



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ АВИАЦИОННЫЙ ИНСТИТУТ
(национальный исследовательский университет)»

На правах рукописи

СПЕРАНСКИЙ КОНСТАНТИН АНДРЕЕВИЧ

РАЗРАБОТКА КОЛИЧЕСТВЕННЫХ МЕТОДОВ ОЦЕНКИ ТЕКСТУРЫ И
АНИЗОТРОПИИ СВОЙСТВ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ
ОБРАТНЫХ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

Специальность

2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Бецофен Сергей Яковлевич

Москва 2021 г.

Общая характеристика работы.....	4
Глава 1. Методические аспекты оценки текстуры и анизотропии свойств ГПУ сплавов.....	9
1.1 Основные характеристики сплавов магния.....	9
1.2. Оценка анизотропии модуля Юнга, ТКЛР и коэффициента Кернса из ОПФ для ГПУ сплавов.....	10
1.3. Механизм деформации, текстура и анизотропия свойств сплавов магния.....	19
1.3.1. Механизм деформации магниевых сплавов.....	19
1.3.2 Текстура и анизотропия механических свойств магниевых полуфабрикатов.....	27
1.3.3. Текстура и анизотропия магниевых сплавов, полученных методами гранульной металлургии.....	31
1.4 Структура и коррозионная стойкость магниевых сплавов.....	36
Глава 2. Материалы и методы исследования.....	48
2.1. Материалы исследования	48
2.2. Методы исследования.....	48
Глава 3. Разработка методики вычисления и оценка точности расчетов анизотропии свойств ГПУ сплавов из ОПФ.....	52
Выводы по главе 3.....	68
Глава 4. Исследование текстуры и анизотропии механических свойств сплавов MA2-1, MA14 и Mg–5Li–3Al.....	77
4.1. Постановка задачи оценки КПНС из текстурных данных.....	77
4.2 Определение факторов Шмида.....	79
4.3. Оценка соотношений КПНС для систем скольжения и двойникования магниевых сплавов.....	81
Выводы по 4 главе.....	93
Глава 5. Исследование влияния количественных характеристик текстуры и фазового состава на коррозионные свойства магниевых сплавов.....	94
5.1. Текстура и коррозионные свойства магниевых сплавов.....	95
5.2. Влияние фазовых превращений на коррозионные свойства.....	101
Выводы по главе 5.....	107
Общие выводы.....	108

Список литературы.....	111
------------------------	-----

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы.

Анизотропия свойств существует практически во всех конструкционных материалах, но наиболее остро она проявляется в сплавах с ГПУ решеткой титановых, циркониевых и магниевых сплавах, в которых эта анизотропия в значительной степени определяется кристаллографической текстурой. В отличие от металлов с кубической решеткой металлы с гексагональной кристаллической решеткой обладают анизотропией физических свойств, описываемых тензорами второго ранга, из которых для металлургов наиболее существенным является коэффициент теплового расширения. К этому добавляется также анизотропия дилатации решетки при образовании твердых растворов замещения и особенно внедрения, а также необычные текстуры $\beta \rightarrow \alpha$ фазового превращения. Помимо анизотропии прочностных свойств в последние годы повысился интерес к упругим свойствам и соответственно к их анизотропии в связи с использованием титана в качестве матрицы в металлокомпозитах. В последнее время заметное место в текстурных исследованиях занимают методы EBSD, а также методы дифракции нейтронов и высокоэнергетического синхротронного излучения. Тем не менее, методы EBSD не могут соперничать с рентгеновскими методами по статистической достоверности, а синхротронные и нейтронные методы требуют сверх уникального оборудования. Для обеспечения количественных данных о текстуре материала наиболее эффективно использовать обратные полюсные фигуры (ОПФ), которые имеют целый ряд преимуществ по сравнению с прямыми полюсными фигурами (ППФ) – они позволяют непосредственно вычислять анизотропию свойств, использовать миниатюрные образцы и в принципе допускают неразрушающий контроль на массивных изделиях. Наиболее существенным недостатком ОПФ является ограничение количества экспериментальных рефлексов, поэтому заметное место уделяется методикам нормировки полюсной плотности при построении ОПФ. Одной из важных

проблем применения текстурированных анизотропных материалов в элементах конструкций авиакосмической техники и атомной энергетики является оценка точности оценки параметров анизотропии физико-механических свойств из текстурных данных.

Целью настоящей работы является уточнение данных для параметров нормировки на ОПФ, анализ точности усреднения коэффициентов Кернса, температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) и модулей Юнга в зависимости от количества экспериментальных рефлексов на ОПФ применительно к текстурированным полуфабрикатам сплавов на основе Ti, Zr и Mg, а также реализация развитых методических подходов для интерпретации эффектов анизотропии прочностных и коррозионных характеристик магниевых сплавов.

Для достижения указанной цели в работе решались следующие основные задачи:

1. Определить нормировочные коэффициенты для построения ОПФ и расчета коэффициентов Кернса, ТКЛР и модулей Юнга для текстурированных ГПУ сплавов на основе Ti, Zr, Mg.
2. Оценить точность определения коэффициентов Кернса, ТКЛР и модулей Юнга с использованием трех вариантов усреднения на ОПФ в зависимости от количества рефлексов на стереографическом треугольнике.
- 3) Определить относительные значения критических приведенных напряжений сдвига для действующих систем скольжения и двойникования для текстурированных прессованных прутков из магниевых сплавов МА2-1, МА14 и Mg-5Li-3Al
- 4) Рассчитать параметры анизотропии, построить контуры текучести для исследованных сплавов и оценить вклад в анизотропию прочностных свойств от монокристалльной анизотропии и текстуры.

5) Оценить влияние на коррозионные свойства сплавов МА14, МА2-1 и МА12 количественных характеристик текстуры и фазового состава.

Научная новизна полученных результатов заключается в следующем:

1. Для текстурированных сплавов с ГПУ решеткой определены нормировочные коэффициенты, необходимые для построения ОПФ, расчета коэффициентов Кернса, ТКЛР и модулей Юнга.

2. Впервые проведена оценка точности определения коэффициентов Кернса, ТКЛР и модулей Юнга в зависимости от количества экспериментальных рефлексов на ОПФ для трех вариантов усреднения на ОПФ с учетом неравномерности расположения рефлексов на стереографическом треугольнике по Моррису, по фактору повторяемости и с одинаковым весом каждой ориентировки.

3. Для магниевых сплавов МА2-1, МА14 и Mg-5Li-3Al определены относительные значения критических приведенных напряжений сдвига (КПНС) для действующих систем скольжения и двойникования на основе сопоставления анизотропии прочностных свойств и усредненных факторов Шмида для соответствующих образцов.

4. Показано, что наиболее выраженной монокристалльной анизотропией прочностных свойств обладает сплав МА2-1, для которого КПНС для $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ -двойникования и $\langle \bar{c} + \bar{a} \rangle$ -скольжения выше, чем для базисного скольжения, в 1,7 и 2,2 раза соответственно, а для сплава МА14 – в 1,5 и 1,8 раза; при этом в сплаве Mg-5Li-3Al двойникование отсутствует, а деформация осуществляется кроме базисного также призматическим скольжением, величина КПНС для которого в 1,4 раза выше, чем для базисного скольжения.

5. Для магниевых сплавов на основе расчета состава твердого раствора и количества интерметаллидных фаз оценены объемные эффекты выделения фаз: Mg₁₇Al₁₂ в МА2-1, MgZn₂ в МА14 и Mg₁₂Nd в МА12, которые составили на 1% выделившейся фазы, соответственно +0,072, -0,46 и -0,036%.

Практическая значимость работы состоит в следующем:

1. Оценка погрешностей при использовании различных вариантов усреднения значений ТКЛР, модуля Юнга и коэффициентов Кернса для ГПУ сплавов позволяет повысить надежность оценки этих характеристик анизотропии для текстурированных из ОПФ.
2. Для текстурированных сплавов магния MA2-1, MA14 и Mg-5Li-3Al рассчитаны коэффициенты анизотропии в рамках критерия текучести Хилла, построены контуры текучести, с помощью которых показано, что для исследованных сплавов вклад в анизотропию прочностных свойств от монокристаллической анизотропии значительно превышает вклад от текстурного фактора.
3. Анализ контуров текучести для сплавов MA2-1, MA14 и Mg-5Li-3Al показал, что листы с базисной текстурой имеют преимущество в прочностных показателях по сравнению с прутками с призматической текстурой при изготовлении из них трубчатых изделий, работающих в условиях внутреннего давления.
4. Измерения коррозионных свойств в отличающихся текстурой сечениях прессованных полуфабрикатов из сплавов MA14 и MA2-1 показал отсутствие влияния текстуры на сопротивление коррозии указанных сплавов.
5. Показано, что значительно более низкая коррозионная стойкость сплава MA14 по сравнению с MA2-1 и MA12, обнаруженная в нашей и других работах, возможно, связана с большим отрицательным эффектом выделения из твердого раствора фазы $MgZn_2$ (-0,46%) в сплаве MA14, в связи с формированием высоких растягивающих напряжений, способствующих коррозионному поражению металла.

Апробация работы. Материалы диссертационной работы доложены на 5 конференциях: на Международной молодежной научной конференции XLII Гагаринские чтения, г. Москва, МАИ, 2016 г., Международной молодежной научной конференции XLIII Гагаринские чтения, г. Москва, МАИ, 2017 г.,

Международной молодежной конференции «XXIII Туполевские чтения (школа молодых ученых)», г. Казань, КАИ, 2017 г., IV Международная неделя авиакосмических технологий «Aerospace Science Week», г. Москва, МАИ, 2017 г., Уральская школа молодых металлургов. Материалы XVIII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. Екатеринбург. 2017 г.

Публикации. Основное содержание работы изложено в 8 научных работах, в том числе 6 статьях в ведущих рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК РФ, из которых 3 статьи входят в Международную систему научного цитирования Scopus. Список основных

Основные положения, выносимые на защиту

1. Значения нормировочных коэффициентов для построения ОПФ и расчета коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР для текстурированных ГПУ сплавов (Ti, Zr, Mg).
2. Методика оценки точности определения коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР из ОПФ в зависимости от количества экспериментальных точек на стереографическом треугольнике.
3. Оценка относительных значений критических приведенных напряжений сдвига для действующих систем деформации магниевых сплавов MA2-1, MA14 и Mg-5Li-3Al
4. Расчет параметров анизотропии, построение контуров текучести и оценка вклада текстуры и монокристаллической анизотропии в анизотропию прочностных свойств текстурированных полуфабрикатов.
5. Оценка влияния на коррозионные свойства сплавов MA14, MA2-1 и MA12 количественных характеристик текстуры и фазового состава.

Глава 1. Методические аспекты оценки текстуры и анизотропии свойств ГПУ сплавов

1.1. Основные характеристики сплавов магния.

Магний - самый легкий конструкционный металл с плотностью $1,74 \text{ г/см}^3$, что значительно ниже, чем у алюминия (Al , $2,7 \text{ г / см}^3$), титана (Ti , $4,5 \text{ г / см}^3$) и железа (Fe , $7,9 \text{ г/см}^3$), соответственно. Mg является восьмым по содержанию элементом в земной коре, и, таким образом, есть достаточно ресурсов, чтобы обеспечить использование его сплавов в различных отраслях машиностроения [1-7]. Сплавы Mg обладают самым высоким отношением прочности к весу среди конструкционных сплавов, однако их баланс свойств (кроме прочности) остается предметом интенсивных исследований; включая коррозию, пластичность и ползучесть. Другие преимущества Mg включают; исключительную демпфирующую способность [8], нетоксичность по отношению к окружающей среде и человеческому телу - сплавы Mg считаются идеальными вариантами для биоразлагаемых имплантатов [9-14], простота обработки за счет высокоскоростного фрезерования и токарной обработки (например, срок службы инструмента в 5–10 раз больше, чем у Al) и универсальность (например, возможность обработки прокаткой, экструзией).

Mg-сплавы обладают отличными литейными свойствами, что позволяет изготавливать изделия сложной формы с помощью высокопроизводительных методов, таких как литье под высоким давлением. В зависимости от геометрии детали из Mg можно лить под давлением на 50% быстрее, чем такие же детали из алюминия [3]. Наконец, по сравнению с полимерами, Mg-сплавы демонстрируют превосходные механические свойства и более высокую теплопроводность. Кроме того, Mg на 100% пригоден для вторичной переработки, что обычно не относится к полимерам [15]. Принимая во внимание преимущества и небольшую стоимость Mg (особенно стоимость единицы объема) [16], использование сплавов Mg остается достаточно ограниченным.

Низкая коррозионная стойкость и выраженная анизотропия механических свойств Mg и его сплавов, являются основными причинами ограниченного применения Mg сплавов в промышленности. Даже в тех случаях, когда одно из свойств Mg-сплавов может быть улучшено, например сопротивление ползучести при высоких нагрузках легированием редкоземельными элементами, это еще больше усугубляет коррозию [16]. Точно так же в случаях, когда требуется увеличение прочности в сплавах Mg, это наносит ущерб характеристикам коррозии. Легирование оказывает влияние на формирование текстуры и анизотропию механических свойств магния, однако это влияние имеет сложный и неоднозначный характер [17,18]. Кроме того, повышенная возгораемость Mg и быстрое окисление расплавленного Mg на воздухе вместе с пирофорной природой порошков Mg являются дополнительными проблемами, которые существенно ограничивают использование и усложняют производство сплавов Mg.

1.2. Оценка анизотропии модуля Юнга, ТКЛР и коэффициента Кернса из ОПФ для ГПУ сплавов

Анизотропия физико-механических свойств титановых, циркониевых и магниевых сплавов в значительной степени определяется кристаллографической текстурой, что стимулирует исследование процессов формирования текстуры и анизотропии свойств в промышленных полуфабрикатах [19-25]. Текстурные эффекты играют важную роль в технологических характеристиках сплавов. Это относится, прежде всего, к операциям глубокой вытяжки и гибки, а также к трубному производству. При прокатке титановых и циркониевых сплавов в области существования β -фазы после охлаждения формируется текстура α -фазы призматического типа с преобладанием компонента $\{11\bar{2}0\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ с расположением оси «с» = [0001] в поперечном прокатке направлении в результате одновариантного $\beta \rightarrow \alpha$ фазового превращения в соответствии в ориентационными соотношениями Бюргерса [26-34]. При прокатке в области температур, где преобладает α -

фаза, формируется текстура α -фазы «базисного» типа, чаще «двойная базисная» текстура с отклонением полюсов базиса в поперечном направлении [24]. На рис.1.1 приведены различные варианты представления базисной текстуры, включая карты ФРО, на рис.1.2 для которых показаны некоторые важные текстурные компоненты.

Текстура прутков также как и для магниевых сплавов имеет выраженную призматическую компоненту. Текстура труб зависит от температуры деформации и от соотношения между деформациями по толщине и диаметру трубы [35].

Помимо анизотропии прочностных свойств в последние годы повысился интерес потребителей титановых сплавов к упругим свойствам и соответственно к их анизотропии. Это связано с использованием металлических сплавов в качестве матрицы в металлокомпозитах, где требуется обеспечить максимальный модуль в направлении максимальной нагрузки, а также при изготовлении пружин из β -титановых сплавов, где

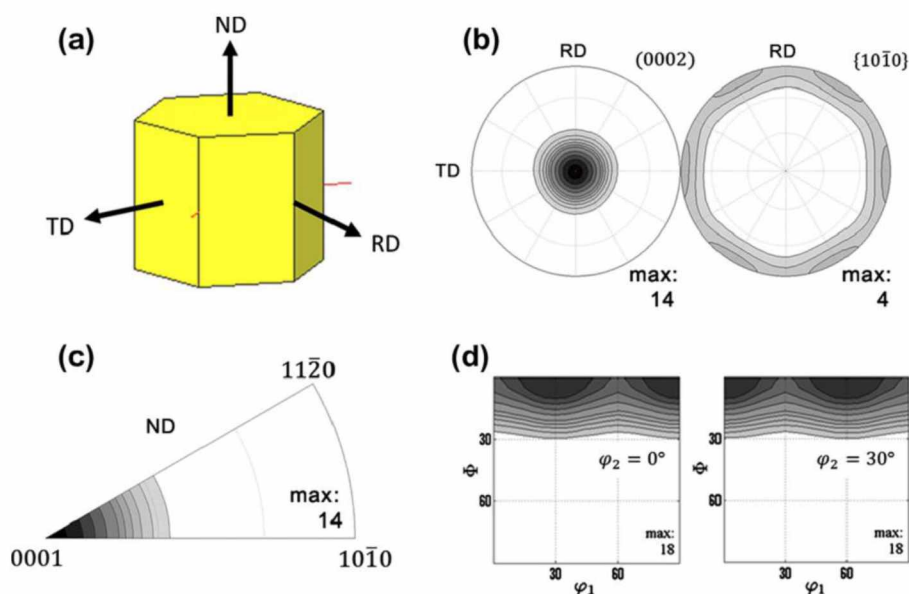


Рис. 1.1. Пример текстуры листа из чистого магния, полученного после горячей прокатки (400°C / 75% обжатия) и отжига при 300°C в течение 1 часа: (a) идеальная ориентировка; полюсные фигуры. (0002) и (1010), (c) обратная полюсная фигура для НН; (d) сечения ФРО при $\phi_2 = 0$ и $\phi_2 = 30$.

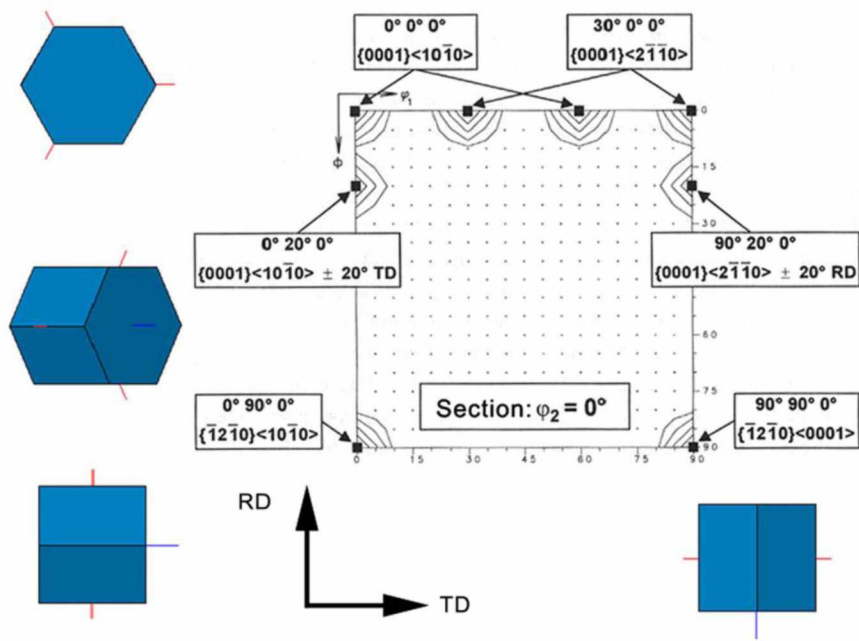


Рис. 1.2. Положение различных идеальных ориентаций в пространстве Эйлера, представленное на сечении ФРО $\phi_2=0$.

напротив требуется иметь минимальные значения модуля Юнга. Также важно иметь количественные данные о текстуре для количественного фазового анализа текстурированных полуфабрикатов.

Необходимость управления текстурообразованием обуславливает развитие методик, позволяющих проводить количественный анализ кристаллографических ориентировок [36, 37]. Одной из наиболее часто используемых текстурных характеристик полуфабрикатов и изделий из ГПУ-материалов, в частности сплавов циркония и титана, являются коэффициенты Кернса (или f -параметры), что обуславливает необходимость их точного определения [35, 38-42].

Анализ опубликованных работ, посвященных определению текстурных параметров Кернса полуфабрикатов и изделий из сплавов циркония, показал [42], что в большинстве случаев расчет текстурных параметров проводился на основе первичных экспериментальных данных, полученных либо рентгеновским методом [43–61], либо методом сканирующей электронной микроскопии с анализом дифракции обратно рассеянных электронов [62, 63].

В некоторых случаях для этих целей использовались также методы нейтронографии [56, 57].

В [42] отмечено, что число работ с сопоставлением значений f -параметров, полученных различными способами, ограничено [53, 57, 62], и только одна работа [39] посвящена системному анализу вариаций значений f -параметров в зависимости от структурного состояния циркониевого сплава, типа полуфабриката, сечения образца для исследования, а также метода получения экспериментальных данных с целью установления наиболее предпочтительного способа определения коэффициентов Кернса. На основании сравнительного анализа полученных в работе [39] результатов авторы рекомендуют использовать метод дифракции обратно рассеянных электронов для полуфабрикатов и изделий с полностью рекристаллизованной структурой, а методы ОПФ или ППФ – с деформированной.

Для обеспечения количественных данных о текстуре материала наиболее эффективно использовать обратные полюсные фигуры (ОПФ) [64-67], которые имеют целый ряд преимуществ по сравнению с прямыми полюсными фигурами (ППФ) – они позволяют непосредственно вычислять анизотропию свойств, использовать миниатюрные образцы и в принципе допускают неразрушающий контроль на массивных изделиях. Наиболее существенным недостатком ОПФ является ограничение количества экспериментальных рефлексов, в особенности это относится к металлам и сплавам с кубической решеткой. По этой причине заметное место уделялось методикам нормировки полюсной плотности при построении ОПФ. Показано [68], что наиболее предпочтительной является нормировка по Моррису [69].

В работе [41] рассмотрены проблемы применения коэффициента Кернса для оценки текстуры и анизотропии свойств титановых сплавов. Для вычисления f необходимо иметь полную прямую полюсную фигуру для плоскости базиса. Тогда три коэффициента, соответствующие ортогональным осям трубы (L – осевое, T - тангенциальное, R – радиальное направление) можно получить из следующих уравнений.

$$\begin{aligned}
f_R &= \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} p(\psi, \phi) \cdot \sin \psi \cdot \cos^2 \psi \cdot d\psi \cdot d\phi \\
f_T &= \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} p(\psi, \phi) \cdot \sin^3 \psi \cdot \sin^2 \phi \cdot d\psi \cdot d\phi \\
f_L &= \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} p(\psi, \phi) \cdot \sin^3 \psi \cdot \cos^2 \phi \cdot d\psi \cdot d\phi
\end{aligned} \tag{1.1}$$

Сумма этих трех коэффициентов равна единице. Эти же величины можно получить из трех обратных полюсных фигур для каждого из трех ортогональных направлений:

$$\begin{aligned}
f_R &= \Sigma(P_{hkl}^R \cos^2 \gamma) \\
f_T &= \Sigma(P_{hkl}^T \cos^2 \gamma) \\
f_L &= \Sigma(P_{hkl}^L \cos^2 \gamma)
\end{aligned} \tag{1.2}$$

Где: P_{hkl}^L , P_{hkl}^T , P_{hkl}^R – полюсные плотности для нормалей к (hkl) на полюсных фигурах для направлений L, T и R соответственно; γ – угол между нормалью к (hkl) и осью «с» ГП решетки титана. В этом случае сумма коэффициентов может отличаться от единицы, что связано с тем, что они получены из трех независимых полюсных фигур, которые не точно соответствуют условиям ортогональности, хотя бы в силу неоднородности текстуры по сечению трубы. Можно получить нормированные значения f , сумма которых будет равна единице:

$$f'_L = f_L / (f_L + f_R + f_T); \quad f'_T = f_T / (f_L + f_R + f_T); \quad f'_R = f_R / (f_L + f_R + f_T) \tag{1.3}$$

Коэффициенты Кернса имеют достаточно ясную физическую интерпретацию. Для кристаллов с ГПУ решеткой физические свойства, описываемые тензором второго ранга, например, ТКЛР имеют следующую зависимость от ориентации (γ – угол с осью «с»):

$$\alpha_\psi = \alpha_a + (\alpha_c - \alpha_a) \cos^2 \gamma \tag{1.4}$$

где: α_a, α_c – коэффициенты температурного расширения по оси «а» и «с», соответственно.

