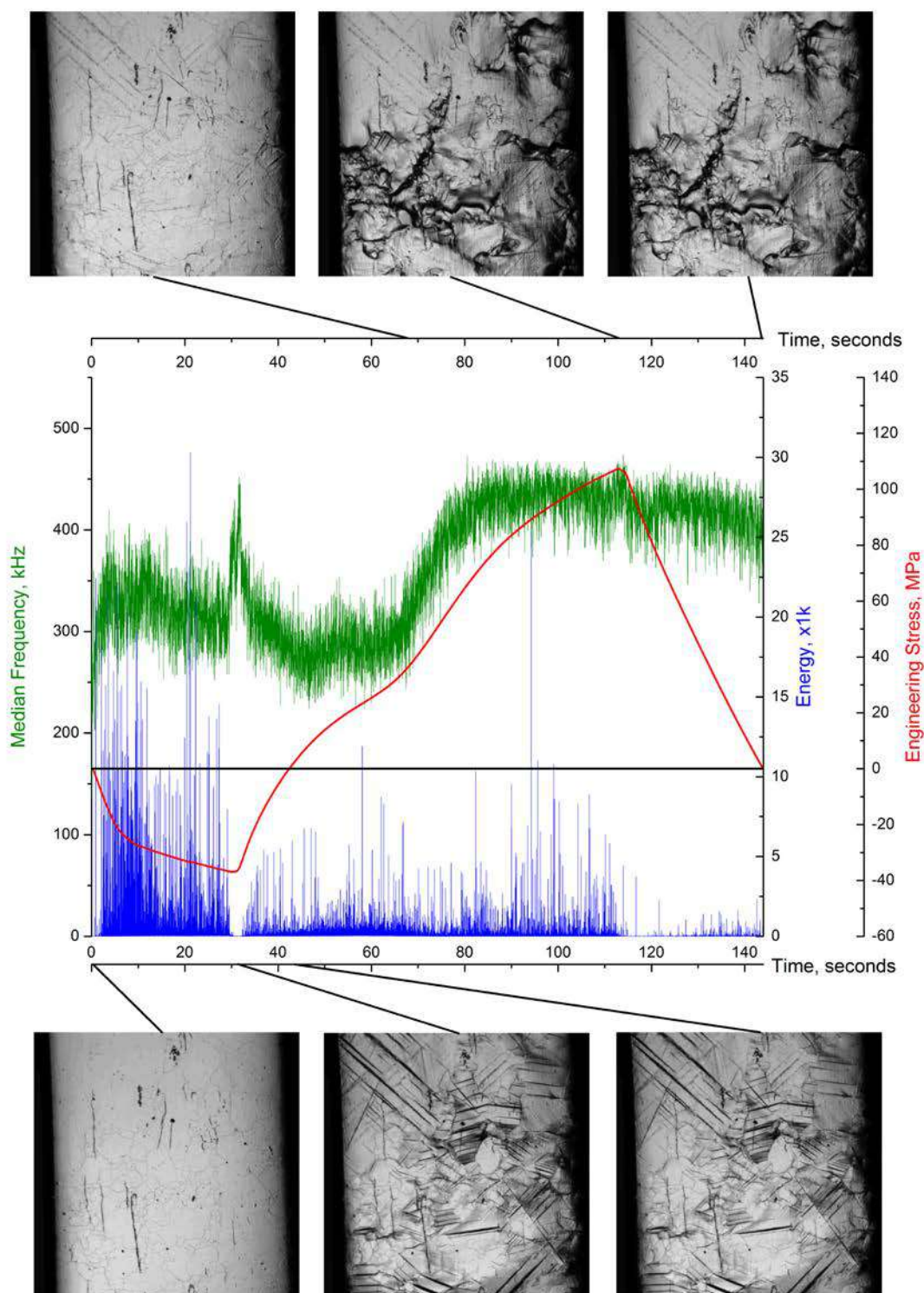


Рисунок 49 – Изменение энергии и медианной чистоты АЭ сигналов в процессе циклического нагружения сплава ZK30 с полной амплитудой деформации 2% (первый цикл)

Далее были проанализированы результаты кластеризации сигналов посредством метода ASK. Сопоставление кластеров сигналов АЭ и их возможных источников (шум, двойникование и дислокационное скольжение) осуществлялось по методике, описанной в

главе 2. По результатам интерпретации данных кластерного анализа для растяжения-сжатия сплава ZK30 (Рисунок 50-Рисунок 51) можно заключить, что:

- Кластер 1 соответствует шуму: малая энергия сигналов, функция спектральной плотности с пиком в области <150 кГц), кластер активен только до начала испытания.
- Кластер 2 соответствует двойникованию с большой амплитудой и энергией сигналов, активен преимущественно при сжатии.
- Кластер 3 соответствует дислокационному скольжению (меньшая амплитуда и энергия сигналов), активен преимущественно при растяжении. Пик ФСП находится в области 400-600.

На первом цикле деформации по данным кластерного анализа наблюдается:

- На этапе растяжения: активное дислокационное скольжение (количество элементов в кластере и его суммарная энергия больше) и менее активное двойникование (количество элементов в кластере и его суммарная энергия меньше)
- При разгрузке до 0 Н после растяжения: увеличение количества событий для кластеров скольжения и двойникования при постоянной энергии.
- На этапе сжатия: активное двойникование и небольшая активность скольжения.
- При разгрузке до 0 Н после сжатия: активность двойникования.

Таким образом, как по результатам прямого наблюдения, так и при анализе АЭ, уже на первом цикле деформации наблюдается значительная асимметрия в работе механизмов: в то время как при растяжении работает преимущественно дислокационное скольжение, то на этапе сжатия доминирует двойникование.

Аналогично визуальным наблюдениям, в поведении АЭ на 10 цикле нагружения наблюдаются некоторые изменения. Как на этапе растяжения, так и сжатия в сигналах АЭ доминирует двойникование со следами дислокационного скольжения. При разгрузке как после растяжения, так и после сжатия суммарное число элементов в кластере увеличивается как для дислокационного скольжения, так и для двойникования. Однако, изменение суммарной энергии после растяжения близко к нулю, а после сжатия заметно увеличивается.

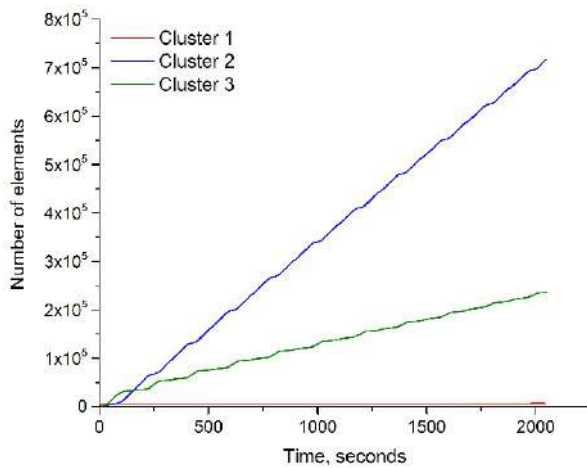
По результатам интерпретации данных кластерного анализа сигнала акустической эмиссии для сжатия-растяжения сплава ZK30 (Рисунок 53, Рисунок 52) можно заключить, что кластер 1 соответствует шуму, кластер 2 – дислокационному скольжению, кластер 3 – двойникованию.

На первом цикле деформации отмечено следующее (Рисунок 53):

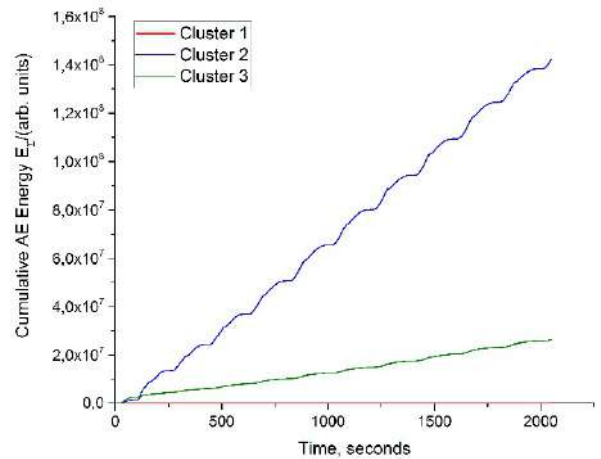
- На первом цикле сжатия активно двойникование (больше) и дислокационное скольжение (меньше).
- При разгрузке до 0 Н после сжатия количество элементов в кластере и суммарная энергия

увеличивается для кластера двойников (больше) и дислокационного скольжения (меньше).

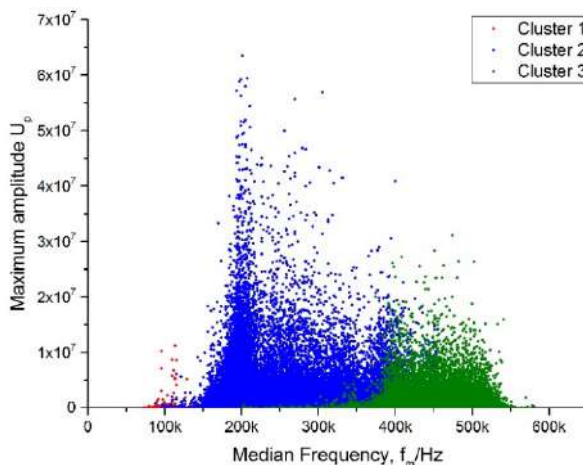
- На этапе растяжения активно преимущественно дислокационное скольжение со следами двойникования.
- При разгрузке до 0 Н после растяжения количество элементов в кластере увеличивается для кластера двойников (меньше) и дислокационного скольжения (больше). Изменение суммарной энергии незначительно.
- Также следует отметить, что по сравнению с чистым магнием энергия дислокационного кластера не близка к нулю, что по всей видимости связано с закреплением дислокаций на примесных атомах и интерметаллидах, образованию скоплений дислокаций и дальнейшим коллективным прорывом (отрывом).



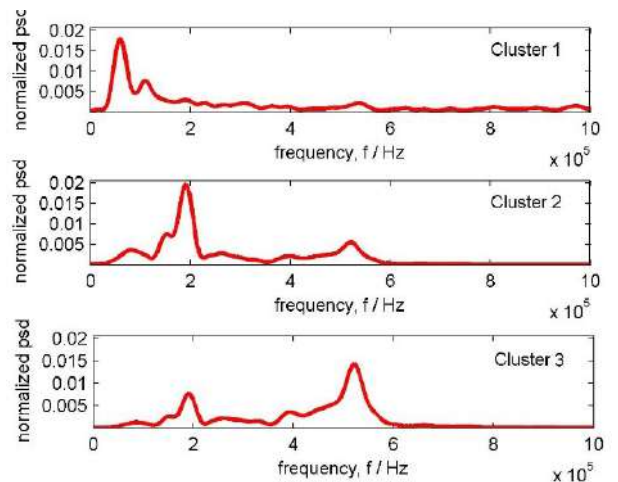
а)



б)

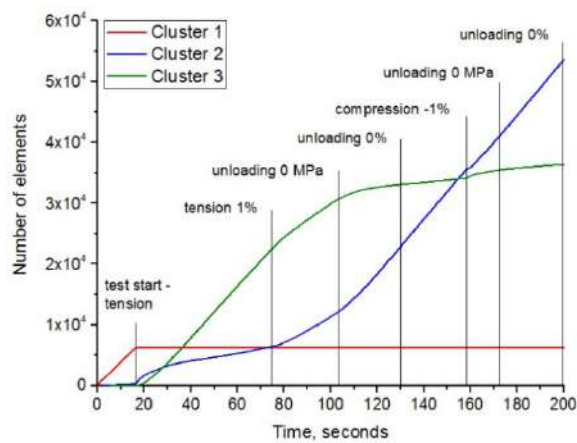


в)

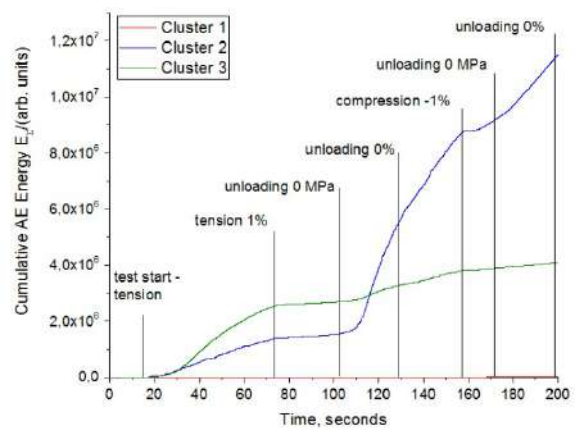


г)

Рисунок 50 – 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

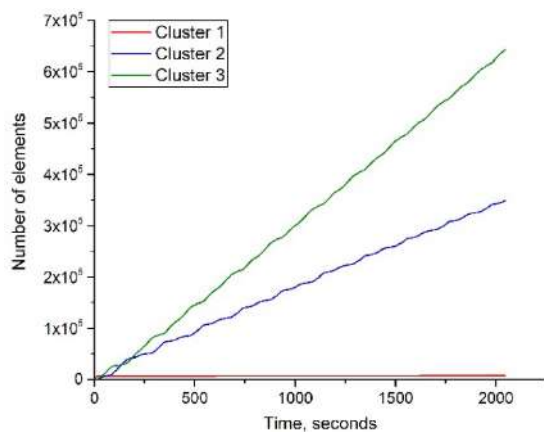


а)