Таким образом, коэффициенты Кернса можно представить как ориентационные факторы по отношению к трем ортогональным направлениям трубы, полученные усреднением по всем рефлексам на ОПФ для соответствующих направлений трубы (L, T, R). При этом эти коэффициенты тем точнее описывают реальную анизотропию прочностных свойств труб, чем ближе ориентационная зависимость прочности сплавов титана к тензору второго ранга, т.е. достаточно двух констант σ_a и σ_c для описания этой ориентационной зависимости:

$$\sigma_\psi = \sigma_a + (\sigma_c - \sigma_a) \cos^2 \gamma \quad (1.5)$$

Представление прочностных свойств в виде тензора второго ранга является слишком грубым приближением и требует серьезного экспериментального обоснования. Нам кажется более обоснованным с физической точки зрения представление текстуры с помощью факторов Шмида (или обратных им величин) для наиболее легко активируемого в титане призматического скольжения.

В работе [42] проведена оценка точности определения коэффициента Кернса (f -параметр) в зависимости от дискретности экспериментальных точек на ОПФ. Для исследования были выбраны листовые полуфабрикаты из циркониевого сплава Э110 о.ч. (Zr-0,98Nb-0,052Fe-0,087O) толщиной 0,5 мм шести партий (Zr1, Zr2..., Zr6). Расчет f -параметров для сплава Э110 о.ч. в соответствии с первой методикой проведен в рентгеновской лаборатории АО «ЧМЗ». Методика основана на построении полных ППФ из неполных методом экстраполяции [40, 70, 71].

Вторая методика определения коэффициентов Кернса (ОПФ17) является стандартной и включает усреднение значений f -параметров, вычисленных для

каждого экспериментального рефлекса (hkl) по всему стереографическому треугольнику, при этом все f -параметры имеют одинаковый весовой множитель. Третья методика (ОПФ17-А) отличалась тем, что в ней учитывается неравномерность распределения экспериментальных рефлексов на сфере проекций с использованием коэффициентов нормировки A_{hkl} .

В работе проведена оценка точности определения коэффициента Кернса в зависимости от дискретности экспериментальных точек на ОПФ. Поскольку коэффициент Кернса в соответствии с выражением (2) зависит только от угла γ с осью «с» ГПУ-решетки при усреднении по площади стереографического треугольника дискретность определяли угловым интервалом $\Delta\gamma$ только для полярного угла γ .

Такой подход дает возможность сопоставить точность экспериментальных и теоретических ОПФ, в которых дискретность ориентаций может быть задана произвольно до таких минимальных углов между ориентациями, когда величина параметра анизотропии практически не будет изменяться, и эту величину можно принять за истинное значение параметра анизотропии для данной текстуры. В этом случае ошибка метода ОПФ будет равна разности между этим истинным значением параметра анизотропии и соответствующей величиной, полученной для ОПФ с 17 рефлексами, т.е. для такой ОПФ, которую мы можем получить экспериментально.

Однако для экспериментальных текстур неизвестны истинные значения параметров анизотропии. В нашем же случае мы получали значения полюсных плотностей не из эксперимента, а вычисляли непосредственно именно для той текстуры, для которой известно истинное значение параметра анизотропии. Это позволяет оценить ошибку определения параметров анизотропии для любых типов текстуры и для различных методик усреднения. Следует отметить, что ошибки метода ППФ обусловлены эффектом дефокусировки, который сложно оценить аналитически. В свою очередь ошибки метода ОПФ связаны в основном с ограниченностью экспериментальных точек на сфере

проекций при реализации рентгеновского эксперимента. В этом случае существует возможность аналитической оценки точности метода, что можно признать преимуществом ОПФ.

На рис.1.3. сопоставлены точности в оценке коэффициента Кернса для двух способов усреднения ОПФ17 и ОПФ17-А и различных теоретических ОПФ, в которых дискретность ориентаций $\Delta\gamma=10, 5, 2, 1$ и $0,5^\circ$.

Способ усреднения существенно влияет на результаты вычисления коэффициентов Кернса. Так, учет неравномерности рефлексов на сфере проекций (ОПФ17-А) дает результат, который отличается от истинного ($\Delta\gamma < 2^\circ$) всего на 2–3% по f-параметру, а усреднение без учета неравномерности рефлексов (ОПФ17) дает отклонение от истинного значения на 17–20%.

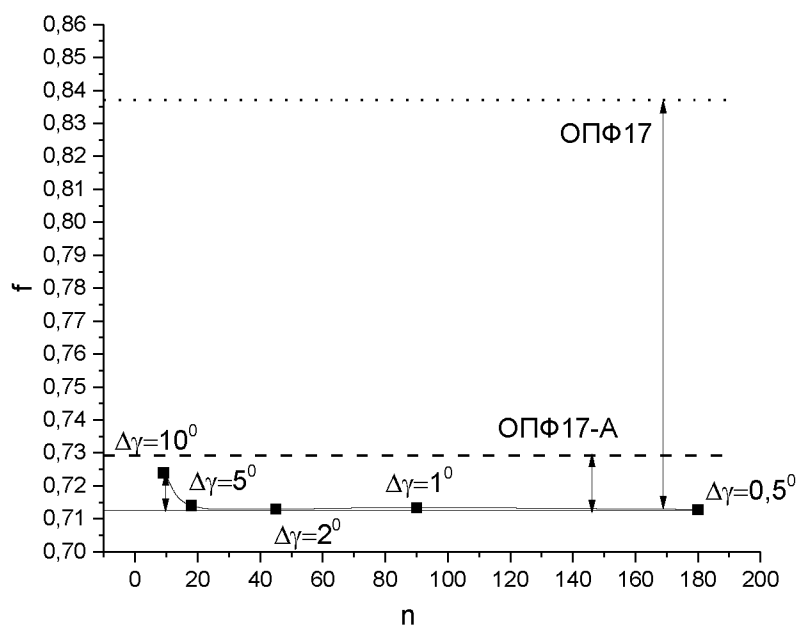


Рис.1.3. Сопоставление точности вычисления коэффициента Кернса (f-фактора) в зависимости от способа усреднения на ОПФ - ОПФ17, ОПФ17-А, ОПФ9 ($\Delta\gamma=10^\circ$), ОПФ18 ($\Delta\gamma=5^\circ$), ОПФ45 ($\Delta\gamma=2^\circ$), ОПФ90 ($\Delta\gamma=1^\circ$), ОПФ180 ($\Delta\gamma=0,5^\circ$), для случая базисной текстуры.

Следует отметить, что в случае базисной текстуры величина коэффициента Кернса, полученная усреднением по методике ОПФ17-А и тем более по методике ОПФ17 выше истинной величины (рис.1.3). Этот факт дает возможность сравнить точность оценки коэффициента Кернса из ОПФ и ППФ. Было показано, что для базисной текстуры текстурные параметры, рассчитанные из ППФ ниже, чем рассчитанные из ОПФ ($f_{\text{ОПФ17-М}}^{\text{сп}}$). С учетом того, что истинные значения коэффициентов Кернса также ниже для базисной текстуры, можно предположить, что эти истинные значения расположены между величинами, полученными из ОПФ и ППФ. Для сопоставления точности оценки f -параметров, рассчитанных из ППФ и ОПФ, необходимо провести меж лабораторный эксперимент, однако полученные в настоящей работе результаты позволяют предположить, что точность метода ОПФ выше. Для этого предположения существуют следующие основания.

Расчетным методом с использованием двух типов текстур показано, что значения коэффициентов Кернса при усреднении, учитывающем неравномерность рефлексов на сфере проекций (ОПФ17-А), для базисной текстуры выше истинных значений на 2,2%. Из этого следует, что если значения коэффициентов Кернса, рассчитанные из ОПФ для базисной текстуры (см. рис. 1.4) и равные в среднем 0,725, то истинная величина f -параметра на 2,2% ниже и составляет 0,709. Разница между этим значением и величиной, полученной из ППФ (0,653), составляет 0,056, что более чем втрое превышает аналогичную разницу (0,016) для величин, рассчитанных из ОПФ (см. рис. 1.4).

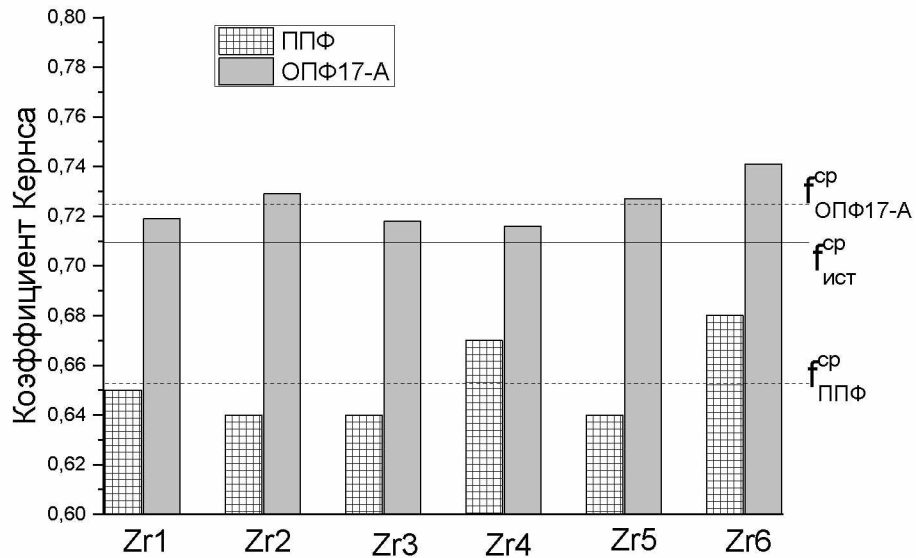


Рис.1.4. Соотношение между средними значениями коэффициентов Кернса для шести партий листов из сплава Э110 о.ч., рассчитанными из ППФ ($f_{\text{ППФ}}^{\text{cp}}$) и ОПФ17-А ($f_{\text{ОПФ17-А}}^{\text{cp}}$) и прогнозируемым истинным значением коэффициента Кернса ($f_{\text{ист}}^{\text{cp}}$).

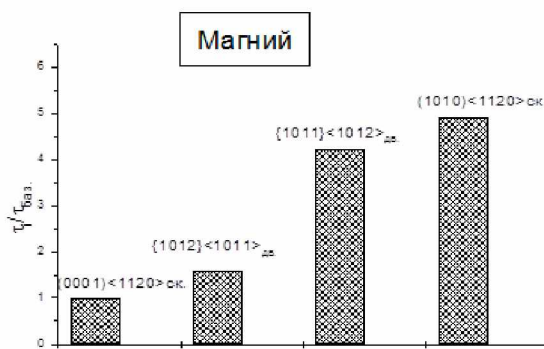
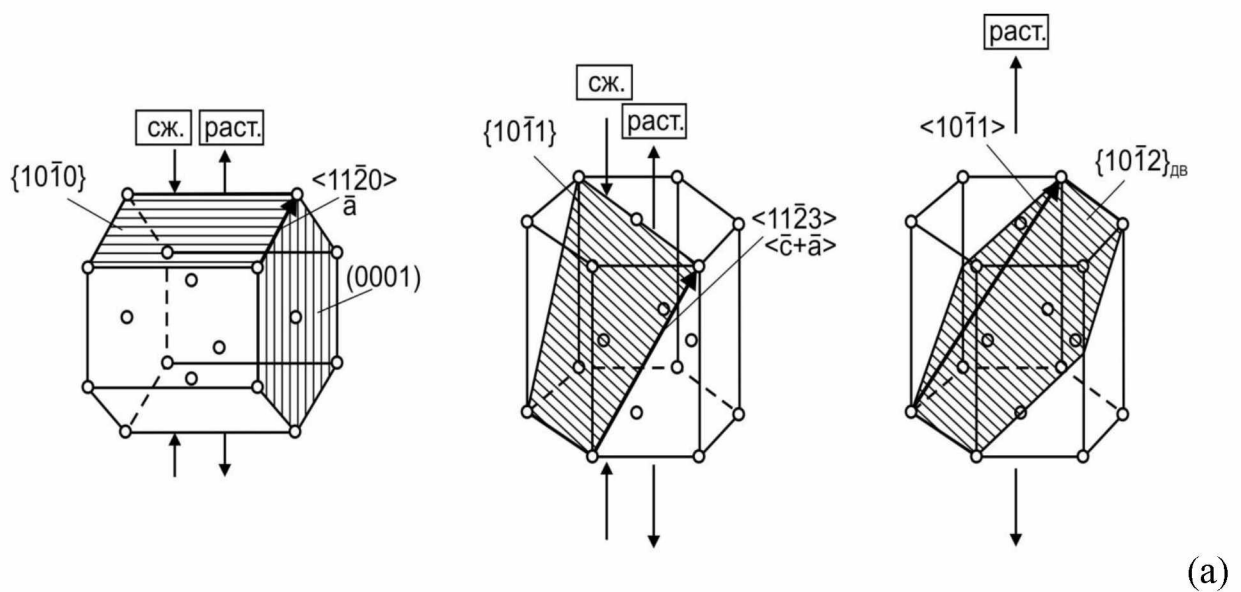
1.3. Механизм деформации, текстура и анизотропия свойств сплавов магния [11,12]

1.3.1. Механизм деформации магниевых сплавов

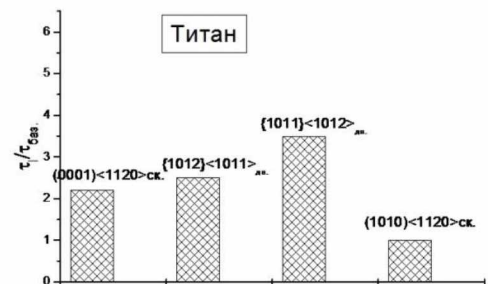
Пластическое течение в ГПУ кристаллах осуществляется скольжением в базисной (0001), призматических $\{10\bar{1}0\}$ и пирамидальных $\{10\bar{1}1\}$ плоскостях в плотноупакованном направлении $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, а также в направлении $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ в плоскостях $\{10\bar{1}1\}$ или $\{11\bar{2}2\}$. Кроме скольжения в деформации участвуют не менее семи типов двойникования, два из которых показаны на рис.1.5. [17, 72]

Напряжения, необходимое для преодоления потенциального барьера, связанного с энергией несовпадения - напряжения Пайерлса, минимальны

для систем скольжения с минимальными векторами Бюргера и в плоскостях с максимальным расстоянием между соседними плоскостями. С учетом зигзагообразности всех кроме базисной плоскостей ГПУ решетки этот критерий дает для $c/a > 1,63$ преимущественную базисную плоскость скольжения, а для $c/a < 1,63$ - призматическую. Наличие базисного скольжения в качестве преимущественной системы для металлов с осевым отношением $c/a < 1,63$, таких как Mg, ($c/a=1,624$) и Be ($c/a=1,568$) связывают с их более низкими значениями энергии дефекта упаковки в базисной плоскости по сравнению с призматической.



(б)



(в)

Рис.1.5. Механизмы деформации магниевых и титановых сплавов (а) и соотношение между КПНС систем сдвига в магнии (б) и титане (в)

Активность двойникования в ГП металлах обусловлена тем, что системы скольжения в плотноупакованном направлении не дают компоненты ϵ_{33} в направлении оси "с". Двойниковые системы в силу полярности сдвига могут давать только $\epsilon_{33} > 0$ или $\epsilon_{33} < 0$, в том случае, если может действовать лишь одна система. Для ГП металлов эта система $\{10\bar{1}2\}$, которая дает $\epsilon_{33} < 0$ для Zn и Cd и $\epsilon_{33} > 0$ для остальных ГП металлов. Лишь скольжение в неплотнупакованном $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ направлении дает все пять независимых систем сдвига, однако эта система активизируется при очень высоких критических напряжениях сдвига и действует как аккомодационная. Ориентационная зависимость прочности кристаллов магния принципиально отличается от аналогичной зависимости для сплавов на основе титана (рис. 1.5 б, в). Основное различие состоит в том, что в магнии наиболее легкой системой сдвига является базисное скольжение, а в титане - призматическое. Поэтому в магнии самой прочной является ориентировка, лежащая в плоскости базиса, а в Ti - близкая к оси "С".

При расчетах анизотропии прочностных свойств использовали расчетные значения факторов Закса (M) для базисного скольжения [73], которыми более удобно пользоваться при интерпретации анизотропии прочностных свойств, поскольку прочность обратно пропорциональна фактору Шмида (Ф), но пропорциональна фактору Закса (M):

$$\sigma_T = \tau_k / \Phi = \tau_k M \quad (1.6)$$

Где: σ_T – напряжение текучести; τ_k – критическое приведенное напряжение сдвига (КПНС).

Усреднение производили по Ф для всех ориентировок ($n = hki\bar{l}$) на обратных полюсных фигурах для осевого (ОН) и поперечного (ПН) направлений прутков с учетом полюсной плотности рефлексов ($P_{hki\bar{l}}$), а затем определяли среднюю величину \bar{M} как обратную среднему значению $\bar{\Phi}$:

$$\bar{M}_{OH(ПН)} = 1/\bar{\Phi}_{OH(ПН)}; \quad \bar{\Phi}_{OH(ПН)} = \frac{1}{n} \sum_n (P_{hkil}^{OH(ПН)} \Phi_{hkil}^{bas.}) \quad (1.7)$$

Анизотропию образцов сплавов оценивали двумя параметрами: коэффициентом «текстурной» анизотропии (КТА, $K_a^T = \bar{M}_{OH}/\bar{M}_{ПН}$) и коэффициентом «прочностной» анизотропии (КПА, $K_a^\sigma = \sigma_{OH}/\sigma_{ПН}$). Первый коэффициент анизотропии отражает интенсивность текстуры, а второй реальную анизотропию прочностных свойств, которая кроме текстуры зависит от относительных значения критических приведенных напряжений сдвига для действующих систем скольжения и двойникования. Коэффициент «прочностной» анизотропии всегда меньше, чем коэффициент «текстурной» анизотропии.

В работе [74] рассмотрены способы оценки факторов Закса для действующих систем сдвига с учетом текстуры, поскольку коэффициент анизотропии конкретного полуфабриката, например прутка, сводится к оценке отношения усредненных по всем ориентациям факторов Закса в осевом и поперечном направлений этого прутка. При этом коэффициент «текстурной» анизотропии это отношение факторов Закса только для базисного скольжения, а коэффициент «прочностной» анизотропии – это отношение измеренных пределов текучести, которое можно оценивать на основе отношения факторов Закса для реально действующих систем сдвига, которые кроме базисного скольжения включают системы двойникования $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ и $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$, первая из которых действует только при растяжении вдоль оси «с» или сжатии вдоль «а» и характеризуется меньшими значениями напряжений сдвига по сравнению с $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$, которая действует при растяжении вдоль оси «а» или сжатии вдоль «с».

рис.1.7.

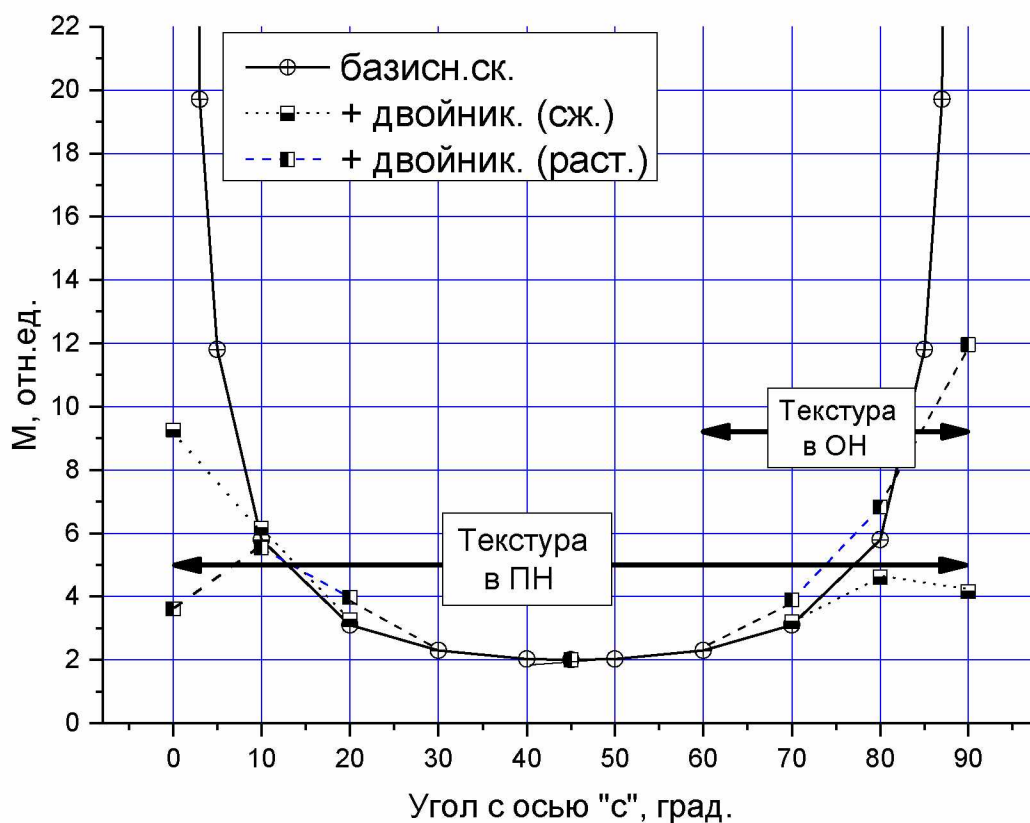


Рис.1.7. Ориентационные зависимости факторов Закса, рассчитанные для базисного скольжения и для реальных механизмов деформации, в том числе систем двойникования, действующих при деформации сжатием и растяжением: стрелками обозначены угловые интервалы основных ориентировок для магниевых прессованных прутков в осевом (ОН) и поперечном (ПН) направлениях [74].

Для направлений «с» и «а» факторы Закса для базисного скольжения стремятся к бесконечности. Поскольку текстура прессованных прутков призматическая, то при растяжении вдоль оси прутков действует двойникование $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$, поэтому прочность выше, чем при сжатии, когда действует двойникование $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ (рис.1.7). Хотя критическое напряжение сдвига для двойникования существенно выше, чем для базисного скольжения, однако когда направление оси нагружения

приближается к 90^0 от оси «с» фактор Закса для двойникования становятся ниже, чем для базисного скольжения (рис.1.7). Поэтому коэффициент текстурной анизотропии, который рассчитывается из факторов Закса для базисного скольжения выше, чем коэффициент прочностной анизотропии, который вычисляется из реальных значений прочности в осевом и поперечном направлениях и определяется действием двойниковых системах, имеющих более низкие значения факторов Закса (рис.1.7). Поперечное направление прутка характеризуется практически бестекстурным состоянием и поэтому имеет низкий предел текучести как при растяжении, так и при сжатии. Таким образом, максимальную прочность магниевый прутки имеет при растяжении вдоль своей оси, далее идет сжатие в этом направлении и минимальную прочность показывают испытания на растяжение и сжатие в поперечном направлении (рис.1.7). При этом коэффициент текстурной анизотропии всегда выше, чем коэффициент прочностной анизотропии и это различие усиливается с увеличением интенсивности призматической текстуры.

Тем не менее, для количественной оценки интенсивности текстуры удобно пользоваться вычислением среднего фактора Закса для базисного скольжения, поскольку его величина однозначно характеризует текстуру. Аналогичную роль играет коэффициент Кернса, который широко используется для циркониевых и титановых изделий [38, 41] и который не применим к магниевым сплавам.

Таким образом, роль каждого коэффициента анизотропии определена. Коэффициент текстурной анизотропии (является характеристикой типа и интенсивности текстуры, который может легко оцениваться из текстурных данных, не требует изготовления специальных образцов и проведения механических испытаний, притом, что испытания на растяжение в поперечном направлении прутков небольших сечений практически не осуществимы. Тем не менее, реальную анизотропию можно определить

только из соответствующих механических испытаний, т.е. с помощью КПА. В этой связи приобретает актуальность поиск корреляции между КТА и КПА, которая позволит оценивать коэффициент прочностной анизотропии на основании измеренных значений коэффициента текстурной анизотропии.

Одной из главных причин ограниченного применения деформированных магниевых сплавов является выраженная анизотропия механических свойств, обусловленная формированием в них специфической кристаллографической текстуры. Это приводит к низкой пластичности и технологичности деформированных полуфабрикатов, а также к проблемам обеспечения работоспособности анизотропных изделий в условиях сложнапряженного состояния [11, 12, 75-77]. Легирование литием кроме существенного снижения плотности, которая достигает $1,3 \text{ г/см}^3$ (магний - $1,74 \text{ г/см}^3$), приводит также к формированию твердого раствора с ОЦК решеткой, что снижает анизотропию свойств магниевых сплавов и тем самым повышает их пластичность и технологичность [78-83]. Снижение прочностных характеристик сплавов с литием может быть скомпенсировано дополнительным легированием Al и Zn, а также PЗМ [84-86], которые помимо этого повышают сопротивление ползучести при повышенных температурах, измельчают микроструктуру и дополнительно снижают анизотропию за счет растекстурирования гексагональной фазы. При этом наиболее сложной проблемой остается выявление оптимального соотношения между легирующими элементами, обеспечивающими необходимый комплекс свойств.

Помимо легирования PЗМ [87-95] одним из эффективных способов повышения прочностных свойств магниевых сплавов является использование высоких скоростей охлаждения при кристаллизации, в частности, гранульной металлургии для получения заготовок для последующей обработки давлением [96]. Известно [97], что для магниевых сплавов измельчение зерна снижает активность двойникования и тем самым оказывает больший эффект на

деформационное поведение сплавов по сравнению с другими металлами, для которых роль двойникования менее существенна, чем для магния.

В обзоре [98] отмечено, что с помощью рационального легирования можно получить предел прочности до 500 МПа (сплав Mg–8Gd–5Y–2Zn–0.6Mn), однако высокопрочные сплавы содержат дорогостоящие РЗМ и для получения сравнительно дешевых высокопрочных сплавов необходим поиск новых решений, включающих оптимизацию таких структурных параметров как размер зерна, плотность упрочняющих выделений и кристаллографическая текстура.

Для всех магниевых сплавов оптимизация состава невозможна без количественной оценки вклада текстурного фактора. Текстура является одной из наиболее важных структурных характеристик магниевых сплавов, поскольку определяет уровень анизотропии механических свойств и технологичность при операциях глубокой вытяжки листов [99, 100]. Для пресованных профилей важнейшей проблемой является пониженная прочность на сжатие в направлении вытяжки, а также низкая прочность в поперечном направлении. В отличие от остальных конструкционных материалов магниевым сплавам присуща очень опасная для конструкционного материала особенность, а именно, очень высокая, иногда превышающая двукратную анизотропия прочностных свойств в сочетании с такой текстурой деформированных полуфабрикатов, при которой максимальная прочность точно совпадает с направлениями испытания. Для экструдированных прутков это осевое направление, а для листа это любое направление в его плоскости. Поэтому даже небольшое уменьшение интенсивности текстуры приводит к существенному снижению прочности в направлении испытания, что дезориентирует разработчика сплава.

1.3.2 Текстура и анизотропия механических свойств магниевых полуфабрикатов

На рис. 1.8 приведены результаты исследования анизотропии механических свойств экструдированных прутков из сплава системы Mg-Al – Zn (МА5) [73]. Согласованный характер вариаций пределов текучести в осевом и поперечном направлениях (рис. 1.8а) для экструдированных, состаренных, закаленных и состаренных после закалки образцов свидетельствуют о том, что прутки имеют одинаковую выраженную призматическую текстуру, которая и определяет анизотропию пределов текучести. В то же время отчетливо видно, что структурное состояние сплава оказывает сильное влияние на показатели пределов прочности (рис. 1.8б), поскольку их вариации уже не носят согласованного характера, при этом показатели анизотропии сильно отличаются для разных структурных состояний. Эти результаты показывают, что для магниевых сплавов поиск корреляций анизотропии свойств с текстурой следует ограничить пределами текучести.

Для сплава МА5 пределы текучести на растяжение в осевом направлении почти не отличаются для экструдированного и закаленного состояний (рис. 1.8). Это же относится и к пределам прочности. При этом пределы текучести на сжатие в осевом и поперечном направлениях, а также пределы текучести на растяжение в поперечном направлении экструдированного сплава существенно выше, чем в состоянии после закалки (рис. 1.8).

Следует отметить, что для предела прочности в поперечном направлении ситуация прямо противоположная, прочность в закаленном состоянии превышает прочность экструдированного материала. Объясняется такое поведение сплава его деформационной нестабильностью, когда при деформации происходит распад пересыщенного твердого раствора алюминия в магнии с выделением β -фазы ($Al_{12}Mg_{17}$).

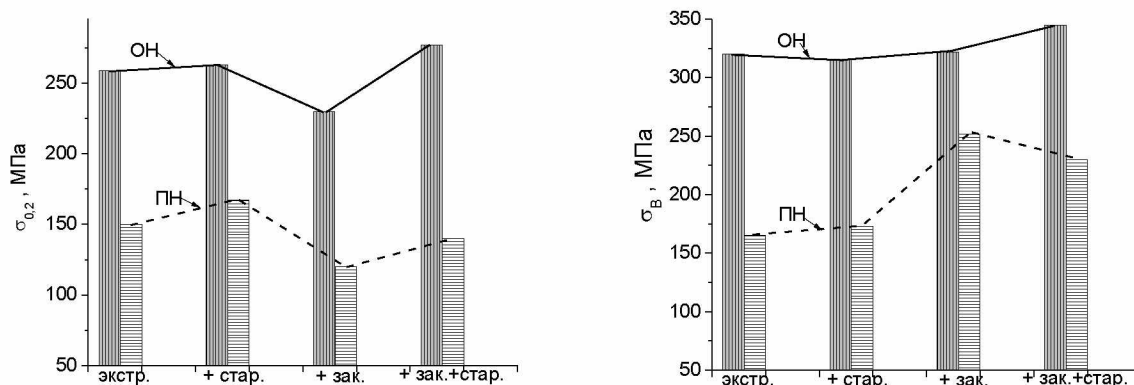


Рис. 1.8. Значения пределов текучести (а) и прочности (б) при испытаниях на растяжение в осевом направлении (ОН) и поперечном направлении (ПН) экструдированных прутков диаметром 80 мм из сплава МА5 после деформации (экстр.) и последующих термообработок [73].

В [101] исследовали механические свойства и текстуру экструдированных прутков диаметром 90-180 мм из сплавов (в массовых %) МА5 (Mg-8,5Al-1,2Zn-0,4Mn), МА21 (Mg-7,5Li-4,8Al-3,5Cd-1,5Zn-0,1Mn-0,1Ce), сплав с иттрием Mg-7,7Y и сплав Mg-Y-Ce, На рис. 14 и 15 показаны значения пределов прочности и текучести при растяжении и пределов текучести на сжатие в осевом (ОН) и поперечном (ПН) направлениях прутков магниевых сплавов различных систем легирования.

По типу анизотропии все сплавы можно разделить на три группы. В первую входит сплав МА5 (рис. 1.9), а также чистый магний и остальные сплавы, не содержащие РЗМ и лития, для которых пределы текучести в осевом направлении значительно выше, чем в поперечном. При этом для пределов прочности эта разница значительно меньше. Для этих сплавов также характерно существенное превышение пределов текучести на растяжение в осевом направлении по сравнению со сжатием (рис. 1.9). Во вторую группу входят сплавы с иттрием, представленные сплавом Mg-7,7Y

(рис.1.9), для которых характерно значительное превышение пределов текучести и прочности на растяжение в осевом направлении по сравнению с поперечным. При этом, пределы текучести на растяжение и сжатие не отличаются. Это является следствием того, что в этих сплавах из-за упорядочения твердого раствора отсутствует растягивающее $\{10\bar{1}2\} < 10\bar{1}1 >$ двойникование, которое ответственно за снижение прочности при сжатии в осевом направлении прутков. Для сплавов, легированных церием и литием (третья группа) анизотропия прочностных свойств практически отсутствует (рис.1,10).

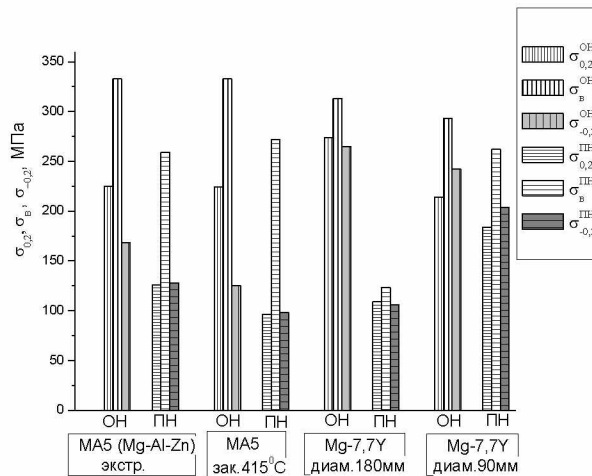


Рис.1.9 Анизотропия механических свойств сплавов Mg-Al-Zn и Mg-7,7Y [101]

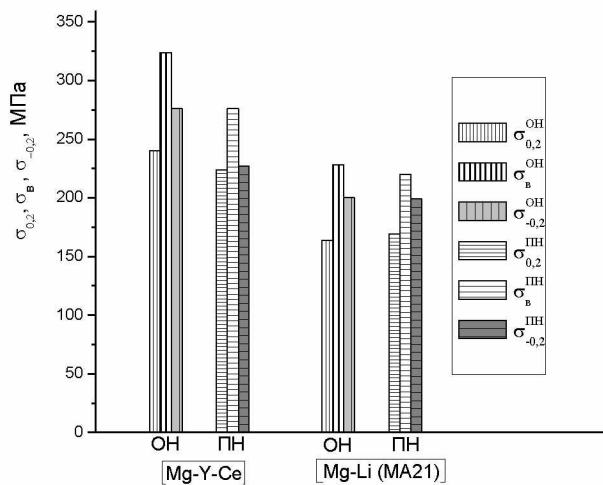


Рис.1.10. Анизотропия механических свойств сплавов Mg-Y-Ce и Mg-Li [101]

Исходя из полученных результатов в [101] показано, что корреляции между коэффициентами прочностной и текстурной анизотропий следует искать для пределов текучести. На рис.1.11 приведены значения отношений пределов текучести в осевом и поперечном направлениях прутков сплавов MA5, Mg-7,7Y, MA21 и Mg-Y-Ce в зависимости от КТА (отношения факторов Закса для базисного скольжения в этих направлениях). Текстуры прутков различаются своей интенсивностью, которая в терминах коэффициентов «текстурной» анизотропии варьируется в пределах, $K_a^T = 1,6 \div 5,5$. Соотношение «прочностной» и «текстурной» анизотропии для пределов текучести на растяжение (рис.1.11) для исследованных сплавов описывается линейной зависимостью:

$$K_a^\sigma = 0,34K_a^T + 0,59$$

Эту зависимость можно использовать для оценки анизотропии пределов текучести магниевых сплавов на основании текстурных данных. Для других прочностных характеристик (предел прочности на растяжение и предел текучести на сжатие) соотношение между «прочностными» и «текстурными» коэффициентами анизотропии имеет сложный характер, что свидетельствует о том, что наряду с текстурой для указанных характеристик важную роль играет структурный фактор.

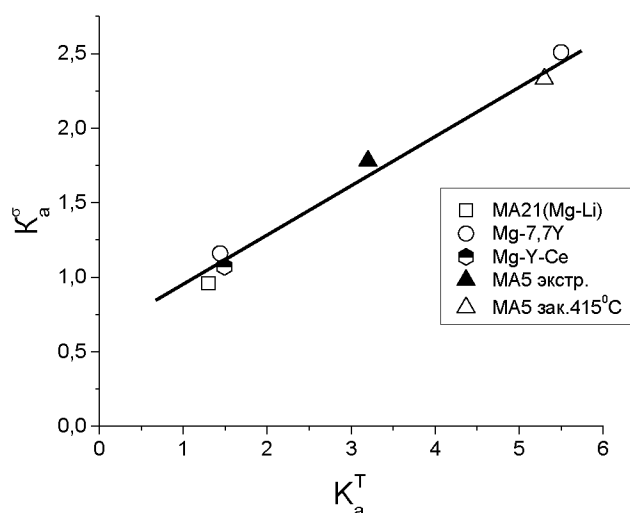


Рис.1.11. Соотношение между коэффициентами анизотропии для магниевых сплавов

1.3.3. Текстура и анизотропия магниевых сплавов, полученных методами гранульной металлургии

В работах [74, 102] исследовали влияние гранульной технологии на формирование кристаллографической текстуры и анизотропии механических свойств в процессе экструзии прутков и труб из сплавов MA14 и MA2-1. Гранулы получали распылением расплавов центробежным методом в среде жидкого азота и газообразного гелия. Для сравнения использовался слитковый вариант получения сплавов. Для количественной оценки вклада текстуры полуфабрикатов из магниевых сплавов в анизотропию прочностных свойств использовали коэффициенты «текстурной» (K_a^T) и «прочностной» анизотропии (K_a^σ). Прессованные полуфабрикаты характеризуются аксиальной призматической, при этом интенсивность призматической текстуры в прутках из слитка существенно выше, чем для прутков из гранул. Текстура в ПН для всех прутков имеет невыраженный характер и близка к бестекстурному состоянию. В табл.1.1

приведены результаты испытаний на сжатие и растяжение прутков из гранул и слитка, а также соответствующие параметры анизотропии.

Таблица 1.1. Прочность и коэффициенты анизотропии экструдированных прутков сплавов МА14 и МА2-1, полученных из гранул и слитков

Сплав,	метод получения	Охл. среда	$e=\ln(S_0/S)$	K_a^T	K_a^σ	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_{-0,2}$	$\sigma_{0,2}/\sigma_{-0,2}$
МА14	Гранулы	азот	2,5	1,39	1,89	280	-	-
МА14	Гранулы	азот	3,8	1,28	1,53	284	246	1,15
МА14	Гранулы	азот	5,6	1,87	1,32	321	268	1,20
МА14	Гранулы	гелий	5,6	1,04	1,15	287	239	1,20
МА2-1	Гранулы	азот	3,8	1,26	1,38	233	168	1,39
МА14,	Слиток	-	0	1	0,98	302	162	1,86
МА2-1	Слиток	-	5,6	5,5	2,34	234	114	2,05

Полуфабрикаты, полученные из гранул демонстрируют необычное поведение, когда коэффициенты прочностной анизотропии (K_a^σ) выше, чем коэффициенты текстурной анизотропии (K_a^T). Как было показано выше для компактных материалов это соотношение обычно имеет противоположный характер. Во-вторых, показатели прочности на сжатие для прутков из гранул существенно выше, чем для прутков из слитка.

Для полуфабрикатов из слитка предел текучести на растяжение более чем вдвое превышает предел текучести на сжатие. Это объясняется тем, что при сжатии в ОН действуют более «легкие» чем при растяжении системы двойникования. Для изделий из гранул эта разница значительно меньше. Эти результаты показывают, что для прутков из гранул прочностная анизотропия

свойств включает в себя помимо текстурной анизотропии, обусловленной более благоприятной ориентацией для легкого базисного скольжения в ПН по сравнению НП также и анизотропию, обусловленную слабым сцеплением между гранулами, которая проявляется прежде всего в поперечном направлении с большей долей границ раздела между гранулами. На рис.1.12 параметры анизотропии (K_a^σ и K_a^T), полученные на прутках из гранул, нанесены на соответствующую зависимость (рис.1.11), которая была получена для прутков из слитков. Для прутков из гранул, наблюдаются существенные отклонения значений коэффициентов анизотропии от прямолинейной зависимости, при этом степень отклонения от прямой уменьшается с увеличением степени деформации и соответствующим увеличением прочности границ раздела и величины предела текучести в поперечном направлении.

Для прессованных заготовок из магниевых сплавов одним из самых негативных проявлений анизотропии является низкая прочность на сжатие в долевом направлении изделий по сравнению с прочностью на растяжение. Так для прессованного профиля с обжатием $\epsilon=5,6$ из сплава МА2-1 (рис.1.13) предел текучести в осевом направлении при испытании на растяжение более чем вдвое превышает аналогичный показатель при испытании на сжатие. При этом у такого же полуфабриката из гранул прочность на сжатие значительно выше, чем для изделия из слитка. Так для сплава МА2-1 предел текучести на сжатие для прутка из слитка составляет 114 МПа, в то время как для прутка из гранул эта величина равна 168 МПа, а для гранулированного сплава МА14 достигает 268 МПа (рис.1.13), что является очень высоким показателем для предела текучести на сжатие магниевых сплавов.

Главной причиной уменьшения анизотропии полученных из гранул изделий является снижение интенсивности призматической текстуры по сравнению с изделиями, полученными из слитка. Это различие отражает

разница в коэффициентах текстурной анизотропии, которая для прутков из гранул не превышает 1,87, а для изделия из слитка >5 .

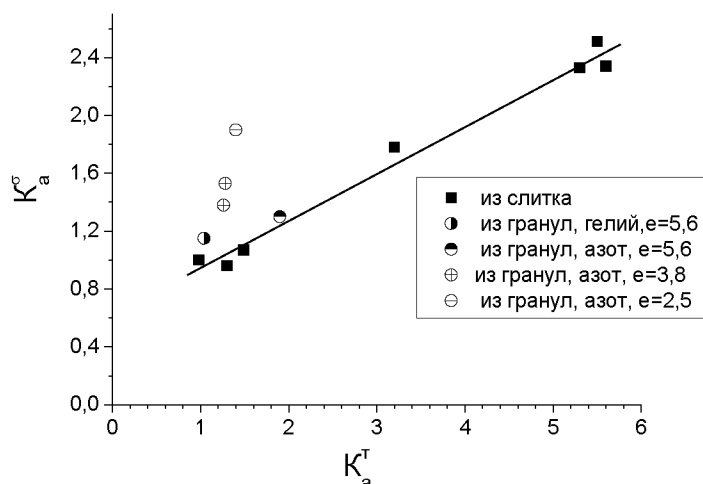


Рис.1.12. Соотношение между коэффициентами анизотропии экструдированных прутков из магниевых сплавов, полученных из слитка и из гранул [102]

Снижение интенсивности текстуры полуфабрикатов в случае использования гранульной технологии обусловлено тем, что помимо однородной, сдвиговой деформации, ответственной за текстурообразование кристаллитов, часть энергии деформации затрачивается на процессы консолидации гранул, происходящих в поверхностных слоях неоднородно и не дающих вклада в текстуру. В результате при одинаковой степени деформации полуфабрикаты, полученные из гранул имеют менее выраженную текстуру по сравнению с аналогичными изделиями из слитка.

Однако, если бы увеличение прочности на сжатие было связано только с ослаблением текстуры, т.е. с уменьшением доли призматических ориентировок и увеличением базисных, то одновременно с этим должна была бы снижаться прочность на растяжение, которая как раз максимальна для призматических ориентировок. В нашем случае (рис.1.13) предел текучести на растяжение для МА2-1 не меньше, а для МА14 даже выше для

полуфабрикатов из гранул по сравнению с изделиями из слитка. Этот эффект можно объяснить только тем, что при быстром охлаждении гранул образуется более пересыщенный легирующими элементами твердый раствор по сравнению со слитком, что способствует выделению дисперсных интерметаллидов при последующей их деформации, что и приводит к упрочнению сплава.

Это упрочнение одинаково относится к свойствам на растяжение и на сжатие. Однако в случае испытания на растяжение упрочнение от выделения частиц компенсируется за счет эффекта относительного текстурного разупрочнения гранульной заготовки по сравнению с изделиями из слитка, обусловленного более низкой интенсивностью призматической текстуры полуфабрикатов из гранул. При испытании на сжатие, когда для призматических ориентировок активно «легкое» двойникование (рис. 1.1) эффект текстурного разупрочнения при ослаблении призматической текстуры в полуфабрикатах из гранул практически отсутствует. В результате эффект упрочнения за счет гранулирования при испытании на сжатие существенно выше, чем при растяжении, поскольку в этом случае упрочняющий эффект от выделения частиц из пересыщенного твердого раствора не компенсируется эффектом текстурного разупрочнения как это происходит при испытании на растяжение.

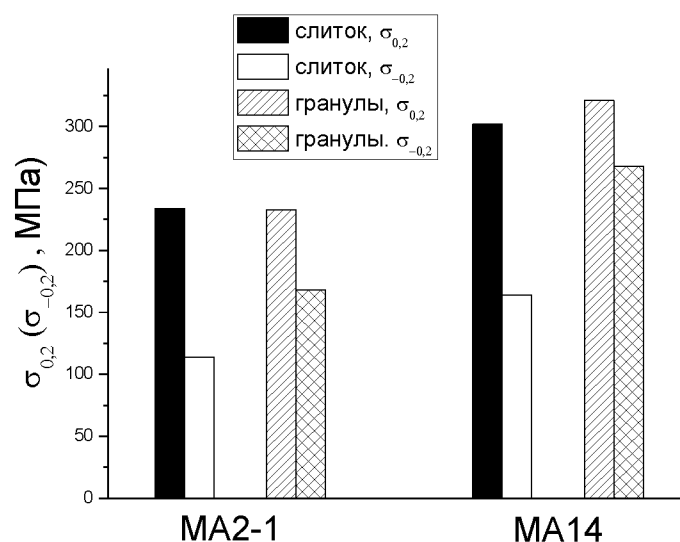


Рис. 1.13. Пределы текучести на растяжение и сжатие экструдированных прутков, полученных из слитка и гранул

Тот факт, что упрочняющий эффект исходных гранул наследуется изделием, прошедшим значительную деформационную обработку при повышенных температурах является неожиданным, но реальным результатом.

Полученные результаты демонстрируют важные закономерности присущие магниевым сплавам. Во-первых, их механические свойства практически невозможно интерпретировать, а тем более прогнозировать без информации о текстуре и действующих механизмах деформации и, во-вторых, легирование может изменять как текстуру, так и механизм деформации. Как правило, легирование в пределах твердого раствора может менять механизм деформации, но не изменяет текстуру. Выделение интерметаллидных фаз не меняет тип текстуры, а может снижать ее интенсивность вплоть до бестекстурного состояния.

1.4 Структура и коррозионная стойкость магниевых сплавов

Одной из главных проблем применения магниевых сплавов является их низкая коррозионная стойкость, на которую могут существенно влиять состав

и структурное состояние материала. Известно также, что магний и его сплавы характеризуются значительной анизотропией механических свойств, обусловленной особенностями механизма деформации и текстурой: в частности, интенсивной базисной в листовых полуфабрикатах и интенсивной призматической в экструдированных прутках [112, 113]. По этим причинам влиянию структурного состояния и кристаллографической текстуры на характеристики коррозии магниевых сплавов уделяется большое внимание [114-119].