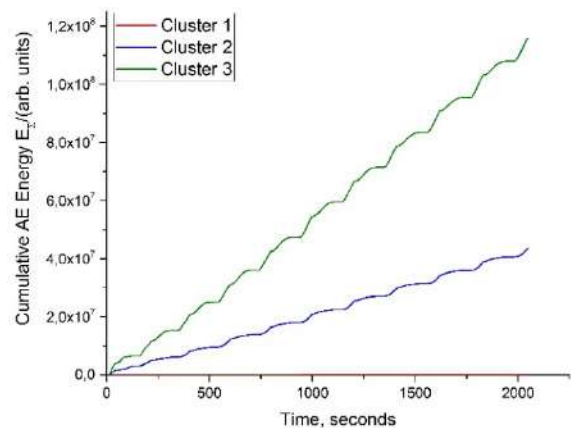


б)

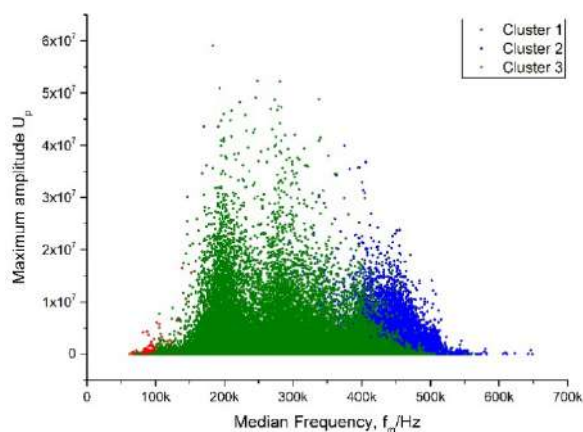
Рисунок 51 – Результаты кластерного анализа сигналов АЭ на первом цикле нагружения (испытание на растяжение-сжатие): а – количество элементов в кластерах; б – суммарная энергия кластеров



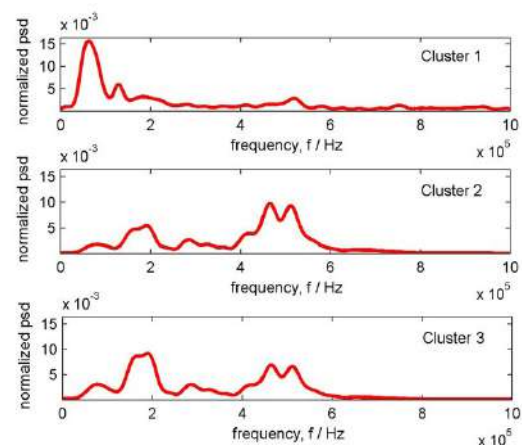
а)



б)



в)



г)

Рисунок 52 - Результаты кластерного анализа сигналов АЭ (испытание на сжатие-растяжение): а – количество элементов в кластерах; б – суммарная энергия кластеров; в – распределение сигналов АЭ в координатах Энергия-Медианная частота; г – функции спектральной плотности

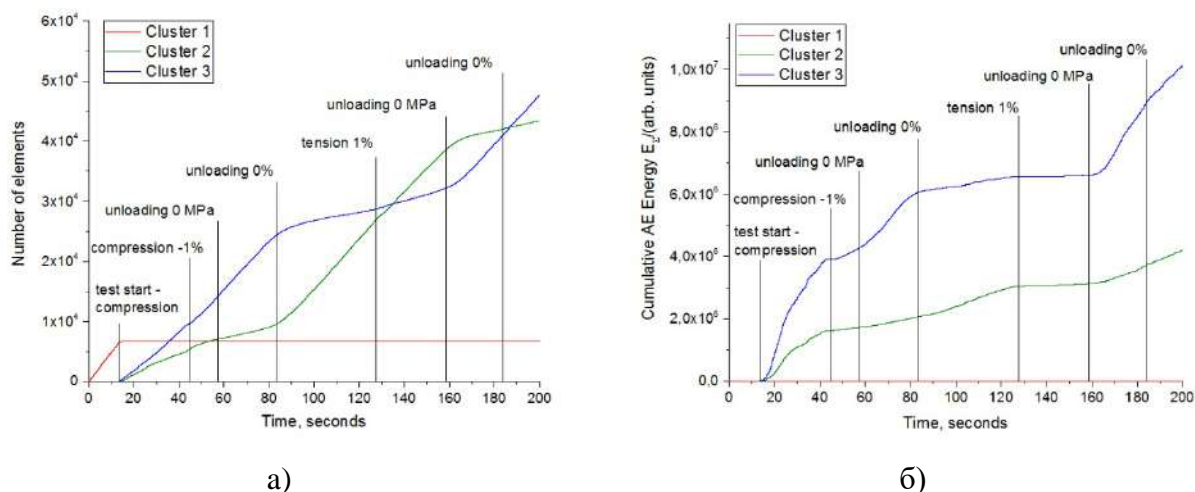


Рисунок 53 – Результаты кластерного анализа сигналов АЭ на первом цикле нагружения (испытание на сжатие-растяжение): а – количество элементов в кластерах; б – суммарная энергия кластеров

На десятом цикле по данным АЭ отмечено следующее. На этапе сжатия активно двойникование (больше) и дислокационное скольжение (меньше). На этапе растяжения в равной степени активно двойникование и дислокационное скольжение. При разгрузке до 0 Н как после сжатия, так и после растяжения наблюдается увеличение числа элементов в обоих кластерах, в то время как суммарная энергия заметно увеличивается только после сжатия.

Сопоставление визуальных наблюдений и результатов кластерного анализа АЭ для циклических испытаний сплава ZK30 представлено ниже (Таблица 8). По полученным результатам можно заключить, что данные прямых видеонаблюдений находятся в хорошем согласовании с результатами анализа сигналов АЭ, при этом акустическая эмиссия несет гораздо большую информацию о протекающих процессах по сравнению с видео наблюдениями. В то время как визуально наблюдается преимущественное двойникование, акустическая эмиссия также выделяет наличие активного дислокационного скольжения, таким образом характеризуя (а) дислокационную природу двойникования, (б) наличие собственно скольжения по базисным и небазисным плоскостям, неразличимого визуально из-за ограниченного разрешения оптической системы.

Таблица 8 – Активность различных механизмов деформации на первом цикле нагружения сплава ZK30 (полная амплитуда деформации 2%)

Направление нагружения	Номер цикла	Активность деформационного механизма согласно АЭ данным		Активность деформационного механизма согласно визуальным наблюдениям
		Двойникование	Дислокационное скольжение	
Сжатие	1	+++	++	T
	10	+++	++	T
Растяжение	1	+	++	S, T
	10	+++	+	DT
Сжатие после растяжения	1	+++	+	T
	10	+++	+	T
Растяжение после сжатия	1	+	++	S, T
	10	++	++	DT

Примечания: (-) – нет активности; (+) – низкая активность; (++) – средняя активность; (+++) – значительная активность; T – двойникование, S – скольжение, DT – детвиннинг.

5.3. Растяжение с высокоскоростной видеосъемкой

Как уже было сказано во введении к главе, несмотря на значительное количество как экспериментальных, так и теоретических работ по двойникованию в магнии, процесс зарождения и роста двойников до сих пор изучен недостаточно хорошо. Кроме того, экспериментальные работы, посвященные исследованию скоростей двойникования, довольно редки. Исключением является работа Брантона и Уилсона [135] по двойникованию в Zn и Sn, которые получили скорость движения вершины двойника около 600 м/с, используя нагрузку краем лезвия на монокристалле Zn; такое нагружение приводит к сложному неравномерному напряженному состоянию. Непосредственных измерений скоростей движения вершины двойника в монокристаллах в номинально однородных условиях напряжений не было до недавней работы [154]. Подходы к моделированию предсказали скорости двойного роста в широком диапазоне - от 400 м/с в моделях молекулярной динамики [155] до приближения к скорости сдвиговой волны в материале в моделях механики сплошных сред [156].

В общем, литература, посвященная двойникованию в металлах, изобилует утверждениями о скоростях двойника, приближающихся к скорости звука [108,134,157], что связано с другим часто используемым утверждением: деформационное двойникование, как механизм, нечувствительно к скорости нагружения, например, [158]. Таким образом, в мировой литературе до сих пор нет единого экспериментально подтвержденного утверждения о скорости движения вершины двойника при его зарождении и росте. В связи с этим в данном разделе приводится описание экспериментов с высокоскоростной видеосъемкой процесса двойникования, которые позволили бы экспериментально установить нижний предел скорости данного процесса.

Описание экспериментальной методики подробно приведено в разделе 2.4. В испытаниях с высокоскоростной видеосъемкой проводили растяжение образца с надрезом, что позволило локализовать деформацию в области наблюдения камеры. Первоначально при приложении нагрузки удалось зафиксировать постепенное уменьшение, а затем и полное исчезновение существующих (образовавшихся в процессе установки образца) двойников (процесс детвиннинга, Рисунок 54), а также последующее образование и рост двойников растяжения (Рисунок 55).

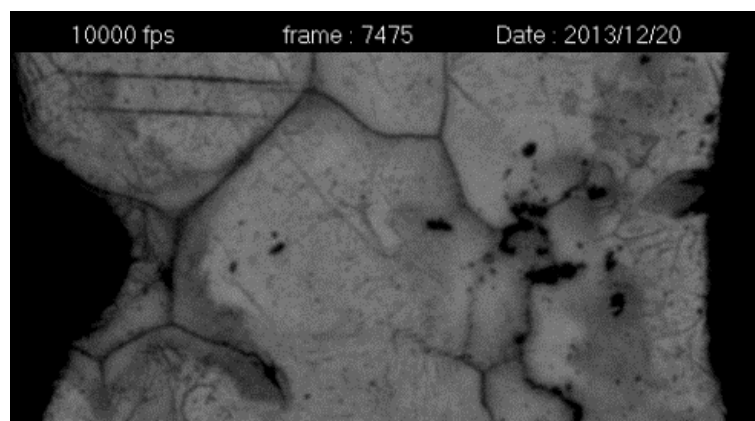
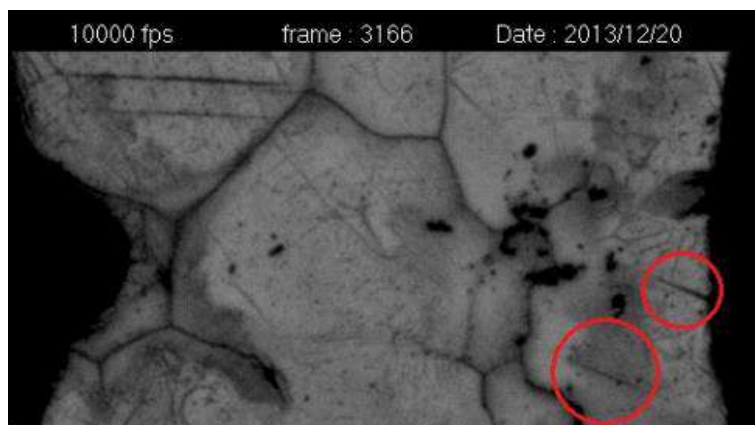


Рисунок 54 – Уменьшение двойника в сплаве ZK60

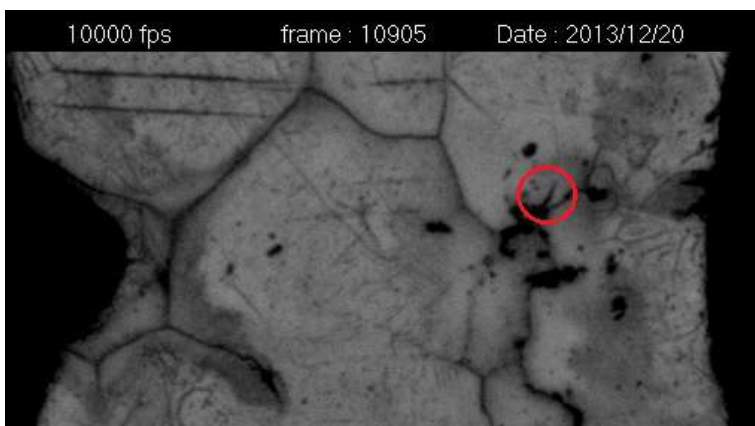
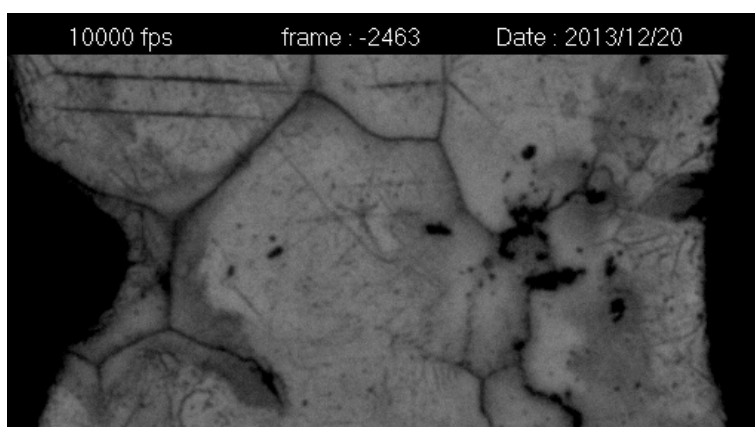


Рисунок 55 – Рост двойника растяжения в сплаве ZK60

Согласно полученным результатам (Рисунок 56-Рисунок 57) было установлено, что скорость движения двойниковой вершины имеет бимодальное распределение (Рисунок 58). В которой медленная мода со скоростями порядка 10^{-4} - 10^{-3} м/с соответствует росту уже имеющегося в структуре двойника, в то время как быстрая мода со скоростями от единиц до 100 м/с соответствует движению вершины при зарождении двойника. Таким образом, была получена нижняя оценка скорости роста двойника, которая оказалась намного меньше скорости звука в металле.

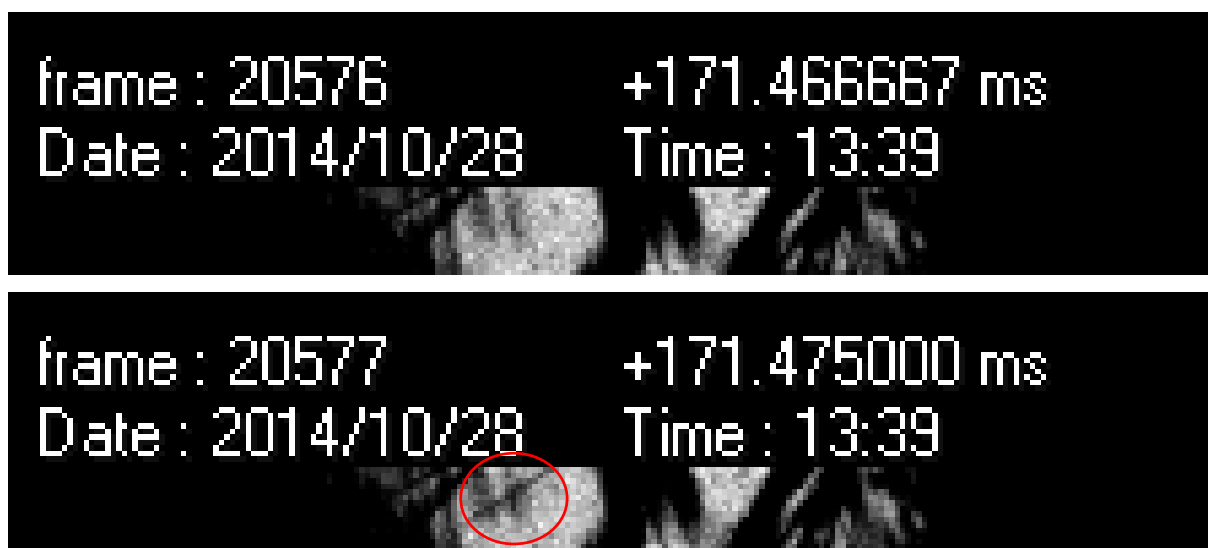


Рисунок 56 - Образование двойника в чистом магнии за один кадр, 120k fps

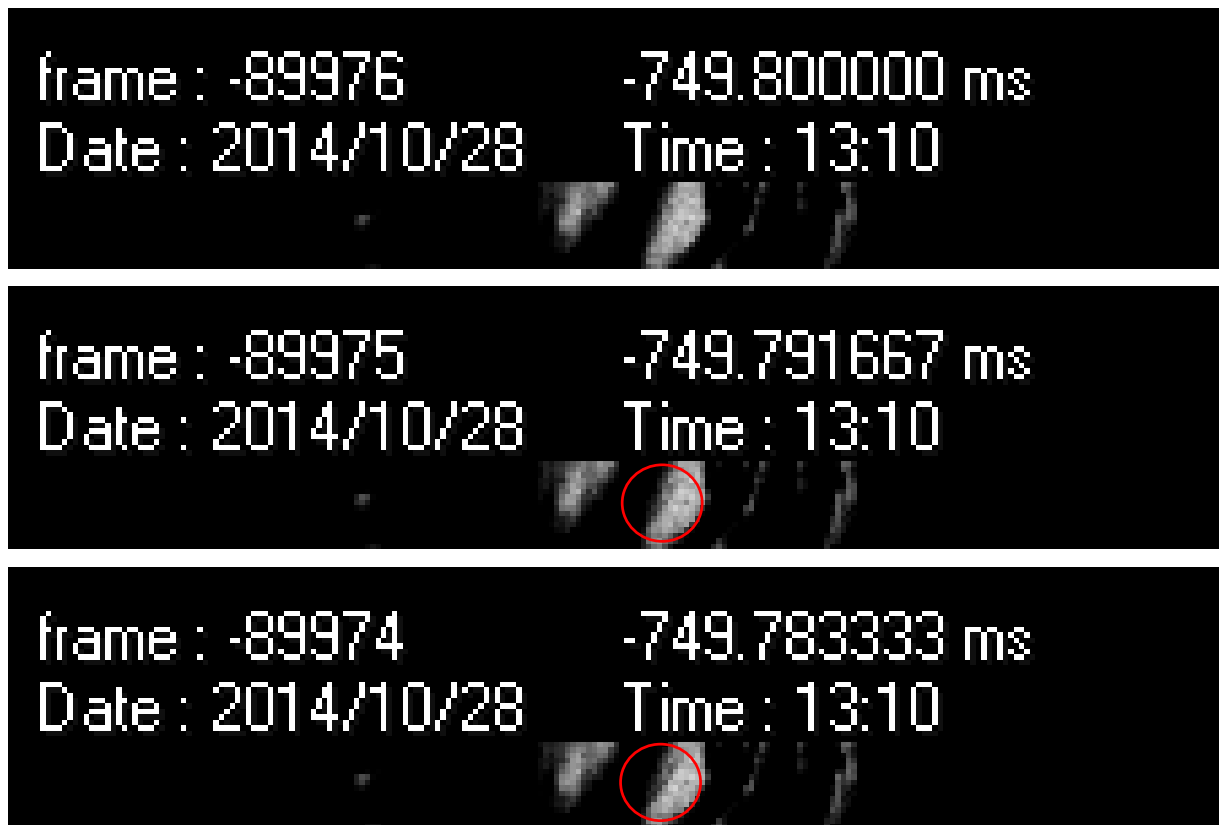


Рисунок 57 – Образование двойника в чистом магнии за два кадра, 120k fps

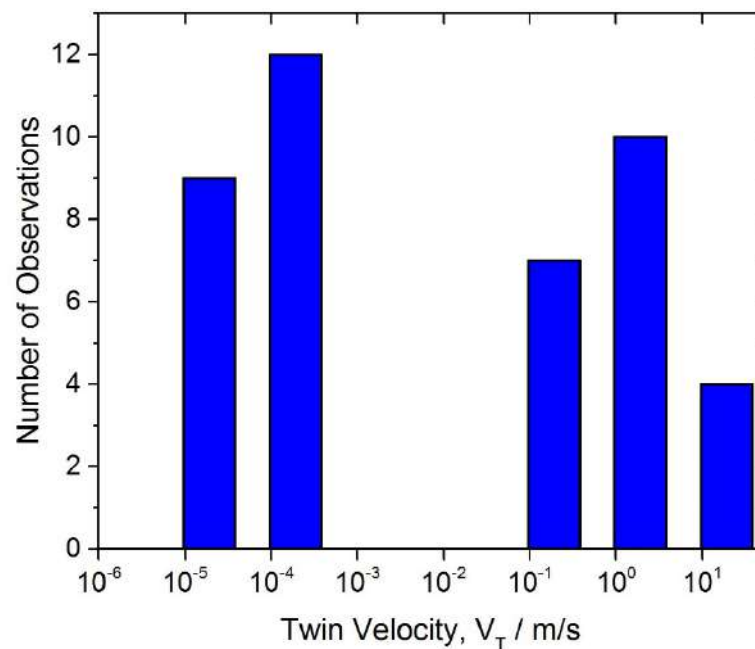


Рисунок 58 - Распределение скоростей роста двойников в одной из серий экспериментов по прямым наблюдениям при помощи высокоскоростной видеосъемки

5.4. Выводы

Таким образом, по полученным в данной главе результатам можно заключить следующее.

- 1) Уже на первом цикле деформации крупнозернистых материалов - чистого магния и сплава ZK30 отмечена значительная асимметрия в механизмах деформации. При растяжении наблюдается интенсивная макропластическая деформация, сопровождающаяся образованием деформационного рельефа, порождаемого дислокационным скольжением и незначительным двойникованием. В то же время, при сжатии доминирует двойникование.
- 2) После первого цикла деформации характер петли гистерезиса на стадии растяжения значительно изменяется, что вызывается изменением в механизмах деформации и сдвигом начала двойникования в положительную область по деформации. Вместо дислокационного скольжения на этапе растяжения большей частью происходит детвиннинг, в то время как при сжатии по-прежнему доминирует двойникование.
- 3) Асимметрия деформационного поведения является прямым следствием активации различных систем двойникования и скольжения при сжатии и растяжении, а 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, данные эффекты асимметрии, вызванные процессами двойникования-раздвойниковывания, приводят к тому, что в петле гистерезиса формируются положительные средние напряжения (напряжения растяжения), которые с очевидностью оказывают негативное влияние на результирующие усталостные свойства.
- 4) Данные АЭ находятся в хорошем согласии с прямыми визуальными наблюдениями, что подтверждает возможность использования акустической эмиссии как in-situ метода наблюдения за деформационными процессами в магнии и его сплавах. В то же время акустическая эмиссия несет гораздо большую информацию о протекающих процессах по сравнению с видео наблюдениями, что связано с намного большей разрешающей способностью метода по сравнению с оптическими наблюдениями.
- 5) Установлена нижняя граница скорости зарождения двойника, которая составляет порядка 100 м/с, что намного ниже распространенной оценки о звуковой скорости данного процесса. В то же время, рост вновь образовавшегося двойника является довольно медленным процессом, скорость которого находится в пределах 10^{-4} - 10^{-3} м/с.

6. Феноменологическое моделирование кинетики накопления двойников

6.1. Модель кинетики изменения объемной доли деформационных двойников

Результаты, изложенные в данном разделе, опубликованы в работах [110,121,122].

Как было показано выше, двойникование является важнейшим механизмом деформации магниевых сплавов, который определяет их механическое поведение. Двойникование является важным механизмом реализации усталости в магниевых сплавах. Для характеристики деформационного поведения требуется количественная оценка и прогнозирование кинетики двойникования. В то же время, точное измерение объемной доли двойников экспериментальными методами является довольно сложной задачей [85].

С другой стороны, существующие модели кинетики двойникования не имеют микроструктурной интерпретации и используют в качестве входного параметра деформацию, в то время как двойникование контролируется напряжением. Таким образом, требуется разработка и экспериментальная проверка такой модели, которая основывалась бы на реальных микроструктурных наблюдениях и учитывала, что двойникование контролируется напряжением, а не деформацией.

Попытки теоретически описать кинетику двойникования, как функцию деформации, встречаются довольно редко. Авторы работы [159] предположили, что кинетика двойникования в TWIP сталях может быть описана с помощью кинетики первого порядка, следуя предположению Олсона и Коэна [160]:

$$dF = (1 - F) m d\varepsilon, \quad (9)$$

где F - объемная доля двойников и m - коэффициент, который зависит от энергии дефекта упаковки. После интегрирования с начальным условием, что $F = 0$ при нулевой деформации, объемная доля двойников выражается в

$$F = 1 - \exp(-m\varepsilon) \quad (10)$$

Авторы [85] предложили подобное, но полностью эмпирическое уравнение для определения объемной доли двойников:

$$F = 1 - \exp\left[-4\left(\varepsilon / \varepsilon_1\right)^n\right], \quad (11)$$

где n показатель скорости и ε_1 - макроскопическая деформации, при которой реакция двойникования на 98% завершена. Такой подход прост, но физически не обоснован. Во-первых, двойникование – процесс, управляемый напряжением, а не деформацией. Этот тип кинетики, очевидно, не полностью описывается формулами (9) или (11). Во-вторых, явно неудовлетворительно выглядят феноменологические параметры моделей – m , n и ε_1 , не

имеющие явного физического смысла и микроструктурной интерпретации. В противовес этому в данной главе была разработана модель, основанная на реальных микроструктурных наблюдениях. Ее основные положения:

(1) Зарождающийся двойник проскакивает через все зерно и приобретает длину порядка размера зерна, как это часто наблюдается в экспериментах (Рисунок 59), и что средняя толщина двойника h не зависит от размера зерна.

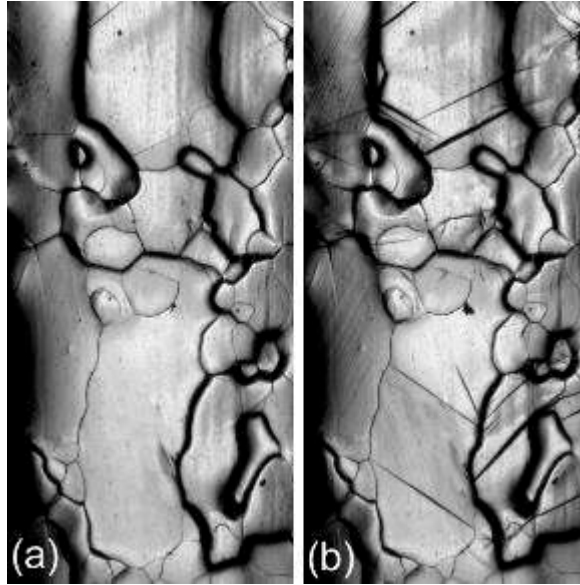


Рисунок 59 – Иллюстрации микроструктуры, демонстрирующие процесс двойникования

(2) Двойник рождается равновесным, так что справедлива формула Фриделя для напряжения сдвига двойникования [87]

$$\tau \cong \frac{G}{2} s \frac{h}{D}, \quad (12)$$

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

(3) Распределение по размерам зерен в материале описывается логнормальной функцией. Этот постулат основан на многочисленных экспериментальных наблюдениях (для примера см. Рисунок 59). Объем двойника, генерируемого в зерне размера D , будет пропорционален D^2h . 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 $D_{\min} < D < D_{\max}$:

$$dF = \alpha \frac{hD^2}{D_m^3} f(D) dD, \quad (13)$$

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 содержит в качестве фактора долю зерен, способных к двойникованию. Таким образом, он может быть зависимым от текстуры.