В работе [114] установлено, что скорость коррозии образцов из экструдированного сплава Mg-4Zn с близкими к базису ориентациями ниже, чем образцов, в которых доминируют призматические ориентировки. Аналогичные результаты получены для магниевых сплавов с алюминием AZ31B(Mg-3Al-1Zn) [115-118], а также для сплавов с литием – Mg-1Li-3Al-1Zn и Mg-5Li-3Al-1Zn [119]. При этом сплав Mg-8Li показал противоположный результат [120]: у образцов с базисной ориентировкой отмечена самая высокая скорость коррозии. Возможно, это связано с наличием ОЦК-фазы β -Li (она присутствует в сплавах, содержащих более 5,5 мас.% Li).

Аномальное поведение сплавов с литием, возможно, связаны с тем, что литий является единственным элементом, который не только дает ОЦК-фазу, но и существенно изменяет анизотропию гексагональной α -фазы, что проявляется в снижении отношения гексагональных осей c/a . В работе [121] проведены расчеты поверхностных энергий для плоскостей (0001), $\{10\bar{1}0\}$ и $\{11\bar{2}0\}$ магния, которые составили $1,54 \cdot 10^4$, $3,04 \cdot 10^4$ и $2,99 \cdot 10^4$ Дж·моль⁻¹ соответственно. При этом показано, что анизотропия поверхностной энергии ГПУ-металлов связана с отношением постоянных решетки (c/a). Поэтому для сплавов с литием, для которых характерно снижение анизотропии пластического течения по сравнению со всеми магниевыми сплавами, следует ожидать близких значений поверхностных энергий для базисных и призматических плоскостей.

Повышенное сопротивление коррозии поверхностей экструдированных профилей из сплава Mg–3Al–1Zn с доминированием призматических плоскостей $\{10\bar{1}0\}$ и $\{11\bar{2}0\}$ по сравнению с поверхностями, в которых кроме призматических присутствуют также базисные ориентировки, в работе [122] объяснено образование гальванических пар между зернами различных ориентаций, в том числе между сдвойникованными и несдвойникованными областями.

Известны способы повышения стойкости магниевых сплавов к коррозии путем импульсного лазерного воздействия. При этом в работе [123] показано, что наилучшая устойчивость сплава MA5 (Mg–Al–Zn–Mn) к растворению в физиологическом 0,9%-ном растворе NaCl достигается только при условии предварительного формирования однородной ультрамелкозернистой (1 мкм) структуры. В работе [124] положительное влияние мелкозернистой структуры на снижение скорости коррозии установлено для горячекатаных листов из двойных сплавов Mg–X (X = Gd, Ca, Al, Mn, Sn, Sr, Nd, La, Ce, Zr или Si), кроме Mg_{0,1}Zr и Mg_{0,3}Si. Однако в этом случае вероятно и влияние выраженной базисной текстуры прокатки, для которой характерна минимальная разориентировка зерен и которая может снижать скорость коррозии из-за анизотропии поверхностной энергии.

В работе [125] рассмотрены вопросы корреляции между результатами измерения скорости коррозии магниевых сплавов различными методами, по потере веса (P_W), по количеству выделяющегося водорода (P_H), с помощью Тафелевской экстраполяции поляризационных кривых, из которых оценивают (P_i), а также с помощью спектроскопии электрохимического импеданса ($P_{i,EIS}$). Показано, что измерения скорости коррозии для Mg-сплавов электрохимическими методами, как правило, ниже, чем установившаяся скорость коррозии, измеренная по потере веса, часто на несколько порядков (рис.1.14). Существует только два сплава Mg, а именно Mg-1,5 Sr и Mg-4Y-3Nd, в которых скорость коррозии, измеренная по потере массы, меньше, чем у высокочистого Mg. Для остальных сплавов скорость коррозии значительно

выше. Таким образом, P_i и $P_{i,EIS}$ занижают стационарные скорости коррозии для сплавов Mg в хлоридных растворах, измеренные по P_H и P_W . Пониженную скорость коррозии, измеренные электрохимическими методами объясняют тем, что эти измерения осуществляют сразу после погружения в раствор, когда скорость коррозии значительно ниже, чем на установившейся стадии. Необходимо отметить, что существует хорошее согласие между P_H и P_W .

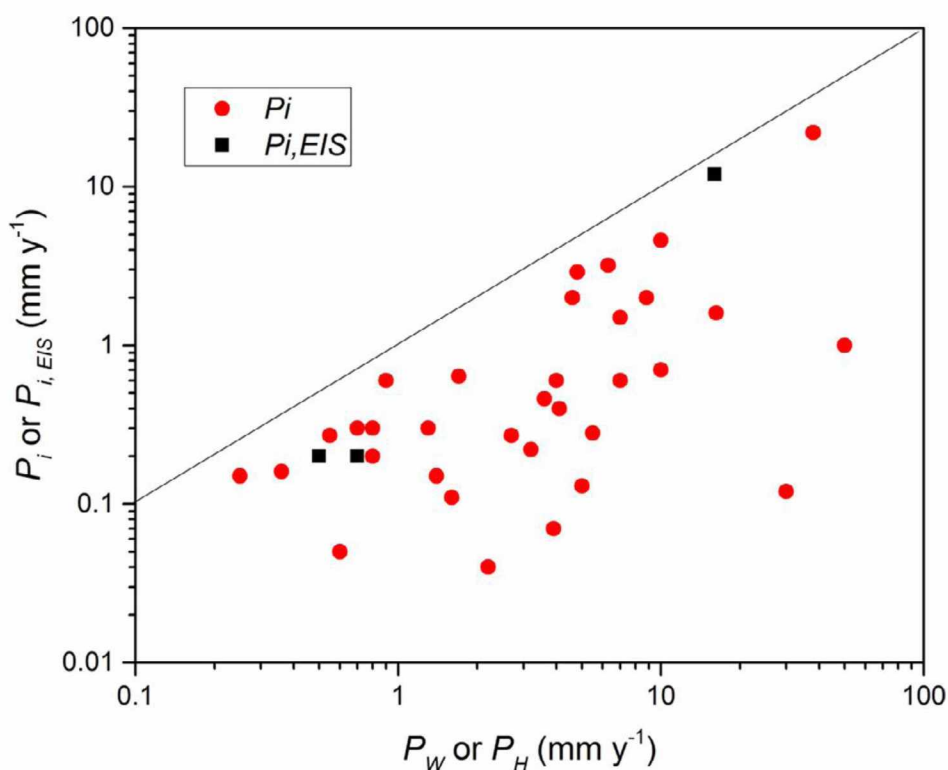


Рис. 1.14. Значения скорости коррозии, измеренные электрохимическими методами (P_i или $P_{i,EIS}$) в зависимости от скорости коррозии, измеренной по выделившемуся водороду, P_H или потери массы, P_W .

В обзоре [126] рассмотрены различные аспекты коррозионного поведения магниевых сплавов, в том числе вопросы, связанные с влиянием легирования. Показано, что практически все легирующие элементы увеличивают скорость коррозии (рис.1). Особенно строгие ограничения касаются ряда переходных металлов, таких как Cu, Co, Ni, Mo и Cr. Пределы допуска Fe ~ 170 ppm, 1000 ppm для Cu и 5 ppm для Ni. Рис. 1.15 показывает, что большое количество элементов обладает способностью резко увеличивать скорость коррозии Mg, включая Sr, Ca, Zr и редкоземельные элементы.

Показано, что Al, Zn и Mn умеренно влияют на коррозию Mg. Видно, что однозначно снижают скорость коррозии Mg, только As и Ge.

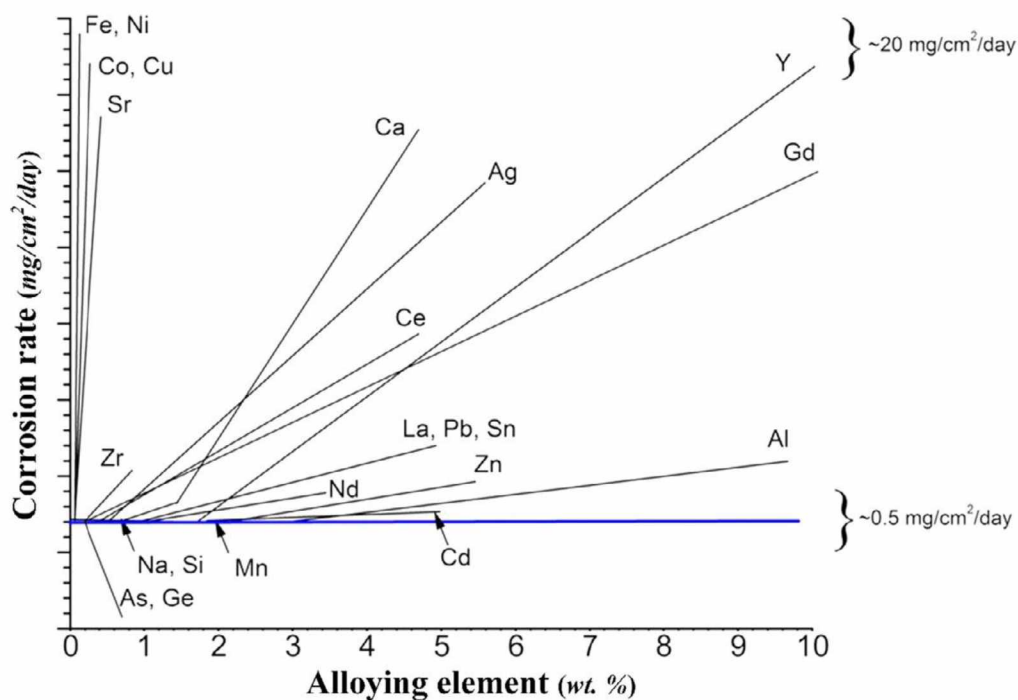


Рис. 1.15. Эффект легирования в случае двойных Mg-сплавов в NaCl электролитах

Возможно, самым большим вкладом в защиту от коррозии Mg и его сплавов на сегодняшний день является добавление Mn в сплавы Mg-Al. На сегодняшний день сплавы Mg-Al представляют собой подавляющее большинство промышленных сплавов Mg. Когда Mn добавляется к сплавам Mg, содержащим Al, примесь Fe изолируется за счет образования интерметаллического соединения с Al и Mn - $Al_xMn_yFe_z$, стехиометрия которого зависит от состава, что резко снижает скорость коррозии. Этот эффект графически представлен на рис. 1.15, демонстрирующий так называемый «Mn-эффект».

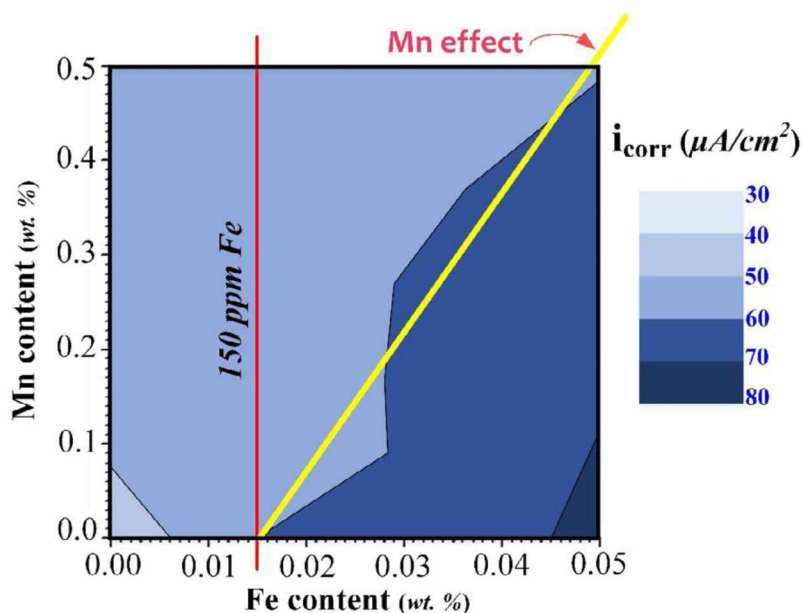


Рис. 1.16. Диаграмма изменения плотности тока коррозии в 0,1 М NaCl в зависимости от содержания Fe и Mn.

Одной из наиболее определяющих характеристик Mg-сплавов в отношении их электрохимических характеристик является то, что из-за ограниченной растворимости большинства элементов в кристаллическом Mg реализуются минимальные изменения потенциала коррозии (E_{corr}) Mg-сплавов (рис.1.17). Это можно было ожидать на основании того, что Mg является слабополяризуемым. Из-за очень низкого тафелевского наклона анодной реакции большие вариации в химическом составе оказывают лишь минимальное влияние на E_{corr} . Рис. 1.17 также показывает диапазон потенциалов, который реализуется для Mg, содержащего интерметаллические частицы, и металлические стекла на основе Mg. К последним относятся композиции, обладающие стеклообразующей способностью (системы Mg-Ca-Zn или Mg-Cu-Y. Было показано, что они подвержены растворению со скоростью коррозии не выше, чем у кристаллических сплавов Mg.

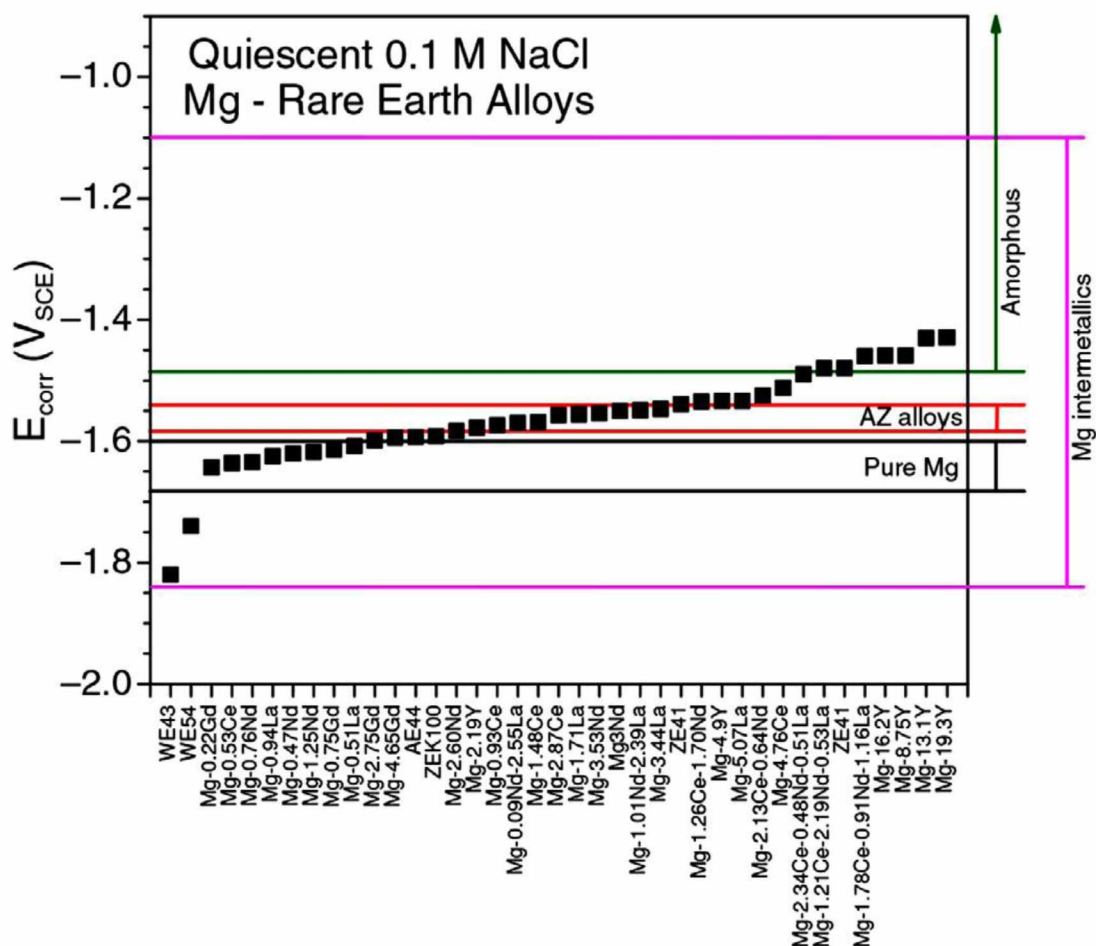


Рис. 1.17. Значения потенциалов коррозии сплавов содержащих редкоземельные элементы и Mg (E_{corr}), измеренные в 0,1 M NaCl

На рис. 1.18 приведены электрохимические характеристики интерметаллических фаз, которые обычно образуются в сплавах Mg. Показано, что все исследованные интерметаллиды - за исключением Mg_2Ca - обладают более высоким потенциалом коррозии, чем чистый Mg. Таким образом, интерметаллические частицы в Mg-сплавах будут номинально служить локальными катодами. Способность каждого интерметаллида поддерживать катодную реакцию варьируется в зависимости от их состава.

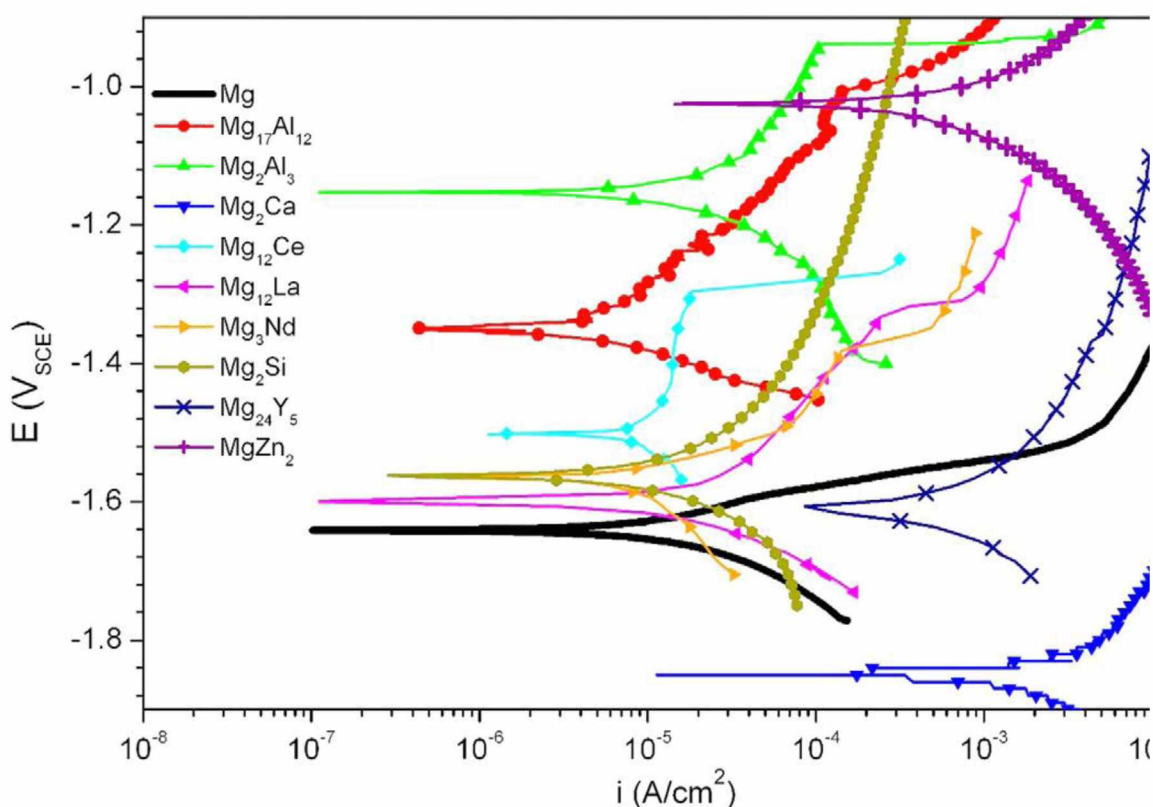


Рис. 1.18. Потенциодинамические поляризационные кривые для интерметаллической фазы, присутствующей в системах Mg-сплавов

Уникальной особенностью Mg-сплавов, отличающую их от всех других сплавов это то, что в зависимости от состава сплава скорость коррозии может варьироваться на несколько порядков. Собранные для разных сплавов данные (1.18) демонстрируют разброс скоростей коррозии на 3 порядка.

Потенциодинамические поляризационные измерения дают информацию о скоростях анодных и катодных реакций для данного сплава. На рис. 1.19 показаны типичные поляризационные кривые, полученные для чистого Mg и ряда двойных сплавов Mg. Из рис. 1.19 видно, что во всех случаях легирующие добавки (<1 мас.%) приводили к увеличению $E_{\text{сог}}$ и перемещению катодной ветви кривая поляризации вправо - одновременно с повышенной катодной кинетикой.

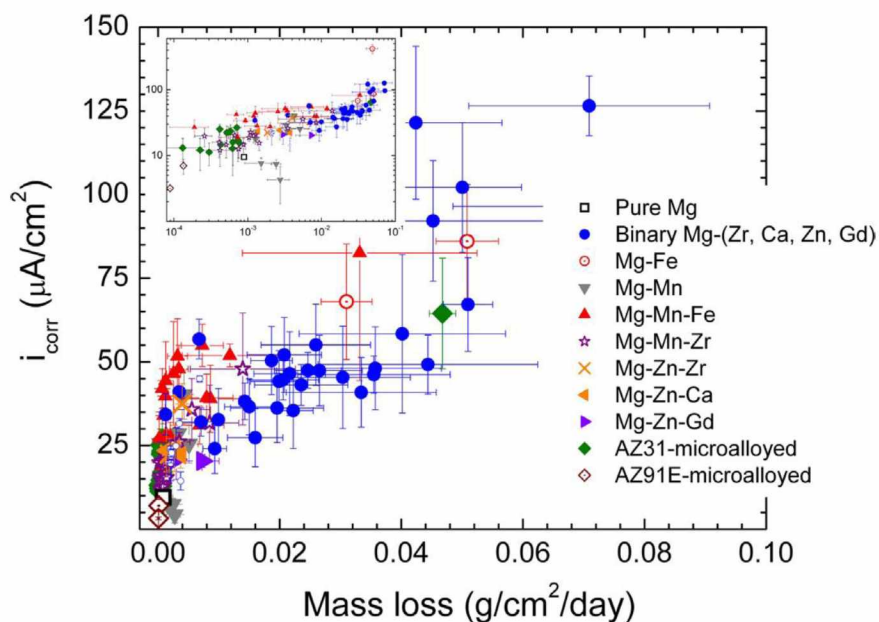


Рис. 1.18. Диаграмма плотности тока коррозии (i_{corr}) и скорости потери массы (потеря массы определена при выдержке в течение 1 дня в 0,1 М NaCl) сплавов магния

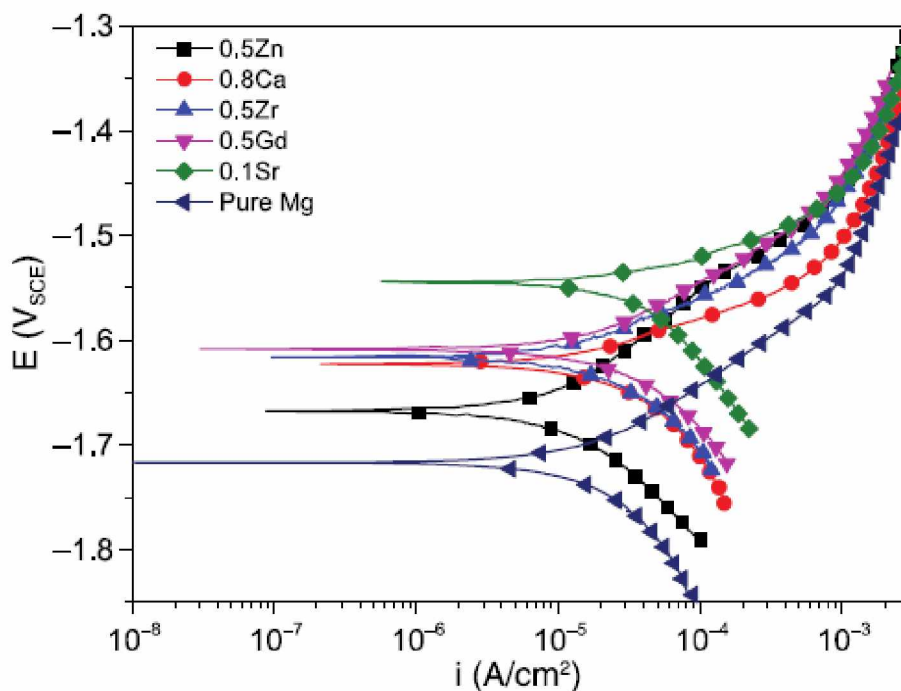


Рис. 1.19. Типичные потенциодинамические поляризационные кривые для гомогенизированных (т.е. термически обработанных и закаленных на раствор) бинарных Mg-сплавов, испытанных в 0,1 М NaCl при 25 °С.