(4) Наконец, предполагается, что существует критическое напряжение τ_y начала двойникования, при котором все зерна с размером больше, чем

$$D_y \cong \frac{sh G}{2 \tau_y} \quad (14)$$

будут производить двойники. Соответственно, объемная доля двойников определяется как

$$F_o = \frac{\alpha h}{D_m^3} \int_{D_{\min}}^{D_y} D^2 f(D) dD, \quad (15)$$

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. Вспоминая, что $D = D(\tau)$ - обратимая функция напряжения сдвига, согласно уравнению (12) и применяя статистический метод изменения переменной, функция плотности вероятности «срагивания 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

$$\dot{F} = \alpha \frac{h D^2(\sigma)}{D_m^3} g(\sigma) d\sigma \quad (16)$$

что и является исходным дифференциальным уравнением модели, где M - коэффициент Тейлора в формуле преобразования напряжения сдвига в нормальное: $\sigma = M \tau$. 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 s и осью нагрузки. M находится как интеграл,

$$M = \int_0^{\pi/2} \frac{1}{SF(\Phi)} \psi(\Phi) d\Phi, \quad (17)$$

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

$$f(D) = \frac{1}{D\sigma_D\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(\ln(D) - \mu_D)^2}{2\sigma_D^2}\right), \quad (18)$$

где μ_D и σ_D^2 - среднее значение и дисперсия распределения в $\ln(D)$ соответственно.

Объединив уравнения (16) и (18), с учетом легко вычисляемой функции $g(\sigma)$

$$g(\sigma) = \frac{1}{\sigma\sigma_D\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{\left(\ln\left(\frac{MshG}{\sigma}\right) - \mu_D\right)^2}{2\sigma_D^2}\right) \quad (19)$$

окончательно получим исходное полное дифференциальное уравнение модели:

$$\frac{dF}{dt} = \frac{\alpha h^3 (MsG)^2}{2 D_m^3 \sigma_D \sqrt{2\pi}} \frac{1}{\sigma^3} \exp\left(-\frac{\left(\ln\left(\frac{MGsh}{2\sigma}\right) - \mu_D\right)^2}{2\sigma_D^2}\right) \frac{d\sigma}{dt} \quad (20)$$

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

В качестве модельного материала для проверки результатов моделирования был выбран сплав ZK60 после горячей экструзии, типичная зеренная структура которого представлена на карте EBSD (Рисунок 60, а). Распределение размеров зерен для данного материала представлено ниже (Рисунок 60, б). Применяя приближение логнормального распределения (18) (Рисунок 60 б, сплошная линия), методом наименьших квадратов были получены значения двух параметров функции распределения. Размер зерна, соответствующий среднему значению $\ln(D)$ был найден равным 73 ± 5 мкм. После численного интегрирования с $G = 17$ ГПа, $s = 0,129$, $M = 4,5$, $\sigma_D = 0,23$ и $\mu_D = \ln(73\mu\text{м})$, получаем зависимость F от времени и деформации, обеспечивая, тем самым, полное описание кинетики процесса, причем эта кинетика определяется только значением средней толщины двойника h – единственный свободный параметр. Да и то, не совсем свободный, так как может быть легко определён экспериментально. По данным EBSD и электронной микроскопии величина h составляет

порядка нескольких микрометров. Прогнозируемое накопление объемной доли двойников для толщин двойника 2 и 4 мкм показано ниже (Рисунок 61).

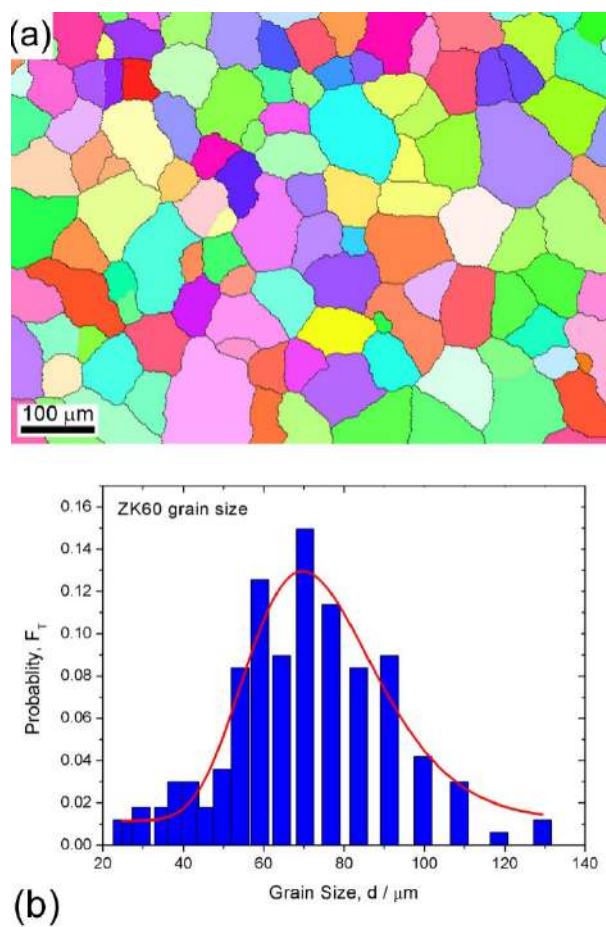


Рисунок 60 – EBSD карта микроструктуры сплава ZK60 (а), и распределение размеров зерен (б)

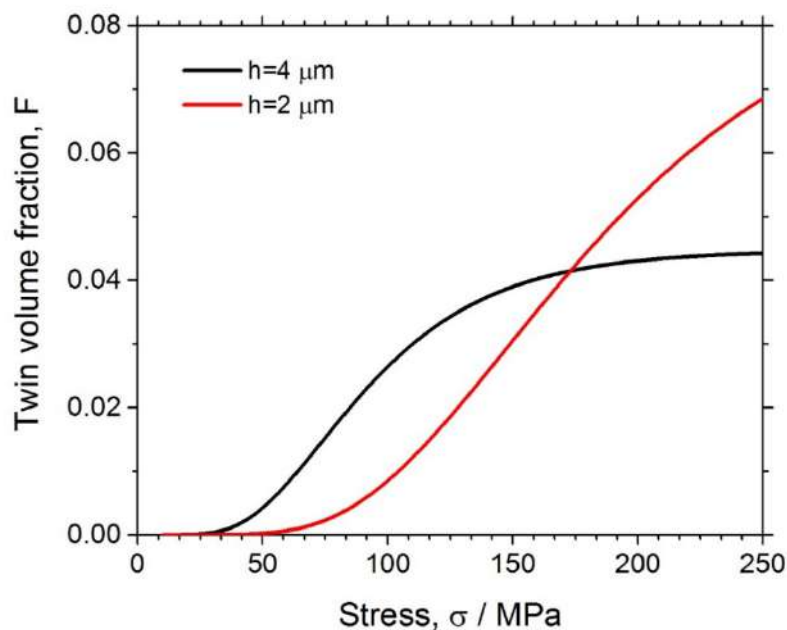


Рисунок 61 - Результаты вычислений объемной доли двойников как функции действующего напряжения для различной средней толщины двойников.

Модель также предсказывает сильную зависимость доли двойников в ходе одноосной деформации на растяжение или сжатие от микроструктуры материала - среднего размера зерна и распределения размеров зерен, описываемого параметрами логнормальной функции распределения (Рисунок 62). 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 F , 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, где число двойников возрастает до значения насыщения более быстро: в предельном случае однородного размера зерна и одинаковой ориентации зерен можно было бы ожидать ступенчатую функцию (типа функции Хевисайда), что, конечно не физично, как, впрочем, не физично и предположение о полностью однородном распределении зерен по размерам и ориентациям.

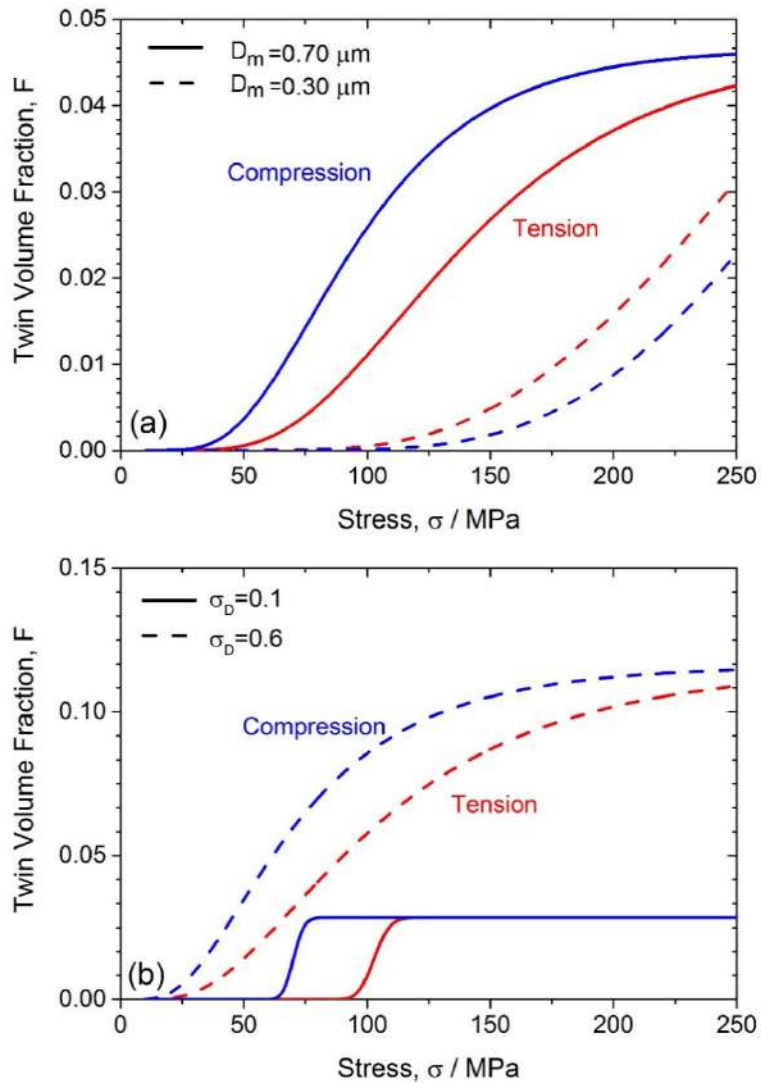


Рисунок 62 - Зависимость предсказанной доли двойников от текущего напряжения при различных значениях параметров распределения зерен - (a) средний размер зерна и (b) дисперсия – при растяжении (синие линии) и сжатии (красные линии).

Предсказания модели были проверены на опыте.

Было установлено, что распределение максимальных амплитуд АЭ воспроизводит распределение размеров зерен, полученных EBSD, с хорошей точностью (Рисунок 63) – оба распределения логнормальны. Более длинные двойники генерируют большие упругие смещения поверхности в месте размещения датчика и, соответственно, более высокие амплитуды сигналов АЭ.

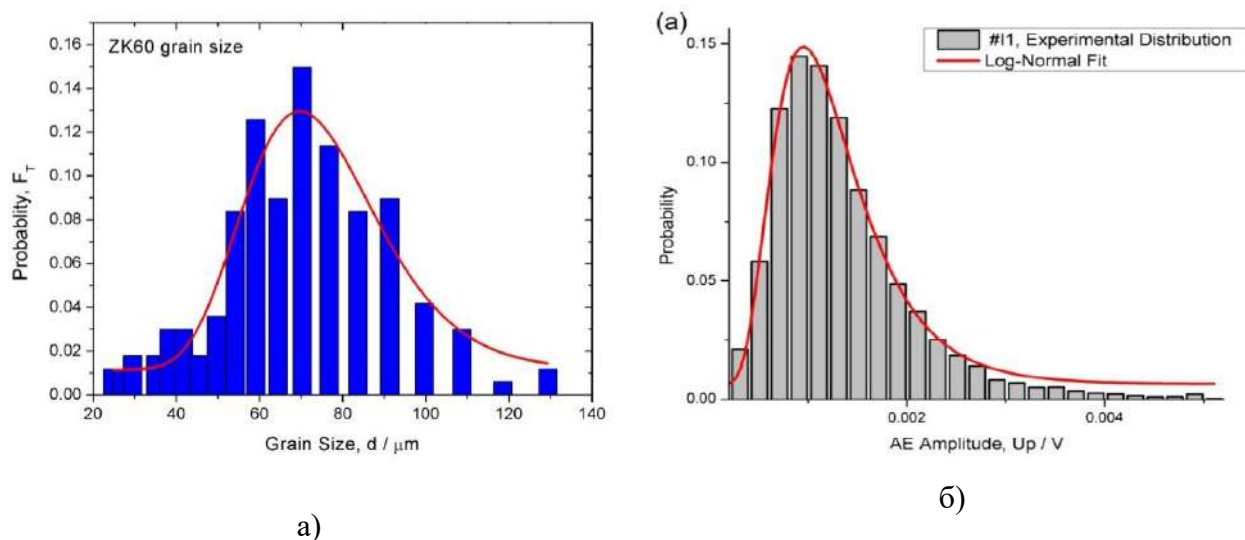


Рисунок 63 – Распределение размеров зерен (а) и амплитуд сигналов АЭ, соответствующих образованию двойников в сплаве ZK60

При этом важно отметить, что согласно полученным экспериментальным данным в прямых наблюдениях (см. также [110,112]), амплитуда сигнала АЭ линейно зависит от длины образующегося двойника, как показано ниже (Рисунок 64) что находится в хорошем экспериментальном согласии с выводами теоретической работы Scruby и Wadley [136] и, фактически, позволяет откалибровать АЭ систему, используя амплитуду сигнала АЭ как входное значение в модели объемной доли двойников.

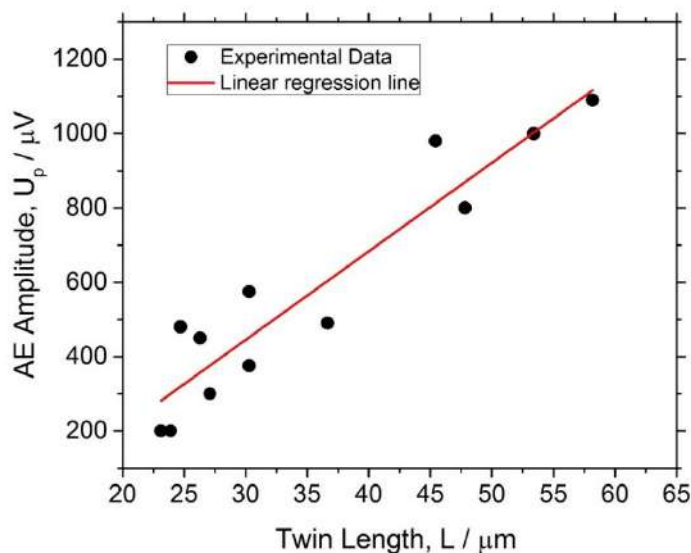


Рисунок 64 – Зависимость амплитуды сигнала АЭ от длины двойника

При проверке результатов моделирования было обнаружено, что кинетика накопления двойников имеет сигмоидальную форму, как в функции деформации (Рисунок 65), так и в функции напряжения (Рисунок 6б, синяя кривая), что находится в удовлетворительном согласии с результатами измерениями АЭ и литературными данными. Некоторые

расхождения между наблюдаемой в прямых экспериментах объемной долей двойников и предсказаниями модели объясняется 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 (Рисунок 59) на весь образец, конечно, приближение. Тем не менее, эти результаты рассматриваются, как качественная проверка модели двойникования, контролируемой напряжением.

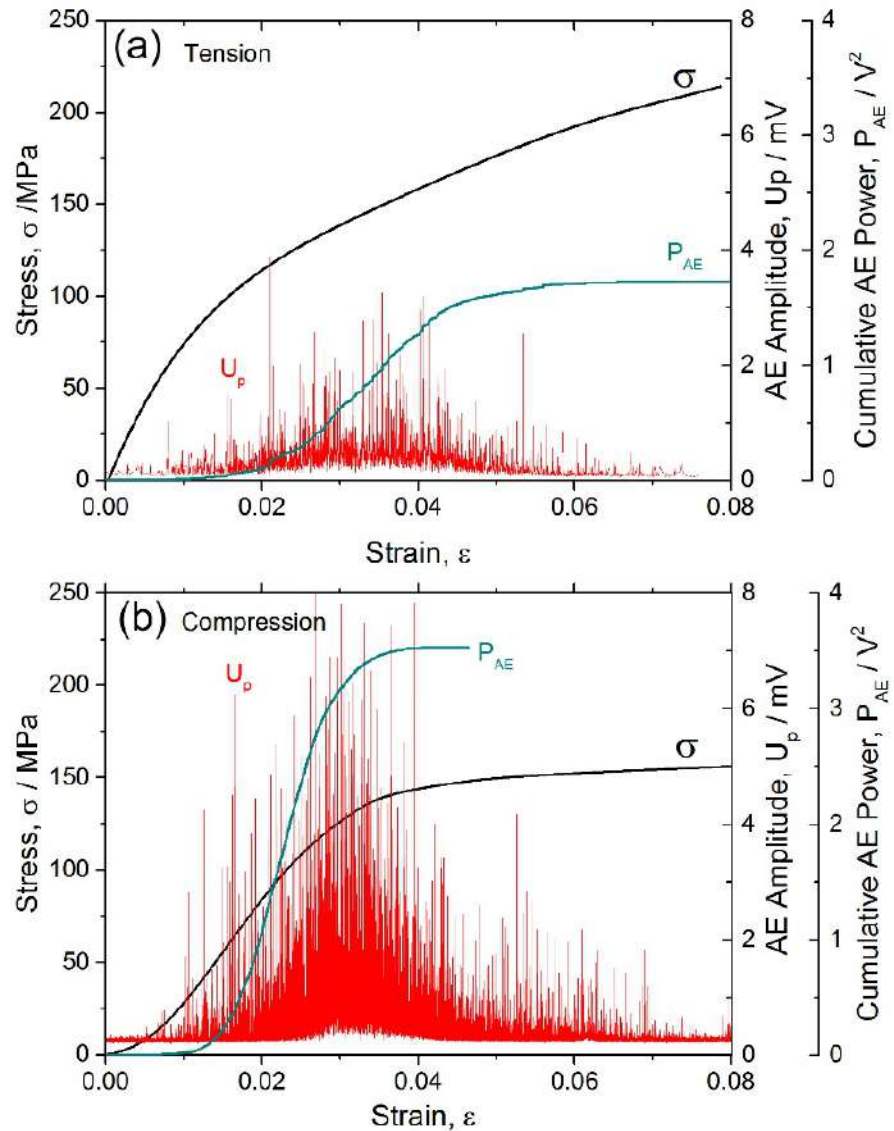


Рисунок 65 - Примеры временных рядов амплитуды акустической эмиссии, синхронизированных с кривыми нагружения для сплава ZK60, испытываемого при растяжении (a) и в сжатии (b) с номинальной скоростью деформации 10^{-2} c^{-1}

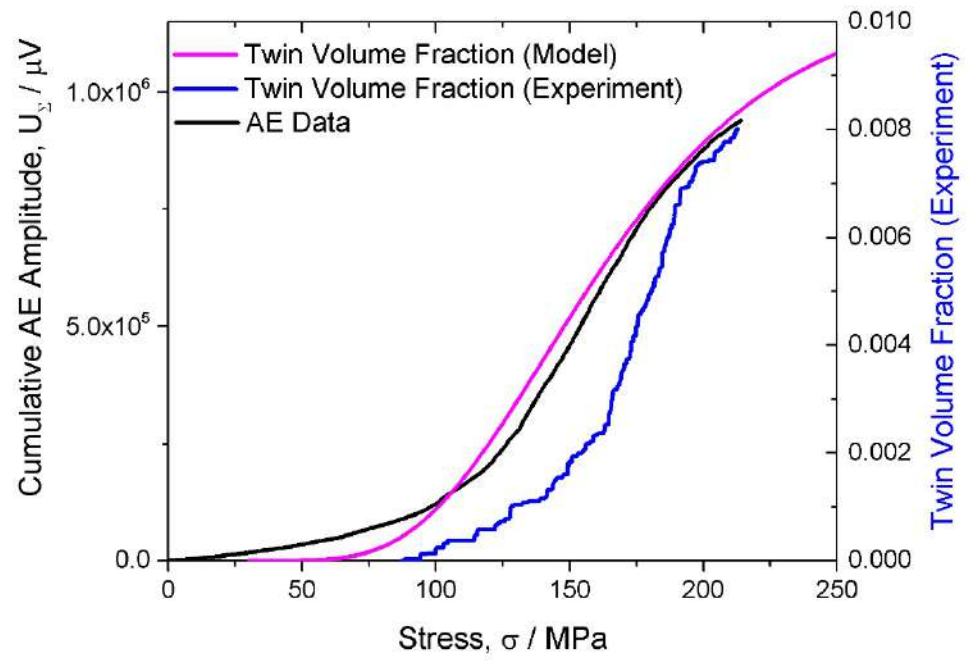


Рисунок 6б – Результаты моделирования и экспериментальные данные по измерению объемной доли двойников

6.2. Выводы

Таким образом, наличие удовлетворительного согласия с экспериментальными данными позволяет утверждать, что впервые построена основанная на реальной микроструктуре модель кинетики двойникования, которая может быть использована в качестве одного из модулей более общей иерархической модели пластической деформации (как монотонной, так и циклической) материалов, склонных к двойникованию, в том числе, магниевых сплавов.

Установлено, что зависимость амплитуды сигнала АЭ от длины образующегося двойника имеет линейный характер, а распределение максимальных амплитуд АЭ сигналов воспроизводит распределение размеров зерен по данным микроскопии. Все это позволяет откалибровать систему сбора АЭ и использовать параметры сигналов АЭ в качестве входных данных для определения объемной доли образующихся двойников.

Заключение

Результаты, полученные в ходе проведенного исследования, позволили глубже взглянуть на физическую природу механического поведения сплавов магния. В работе показано, что двойникование является механизмом, являющимся причиной появления эффекта асимметрии деформации на растяжение и сжатие, а также снижения усталостных свойств материала. В связи с этим в исходном крупнозернистом состоянии материал имеет невысокие показатели прочности, пластичности, а также явные признаки хрупкого разрушения.

Интенсивная пластическая деформация методами всесторонней изотермическойковки и равноканального углового прессования позволяет получать мелкозернистый материал с однородной рекристаллизованной микроструктурой, отличными характеристиками прочности, пластичности, малоциклового и многоциклового усталости. Такие изменения механического поведения обусловлены, прежде всего, подавлением двойникования и активацией систем небазисного скольжения. С технологической точки зрения является довольно привлекательным метод ВИК в силу своей простоты, экономической эффективности и возможности получения заготовок большого размера. В то же время, перспективная технология литья во вращающиеся валки не обеспечила получения проката с высокими механическими свойствами, и очевидно требует оптимизации технологических режимов получения и последующих отжигов.

Показано, что акустическая эмиссия является эффективным методом наблюдения за деформационными процессами в магнии и его сплавах, причем она несет гораздо большую информацию о протекающих процессах по сравнению с оптическими наблюдениями, что связано с намного большей разрешающей способностью метода.

Важным результатом для дальнейших научных исследований в области магниевых сплавов является разработанная модель кинетики двойникования, основывающаяся на структурных характеристиках материала. Используя полученные результаты моделирования, можно спрогнозировать объемную долю двойников в материале с определенным размером зерна, и таким образом в последствии определить его механическое поведение.

Следует также отметить, что разработанный алгоритм обработки последовательности изображений может быть с успехом применен для количественного анализа процесса двойникования и упрощения рутинной работы по обработке больших объемов видеоданных.

Выводы

1. Разработана оригинальная методика анализа видеоданных, которая позволяет разбивать исходный видеофайл на кадры, проводить их последовательное вычитание с бинаризацией 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 $\epsilon=40\%$, 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, $\epsilon=31\%$, $\sigma_{-1}=110$ 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.

Благодарности

Выражаю искреннюю благодарность своему научному руководителю Дмитрию Львовичу Мерсону за превосходную организацию работы, время, посвященное моей диссертации, а также понимание, помощь и поддержку в сложных ситуациях. Отдельное спасибо хочу сказать Алексею Юрьевичу Виноградову за потрясающее человеческое отношение, многочисленные советы и рекомендации, большую помощь в подготовке публикаций и переданный мне бесценный опыт проведения научных исследований. Кроме того, хотелось бы выразить признательность всему коллективу НИО-2 за помощь в проведении экспериментов и терпение ко всем мои неудачам в процессе работы. Слова благодарности также выражаю сотрудникам ИПСМ РАН (г. Уфа), в особенности, Михаилу Вячеславовичу Маркушеву и Даяну Нугманову за помощь в изготовлении образцов, увлекательные дискуссии, бесценную информацию и теплое отношение. Также выражаю признательность всем людям, благодаря которым стало возможным выполнение этой работы, и министерству образования и науки Российской Федерации за финансирование проектов по магниевой тематике и активную поддержку работы молодых ученых.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Mordike B.L., Ebert T. Magnesium: Properties—applications—potential //Materials Science and Engineering: A. – 2001. – Vol. 302. – Issue 1. – pp. 37-45.
2. Wolff M., Ebel T., Dahms M. Sintering of magnesium //Advanced Engineering Materials. – 2010. – Vol. 12. – Issue 9. – pp. 829-836.
3. Ben-Hamu G., Eliezer D., Shin K.S., Cohen S. The relation between microstructure and corrosion behavior of GTA welded AZ31B magnesium sheet //Materials Science and Engineering: A. – 2007. – Vol. 452. – pp. 210-218.
4. Hirsch J., Al-Samman T. Superior light metals by texture engineering: optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications //Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61. – Issue 3. – pp. 818-843.
5. Kawamura Y., Marker T. Flame-resistant magnesium alloys with high strength //Magnesium Research Center (MRC), Kumamoto University, Japan. – 2013.
6. Agnew S.R., Nie J.F. Preface to the viewpoint set on: The current state of magnesium alloy science and technology //Scripta Materialia. – 2010. – Vol. 63. – Issue 7. – pp. 671-673.
7. Yasi J.A., Hector L.G., Trinkle D.R. First-principles data for solid-solution strengthening of magnesium: From geometry and chemistry to properties //Acta Materialia. – 2010. – Vol. 58. – Issue 17. – p. 5704-5713.
8. Yasi J.A., Nogaret T., Trinkle D.R., Qi Y., Hector Jr L.G., Curtin W.A. Basal and prism dislocation cores in magnesium: comparison of first-principles and embedded-atom-potential methods predictions //Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering. – 2009. – Vol. 17. – Issue 5. – p. 055012.
9. Luque A., Ghazisaeidi M., Curtin W.A. Deformation modes in magnesium (0 0 0 1) and single crystals: simulations versus experiments //Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering. – 2013. – Vol. 21. – Issue 4. – p. 045010.
10. Tane M., Nagai Y., Kimizuka H., Hagihara K., Kawamura, Y. Elastic properties of an Mg–Zn–Y alloy single crystal with a long-period stacking-ordered structure //Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61. – Issue 17. – pp. 6338-6351.
11. Wu Z., Curtin W.A. The origins of high hardening and low ductility in magnesium //Nature. – 2015. – Vol. 526. – Issue 7571. – pp. 62-67.
12. Curtin W.A., Olmsted D.L., Hector L.G. A predictive mechanism for dynamic strain ageing in aluminium–magnesium alloys //Nature materials. – 2006. – Vol. 5. – Issue 11. – pp. 875-880.