На рис. 1.20 представлена обобщенная схема влияния легирования на коррозию Mg. Это влияние оказывается на анодную или катодную реакции, а количественный эффект отражается положением данного элемента на соответствующей стрелке. Рис. 1.20 показывает, что большое количество легирующих добавок усиливает катодную кинетику. Это приводит к усилению коррозии. Этот механизм увеличения скорости коррозии (катодная активация) в сплавах Mg в настоящее время считается отличительным признаком коррозии Mg. Рис.1.20 также показывает, что большое количество элементов может активировать анодную реакцию. В случаях, когда легирующий элемент способен подавлять анодную кинетику, тогда это номинально компенсируется или заменяется сопутствующим увеличением катодной кинетики, так что скорости коррозии либо аналогичны, либо слегка увеличиваются при легировании. Примеры в этой категории включают Al, Zn и Mn.

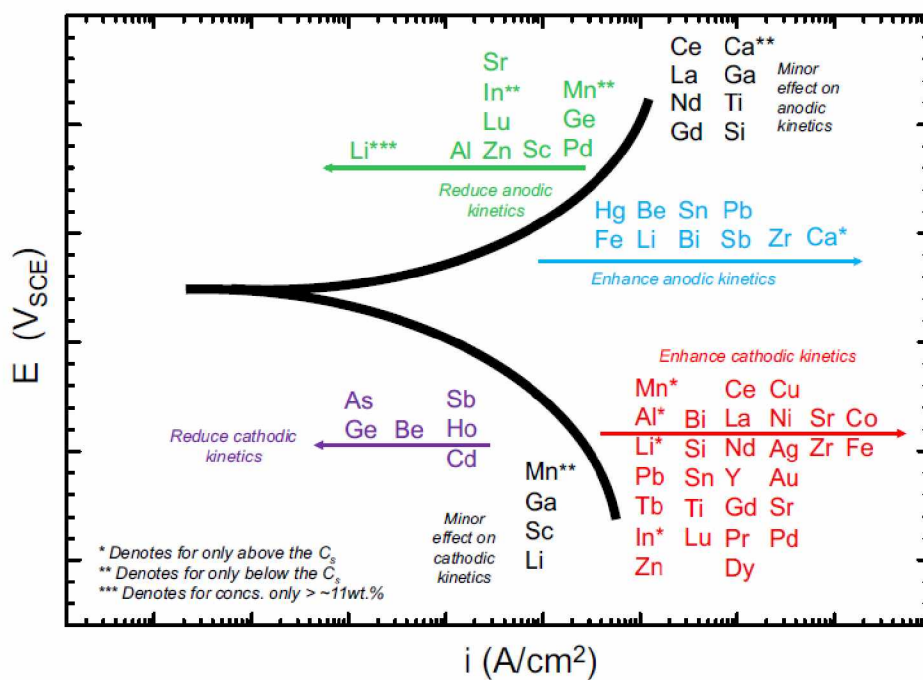


Рис. 1.20. Схематическое изображение электрохимического воздействия легирующих элементов в Mg. На схеме изображена способность легирующих добавок изменять анодную или катодную кинетику (или и то, и другое).

Существует одно исключение – добавление > 11 мас.% Li существенно ограничивает кинетику анодного растворения (рис. 1.21 а) [127]. В случае высоких содержаний Li кристаллическая структура Mg меняется от ГПУ к ОЦК. Ограничение анодной кинетики объясняется динамическим образованием поверхностной пленки, богатой карбонатом лития Li_2CO_3 , которая была идентифицирована с помощью фотоэлектронной спектроскопии (рис. 1.21 с) [128].

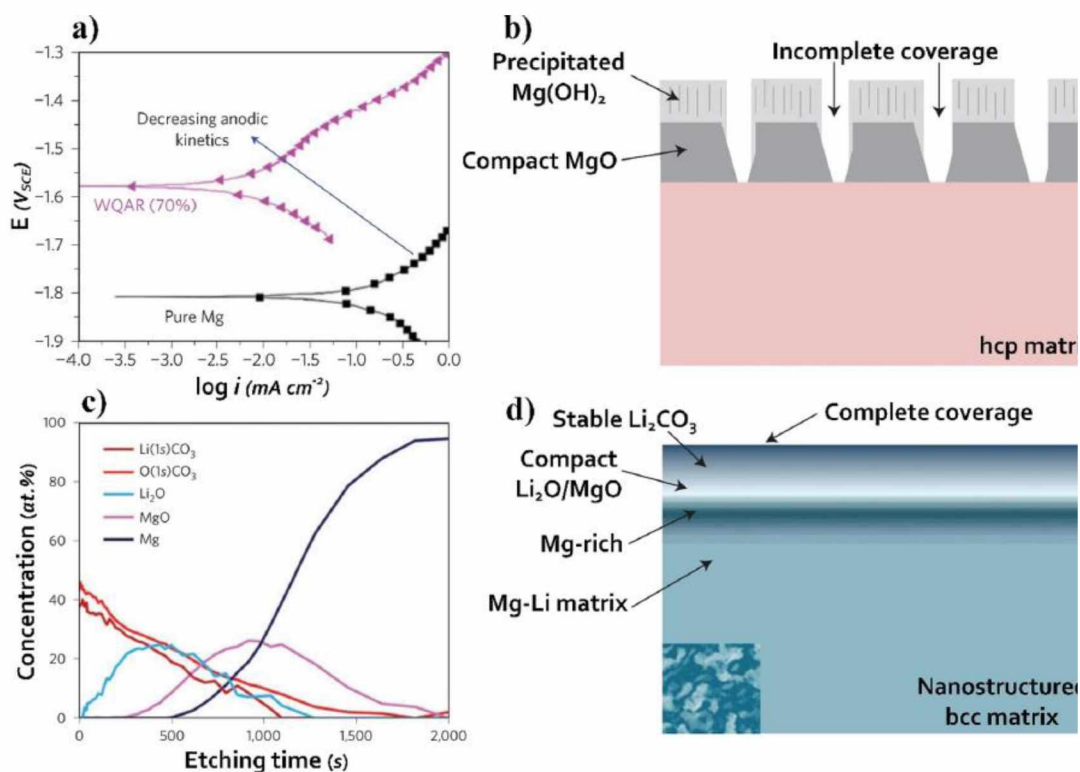


Рис. 1.21. Схема, объясняющая повышенную коррозионную стойкость сплава Mg-Li. (а) Потенциодинамическая поляризационная кривая для чистого Mg и сплава Mg-11Li после погружения в 0,1 М NaCl, (б) схема разрывов в поверхностной пленке для обычного ГПУ Mg, (с) профиль XPS по глубине сплава Mg-Li; (д) полное покрытие более толстой поверхностной пленкой на растворенном наноструктурированном ОЦК сплаве Mg – Li.

В работе [129] исследовали влияние длиннопериодных, упорядоченных фаз (LPSO) и выделений вторичных фаз после старения на коррозионное поведение магниевого сплава Mg – 6Gd – 2Y – 1Zn – 0.3Zr. Показано, что в исходном, деформированном состоянии сплав содержал максимальное

количество LPSO, которое снижалось в результате старения при 225⁰С, 4 и 12 час. Минимальную скорость коррозии в 0,1М NaCl наблюдали после 4 час. старения, когда сплав содержал минимальное количество LPSO и вторичных фаз. В работе [130] биорезорбируемый сплав Mg-ZKQX6000 (Mg – 6Zn – 0.6Zr – 0.4Ag – 0.2Ca (мас. %)) подвергался интенсивной пластической деформации посредством равноканального углового прессования (РКУП) при температурах от 200 ° С до 125 ° С. Скорость коррозии оценивалась по потере массы, выделению водорода, EIS и $i_{\text{кор}}$. Все методы показали примерно двухкратное увеличение прочности и скорости коррозии сплава в результате обработки ИПД.

Существует множество исследований, в которых сообщается о характеристиках сплавов Mg, в которых с помощью специальной обработки были достигнуты определенные размеры зерна, текстуры или просто сильный наклеп. Обработка сплава (например, экструзия и прокатка) может повлиять на распределение легирующих элементов, произвести изменения в интерметаллидных частицах или изменить текстуру. Однако, скорость коррозии, реализуемая в различных сплавах Mg, варьируется на много порядков. Что касается влияния обработки сплава на коррозию, то следует указать, что общее изменение скорости коррозии, возникающее в результате изменения химического состава сплава, является гораздо более существенным по сравнению с любым видом технологической обработки. В [131] показано, что химические эффекты преобладают над воздействием обработки на коррозионные свойства.

Глава 2. Материалы и методы исследования

2.1. Материалы исследования

В качестве материала для исследования анизотропии механических свойств выбраны прутки диаметром 20 мм из сплавов МА2-1 (Mg–4,3Al–1Zn–0,4Mn) и МА14 (Mg–5,5Zn–0,8Zr), а также прутки диаметром 25 мм из сплава Mg–5,5Li–3Al. Полуфабрикаты были получены экструзией при температурах 300–350 °С. Для исследования коррозионных свойств кроме 20 мм прутков из сплава МА2-1 использовали также прессованные профили прямоугольного сечения размером 20×90 мм из сплава МА14, а также фольги толщиной 0,05 – 0,5 мм, полученные холодной прокаткой из листового подката толщиной 2 мм.

Для сравнительной оценки точности определения параметров текстуры и анизотропии свойств из ОПФ с 17 и 20 рефлексами, соответствующими экспериментальным ОПФ, и из ОПФ с произвольным количеством экспериментальных точек использовали два модельных текстурированных поликристалла с ГПУ решеткой, обладающих базисной и призматической текстурами, которые соответствуют типичным компонентам текстуры катаных листов и прессованных прутков. При этом значения полюсной плотности для каждого рефлекса определяли из следующих соотношений:

$$\text{для базисной текстуры} \quad P_{\gamma}^{\text{баз}} = 20(1 + 5\gamma^{1,5})^{-2};$$

$$\text{для призматической текстуры} \quad P_{\gamma}^{\text{призм}} = 20(1 + 5(0,5\pi - \gamma^{1,5}))^{-2}.$$

2.2. Методы исследования

Механические испытания проводились на универсальной разрывной машине TIRAtest 2300 (ГОСТ 28840 1497-84). Образцы для испытаний на растяжение соответствовали ГОСТ 1497–84, а на сжатие – ГОСТ 25.503–97. Исследование коррозионной стойкости проводили потенциодинамическим методом в 0,9%-ном водном растворе NaCl в условиях естественной аэрации. Для исследований использовали потенциостат ПИ-50-1.1 в комплекте с программатором ПР-8, трехэлектродную электрохимическую ячейку,

вспомогательный электрод из платиновой проволоки и хлорсеребряный электрод в качестве электрода сравнения. Потенциодинамические поляризационные кривые (ППК) были получены при скорости развертки потенциала 0,2 мВ/с.

Рентгеноструктурный анализ проводили с помощью дифрактометра ДРОН-7 в фильтрованном $\text{CuK}\alpha$ -излучении. Текстуры определяли с помощью обратных полюсных фигур (ОПФ) съемкой спектров в интервале углов дифракции $2\Theta=25-150^\circ$, для чего использовали образцы, вырезанные из нормальных осевому и поперечному направлениям (ОН и ПН соответственно) сечений прутков, а из листов – в направлении нормали к плоскости прокатки (НН), направлении прокатки (НП) и поперечном направлении (ПН). Вычисление нормированных значений полюсной плотности (P_i'') для рефлекса (hkl) в направлении u полуфабриката осуществляли с учетом неравномерности расположения рефлексов на сфере проекций:

$$P_i'' = \frac{I_i'' / R_i}{\sum_{i=1}^{17} (A_i I_i'' / R_i)}, \quad (2.1)$$

Методика определения состава твердого раствора и количества интерметаллидной фазы $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ для сплавов Mg-Al основана на измерении периодов решетки твердого раствора и известной зависимости этих периодов решетки от состава [101]. Для двойных сплавов количество интерметаллидной фазы и состав твердого раствора однозначно связаны с параметрами решетки. Тогда в соответствии с законом Vegard для твердого раствора алюминия в магнии:

$$a_\alpha = a_{\text{Mg}} + \left(\frac{\Delta a}{\Delta X} \right)_{\text{Al}} X_\alpha \quad (2.2)$$

$\left(\frac{\Delta a}{\Delta X}\right)_{Al} = 0,367 \cdot 10^{-2} \text{ \AA/мас.}\%$; - изменение параметра решетки «а» на 1

массовый процент Al ; X_{α} - массовый процент алюминия в твердом растворе (α -фазе).

Соотношение фаз в двухфазной области ($Mg_{17}Al_{12}$) двойного сплава может быть определено из уравнений баланса химического и фазового составов:

$$X_{\alpha}^{Al} W_{\alpha} + X_{\beta}^{Al} W_{\beta} = 100 X_0^{Al} \quad (2.3)$$

$$W_{\alpha} + W_{\beta} = 100$$

где: W_{α} - масс. % α -фазы; W_{β} - масс. % β -фазы; X_{α}^{Al} - массовый % Al в α -фазе; $X_{\beta}^{Al} = 43,93\%$ - массовый % Al в β -фазе (следует из стехиометрии интерметаллида $Mg_{17}Al_{12}$); X_0^{Al} - массовый % Al в сплаве.

На рис.2.1 приведены результаты расчетов количества β -фазы (W_{β}) из (2.2) для сплава МА5 с 9,1 ат.% Al в зависимости от величины параметра решетки «а». Такие зависимости можно построить для любого сплава системы Mg-Al, которые смещаются в сторону больших значений β -фазы при увеличении количества алюминия в сплаве. Информация о количественном соотношении фаз в сплавах позволяет надежно контролировать состояние сплавов после деформации и термообработки. Кроме того, зная фазовый состав можно рассчитывать объемные и линейные изменения размеров, сопровождающие термообработку.

Удельный объем, V_{α} , однофазного твердого раствора на основе магния может быть рассчитан следующим образом:

$$V_{\alpha} = \frac{N_A a_{\alpha}^2 c_{\alpha} \sqrt{3}}{2 A_{\alpha} n} \quad (2.4)$$

Где: N_A —число Авогадро $6,022 \times 10^{23}$ (моль⁻¹); a_α и c_α —параметры решетки твердого раствора Mg при 25°C (см); n —число атомов на элементарную ячейку =2.

В соответствии с правилом смесей удельный объем сплава Mg-Al рассчитывается из соотношения:

$$V_{\text{сплава}} = \frac{W_\alpha V_\alpha + W_\beta V_\beta}{100} \quad (2.5)$$

Где: W_α и V_α массовый % и удельный объем α -твердого раствора соответственно; W_β и V_β — массовый % и удельный объем β -фазы соответственно. Согласно PDF#73-1148 плотность β -фазы ($\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$) составляет 2,088 г/см³, что соответствует удельному объему $V_\beta=0,4789$ см³/г.

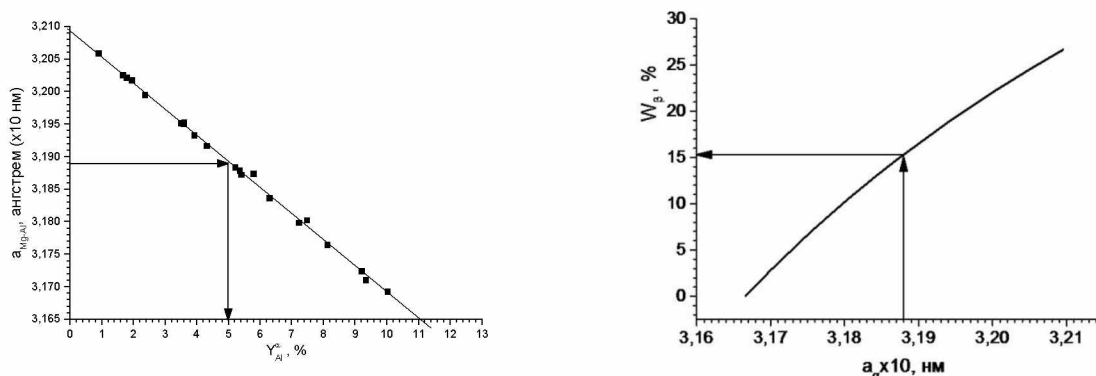


Рис.2.1. Схема определения состава твердого раствора (Y_{Al}^α) –(а) и количества β -фазы ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$) – (б) для сплава Mg-9,1 ат.%Al.

Глава 3. Разработка методики вычисления и оценка точности расчетов анизотропии свойств ГПУ сплавов из ОПФ [123].

В настоящей главе уточнены параметры нормировки по Моррису для ОПФ сплавов с ГПУ решеткой и анализируется точность расчета анизотропии модулей Юнга, коэффициентов Кернса и ТКЛР на основе различных вариантов нормировки полюсной плотности и усреднения свойств на ОПФ. Обычно для ГПУ сплавов используют 17 рефлексов, которые были рассчитаны применительно к титану, для которого в медном излучении на рентгенограмме присутствует 17 независимых рефлексов, для Mg и Zr с большими периодами решетки присутствует уже 20 рефлексов. Поэтому мы сопоставляли точность усреднения свойств применительно к 17 и 20 рефлексам.

В первом случае использовали обычную нормировку, в которой все рефлексы имеют одинаковый весовой множитель (ОПФ17 и ОПФ20). Коэффициент Кернса (f), модуль Юнга (E) и КТР (α) также оценивали суммированием с учетом только текстурных коэффициентов, но без учета неравномерности распределения экспериментальных рефлексов по сфере проекций.

$$f_n(E_n, \alpha_n) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i f_i(E_i, \alpha_i) \quad (3.1)$$

Где: n – число рефлексов (17 или 20)

Величину модуля Юнга в работе определяли с использованием коэффициентов упругой податливости (S_{ij}) только для Ti, поскольку он обладает более высокой упругой анизотропией по сравнению с Mg и Zr и соответственно наибольшей чувствительностью к точности оценки модуля Юнга для текстурированного поликристалла. КТР рассчитывали с использованием монокристалльных констант для Zr.

$$f_i = \cos^2 \gamma_i \quad \alpha_i = \alpha_a + \cos^2 \gamma_i (\alpha_c - \alpha_a) \quad (3.2)$$

Где: γ – угол между нормалью к плоскости ($i=hkl$) и осью c кристаллической решетки; $\alpha_c = 7,65 \cdot 10^{-6}$ и $\alpha_a = 5,16 \cdot 10^{-6}$ град⁻¹ – константы ТКЛР для Zr

$$E_i = \left[S_{11} - \cos^2 \gamma (2S_{11} - 2S_{13} - S_{44}) - \cos^4 \gamma (S_{11} + S_{33} - 2S_{13} - S_{44}) \right]^{-1} \quad (3.3)$$

Где: $S_{11}, S_{12}, S_{33}, S_{44}$ – константы упругой податливости, значения которых для Ti, Zr и Mg приведены в табл.3.1.

Табл.3.1. Значения констант упругой податливости (S_{ij}) для Ti, Zr и Mg

		S_{11}	$-S_{12}$	$-S_{13}$	S_{33}	S_{44}
Металлы	c/a	$\times 10^2 \text{ГПа}^{-1}$				
Ti	1,588	0,96	0,47	0,17	0,70	2,14
Zr	1,5925	1,01	0,40	0,24	0,80	3,12
Mg	1,624	2,21	0,78	0,49	1,99	6,03

Второй способ нормировки и усреднения учитывал неравномерность распределения рефлексов с помощью коэффициентов A_{hkl} (ОПФ17-А и ОПФ20-А):

$$P_i = \frac{I_i / R_i}{\sum_{i=1}^n A_i (I_i / R_i)} ; \quad f_n^A(E_n^A, \alpha_n^A) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n A_i f_i(E_i, \alpha_i)$$

где A_{hkl} – доля площади поверхности стереографического треугольника вокруг нормали (hkl), ограниченной большими кругами, делящими пополам угловые дистанции между соседними нормальями.