13. Yu W., Liu Z., He H., Cheng N., Li X., Microstructure and mechanical properties of ZK60–Yb magnesium alloys //Materials Science and Engineering: A. – 2008. – Vol. 478. – Issue 1. – pp. 101-107.
14. Yamasaki M., Hayashi N., Izumi S., Kawamura Y. Corrosion behavior of rapidly solidified Mg–Zn–rare earth element alloys in NaCl solution //Corrosion Science. – 2007. – Vol. 49. – Issue 1. – pp. 255-262.
15. Xu W., Birbilis N., Sha, G., Wang Y., Daniels J.E., Xiao Y., Ferry M. A high-specific-strength and corrosion-resistant magnesium alloy //Nature materials. – 2015.
16. Hradilová M., Vojtěch D., Kubásek J., Čapek J., Vlach M. Structural and mechanical characteristics of Mg–4Zn and Mg–4Zn–0.4 Ca alloys after different thermal and mechanical processing routes //Materials Science and Engineering: A. – 2013. – Vol. 586. – pp. 284-291.
17. Leng Z., Zhang J., Zhang M., Liu X., Zhan H., Wu R. Microstructure and high mechanical properties of Mg–9RY–4Zn (RY: Y-rich misch metal) alloy with long period stacking ordered phase //Materials Science and Engineering: A. – 2012. – Vol. 540. – pp. 38-45.
18. Zhou H.T., Li Q.B., Zhao Z.K., Liu Z.C., Wen S.F., Wang Q.D. Hot workability characteristics of magnesium alloy AZ80—A study using processing map //Materials Science and Engineering: A. – 2010. – Vol. 527. – Issue 7. – pp. 2022-2026.
19. Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Jensen D.J., Kassner M.E., King W.E., McNelley T.R., McQueen H.J., Rollett A.D., Current issues in recrystallization: A review //Materials Today. – 1998. – Vol. 1. – Issue 2. – pp. 14-15.
20. Yu Q., Zhang J., Jiang Y. Direct observation of twinning–detwinning–retwinning on magnesium single crystal subjected to strain-controlled cyclic tension–compression in [0 0 0 1] direction //Philosophical magazine letters. – 2011. – Vol. 91. – Issue 12. – pp. 757-765.
21. Wang H., Wu P.D., Wang J., Tomé C.N. A crystal plasticity model for hexagonal close packed (HCP) crystals including twinning and de-twinning mechanisms //International Journal of Plasticity. – 2013. – Vol. 49. – pp. 36-52.
22. Barnett M.R., Betles C. Twinning and its role in wrought magnesium alloys //Advances in Wrought Magnesium Alloys: Fundamentals of Processing, Properties and Applications. – 2012. – pp. 105-143.
23. Barnett M.R. Texture, twinning and uniform elongation of wrought magnesium //Materials science forum. – Trans Tech Publications, 2005. – Vol. 495. – pp. 1079-1084.
24. Máthis K., Csiszár G., Čapek J., Gubicza J., Clausen B., Lukáš P., Vinogradov A., Agnew, S.R. Effect of the loading mode on the evolution of the deformation mechanisms in randomly textured magnesium polycrystals—Comparison of experimental and modeling results //International Journal of Plasticity. – 2015. – Vol. 72. – pp. 127-150.

25. Morrow B.M., McCabe R.J., Cerreta E.K., Tomé C.N. In-situ TEM observation of twinning and detwinning during cyclic loading in Mg //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2014. – Vol. 45. – Issue 1. – pp. 36-40.
26. Cáceres C.H., Lukáč P., Blake A. Strain hardening due to $\{10\ 1\ 2\}$ twinning in pure magnesium //Philosophical Magazine. – 2008. – Vol. 88. – Issue 7. – pp. 991-1003.
27. Vinogradov A., Orlov D., Danyuk A., Estrin Y. Deformation mechanisms underlying tension–compression asymmetry in magnesium alloy ZK60 revealed by acoustic emission monitoring //Materials Science and Engineering: A. – 2015. – Vol. 621. – pp. 243-251.
28. Khan A.S., Pandey A., Gnäupel-Herold T., Mishra R.K. Mechanical response and texture evolution of AZ31 alloy at large strains for different strain rates and temperatures //International Journal of Plasticity. – 2011. – Vol. 27. – Issue 5. – pp. 688-706.
29. Gehrman R., Frommert M.M., Gottstein G. Texture effects on plastic deformation of magnesium //Materials Science and Engineering: A. – 2005. – Vol. 395. – Issue 1. – pp. 338-349.
30. Bohlen J., Dobroň P., Swiostek J., Letzig D., Chmelík F., Lukáč P., Kainer K.U. On the influence of the grain size and solute content on the AE response of magnesium alloys tested in tension and compression //Materials Science and Engineering: A. – 2007. – Vol. 462. – Issue 1. – pp. 302-306.
31. Agnew S. R., Duygulu Ö. Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B //International Journal of plasticity. – 2005. – Vol. 21. – Issue 6. – pp. 1161-1193.
32. Agnew S.R., Mulay R.P., Polesak Iii F.J., Calhoun C.A., Bhattacharyya J.J., Clausen B. In situ neutron diffraction and polycrystal plasticity modeling of a Mg–Y–Nd–Zr alloy: effects of precipitation on individual deformation mechanisms //Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61. – Issue 10. – pp. 3769-3780.
33. Agnew S.R., Yoo M.H., Tome C.N. Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y //Acta Materialia. – 2001. – Vol. 49. – Issue 20. – pp. 4277-4289.
34. Suh B.C., Shim M.S., Shin K.S., Kim N.J. Current issues in magnesium sheet alloys: Where do we go from here? //Scripta Materialia. – 2014. – Vol. 84. – pp. 1-6.1.
35. Noda M., Matsumoto R., Kawamura Y. Forging induces changes in the formability and microstructure of extruded Mg 96 Zn 2 Y 2 alloy with a long-period stacking order phase //Materials Science and Engineering: A. – 2013. – Vol. 563. – pp. 21-27.
36. Serebryany V., Dobatkin S.V., Kopylov V.I., Nikolayev D.I., Brokmeier H.G., Texture, Microstructure, and Ductility of Mg–Al–Zn Alloy after Equal Channel Angular Pressing //Materials Science Forum. – Trans Tech Publications, 2010. – Vol. 633. – pp. 365-372.

37. Avedesian M.M., Baker H. ASM International. Handbook Committee //Magnesium and magnesium alloys. – 1999. – pp. 19-20.
38. Beyerlein I.J., Capolungo L., Marshall P.E., McCabe R.J., Tomé C.N. Statistical analyses of deformation twinning in magnesium //Philosophical Magazine. – 2010. – Vol. 90. – Issue 16. – pp. 2161-2190.
39. Beyerlein I.J., Tomé C.N. A probabilistic twin nucleation model for HCP polycrystalline metals //Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. – The Royal Society, 2010. – pp. rspa20090661.
40. Christian J.W., Mahajan S. Deformation twinning //Progress in materials science. – 1995. – Vol. 39. – Issue 1-2. – pp. 1-157.
41. Hasegawa S., Tsuchida Y., Yano H., Matsui M. Evaluation of low cycle fatigue life in AZ31 magnesium alloy //International Journal of Fatigue. – 2007. – Vol. 29. – Issue 9. – pp. 1839-1845.
42. Hazeli K., Askari H., Cuadra J., Streller F., Carpick R.W., Zbib H.M., Kontsos, A. Microstructure-sensitive investigation of magnesium alloy fatigue //International Journal of Plasticity. – 2015. – Vol. 68. – pp. 55-76.
43. Knezevic M., Levinson A., Harris R., Mishra R.K., Doherty R.D., Kalidindi S.R. Deformation twinning in AZ31: influence on strain hardening and texture evolution //Acta Materialia. – 2010. – Vol. 58. – Issue 19. – pp. 6230-6242.
44. Lin X.Z., Chen D.L. Strain controlled cyclic deformation behavior of an extruded magnesium alloy //Materials Science and Engineering: A. – 2008. – Vol. 496. – Issue 1. – pp. 106-113.
45. Yu Q., Zhang J., Jiang Y., Li Q. An experimental study on cyclic deformation and fatigue of extruded ZK60 magnesium alloy //International Journal of Fatigue. – 2012. – Vol. 36. – Issue 1. – pp. 47-58.
46. Zhang J., Yu Q., Jiang Y., Li Q. An experimental study of cyclic deformation of extruded AZ61A magnesium alloy //International Journal of Plasticity. – 2011. – Vol. 27. – Issue 5. – pp. 768-787.
47. Lin Y.C., Chen X.M., Liu Z.H., Chen J. Investigation of uniaxial low-cycle fatigue failure behavior of hot-rolled AZ91 magnesium alloy //International Journal of Fatigue. – 2013. – Vol. 48. – pp. 122-132.
48. Liu W.C., Dong J., Zhang P., Yao Z.Y., Zhai C.Q., Ding W.J. High cycle fatigue behavior of as-extruded ZK60 magnesium alloy //Journal of Materials Science. – 2009. – Vol. 44. – Issue 11. – pp. 2916.

49. Liu W., Wu G., Zhai C., Ding W., Korsunsky A.M. Grain refinement and fatigue strengthening mechanisms in as-extruded Mg–6Zn–0.5 Zr and Mg–10Gd–3Y–0.5 Zr magnesium alloys by shot peening //International Journal of Plasticity. – 2013. – Vol. 49. – pp. 16-35.
50. Chen C., Liu T., Lv C., Lu L., Luo D. Study on cyclic deformation behavior of extruded Mg–3Al–1Zn alloy //Materials Science and Engineering: A. – 2012. – Vol. 539. – pp. 223-229.
51. Humphreys E.S., Warren P.J., Cerezo A., Smith G.D.W. Microstructural and chemical analysis of nanoscale particles in rapidly solidified Al -V- Fe //Materials Science and Engineering: A. – 1999. – Vol. 270. – Issue 1. – pp. 48-54.
52. Jin I., Morris L.R., Hunt J.D. Centerline Segregation in Twin-Roll-Cast Aluminum Alloy Slab //JOM. – 1982. – Vol. 34. – Issue 6. – pp. 70-75.
53. Li B.Q. Producing thin strips by twin-roll casting—part II: Process modeling and development //JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society. – 1995. – Vol. 47. – Issue 8. – pp. 13-17.
54. Li B.Q. Producing thin strips by twin-roll casting—part I: Process aspects and quality issues //JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society. – 1995. – Vol. 47. – Issue 5. – pp. 29-33.
55. Park S.S., Park W.J., Kim C.H., You B.S., Kim N.J. The twin-roll casting of magnesium alloys //JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society. – 2009. – Vol. 61. – Issue 8. – pp. 14-18.
56. Wang S.R., Min W., Kang S.B., Cho J.H. Microstructure comparison of ZK60 alloy under casting, twin roll casting and hot compression //Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2010. – Vol. 20. – Issue 5. – pp. 763-768.
57. Neh K., Ullmann M., Oswald M., Berge F., Kawalla R. Twin roll casting and strip rolling of several magnesium alloys //Materials Today: Proceedings. – 2015. – Vol. 2. – pp. S45-S52.
58. Kurz G., Pakulat S., Bohlen J., Letzig D. Rolling Twin Roll Cast Magnesium Strips with Varied Temperature and Degree of Deformation //Materials Today: Proceedings. – 2015. – Vol. 2. – pp. S39-S44.
59. Rémy L. Twin-slip interaction in fcc crystals //Acta Metallurgica. – 1977. – Vol. 25. – Issue 6. – pp. 711-714.
60. Barnett M.R. Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part I:“Tension” twins //Materials Science and Engineering: A. – 2007. – Vol. 464. – Issue 1. – pp. 1-7.
61. Meng L., Yang P., Xie Q.G., Mao W. Analyses on compression twins in magnesium //Materials transactions. – 2008. – Vol. 49. – Issue 4. – pp. 710-714.
62. Barnett M.R. Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part II.“Contraction” twins //Materials Science and Engineering: A. – 2007. – Vol. 464. – Issue 1. – pp. 8-16.

63. Dobroň P., Bohlen J., Chmelík F., Letzig D., Kainer K.U. Acoustic emission analysis of extruded AZ31 with varying grain size //Kovove Mat. – 2005. – Vol. 43. – p. 192.
64. Bohlen, J., Chmelík F., Dobroň P., Kaiser F., Letzig D., Lukáč P., Kainer, K.U. Orientation effects on acoustic emission during tensile deformation of hot rolled magnesium alloy AZ31 //Journal of alloys and compounds. – 2004. – Vol. 378. – Issue 1. – pp. 207-213.
65. Bohlen J., Chmelík F., Dobroň P., Letzig D., Lukáč P., Kainer K.U. Acoustic emission during tensile testing of magnesium AZ alloys //Journal of alloys and compounds. – 2004. – Vol. 378. – Issue 1. – pp. 214-219.
66. Pomponi E., Vinogradov A.A real-time approach to acoustic emission clustering //Mechanical Systems and Signal Processing. – 2013. – Vol. 40. – Issue 2. – pp. 791-804.
67. Солнцев Ю.П. Материаловедение [Текст]: учебник для вузов / Ю.П. Солнцев, Е.И. Пряхин. – 4-е изд. перераб. и доп. – СПб.: ХИМИЗДАТ, 2007. – 784с. : ил.
68. Чувильдеев В.Н., Нохрин А.В., Копылов В.И., Лопатин Ю.Г., Грязнов М.Ю., Пирожникова О.Э., Сысоев А.Н. Способ формирования структуры легкого цветного сплава со сверхпластическими свойствами // Патент России № 2009131979. – 2011.
69. Сивцов С.В., Папилов И.И., Шокуров В.С., Пикалов А.И. Магниевые сплавы // Патент России № 2456362. – 2011.
70. Стефанюк С.Л. Металлургия магния и других металлов [Текст]: учебник для техникумов / С.Л. Стефанюк. – М.: Metallurgy, 1985. – 200с.: ил.
71. George V.V. Metallography of Magnesium and its Alloys // Tech-Notes. – 2004. –Vol. 4. – Issue 2.
72. Kocks U.F., Westlake D.G. The importance of twinning for the ductility of CPB polycrystals //AIME MET SOC TRANS. – 1967. – Vol. 239. – Issue 7. – pp. 1107-1109.
73. Zehetbauer M.J., Valiev R. Z. (ed.). Nanomaterials by severe plastic deformation. – John Wiley & Sons, 2006.
74. Horita (ed.). Nanomaterials by severe plastic deformation. – Trans Tech Publications, 2006.
75. Estrin Y., Maier H. J. (ed.). Nanomaterials by severe plastic deformation 4. – Trans Tech Publications, 2008. – Vol. 1.
76. Wang J.T., Figueiredo R.B., Langdon T.G. Nanomaterials by severe plastic deformation: NanoSPD5. – 2011.
77. Imayev R.M., Nazarov A.A., Mulyukov R.R., Khasanova G.F. Principles of processing of an ultrafine-grained structure in large-section billets // Letters on Materials. – 2014. – Vol. 4. – Issue 4. – pp. 295-301.