Третий способ нормировки и усреднения учитывал неравномерность распределения рефлексов с помощью фактора повторяемости N_{hkl} (ОПФ17-N и ОПФ20-N):

$$P_i = \frac{\sum_{i=1}^n N_i \frac{I_i / R_i}{\sum_{i=1}^n N_i (I_i / R_i)} ; \quad f_n^N(E_n^N, \alpha_n^N) = \frac{\sum_{i=1}^n N_i P_i f_i(E_i, \alpha_i)}{\sum_{i=1}^n N_i}$$

В [15] предложен методический подход к оценке точности определения коэффициентов Кернса на основе данных из ОПФ. Основой этого подхода является аналитическое представление кристаллографической текстуры, что позволяет сравнивать различные варианты измерения этого параметра из

реальных ОПФ, характеризующихся ограниченным количеством экспериментальных рефлексов с результатами моделирования аналогичных текстур при произвольном количестве ориентировок. Такой подход можно использовать также и для оценки точности определения характеристик анизотропии упругих свойств. В этом случае также как и в [15] зависимости полюсной плотности для модельных текстур могут быть представлены в виде:

$$\text{для базисной текстуры } P_{\gamma}^{\text{баз}} = 20(1 + 5\gamma^{1,5})^{-2}; \quad (3.4)$$

$$\text{для призматической текстуры } P_{\gamma}^{\text{призм}} = 20(1 + 5(0,5\pi - \gamma^{1,5}))^{-2}. \quad (3.5)$$

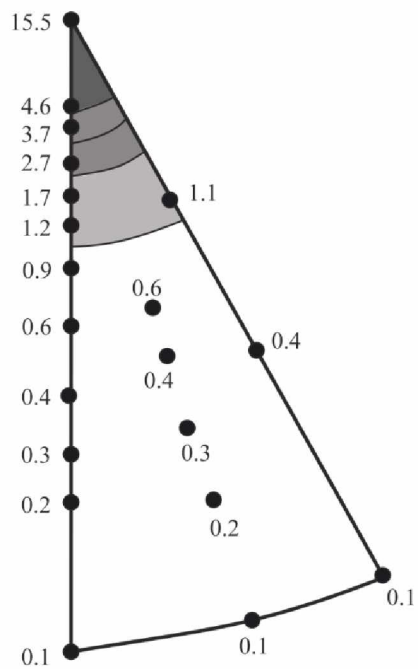
На рис.3.1 показаны ОПФ, соответствующие приведенным соотношениям. Величины модуля Юнга, ТКЛР, также как коэффициент Кернса в соответствии с выражениями (3.2) и (3.3) зависят только от угла γ с осью «с» ГПУ-решетки. Это дает возможность осуществить усреднение по площади стереографического треугольника суммированием «n» трапециевидных секторов (ΔS_i), которые (рис.3.2) ограничены по высоте дугами, разделенными угловым интервалом $\Delta\gamma$, а по ширине – сторонами стереографического треугольника, угловые дистанции между которыми (ρ_i) изменяются от нуля в полюсе сферы проекций до 30° на «экваторе»:

$$\Delta S_i = 0,5\Delta\gamma(\rho_i + \rho_{i-1})$$

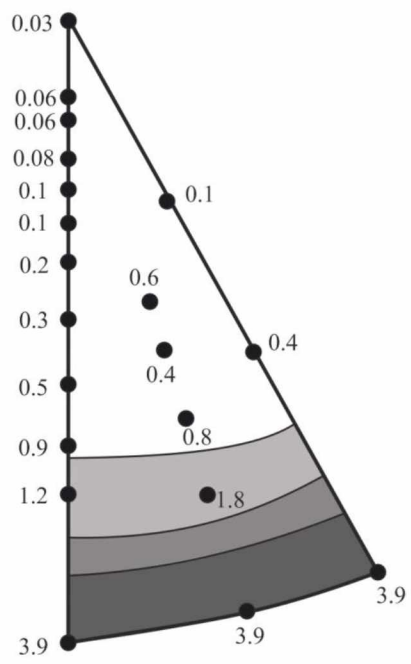
$$\rho_i = \arccos\left(\frac{\sqrt{3}}{2}\sin^2 \gamma_i + \cos^2 \gamma_i\right) \quad (3.6)$$

$$\gamma_i = i\Delta\gamma$$

где индекс i варьируется от 1 до n



(a)



(б)

Рис.3.1. Модельные ОПФ20 с базисной (а) и призматической (б) текстурами, значения полюсных плотностей которых рассчитаны из уравнений (3.4) и (3.5) соответственно

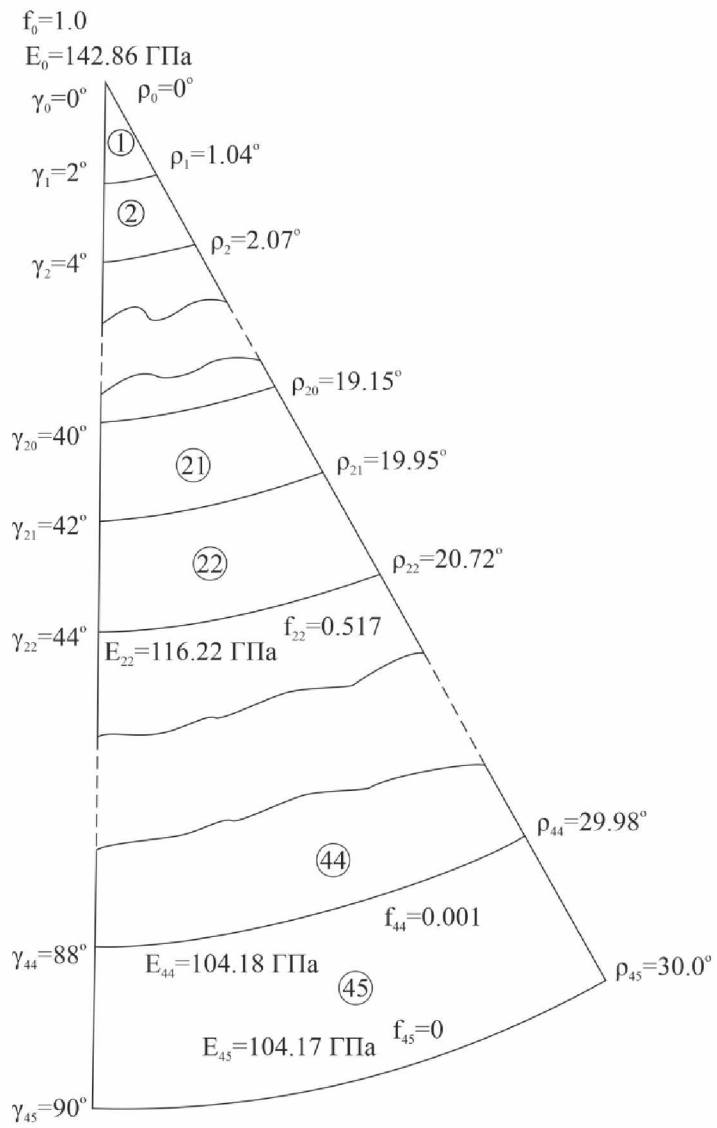


Рис. 3.2. Схема усреднения свойств для угловой дистанции $\Delta\gamma=2^0$ (ОПФ45)

Такая расчетная процедура дает уникальную возможность сопоставить точность оценки текстурных параметров и анизотропии свойств на основе экспериментальных ОПФ с результатами их моделирования с произвольным количеством ориентаций, дающих в пределе величину, которую можно принять за истинное значение параметра анизотропии. Тогда ошибка данного метода усреднения ОПФ будет равна разности между этим истинным значением параметра анизотропии и соответствующей величиной анизотропии, полученной для ОПФ с 17 или 20 рефлексами, соответствующими реальному эксперименту с использованием всех трех способов усреднения по соотношениям (1-10). На рис. 3.2 приведена схема усреднения для случая $n = 45$ и $\Delta\gamma = 2^\circ$ (ОПФ45). Порядок вычисления модулей Юнга, коэффициентов Кернса и ТКЛР из ОПФ для усреднений ОПФ17, ОПФ17-А, ОПФ17-Н, ОПФ18 ($n = 18$ и $\Delta\gamma = 5^\circ$), ОПФ90 ($n = 90$ и $\Delta\gamma = 1^\circ$) и ОПФ180 ($n = 180$ и $\Delta\gamma = 0,5^\circ$) приведены в Приложении.

На рис.3.3 показаны стандартные стереографические треугольники для ГПУ решетки с областями примыкающими к 17 (рис.3.3а) и 20 (рис.3.3б) нормалям к атомным плоскостям, которые соответствуют количеству независимых рефлексов в CuK_α -излучении для Ti (17 рефлексов, рис.3.3а), Mg и Zr (20 рефлексов, рис.3.3б). При вычислении соответствующих площадей A_{hkl} использовали процедуру расчета площади секторов (3.6), используя параметры $n = 180$ и $\Delta\gamma = 0,5^\circ$, что обеспечило более высокую точность вычислений по сравнению с [13], в которой эти площади определяли планиметрированием градусной сетки. Все эти данные приведены в табл. 3.2, где также приведены значения модуля Юнга, коэффициентов Кернса и нормировочные коэффициенты для всех трех вариантов усреднения. В [12] было показано, что усреднение ОПФ17-А дает существенно более точные значения коэффициентов Кернса по сравнению с усреднением ОПФ17, которое не учитывает неравномерности рефлексов на сфере проекций.

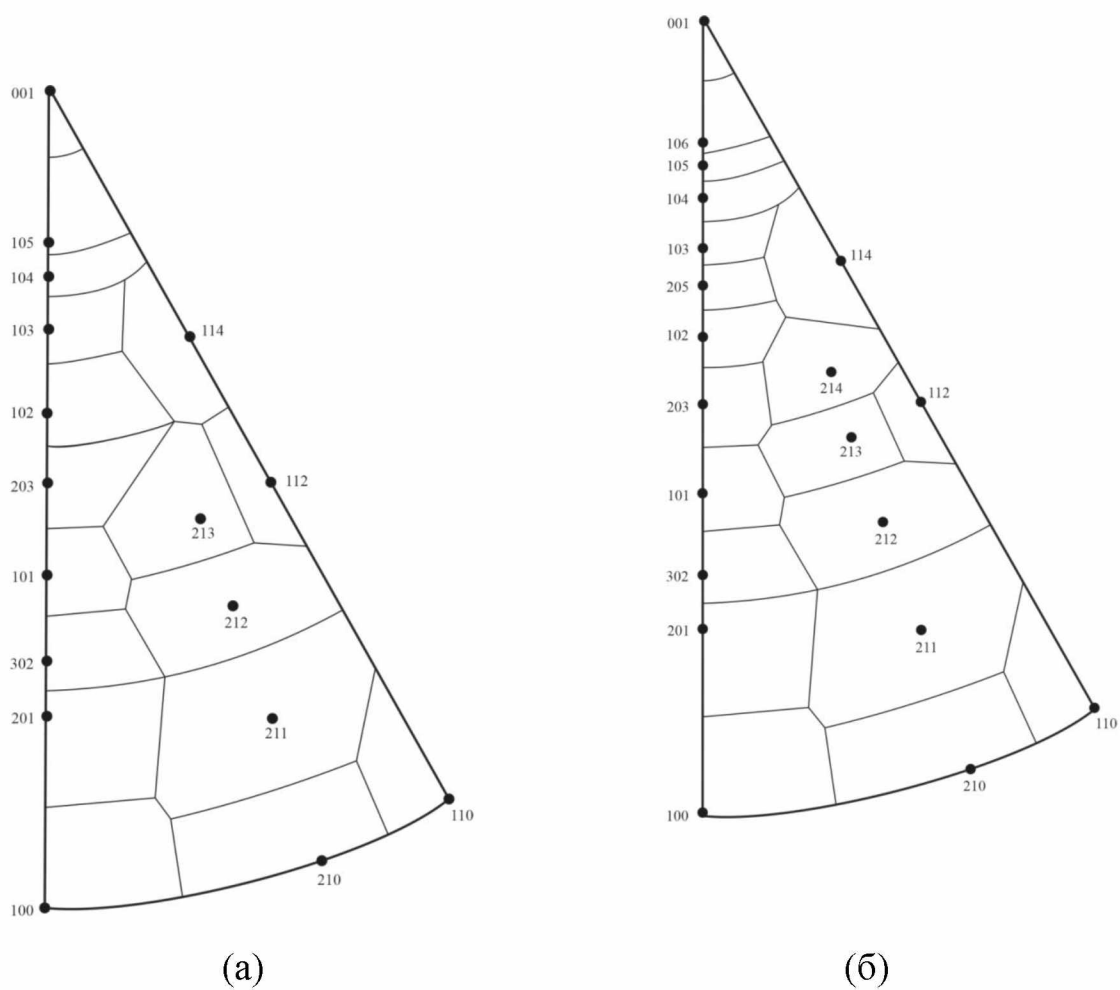


Рис.3.3 Стандартные стереографические треугольники для ГПУ решетки с областями примыкающими к нормалям к атомным плоскостям, соответствующим независимым отражениям в CuK_α -излучении Ti (а - 17 рефлексов), Mg и Zr (б - 20 рефлексов)

На рис.3.4 и 3.5 проведено сопоставление погрешностей в определении коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР в зависимости от способа усреднения и количества экспериментальных точек на ОПФ соответственно для сплавов с базисной и призматической текстурами.

Показано, что при оценке модуля Юнга и ТКЛР для полуфабрикатов с базисной текстурой достаточно 17 рефлексов на ОПФ, чтобы обеспечить погрешность < 1% при использовании усреднения по Моррису и фактору повторяемости, в случае призматической текстуры погрешность <1% обеспечивают все три варианта усреднения, при этом погрешность при усреднении по Моррису минимальна. При оценке коэффициентов Кернса удовлетворительные результаты можно получить только с использованием усреднения по Моррису, при этом можно использовать как 20, так и 17 рефлексов с погрешностью для полуфабрикатов с базисной текстурой < 1%, а с призматической текстурой <6%.

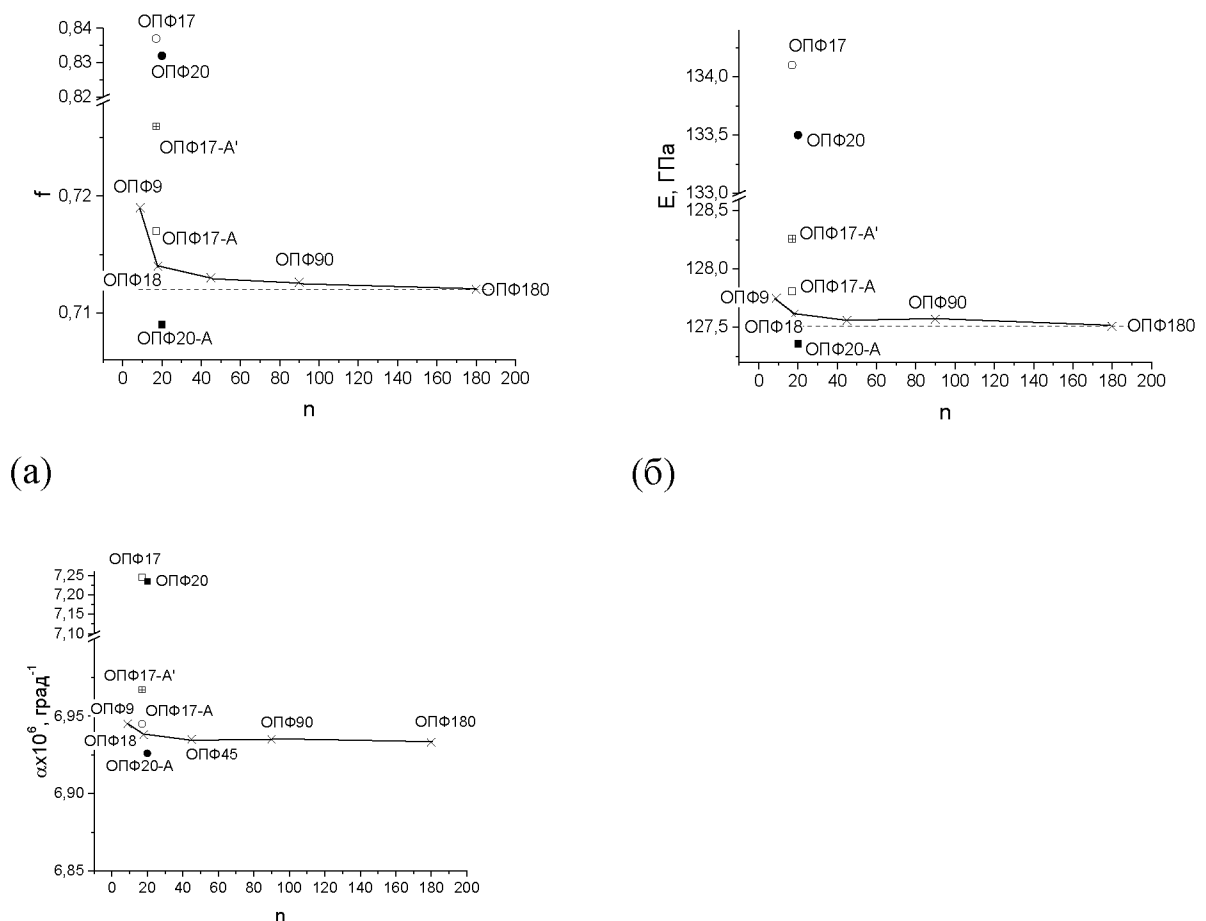
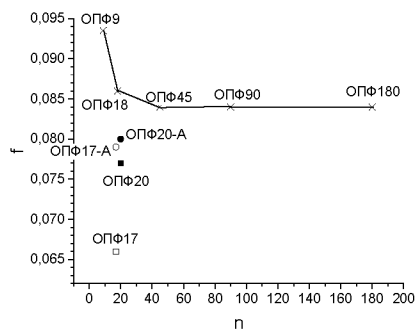
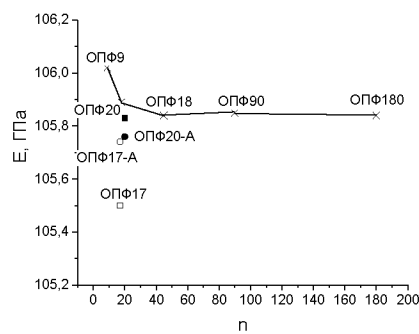


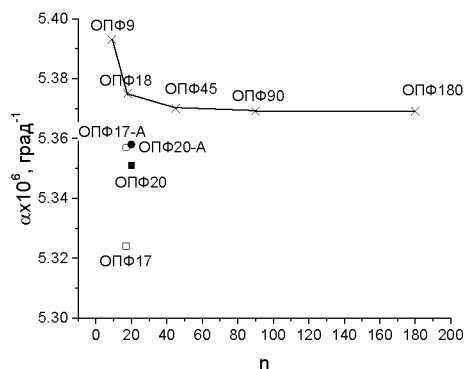
Рис.3.4. Сопоставление точности вычисления коэффициента Кернса (а), модуля Юнга (б) и ТКЛР (в) в зависимости от типа усреднения и количества экспериментальных точек на ОПФ для базисной текстуры



(а)



(б)



(в)

Рис.3.5. Сопоставление точности вычисления коэффициента Кернса (а), модуля Юнга (б) и ТКЛР (в) в зависимости от типа усреднения и количества экспериментальных точек на ОПФ для призматической текстуры

Этот результат легко интерпретировать исходя из данных, приведенных в табл.3.2. для 20 рефлексов. Если принять, что титан бестекстурный, тогда полюсные плотности всех 20 рефлексов равны единице. Усреднение ОПФ20 предполагает, что все 20 ориентировок на ОПФ имеют одинаковый вес, равный 0,05 (табл.3.2). В этом случае суммирование модулей Юнга для каждого из 20 рефлексов с одинаковым весом дает величину 115,7 ГПа.

Табл.3.2. Значения модулей Юнга (E), коэффициентов Кернса (f), ТКЛР и коэффициентов нормировки ($A_{hkl}^{17'}$, A_{hkl}^{17} , A_{hkl}^{20} , $1/n$, $N_{hkl} / \sum N_{hkl}$) для нормалей к отражающим плоскостям (hkl) на ОПФ

№	hkl	γ	E ГПа	f	$\alpha \times 10^6$ град ⁻¹	A_{hkl}^{17} [12]	A_{hkl}^{17*}	A_{hkl}^{20**}	1/n	$N_{hkl} / \sum N_{hkl}$
1	2	0,0	142,9	1,000	1,000	0,018	0,016	0,011	0,05	0,008
2	106	17,4	136,1	0,911	0,911	-	-	0,043	0,05	0,045
3	105	20,6	134,1	0,881	0,881	0,064	0,062	0,024	0,05	0,045
4	104	25,1	130,6	0,825	0,825	0,041	0,042	0,042	0,05	0,045
5	103	32,0	125,2	0,727	0,727	0,046	0,048	0,032	0,05	0,045
6	205	36,9	121,1	0,639	0,639	-	-	0,029	0,05	0,045
7	102	43,2	117,1	0,542	0,542	0,061	0,059	0,039	0,05	0,045
8	203	51,3	112,4	0,399	0,399	0,053	0,050	0,040	0,05	0,045
9	101	61,4	108,1	0,229	0,229	0,051	0,044	0,043	0,05	0,045
10	302	70,0	105,9	0,117	0,117	0,033	0,039	0,038	0,05	0,045
11	201	74,8	105,1	0,069	0,069	0,053	0,058	0,058	0,05	0,045
12	100	90,0	104,2	0,000	0,000	0,044	0,044	0,043	0,05	0,023
13	114	38,5	119,9	0,612	0,612	0,098	0,096	0,080	0,05	0,045
14	112	57,8	109,3	0,284	0,284	0,045	0,039	0,027	0,05	0,045
15	110	90,0	104,2	0,000	0,000	0,032	0,027	0,027	0,05	0,023
16	214	50,5	112,5	0,405	0,405	-	-	0,066	0,05	0,090
17	213	58,3	109,1	0,276	0,276	0,097	0,104	0,084	0,05	0,090
18	212	67,6	106,4	0,145	0,145	0,098	0,103	0,103	0,05	0,090
19	211	78,4	104,7	0,040	0,040	0,125	0,120	0,120	0,05	0,090
20	210	90,0	104,2	0,000	0,000	0,041	0,051	0,051	0,05	0,045

*) настоящая работа (рис.3а); **) настоящая работа (рис.3б)

Усреднение ОПФ20-А с разными весами ориентировок дает величину модуля Юнга 112,9 ГПа, а усреднение ОПФ20-Н- 113,7 ГПа. Истинную величину модуля Юнга можно получить с помощью усреднения ОПФ180, которое дает значение модуля Юнга 112,9 ГПа, совпадающую с результатом усреднения ОПФ20-А. Объяснить, почему усреднение ОПФ20 дает более высокий модуль Юнга по сравнению с двумя другими усреднениями можно следующим образом. Суммарная доля трех самых высокомодульных ориентировок в титане (001), (106) и (105) в случае ОПФ20 равна 0,15, для ОПФ20-Н она равна 0,098, а для ОПФ20-А это будет всего 0,078, (табл.3.2), что почти полностью совпадает с результатом, полученным с помощью (3.6) для усреднения ОПФ180, которое признано истинным.

Таким образом, при усреднении ОПФ20, которое не учитывает неравномерности рефлексов на ОПФ завышается доля высокомодульных ориентировок даже в бестекстурном состоянии, а в случае базисной текстуры этот эффект усиливается, что демонстрирует рис.3.4, на котором сопоставляются результаты расчетов коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР в зависимости от количества экспериментальных точек на ОПФ, а также двух способов усреднения ОПФ17(20) и ОПФ17(20)-А. Следует отметить, что скорректированные значения площадей, приведенные в табл.3.2 (A_{hkl}^{17} вместо $A_{hkl}^{17'}$) обеспечивают большую точность при расчете коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР (см. на рис.3.4 соответственно ОПФ17-А по сравнению с ОПФ17-А').

Важно отметить также, что точность усреднения в большей степени зависит от равномерности расположения ориентировок, по которым производится усреднение по сравнению с количеством этих ориентировок. Так точность оценки для усреднения ОПФ18 с равномерным ($\Delta\gamma=10^0$) распределением ориентаций существенно выше, чем для ОПФ20-А как в случае коэффициента Кернса (рис.3.5а), так и для модуля Юнга (рис.3.5б).

В табл. 3.3 суммированы результаты анализа точности оценок параметров анизотропии для базисной и призматической текстур и для всех трех способов усреднения параметров анизотропии по ориентациям на ОПФ. Относительные ошибки оценивали соотношениями:

$$\Delta E / E = 100 \cdot \left| E_{17(20)}^{N(A)} - E_{180} \right| / E_{180}$$

$$\Delta f / f = 100 \cdot \left| f_{17(20)}^{N(A)} - f_{180} \right| / f_{180}$$

$$\Delta \alpha / \alpha = 100 \cdot \left| \alpha_{17(20)}^{N(A)} - \alpha_{180} \right| / \alpha_{180}$$

Где: $E_{17(20)}^{N(A)}$, $f_{17(20)}^{N(A)}$, $\alpha_{17(20)}^{N(A)}$ - модули Юнга, коэффициенты Кернса и ТКЛР соответственно для усреднений ОПФ17(20), ОПФ17(20)-N и ОПФ17(20)-А; E_{180} , f_{180} и α_{180} модули Юнга, коэффициенты Кернса и ТКЛР соответственно для усреднений ОПФ180.

Для наглядности результатов, суммированных в табл.3.3, значения погрешностей в определении коэффициентов Кернса и модулей Юнга приведены на рис.3.6 и 3.7. Для полуфабрикатов с базисной текстурой (рис.3.6) удовлетворительные результаты можно получить с использованием усреднения ОПФ17(20)-А, при этом можно использовать как 20 так и 17 рефлексов.