78. Nugmanov D.R., Sitdikov O.S., Markushev M.V. Microstructure evolution in magnesium alloy under multi-step isothermal forging // *Letters on Materials*. – 2011. – Vol. 1. – pp. 213-216.
79. Nugmanov D.R., Sitdikov O.S., Markushev M.V. Electron-microscopy analysis of changes in magnesium alloy parameters of excess phases due to multistep isothermal forging // *Letters on Materials*. – 2014. – Vol. 4. – pp. 209-214.
80. Shahzad M., Wagner L. Thermo-mechanical methods for improving fatigue performance of wrought magnesium alloys // *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. – 2010. – Vol. 33. – Issue 4. – pp. 221-226.
81. Müller J., Janeček M., Yi S., Čížek J., Wagner L. Effect of equal channel angular pressing on microstructure, texture, and high-cycle fatigue performance of wrought magnesium alloys // *International Journal of Materials Research*. – 2009. – Vol. 100. – Issue 6. – pp. 838-842.
82. Esin A. A method for correlating different types of fatigue curve // *International Journal of Fatigue*. – 1980. – Vol. 2. – Issue 4. – pp. 153-158.
83. Bettles C., Barnett M. (ed.). *Advances in wrought magnesium alloys: Fundamentals of processing, properties and applications*. – Elsevier, 2012.
84. Mecking H. Description of hardening curves of fcc single- and polycrystals. – Argonne National Lab., Ill.(USA), 1975. – Issue CONF-751164-3.
85. Barnett M.R., Davies C.H.J., Ma X. An analytical constitutive law for twinning dominated flow in magnesium // *Scripta materialia*. – 2005. – Vol. 52. – Issue 7. – pp. 627-632.
86. Lee S., Estrin Y., De Cooman B.C. Constitutive modeling of the mechanical properties of V-added medium manganese TRIP steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2013. – Vol. 44. – Issue 7. – pp. 3136-3146.
87. Friedel J. *Dislocations* Pergamon // New York. – 1964. – pp. 274.
88. Scruby C.B., Wadley H.N.G., Hill J.J. Dynamic elastic displacements at the surface of an elastic half-space due to defect sources // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 1983. – Vol. 16. – Issue 6. – pp. 1069.
89. Wadley H.N.G., Mehrabian R. Acoustic emission for materials processing: a review // *Materials Science and Engineering*. – 1984. – Vol. 65. – Issue 2. – pp. 245-263.
90. Vinogradov A., Orlov D., Danyuk A., Estrin Y. Effect of grain size on the mechanisms of plastic deformation in wrought Mg–Zn–Zr alloy revealed by acoustic emission measurements // *Acta Materialia*. – 2013. – Vol. 61. – Issue 6. – pp. 2044-2056.
91. Vinogradov A., Nadtochiy M., Hashimoto S., Miura S. Acoustic emission spectrum and its orientation dependence in copper single crystals // *Materials Transactions, JIM*. – 1995. – Vol. 36. – Issue 4. – pp. 496-503.

92. Mouritz A.P. Introduction to aerospace materials. – Elsevier, 2012.
93. Kainer K.U., Von Buch F. The current state of technology and potential for further development of magnesium applications //Magnesium-Alloys and Technology. – 2003. – pp. 1-22.
94. Shahzad M., Wagner L. Thermo-mechanical methods for improving fatigue performance of wrought magnesium alloys //Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. – 2010. – Vol. 33. – Issue 4. – pp. 221-226.
95. Müller J., Janeček M., Yi S., Čížek J., Wagner L. Effect of equal channel angular pressing on microstructure, texture, and high-cycle fatigue performance of wrought magnesium alloys //International Journal of Materials Research. – 2009. – Vol. 100. – Issue 6. – pp. 838-842.
96. Yurchenko N.Y., Stepanov N.D., Salishchev G.A., Rokhlin L.L., Dobatkin S.V. Effect of multiaxial forging on microstructure and mechanical properties of Mg-0.8Ca alloy //IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – IOP Publishing, 2014. – Vol. 63. – Issue 1. – pp. 012075.
97. Miura H., Yang X., Sakai T. Ultrafine Grain Evolution in Mg Alloys, AZ31, AZ61, AZ91 by Multidirectional Forging //Review of Advanced Materials Science. – 2013. – Vol. 33. – pp. 92-96.
98. Wang C.Y., Wang X.J., Chang H., Wu K., Zheng M.Y. Processing maps for hot working of ZK60 magnesium alloy //Materials Science and Engineering: A. – 2007. – Vol. 464. – Issue 1-2. – pp. 52-58.
99. Serra A., Bacon D.J., Pond R.C. Twins as barriers to basal slip in hexagonal-close-packed metals //Metallurgical and materials transactions A. – 2002. – Vol. 33. – Issue 13. – pp. 809-812.
100. El Kadiri H., Barrett C.D., Wang J., Tomé C.N. Why are twins profuse in magnesium? //Acta Materialia. – 2015. – Vol. 85. – pp. 354-361.
101. Koehler J.S., Cohen M., American Institute of Mining and Metallurgical Engineers. Dislocations in Metals. – Institute of Metals Division, the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, 1954.
102. Liu L., Zhang Y., Zhang T.Y. Critical thickness for misfit twinning in an epilayer //International journal of solids and structures. – 2008. – Vol. 45. – Issue 11-12. – pp. 3173-3191.
103. Liu L., Zhang Y., Zhang T.Y. Strain relaxation in heteroepitaxial films by misfit twinning. I. Critical thickness //Journal of applied physics. – 2007. – Vol. 101. – Issue 6. – p. 063501.
104. Rosakis P., Tsai H. On the role of shear instability in the modelling of crystal twinning //Mechanics of materials. – 1994. – Vol. 17. – Issue 2-3. – pp. 245-259.

105. Wang H., Wu P.D., Wang J., Tomé C.N. A crystal plasticity model for hexagonal close packed (HCP) crystals including twinning and de-twinning mechanisms //International Journal of Plasticity. – 2013. – Vol. 49. – pp. 36-52.
106. Wang J., Hirth J.P., Tomé C.N. (10-12) Twinning nucleation mechanisms in hexagonal-close-packed crystals //Acta Materialia. – 2009. – Vol. 57. – Issue 18. – pp. 5521-5530.
107. Zhang Y., Liu L., Zhang T.Y. Strain relaxation in heteroepitaxial films by misfit twinning: II. Equilibrium morphology //Journal of applied physics. – 2007. – Vol. 101. – Issue 6. – pp. 063502.
108. Christian J.W., Mahajan S. Deformation twinning //Progress in materials science. – 1995. – Vol. 39. – Issue 1-2. – pp. 1-157.
109. 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.
110. Vinogradov A., Vasilev E., Merson D., Estrin Y. A Phenomenological Model of Twinning Kinetics //Advanced Engineering Materials. – 2017. – Vol. 19. – Issue 1.
111. Селезнев М.Н., Васильев Е.В., Виноградов А.Ю. Использование метода корреляции цифровых изображений для измерения локализованной деформации на примере двойникового магния и полос сдвига в металлическом стекле // Вектор науки тольяттинского государственного университета. – 2016. – № 4 (38). – С. 45-51.
112. 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. – pp. 417-419
113. 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. – pp. 351-360.
114. 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. – pp. 2316-2327.
115. 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.
116. 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.

117. Васильев Е.В. Акустико-эмиссионный контроль состояния материалов // Сборник тезисов участников форума «Наука будущего – наука молодых». – Казань, 2016. – Т. 2. – С. 190-192.
118. Васильев Е.В., Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л., Брилевский А.И. Акустическая эмиссия при циклической деформации магниевое сплава ZK30 // Сборник материалов всероссийской конференции с международным участием «Актуальные проблемы метода акустической эмиссии». – Тольятти, 2018. – С. 76.
119. Васильев Е.В., Ржевская Е.О., Линдеров М.Л., Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л. Зависимость морфологии изломов магниевое сплава ZK60 от исходной микроструктуры после усталостных испытаний // Сборник тезисов докладов научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур». – Москва, 2018. – С. 65.
120. 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. – pp. 156-170.
121. 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.
122. 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. – pp. 1.
123. Merson D., Vasilev E., Markushev M., Vinogradov A. On the corrosion of ZK60 magnesium alloy after severe plastic deformation // *Letters on materials*. – 2017. – Т. 7. – Issue 4. – pp. 421-427
124. 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.
125. 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.
126. 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.
127. 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.

128. Avedesian M.M., Baker, H. (eds.). ASM specialty handbook: magnesium and magnesium alloys. – ASM international, 1999.
129. Polmear I.J. Light metals: from traditional alloys to nanocrystals //Elsevier, Oxford. – 2006.
130. Cáceres C.H., Blake A. The strength of concentrated Mg–Zn solid solutions //physica status solidi (a). – 2002. – Vol. 194. – Issue 1. – pp. 147-158.
131. Wu R.Z., Yan Y.D., Wang G.X., Murr L.E., Han W., Zhang Z.W., Zhang M.L. Recent progress in magnesium–lithium alloys //International Materials Reviews. – 2015. – Vol. 60. – Issue 2. – pp. 65-100.
132. Li C.Q., Xu D.K., Yu S., Sheng L.Y., Han E.H. Effect of Icosahedral Phase on Crystallographic Texture and Mechanical Anisotropy of Mg–4% Li Based Alloys //Journal of Materials Science & Technology. – 2017. – Vol. 33. – Issue 5. – pp. 475-480.
133. Li C.Q., Xu D.K., Wang B.J., Sheng L.Y., Han E.H. Suppressing Effect of Heat Treatment on the Portevin–Le Chatelier Phenomenon of Mg–4% Li–6% Zn–1.2% Y Alloy //Journal of Materials Science & Technology. – 2016. – Vol. 32. – Issue 12. – pp. 1232-1238.
134. Mahajan S., Williams D.F. Deformation twinning in metals and alloys //International Metallurgical Reviews. – 1973. – Vol. 18. – Issue 2. – pp. 43-61.
135. Brunton J.H., Wilson M.P.W. The kinetics of twinning in zinc and tin crystals //Proc. R. Soc. Lond. A. – 1969. – Vol. 309. – Issue 1498. – pp. 345-361.
136. Scruby C.B., Wadley H.N.G., Hill J.J. Dynamic elastic displacements at the surface of an elastic half-space due to defect sources //Journal of Physics D: Applied Physics. – 1983. – Vol. 16. – Issue 6. – p. 1069.
137. Физические основы повышения механических свойств перспективных магниевых сплавов // Отчет по НИР / ФГБОУ ВПО ТГУ, рук. А. Ю. Виноградов. Тольятти, 2017.
138. Gröbner J., Schmid-Fetzer R. Thermodynamic modeling of the Mg–Ce–Gd–Y system //Scripta Materialia. – 2010. – Vol. 63. – Issue 7. – pp. 674-679.
139. Kocks U.F., Westlake D.G. The importance of twinning for the ductility of CPH polycrystals //AIME MET SOC TRANS. – 1967. – Vol. 239. – Issue 7. – pp. 1107-1109.
140. Lu Y., Gharghouri M.A., Taheri F. Effect of texture on acoustic emission produced by slip and twinning in AZ31B magnesium alloy: Part I: experimental results. – 2008.
141. Lu Y., Gharghouri M., Taheri F. Effect of texture on acoustic emission produced by slip and twinning in AZ31B magnesium alloy—part II: clustering and neural network analysis //Nondestructive Testing and Evaluation. – 2008. – Vol. 23. – Issue 3. – pp. 211-228.
142. Lamark T.T., Chmelik F., Estrin Y., Lukac P. Cyclic deformation of a magnesium alloy investigated by acoustic emission // J.of Alloys and Compounds. – 2004. – Vol. 378. – pp. 202-206.