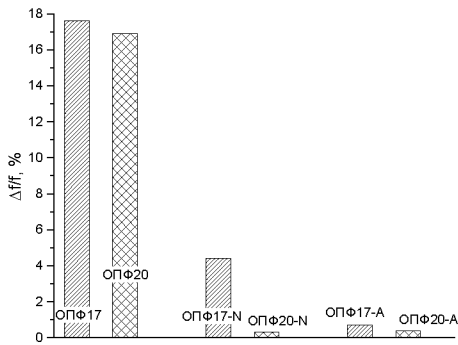
Для оценки модулей Юнга можно использовать усреднение ОПФ20-N, допустимо также усреднение ОПФ17-N. Для полуфабрикатов с призматической текстурой для оценки модуля Юнга допустимо использование всех трех усреднений (погрешность <0,3%). Такая малая погрешность связана с тем, что при отклонении призматических ориентировок с минимальным модулем Юнга (104,7 ГПа, табл.3.2) на угол 30^0 модуль увеличивается всего до 108 ГПа, т.е. призматическая текстура слабо чувствительна к ориентировке. Именно по этой причине наблюдался аномальный случай, когда ОПФ20 показал большую точность по сравнению с ОПФ20-А (рис.3.5б.). Слабая зависимость модуля Юнга от ориентировки в случае призматической текстуры, когда для всех способов усреднения ошибка ниже 0,3% (табл.3.3), а погрешность для ОПФ20 составляет 0,04%, а для ОПФ20-А составляет 0,1% и эта разница носит по существу случайный характер.

Табл.3.3 Результаты расчетов модулей Юнга и коэффициентов Кернса и значения погрешностей в расчетах для различных вариантов усреднения ОПФ

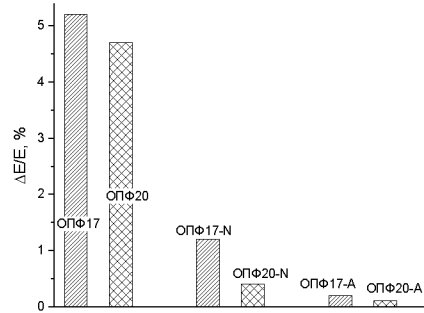
Тип текстуры	E_{17}	E_{20}	E_{17}^N	E_{20}^N	E_{17}^A	E_{20}^A	E_{180}
	ГПа						
Базисная	134,10	133,50	126,00	127,06	127,81	127,36	127,51
Призматическая	105,50	105,83	105,82	106,21	105,74	105,76	105,84
	f_{17}	f_{20}	f_{17}^N	f_{20}^N	f_{17}^A	f_{20}^A	f_{180}
Базисная	0,837	0,832	0,681	0,710	0,717	0,709	0,712
Призматическая	0,066	0,077	0,066	0,100	0,079	0,080	0,084
	α_{17}	α_{20}	α_{17}^N	α_{20}^N	α_{17}^A	α_{20}^A	α_{180}
Базисная	7,245	7,232	6,855	6,927	6,945	6,926	6,935
Призматическая	5,324	5,351	5,371	5,409	5,357	5,358	5,369
	$\Delta E / E = 100 \cdot E_{17(20)}^{N(A)} - E_{180} / E_{180}, \%$						
Базисная	5,2	4,7	1,2	0,4	0,2	0,1	0
Призматическая	0,3	0,04	0,03	0,3	0,1	0,1	0
	$\Delta f / f = 100 \cdot f_{17(20)}^{N(A)} - f_{180} / f_{180}, \%$						
Базисная	17,6	16,9	4,4	0,3	0,7	0,4	0
Призматическая	21,4	8,3	21,4	19,0	6,0	5,1	0
	$\Delta \alpha / \alpha = 100 \cdot \alpha_{17(20)}^{N(A)} - \alpha_{180} / \alpha_{180}$						
Базисная	4,5	4,3	1,1	0,1	0,1	0,1	0
Призматическая	0,8	0,3	0,04	0,7	0,2	0,2	0

В случае коэффициента Кернса, ситуация противоположная, хотя его величина как и модуля Юнга также минимальна, но для направлений в

плоскости базиса коэффициент Кернса равен нулю. По этой причине даже небольшая неточность в ориентировке приводит к большим относительным изменениям (рис.3.6а). Поэтому в этом случае необходимо использовать усреднение ОПФ17(20)-А, для которого эти неточности в ориентировке минимизированы.



(а)



(б)

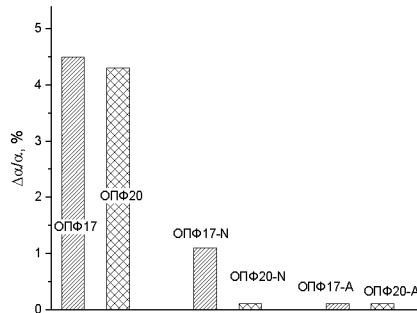


Рис.3.6. Значения погрешности в расчетах коэффициента Кернса (а), модуля Юнга (б) и ТКЛР (в) для различных способов усреднения характеристик на ОПФ для ГПУ поликристаллов с базисной текстурой

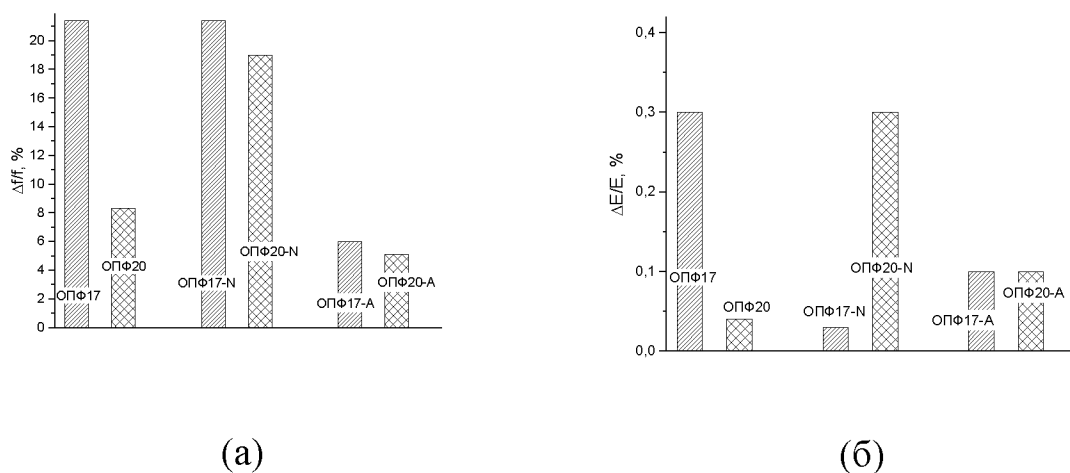


Рис.3.7. Значения погрешности в расчетах коэффициента Кернса (а) и модуля Юнга (б) для различных способов усреднения характеристик на ОПФ для ГПУ поликристаллов с призматической текстурой

При съемке рентгенограмм для построения ОПФ для сплавов с кубической решеткой с использованием жесткого молибденового излучения возникает проблема «кратных» рефлексов, т.е. отражений от различных плоскостей решетки, имеющих одинаковые межплоскостные расстояния и, следовательно, одинаковые углы дифракции. Для ГПУ сплавов имеет место сходная проблема, когда отражения от разных плоскостей имеют, если не совпадающие как для кубической решетки, но очень близкие углы дифракции, которые практически не разрешаются на рентгенограмме.

В частности, на рентгенограмме Mg практически совпадают позиции рефлексов (212) и (105). Проблема может быть решена следующим образом. Для одного из рефлексов полюсная плотность должна определяться с помощью интерполяции с использованием полюсных плотностей соседних

рефлексов. При этом процедуру интерполяция целесообразно применять по отношению к рефлексу, находящемуся в области текстурного минимума, поскольку для этой области характерен более монотонный характер изменения полюсных плотностей и соответственно может быть реализована более корректная процедура интерполяции. Соответственно в случае текстуры базисного типа целесообразно применять интерполяцию для рефлекса (212), расположенного под углом $67,6^0$ от оси «с» с помощью соотношения:

$$P_{(212)} = \frac{P_{(213)}\psi_2 + P_{(211)}\psi_1}{\psi_1 + \psi_2}$$

Где: $\psi_1=9,2^0$ и $\psi_2=10,6^0$ -углы между нормалью к плоскости (212) и нормальями к соседним плоскостям (213) и (211), соответственно; $P_{(213)}, P_{(211)}$ - нормированные значения полюсных плотностей для рефлексов (213) и (211)

Тогда: $P_{(105)} = (I_{(212)+(105)} - P_{(212)}R_{(212)}) / R_{(105)}$

Где: $I_{(212)+(105)}$ - интенсивность двойного рефлекса (212)+(105); $R_{(212)}, R_{(105)}$ - теоретические интенсивности рефлексов (212) и (105) соответственно

В случае призматической текстуры целесообразно определять интерполяцией полюсную плотность рефлекса (105), поскольку нормаль к этой плоскости расположена под углом $\sim 70^0$ от нормалей к призматическим плоскостям используя соотношение:

$$P_{(105)} = \frac{P_{(104)}\psi_3 + P_{(106)}\psi_4}{\psi_3 + \psi_4}$$

Где: $\psi_3=3,2^0$ и $\psi_4=4,6^0$ -углы между нормалью к плоскости (105) и нормальями к соседним плоскостям (106) и (104) соответственно; $P_{(104)}, P_{(106)}$ -нормированные значения полюсных плотностей для рефлексов (104) и (106)

Тогда: $P_{(212)} = (I_{(212)+(105)} - P_{(105)}R_{(105)}) / R_{(212)}$

Где: $I_{(212)+(105)}$ - интенсивность двойного рефлекса (212)+(105); $R_{(105)}, R_{(212)}$ - теоретические интенсивности рефлексов (105) и (212) соответственно

Выводы по главе 3

1. Определены нормировочные коэффициенты A_{hkl}^{17} и A_{hkl}^{20} для 17 и 20 рефлексов ГПУ решетки необходимые для построения ОПФ и расчета коэффициентов Кернса и модулей Юнга для текстурированных ГПУ сплавов на основе Ti, Zr, Mg.
2. Проведена оценка точности определения коэффициентов Кернса и модулей Юнга с использованием трех вариантов усреднения на ОПФ с учетом неравномерности расположения рефлексов на стереографическом треугольнике по Моррису, по фактору повторяемости и с одинаковым весом каждой ориентировки.
3. Показано, что при оценке модуля Юнга и ТКЛР для полуфабрикатов с базисной текстурой достаточно 17 рефлексов на ОПФ, чтобы обеспечить погрешность $< 1\%$ при использовании усреднения по Моррису и фактору повторяемости, в случае призматической текстуры погрешность $< 1\%$ обеспечивают все три варианта усреднения, при этом погрешность при усреднении по Моррису минимальна.
4. При оценке коэффициентов Кернса удовлетворительные результаты можно получить только с использованием усреднения по Моррису, при этом можно использовать как 20, так и 17 рефлексов с погрешностью для полуфабрикатов с базисной текстурой $< 1\%$, а с призматической текстурой $< 6\%$.

Приложение

Табл.П1. Порядок расчета модуля Юнга усреднением ОПФ17, ОПФ17-А, ОПФ17-Н

hkl	γ град.	A_{hkl}	E ГПа	P	ОПФ17	ОПФ17-А	ОПФ-17-Н
					$E_{xP}/\Sigma P$	$E_{xP_A}/\Sigma P$	$E_{xP_N}/\Sigma(P_{xN})$
002	0	0,016	142,9	20,00	77,3	34,69	22,41
105	20,2	0,062	134,1	4,77	17,3	30,11	30,13
104	24,7	0,042	130,6	3,43	12,1	14,32	21,08
103	31,5	0,048	125,2	2,17	7,3	9,86	12,77
114	38,5	0,096	119,9	1,42	4,6	12,34	8,01
102	42,6	0,059	117,1	1,13	3,6	5,93	6,23
203	50,8	0,050	112,4	0,75	2,3	3,19	3,95
213	58,3	0,104	109,1	0,53	1,6	4,59	5,46
112	57,8	0,039	109,3	0,54	1,6	1,76	2,80
101	61,4	0,044	108,1	0,47	1,4	1,70	2,37
212	67,6	0,103	106,4	0,36	1,1	3,02	3,65
302	70	0,039	105,9	0,33	1,0	1,03	1,66
201	74,8	0,058	105,1	0,28	0,8	1,29	1,38
211	78,4	0,120	104,7	0,25	0,7	2,35	2,43
100	90	0,044	104,2	0,17	0,5	0,59	0,42
210	90	0,051	104,2	0,17	0,5	0,68	0,83
110	90	0,027	104,2	0,17	0,5	0,36	0,42
					134,1	127,81	126,00

Табл.П2. Порядок расчета коэффициента Кернса усреднением ОПФ17, ОПФ17-А, ОПФ17-Н

hkl	γ	A_{hkl}	f	P	ОПФ17,	ОПФ17-А	ОПФ-17-Н
					$f_x P / \Sigma P$	$f_x P_x A / \Sigma P$	$f_x P_x N / \Sigma (P_x N)$
002	0	0,016	1,000	20,00	20,00	0,24	0,16
105	20,2	0,062	0,881	4,77	4,21	0,20	0,20
104	24,7	0,042	0,825	3,43	2,83	0,09	0,13
103	31,5	0,048	0,727	2,17	1,58	0,06	0,07
114	38,5	0,096	0,612	1,42	0,87	0,06	0,04
102	42,6	0,059	0,542	1,13	0,61	0,03	0,03
203	50,8	0,050	0,399	0,75	0,30	0,01	0,01
213	58,3	0,104	0,276	0,53	0,15	0,01	0,01
112	57,8	0,039	0,284	0,54	0,15	0,00	0,01
101	61,4	0,044	0,229	0,47	0,11	0,00	0,01
212	67,6	0,103	0,145	0,36	0,05	0,00	0,00
302	70	0,039	0,117	0,33	0,04	0,00	0,00
201	74,8	0,058	0,069	0,28	0,02	0,00	0,00
211	78,4	0,120	0,040	0,25	0,01	0,00	0,00
100	90	0,044	0,000	0,17	0,00	0,00	0,00
210	90	0,051	0,000	0,17	0,00	0,00	0,00
110	90	0,027	0,000	0,17	0,00	0,00	0,00
					0,84	0,72	0,68

Табл.ПЗ. Порядок расчета ТКЛР усреднением ОПФ17, ОПФ17-А, ОПФ17-Н

hkl	γ	A_{hkl}	α $\times 10^6$ град ⁻¹	P	ОПФ17	ОПФ17-А	ОПФ-17-Н
					$E_{\Sigma P} / \Sigma P$	$E_{\Sigma P \times A} / \Sigma P$	$E_{\Sigma P \times N} / \Sigma (P \times N)$
2	0	0,016	7,650	20,00	153,0	1,86	1,20
105	20,2	0,062	7,353	4,77	35,1	1,65	1,65
104	24,7	0,042	7,215	3,43	24,7	0,79	1,16
103	31,5	0,048	6,970	2,17	15,1	0,55	0,71
114	38,5	0,096	6,685	1,42	9,5	0,69	0,45
102	42,6	0,059	6,509	1,13	7,4	0,33	0,35
203	50,8	0,050	6,155	0,75	4,6	0,17	0,22
213	58,3	0,104	5,848	0,53	3,1	0,25	0,29
112	57,8	0,039	5,867	0,54	3,2	0,09	0,15
101	61,4	0,044	5,731	0,47	2,7	0,09	0,13
212	67,6	0,103	5,522	0,36	2,0	0,16	0,19
302	70	0,039	5,451	0,33	1,8	0,05	0,09
201	74,8	0,058	5,331	0,28	1,5	0,07	0,07
211	78,4	0,120	5,261	0,25	1,3	0,12	0,12
100	90	0,044	5,160	0,17	0,9	0,03	0,02
210	90	0,051	5,160	0,17	0,9	0,03	0,04
110	90	0,027	5,160	0,17	0,9	0,02	0,02
					7,245	6,945	6,855

Табл.П4. Порядок расчета модуля Юнга и коэффициента Кернса усреднением ОПФ18 ($n = 18$ и $\Delta\gamma = 5^\circ$).

γ	V	P	$v=P \times V /$ ($\Sigma P \Sigma V$)	E	f	f×P	E×v	f×v
град				ГПа			ГПа	
0	0,00	20,000	0,065	142,86	1,000	20,000	7,225	0,050
5	2,59	15,694	0,143	142,24	0,992	15,574	15,880	0,110
10	5,15	10,741	0,161	140,46	0,970	10,417	17,565	0,120
15	7,68	7,173	0,150	137,71	0,933	6,693	16,018	0,107
20	10,16	4,848	0,130	134,25	0,883	4,281	13,545	0,087
25	12,56	3,356	0,110	130,38	0,821	2,757	11,110	0,068
30	14,87	2,387	0,092	126,38	0,750	1,791	9,019	0,051
35	17,07	1,743	0,077	122,48	0,671	1,170	7,317	0,038
40	19,15	1,304	0,065	118,85	0,587	0,765	5,961	0,028
45	21,09	0,996	0,055	115,61	0,500	0,498	4,889	0,020
50	22,87	0,776	0,046	112,80	0,413	0,321	4,039	0,013
55	24,48	0,615	0,039	110,45	0,329	0,202	3,363	0,009
60	25,91	0,495	0,033	108,55	0,250	0,124	2,821	0,006
65	27,13	0,403	0,028	107,05	0,179	0,072	2,381	0,003
70	28,15	0,333	0,024	105,93	0,117	0,039	2,020	0,002
75	28,96	0,278	0,021	105,12	0,067	0,019	1,723	0,001
80	29,53	0,234	0,018	104,57	0,030	0,007	1,474	0,000
85	29,88	0,199	0,015	104,27	0,008	0,002	1,264	0,000
90	30,00	0,170	1,274	104,17	0,000	0,000		
	357,24	3,976					127,613	0,714

Табл.П5. Порядок расчета модуля Юнга и коэффициента Кернса усреднением ОПФ90 ($n = 90$ и $\Delta\gamma = 1^\circ$).

γ	V	P	$v=P \times V /$ ($\Sigma P \Sigma V$)	E	f	f×P	E×v	f×v
град				ГПа			ГПа	
0	0,00	20,000	0,003	142,86	1,000	20,000	0,326	0,002
1	0,52	19,547	0,009	142,83	1,000	19,541	0,948	0,007
2	1,04	18,757	0,014	142,76	0,999	18,734	1,507	0,011
3	1,55	17,803	0,018	142,63	0,997	17,754	1,992	0,014
4	2,07	16,765	0,022	142,46	0,995	16,683	2,401	0,017
5	2,59	15,694	0,025	142,24	0,992	15,574	2,735	0,019
6	3,10	14,624	0,027	141,97	0,989	14,465	2,999	0,021
7	3,62	13,581	0,029	141,66	0,985	13,379	3,200	0,022
8	4,13	12,580	0,031	141,30	0,981	12,337	3,345	0,023
9	4,64	11,632	0,032	140,90	0,976	11,347	3,441	0,024
10	5,15	10,741	0,032	140,46	0,970	10,417	3,496	0,024
11	5,66	9,910	0,033	139,98	0,964	9,549	3,516	0,024
12	6,17	9,140	0,033	139,46	0,957	8,745	3,507	0,024
13	6,68	8,429	0,032	138,91	0,949	8,002	3,475	0,024
14	7,18	7,774	0,032	138,33	0,941	7,319	3,423	0,023
15	7,68	7,173	0,032	137,71	0,933	6,693	3,357	0,023
16	8,18	6,622	0,031	137,06	0,924	6,119	3,279	0,022
17	8,68	6,118	0,030	136,39	0,915	5,595	3,193	0,021
18	9,17	5,656	0,030	135,70	0,905	5,116	3,101	0,021
19	9,67	5,234	0,029	134,98	0,894	4,679	3,004	0,020
20	10,16	4,848	0,028	134,25	0,883	4,281	2,905	0,019
21	10,64	4,495	0,027	133,50	0,872	3,917	2,804	0,018
22	11,13	4,171	0,026	132,74	0,860	3,586	2,704	0,017

23	11,61	3,876	0,026	131,96	0,847	3,284	2,604	0,017
24	12,09	3,605	0,025	131,17	0,835	3,008	2,505	0,016
25	12,56	3,356	0,024	130,38	0,821	2,757	2,408	0,015
26	13,03	3,128	0,023	129,58	0,808	2,527	2,314	0,014
27	13,50	2,919	0,006	128,78	0,794	2,318	0,283	0,002

82	29,70	0,219	0,004	104,43	0,019	0,004	0,298	0,000
83	29,77	0,212	0,004	104,36	0,015	0,003	0,289	0,000
84	29,83	0,205	0,003	104,31	0,011	0,002	0,281	0,000
85	29,88	0,199	0,003	104,27	0,008	0,002	0,272	0,000
86	29,93	0,192	0,003	104,23	0,005	0,001	0,264	0,000
87	29,96	0,187	0,003	104,20	0,003	0,001	0,256	0,000
88	29,98	0,181	0,003	104,18	0,001	0,000	0,248	0,000
89	30,00	0,175	0,003	104,17	0,000	0,000	0,259	0,001
90	30,00	0,170	1,296	119,69	0,506	0,086		
Cp.	1727,23	317,704					127,569	0,713

Табл.Пб. Порядок расчета модуля Юнга и коэффициента Кернса усреднением ОПФ180 ($n = 180$ и $\Delta\gamma = 0,5^\circ$)

γ	V	P	$v=P \times V /$ ($\Sigma P \Sigma V$)	E	f	f×P	E×v	f×v
град				ГПа			ГПа	
0	0,00	20,000	0,0007	142,86	1,000	20,000	0,082	0,0006
0,5	0,26	19,838	0,0022	142,85	1,000	19,836	0,244	0,0017
1	0,52	19,547	0,0036	142,83	1,000	19,541	0,400	0,0028
1,5	0,78	19,179	0,0050	142,80	0,999	19,166	0,548	0,0038
2	1,04	18,757	0,0063	142,76	0,999	18,734	0,688	0,0048
2,5	1,29	18,295	0,0075	142,70	0,998	18,260	0,819	0,0057
3	1,55	17,803	0,0086	142,63	0,997	17,754	0,940	0,0066
3,5	1,81	17,291	0,0096	142,55	0,996	17,226	1,052	0,0073
4	2,07	16,765	0,0105	142,46	0,995	16,683	1,154	0,0081
4,5	2,33	16,231	0,0114	142,36	0,994	16,131	1,246	0,0087
5	2,59	15,694	0,0122	142,24	0,992	15,574	1,330	0,0093
5,5	2,84	15,157	0,0129	142,11	0,991	15,018	1,404	0,0098
6	3,10	14,624	0,0135	141,97	0,989	14,465	1,470	0,0102
6,5	3,36	14,098	0,0140	141,82	0,987	13,918	1,528	0,0106
7	3,62	13,581	0,0145	141,66	0,985	13,379	1,578	0,0110
7,5	3,87	13,075	0,0149	141,49	0,983	12,852	1,621	0,0113
8	4,13	12,580	0,0153	141,30	0,981	12,337	1,657	0,0115
8,5	4,38	12,099	0,0156	141,11	0,978	11,835	1,687	0,0117
9	4,64	11,632	0,0158	140,90	0,976	11,347	1,711	0,0118
9,5	4,90	11,179	0,0160	140,69	0,973	10,874	1,729	0,0119
10	5,15	10,741	0,0162	140,46	0,970	10,417	1,743	0,0120
10,5	5,41	10,318	0,0163	140,23	0,967	9,975	1,752	0,0121
11	5,66	9,910	0,0163	139,98	0,964	9,549	1,757	0,0121

83	29,77	0,212	0,0018	104,36	0,015	0,003	0,146	0,0000
83,5	29,80	0,208	0,0018	104,34	0,013	0,003	0,144	0,0000
84	29,83	0,205	0,0018	104,31	0,011	0,002	0,141	0,0000
84,5	29,86	0,202	0,0017	104,29	0,009	0,002	0,139	0,0000
85	29,88	0,199	0,0017	104,27	0,008	0,002	0,137	0,0000
85,5	29,91	0,195	0,0017	104,25	0,006	0,001	0,135	0,0000
86	29,93	0,192	0,0017	104,23	0,005	0,001	0,133	0,0000
86,5	29,94	0,189	0,0016	104,22	0,004	0,001	0,131	0,0000
87	29,96	0,187	0,0016	104,20	0,003	0,001	0,129	0,0000
87,5	29,97	0,184	0,0016	104,19	0,002	0,000	0,127	0,0000
88	29,98	0,181	0,0016	104,18	0,001	0,000	0,125	0,0000
88,5	29,99	0,178	0,0015	104,18	0,001	0,000	0,123	0,0000
89	30,00	0,175	0,0015	104,17	0,000	0,000	0,121	0,0000
89,5	30,00	0,173	0,0015	104,17	0,000	0,000	0,120	0,0000
90	30,00	0,170	1,3013	104,17	0,000	0,000		
	3439,52	3,455					127,551	0,7128

Глава 4. Исследование текстуры и анизотропии механических свойств сплавов МА2-1, МА14 и Mg–5Li–3Al [125]

В этой главе методика усреднения факторов Шмида на ОПФ используется для оценки относительных значений критических приведенных напряжений сдвига (КПНС) для действующих систем скольжения и двойникования магниевых сплавов МА2-1, МА14 и Mg–5Li–3Al.