143. Dobroň P., Chmelík F., Bohlen J., Hantzsche K., Letzig D., Kainer, K.U. Acoustic emission study of the mechanical anisotropy of the extruded AZ31 alloy //International Journal of Materials Research. – 2009. – Vol. 100. – Issue 6. – pp. 888-891.
144. Li Y.P., Enoki M. Evaluation of the twinning behavior of polycrystalline magnesium at room temperature by acoustic emission //Materials transactions. – 2007. – Vol. 48. – Issue 6. – pp. 1215-1220.
145. Agnew S.R., Mehrotra P., Lillo T.M., Stoica G.M., Liaw P.K. Texture evolution of five wrought magnesium alloys during route A equal channel angular extrusion: Experiments and simulations //Acta Materialia. – 2005. – Vol. 53. – Issue 11. – pp. 3135-3146.
146. Wu L., Stoica G.M., Liao H.H., Agnew S.R., Payzant E.A., Wang G., Fielden D.E., Chen L., Liaw P.K. Fatigue-property enhancement of magnesium alloy, AZ31B, through equal-channel-angular pressing //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2007. – Vol. 38. – Issue 13. – pp. 2283-2289.
147. Vinogradov A., Orlov D., Estrin Y. Improvement of fatigue strength of a Mg–Zn–Zr alloy by integrated extrusion and equal-channel angular pressing //Scripta Materialia. – 2012. – Vol. 67. – Issue 2. – pp. 209-212.
148. Mughrabi H. On the grain-size dependence of metal fatigue: outlook on the fatigue of ultrafine-grained metals //Investigations and applications of severe plastic deformation. – Springer, Dordrecht, 2000. – pp. 241-253.
149. Constantinescu D.M., Moldovan P., Sillekens W.H., Sandu M., Bojin D., Baciú F., Apostol D.A., Miron M.C. Static and fatigue properties of magnesium alloys used in automotive industry //Sci. Bull. Automot. Ser. – 2009. – Vol. 19. – pp. 33-39.
150. Müller J., Janeček M., Yi S., Čížek J., Wagner L. Effect of equal channel angular pressing on microstructure, texture, and high-cycle fatigue performance of wrought magnesium alloys //International Journal of Materials Research. – 2009. – Vol. 100. – Issue 6. – pp. 838-842.
151. Liu W.C., Dong J., Zhang P., Yao Z.Y., Zhai C.Q., Ding W.J. High cycle fatigue behavior of as-extruded ZK60 magnesium alloy //Journal of Materials Science. – 2009. – Vol. 44. – Issue 11. – pp. 2916.
152. Mughrabi H. On the grain-size dependence of metal fatigue: outlook on the fatigue of ultrafine-grained metals //Investigations and applications of severe plastic deformation. – Springer, Dordrecht, 2000. – pp. 241-253.
153. Máthis K., Csiszár G., Čapek J., Gubicza J., Clausen B., Lukáš P., Vinogradov A., Agnew S.R. Effect of the loading mode on the evolution of the deformation mechanisms in randomly textured magnesium polycrystals–Comparison of experimental and modeling results //International Journal of Plasticity. – 2015. – Vol. 72. – pp. 127-150.

154. Kannan V., Hazeli K., Ramesh K.T. The mechanics of dynamic twinning in single crystal magnesium //Journal of the Mechanics and Physics of Solids. – 2018.
155. Luque A., Ghazisaeidi M., Curtin W.A. Deformation modes in magnesium (0 0 0 1) and single crystals: simulations versus experiments //Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering. – 2013. – Vol. 21. – Issue 4. – p. 045010.
156. Rosakis P., Tsai H. Dynamic twinning processes in crystals //International journal of solids and structures. – 1995. – Vol. 32. – Issue 17-18. – pp. 2711-2723.
157. Takeuchi T. Dynamic Propagation of Deformation Twins in Iron Single Crystals //Journal of the Physical Society of Japan. – 1966. – Vol. 21. – Issue 12. – pp. 2616-2622.
158. Prasad K.E., Ramesh K.T. In-situ observations and quantification of twin boundary mobility in polycrystalline magnesium //Materials Science and Engineering: A. – 2014. – Vol. 617. – pp. 121-126.
159. Bouaziz O., Guelton N. Modelling of TWIP effect on work-hardening //Materials Science and Engineering: A. – 2001. – Vol. 319. – pp. 246-249.
160. Olson G.B., Cohen M. Kinetics of strain-induced martensitic nucleation //Metallurgical and Materials Transactions A. – 1975. – Vol. 6. – Issue 4. – pp. 791-795.

Приложение 1. Алгоритм анализа видеоданных (последовательности изображений) в пакете MatLab

```
tic
clearall

% открываем файл
video = VideoReader('d:\1234\A0000002(1).avi');
numOfFrames = video.NumberOfFrames;
vidHeight = video.Height;
vidWidth = video.Width;

% создадим 4 новых папки для обработанных изображений
mkdir('D:\1234\binary')
mkdir('D:\1234\adjusted')

delete('D:\1234\binary\*')
delete('D:\1234\adjusted\*')
delete('D:\1234\adjusted1\*')
delete('D:\1234\binary2\*')

% numOfFrames
for p = 2:numOfFrames
    q = minus(p,1);
    frame = read(video, q);
    frame1 = read(video, p);

    sequence = imsubtract(frame,frame1);
    sequence1 = imadjust(sequence);
    % создание бинарного изображения с порогом 0.1
    bw = im2bw(sequence,0.05);

    % обработка последовательности вычитания с регулируемыми параметрами
    sequence1(:, :, p) = imadjust(sequence(:, :, p), [0.04; 0.10], [0; 1]);
    бинаризация с порогом 0.7
```

```

bw1(:,:,p) = im2bw(sequence1(:,:,p),0.04);

[labeled,numObjects] = bwlabel(bw,4);
area = bwarea(bw);
if area > 40
file_name = strcat(num2str(p),'.jpg');
%Сохранение графика в файл с нужным расширением (смотри help)
imwrite(sequence,['D:\1234\adjusted\'file_name'],'jpg');
imwrite(bw,['D:\1234\binary\'file_name'],'jpg');
imwrite(sequence1,['D:\123\adjusted1\' fileNames{p}]);
imwrite(bw1,['D:\123\binary2\' fileNames{p}]);
area1(p,:) = area;
else area1(p,:) = 0;
continue
end
end

dlmwrite('D:\1234\results.xls',area1,')
toc

```

Приложение 2. Изменение микроструктуры сплава ZK60 при циклической деформации

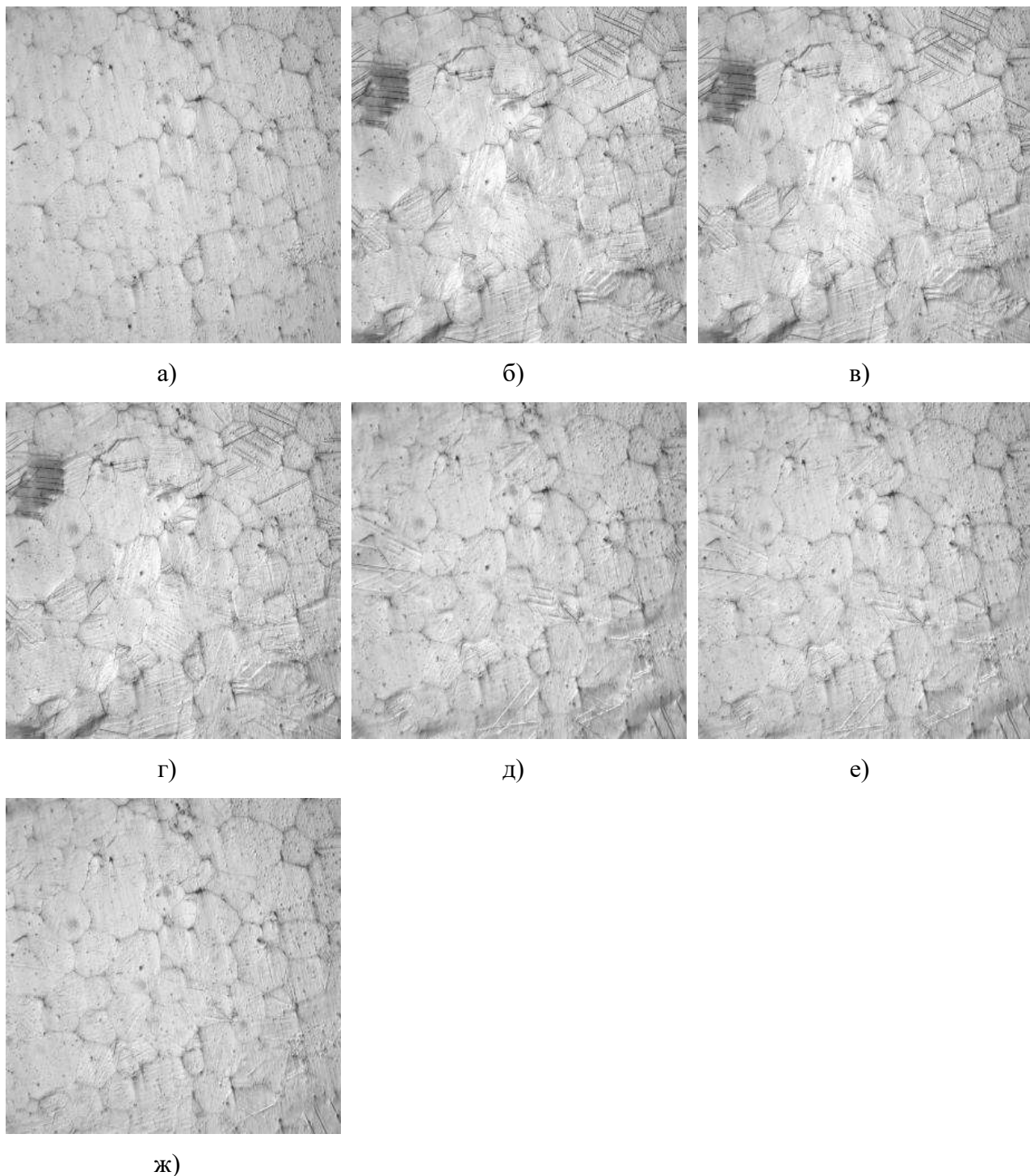
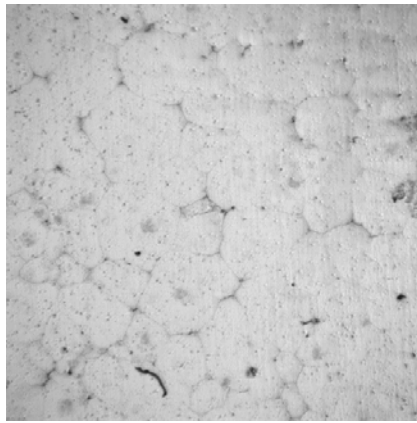
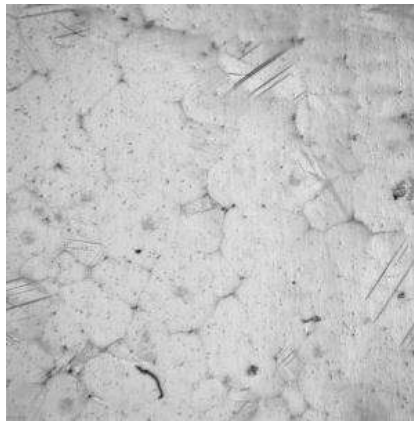


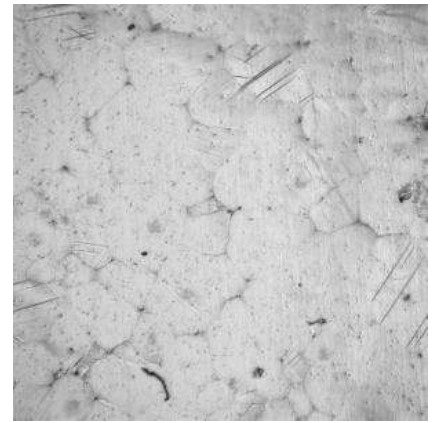
Рисунок б7 – Кадры видеоряда первого цикла деформации в испытании на сжатие-растяжение сплава ZK60 (полная амплитуда деформации 2%): а - исходное состояние; б – сжатие до $\varepsilon=1\%$; в – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; г – разгрузка до $\varepsilon=0\%$; д – растяжение до $\varepsilon=-1\%$; е – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; ж – разгрузка до $\varepsilon=0\%$



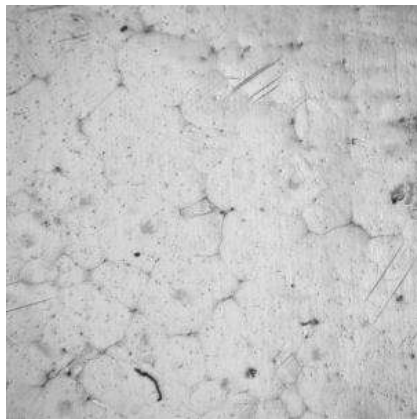
а)



б)



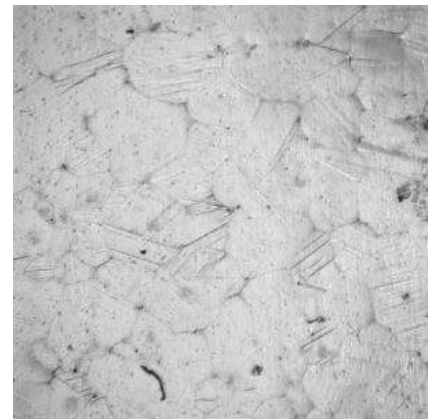
в)



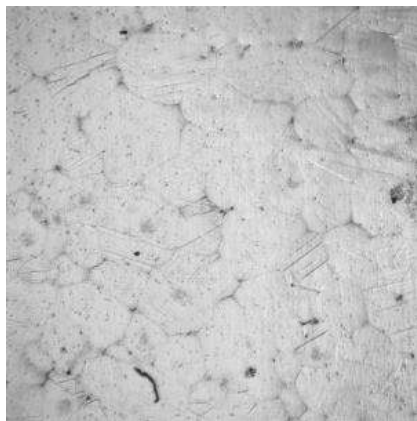
г)



д)



е)



ж)

Рисунок 68 – Кадры видеоряда первого цикла деформации в испытании на растяжение-сжатие сплава ZK60 (полная амплитуда деформации 2%): а - исходное состояние; б – растяжение до $\epsilon=1\%$; в – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; г – разгрузка до $\epsilon=0\%$; д – сжатие до $\epsilon=-1\%$; е – разгрузка до $\sigma=0$ МПа; ж – разгрузка до $\epsilon=0\%$