4.1. Постановка задачи оценки КПНС из текстурных данных

Исследования анизотропии прочностных свойств магниевых сплавов показали, что эта анизотропия определяется не только текстурой, но также особенностями механизма деформации сплавов, прежде всего относительными значениями КПНС для действующих систем скольжения и двойникования. Для нахождения этих величин необходимо решить обратную задачу определения значений КПНС на основании информации об анизотропии прочностных свойств и количественных текстурных данных. Прямой задачей является определение анизотропии по данным о текстуре и КПНС.

Вычисление усредненных значений факторов Шмида ($\overline{\Phi^u}$) в направлении u полуфабриката ($\overline{\Phi^u}$) осуществляли с учетом неравномерности расположения рефлексов на сфере проекций:

$$\overline{\Phi^u} = \sum_{i=1}^{17} (P_i^u \Phi_i^k / \alpha_k) A_i. \quad (4.1)$$

Здесь I_i^u , R_i , A_i – интенсивность текстурированного образца, бестекстурного эталона и нормировочный коэффициент для рефлекса (hkl) соответственно: I_i^u соответствует направлению ОН или ПН для прутков, НН, НП или ПН для листов; P_i^u – полюсная плотность рефлекса $i=(hkl)$ для ОПФ для направления u ; Φ_i^k – ФШ для направления нормали к плоскости (hkl) в k -й системе сдвига; α_k – отношение КПНС для k -й системы сдвига (τ_k , $k=1, 2, 3, 4$) к КПНС для базисного скольжения $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ (τ_0); τ_1 – КПНС для $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$.

скольжения; τ_2 –КПНС для $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ -двойникования; τ_3 –КПНС для $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ -двойникования; τ_4 –КПНС для $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}3\rangle$ -скольжения.

В настоящей работе при обозначении рефлексов(hkl) для удобства применяли трехиндексную систему, при этом системы сдвига обозначали в более привычной четырехиндексной системе, (в ней дополнительный индекс плоскости ($hk.l$) равен $-(h+k)$. Соотношение между индексами для направлений более сложное, но оно в данном случае не требуется.)

Усредненные значения факторов Шмида использовали для решения обратной задачи оценки α_k для действующих систем сдвига, приравнивая экспериментальные значения параметра анизотропии прочностных свойств K_a^σ к отношению усредненных обратных ФШ – факторов Закса (M_i^k) для тех же направлений в полуфабрикате, для которых определяли анизотропию прочностных свойств. Прочность обратно пропорциональна ФШ, но прямо пропорциональна факторам Закса, которые удобно использовать при оценке анизотропии прочностных свойств. Применительно к прессованным пруткам соотношение между анизотропией пределов текучести и текстурой можно представить в следующем виде:

$$K_a^\sigma = \sigma_{0,2}^{\text{OH}} / \sigma_{0,2}^{\text{ПН}} = \overline{\Phi^{\text{ПН}}} / \overline{\Phi^{\text{OH}}} = \overline{M^{\text{OH}}} / \overline{M^{\text{ПН}}}. \quad (4.2)$$

Для количественной оценки относительных величин КПНС прежде всего необходимо рассчитать факторы Шмида для действующих систем сдвига в магниевых сплавах. К этим системам относятся 3 системы базисного скольжения, 3 системы призматического скольжения $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$, 6 систем «растягивающего» двойникования $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ и 6 систем «сжимающего» $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ -двойникования(действуют, соответственно, при растяжении или сжатии вдоль оси c ГПУ-решетки),а также 12 систем $\langle \bar{c} + \bar{a} \rangle$ -скольжения $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}3\rangle$.

Затем следует оценить отношения КПНС для действующих систем скольжения и двойникования к КПНС для базисного скольжения ($\alpha_1 = \tau_1/\tau_0$;

$\alpha_2 = \tau_2/\tau_0$; $m_3 = \alpha_3/\tau_0$; $\alpha_4 = \tau_4/\tau_0$) на основании соотношений между анизотропией прочностных свойств и соответствующими отношениями факторов Шмида, усредненными по всем ориентировкам с учетом текстуры (4.2). При этом существует несколько способов такого усреднения [100], включая модель однородной деформации Тейлора и модель однородных напряжений Закса. В настоящем исследовании выбрана модель Закса, позволяющая достаточно просто учитывать различие в КПНС для различных систем сдвига. Было сделано допущение, что для i -й ориентации зерна активной будет система сдвига с максимальным отношением Φ_i^k / α_k , или с минимальной величиной $M_i^k = \alpha_k / \Phi_i^k$. Полученные результаты дают возможность интерпретировать анизотропию свойств в терминах критерия текучести Хилла, рассчитать соответствующие параметры анизотропии и построить контуры текучести для наиболее распространенных текстур полуфабрикатов. Такие контуры позволят оценить влияние природной (монокристалльной) анизотропии сплава на его поведение при различных видах напряженного состояния.

4.2 Определение факторов Шмида

Для оценки анизотропии прочностных свойств текстурированных магниевых полуфабрикатов можно применить усреднение факторов Шмида (ФШ) для различных ориентаций на ОПФ. Для этого [72, 42] ортогональную систему координат, связанную с образцом (лабораторной системой координат), совмещают с кристаллографической системой так, что $[100] \parallel Z$, $[001] \parallel X$ и $[1\bar{2}0] \parallel Y$ (рис.4.1).

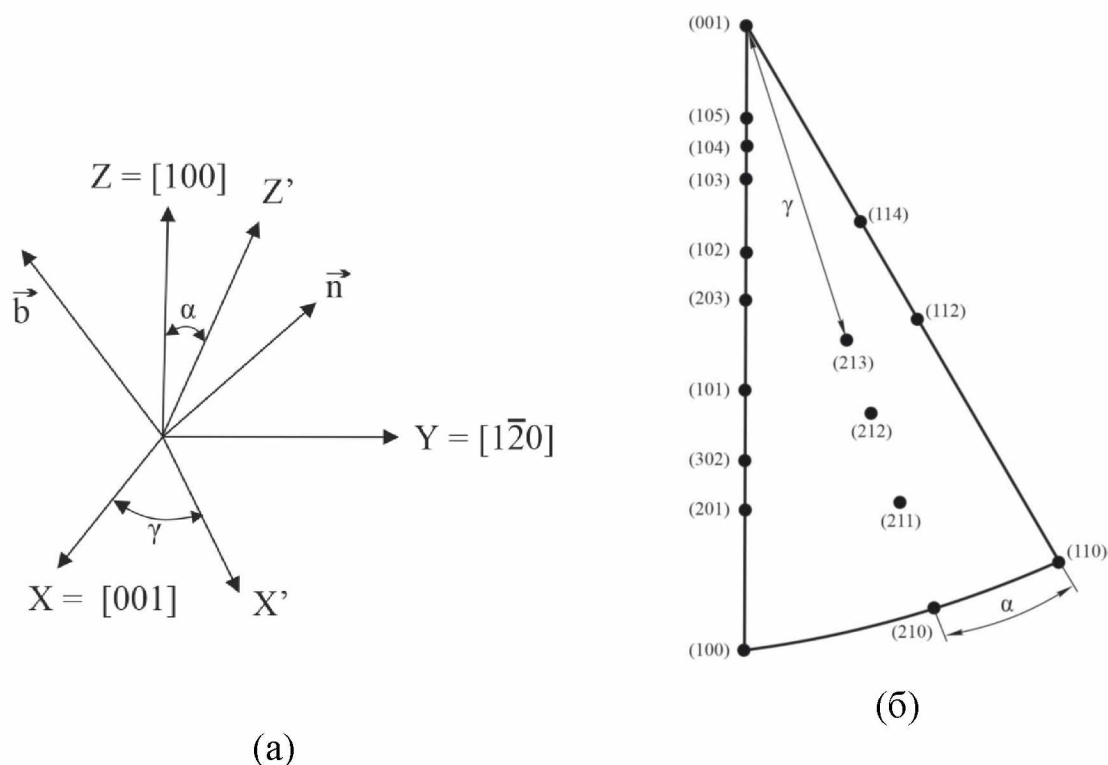


Рис. 4.1. Схема расчета факторов Шмида для систем скольжения и двойникования магниевых сплавов: а– схема поворота кристаллографической системы координат; б– расположение рефлексов (hkl) на стереографическом треугольнике и углы поворота системы координат (γ, α)

Отнесем все компоненты тензора напряжений $\sigma_{\lambda\mu}$ к лабораторным осям координат (рис.4.1, а). В этом случае напряжения сдвига в соответствии с обобщенным законом Шмида можно разложить по всем компонентам $\sigma_{\lambda\mu}$:

$$\sigma_{nb} = n_{\lambda} b_{\mu} \sigma_{\lambda\mu} = \tau_k, \text{ или } \tau_k = \Phi_{\lambda\mu}^k \sigma_{\lambda\mu}, \quad (4.3)$$

где $\Phi_{\lambda\mu}^k$ – симметричный тензор второго ранга, называемый ФШ; n_{λ}, b_{μ} – компоненты векторов нормали к плоскости сдвига и направления сдвига соответственно. Это позволяет рассчитать ФШ (Φ_i^k) для всех нормалей к плоскостям решетки, дающих рефлексы (hkl) . Расположение кристаллографической системы координат на рис. 4.1, а позволяет рассчитать ФШ для рефлексов (hhl) типа (110) , (112) и (114) поворотом системы координат относительно оси $Z=[100]$ на угол γ . Для вычисления ФШ для остальных рефлексов ОПФ с индексами $(h0l)$ и $(2hhl)$ (см. рис. 4.1, б)

необходимо осуществить поворот на угол α относительно оси $X=[001]$, а затем на угол γ относительно нового положения оси $Z (Z')$. Расчетное соотношение для вычисления ФШ ($\Phi_{\alpha\gamma}^k = \Phi_i^k$) имеет вид:

$$\Phi_{\alpha\gamma}^k = \cos^2\gamma(AD) + \sin\gamma\cos\gamma[A(EM+FL) + D(BM+CL)] + \sin^2\gamma[(BM+CL)(EM+FL)] \quad (4.4)$$

где $A=n_x, B=n_y, C=n_z$ — направляющие косинусы нормали к плоскости сдвига для k -й системы сдвига; $D=b_x, E=b_y, F=b_z$ — направляющие косинусы направления k -й системы сдвига; $L=\sin\alpha; M=\cos\alpha$.

В табл. 4.1 приведены рассчитанные из (4.4) ФШ для 9 из 17 экспериментальных рефлексов, которые дают достаточную информацию для анализа влияния ориентировки (угла γ) на величину ФШ (влияние угла α незначительно). Для каждого рефлекса из рассчитанных 30 значений ФШ отобраны пять максимальных значений для соответствующих систем сдвига. Для систем двойникования, которые в отличие от систем скольжения действуют только при совпадении знака ФШ со знаком нагружения, были отобраны максимальные значения ФШ для растяжения и сжатия.

4.3. Оценка соотношений КПНС для систем скольжения и двойникования магниевых сплавов

Оценка относительных значений КПНС для действующих систем скольжения и двойникования сводится к решению обратной задачи по отношению к прямой задаче определения анизотропии прочностных свойств текстурированных полуфабрикатов по известным данным о КПНС для действующих систем сдвига. Эти данные обычно получают из экспериментов на монокристаллах. Монокристалльные данные известны для ограниченного числа сплавов, и, кроме того, есть серьезные сомнения в корректности применения монокристалльных данных к текстурированным поликристаллам. Эффективным способом получения таких данных является решение обратной задачи, которая сводится к определению относительных значений КПНС из экспериментов на текстурированных поликристаллах. Решение такой задачи

редко бывает корректным, а главное, в большинстве случаев задача имеет несколько решений, поскольку ФШ для некоторых ориентаций имеют близкие значения для нескольких систем сдвига. В общем случае для пяти систем сдвига точного решения не существует. Однако есть несколько особенностей механизма деформации магниевых сплавов, которые позволяют найти решение обратной задачи достаточно корректно, но, разумеется, с некоторыми допущениями.

Главная особенность механизма деформации магния и практически всех его сплавов заключается в том, что КПНС для базисного скольжения как минимум вдвое ниже, чем для остальных систем, поэтому чтобы конкурировать с базисным скольжением другая система должна иметь для данной ориентации ФШ вдвое больше, чем для базисного скольжения. Поскольку ФШ всегда меньше 0,5, то другие системы сдвига могут получить преимущество только в том случае, когда для данной ориентации ФШ для базисного скольжения меньше 0,25. Таких ориентаций (кроме равных нулю трех призматических и базисной ориентаций) всего две – (211) и (201), для которых ФШ для базисного скольжения равны 0,190 и 0,215 соответственно (см. табл. 4.1). Это значительно упрощает задачу, поскольку для большей части ориентировок базисное скольжение доминирует.

Другая особенность магниевых сплавов, которая ограничивает количество конкурирующих систем сдвига и делает решение обратной задачи корректной, является наличие или отсутствие двойникования, которое из-за полярности двойникования (зависимость его активности от знака нагружения) приводит к различию прочности при растяжении и сжатии.

Табл. 4.1. Значения углов поворота системы координат и максимальных факторов Шмида для систем сдвига, действующих в сплавах магния (приведены данные для 9 из 17 рефлексов)

Параметры	(001)	(105)	(103)	(112)	(212)	(201)	(211)	(110)
α , град	0	0	0	30	10,2	0	10,2	30
γ , град	0	20,6	32,0	58,4	68,0	75,1	78,6	90
Факторы Шмида для систем сдвига								
$\{10\bar{1}0\} < 11\bar{2}0 >$	0	0,05	0,12	0,31	0,42	0,40	0,47	0,43
$(0001) < 11\bar{2}0 >$	0	0,28	0,39	0,45	0,34	0,21	0,19	0
$\{10\bar{1}2\} < 10\bar{1}1 >$	0,5/0	0,43/0	0,34/0	0,14/0,16	0/0,33	0/0,45	0/0,41	0/0,37
$\{10\bar{1}1\} < 10\bar{1}2 >$	0/0,42	0/0,5	0/0,44	0,33/0,12	0,44/0	0,5/0	0,44/0	0,31/0
$\{10\bar{1}1\} < 11\bar{2}3 >$	0,401	0,47	0,46	0,36	0,47	0,48	0,49	0,4

Примечание. Для систем двойникования $\{10\bar{1}2\} < 10\bar{1}1 >$ и $\{10\bar{1}1\} < 10\bar{1}2 >$ приведены модули значений факторов Шмида для растяжения (> 0) и сжатия (< 0) (до и после косой черты соответственно); нулем обозначены значения факторов Шмида, модуль которых $< 0,1$ или все шесть вариантов данного типа двойникования имеют знак, противоположный соответствующему направлению деформации.

Результаты механических испытаний [124] показали, что в сплаве Mg–5Li–3Al двойникование отсутствует. Однако даже при наличии двойникования, как показывает анализ ФШ, знак нагружения влияет на сопротивление деформации только для призматической или базисной текстур. Так, в случае прессованных прутков, которым свойственна аксиальная призматическая текстура, прочность на растяжение и сжатие различается только в направлении главной оси прутков, а в поперечном такое различие практически отсутствует.

Это связано не только с тем, что в поперечном направлении текстура менее интенсивная, но и с тем, что бóльшая часть зерен имеет ориентации, для которых превалирует базисное скольжение и его активность не зависит от знака нагружения. Кроме того, доля призматической и базисной ориентировок в случае аксиальной призматической текстуры эквивалентна, что также компенсирует возможный эффект от знака нагружения. На этот факт до сих

пор мало обращали внимания, однако он очень важен, поскольку позволяет распространить результаты испытаний тонких прутков на сжатие в поперечном направлении на случай их растяжения.

Принято считать, что анизотропия свойств однотипных материалов, например, прессованных профилей из магниевых сплавов, однозначно связана с типом и интенсивностью текстуры. В работе [101] приведена линейная зависимость анизотропии прочностных свойств от интенсивности текстуры для прутков из нескольких сплавов магния. При этом интенсивность текстуры характеризуется величиной отношения факторов Закса для базисного скольжения в направлениях ОН и ПН прессованных профилей – коэффициентом текстурной анизотропии $K_a^T = M^{OH} / M^{PH}$. Однако в работе [124] наличие такой обобщенной зависимости поставлено под сомнение, поскольку обнаружено, что анизотропия механических свойств магниевых прутков не связана однозначно с интенсивностью текстуры. В табл.4.2 приведены параметры анизотропии прочностных свойств прутков двух сплавов из работы [124], к которым добавлены данные для прутка из сплава МА2-1. В табл.4.2 приведены также значения параметра интенсивности текстуры K_a^T и коэффициента Кернса ($f^{OH(PH)}$), который часто используют для количественной интерпретации текстур ГПУ-сплавов [41]:

$$f^{OH(PH)} = \sum_{i=1}^{17} (P_i^{OH(PH)} A_i \cos^2 \gamma_i), \quad (4.5)$$

где γ_i – угол нормали к плоскости $i=(hkl)$ с осью c ГПУ-решетки магния (см. рис. 4.1, *a*).

Коэффициент текстурной анизотропии стремится к бесконечности для оси c и ориентаций в плоскости базиса, а коэффициент Кернса увеличивается от нуля до единицы при уменьшении угла γ_i от 90° (плоскость базиса) до нуля (ось c). Именно поэтому интенсивность базисной текстуры увеличивается при приближении коэффициента Кернса к единице, а призматической к нулю.

Сопоставление анизотропии прочностных свойств и текстурных данных показывает, что между ними отсутствует четкая корреляция. Так, самая

высокая интенсивность призматической текстуры прутков соответствует сплаву МА14, у которого самый высокий K_a^T (1,58) и самый близкий к нулю коэффициент Кернса (0,155), при этом анизотропия прочностных свойств у него ниже, чем для сплава МА2-1 с менее выраженной призматической текстурой. Об этом свидетельствует меньшее, чем у сплава МА14, значение K_a^T (1,47), и большее значение коэффициента Кернса (0,189). Реальный коэффициент анизотропии K_a^σ для всех сплавов выше, чем коэффициент текстурной анизотропии K_a^T (табл. 4.2), рассчитываемый из условия действия только базисного скольжения.

Табл. 4.2. Параметры анизотропии свойств и текстуры прутков из магниевых сплавов

Сплав	$K_a^\sigma = \frac{\sigma_{0,2}^{OH}}{\sigma_{0,2}^{ПН}}$	$K_a^T = \frac{M^{OH}}{M^{ПН}}$	f^{OH}	α_k
МА2-1	1,25	1,47	0,189	$\alpha_2=1,7; \alpha_4=2,2$
МА14	1,16	1,58	0,155	$\alpha_2=1,5; \alpha_4=1,8$
Mg-5Li-3Al	1,06	1,35	0,222	$\alpha_1=1,4$

Для прутков с призматической текстурой большинство зерен имеют близкий к нулю ФШ для базисного скольжения в осевом направлении, что приводит к снижению среднего ФШ в этом направлении и, соответственно, повышению расчетных значений прочности. И это при том, что в поперечном направлении таких зерен значительно меньше и ФШ практически не снижается. Именно поэтому рассчитанный на основе базисного скольжения коэффициент текстурной анизотропии завышен по отношению к реальной анизотропии, и эта разница тем больше, чем больше относительные значения КПНС для небазисных систем, действующих в зернах с нулевым ФШ для базисного скольжения.

Фактически при одинаковых КПНС для базисной и небазисных систем сдвига анизотропия отсутствует, а с увеличением этих отношений базисное скольжение начинает доминировать для всех ориентаций кристаллитов и

реальная анизотропия приближается к K_a^r . Приравняв реальную анизотропию к отношению ФШ, усредненных по всем зернам, с учетом отношений КПНС можно оценить величины этих отношений. Для случая оценки анизотропии прессованных прутков уравнения (3) и (4) можно объединить, получив

$$K_a^\sigma = \frac{\sigma_{0,2}^{\text{OH}}}{\sigma_{0,2}^{\text{ПН}}} = \frac{\sum_{i=1}^{17} (P_i^{\text{ПН}} \Phi_i^k / \alpha_k) A_i}{\sum_{i=1}^{17} (P_i^{\text{OH}} \Phi_i^k / \alpha_k) A_i} = \overline{M^{\text{OH}}} / \overline{M^{\text{ПН}}}.$$

Результаты расчетов приведены в табл.4.2. Для сплавов МА2-1 и МА14 кроме основного механизма сдвига посредством базисного скольжения активны «растягивающее» двойникование и $\langle \bar{c} + \bar{a} \rangle$ -скольжение, при этом относительные величины КПНС по этим системам и базисному скольжению для сплава МА2-1 выше, чем для МА14, что объясняет причину меньшей анизотропии прочностных свойств сплава МА14 при более интенсивной призматической текстуре. Для сплава с литием основным механизмом деформации кроме базисного скольжения является призматическое скольжение с величиной отношения КПНС к базисному скольжению (1,4), более низкой по сравнению с остальными сплавами магния [126].

Для описания поведения материала в условиях сложнапряженного состояния используют макроскопические и микромеханические критерии разрушения. Различные связанные с этим вопросы подробно рассмотрены в [20,75, 100]. В обзоре[20], посвященном вопросам текстурной анизотропии изделий из циркониевых сплавов, которые используются в активной зоне ядерных реакторов, значительное внимание уделено макроскопическому критерию Хилла. Одним из условий его применимости является отсутствие зависимости напряжений разрушения от знака приложенных напряжений, что в случае магния проблематично. Эта проблема в определенной степени относится ко всем ГПУ-сплавам, но для магниевых сплавов она наиболее существенна. В частности, в сплавах титана и циркония двойниковые системы играют важную роль, но в основном как дополнительные, аккомодационные

системы сдвига, и только для магния двойникование может быть основным механизмом деформации. По этой причине в ряде работ [127. 128] анализируется влияние знака нагружения на деформационное поведение магниевых сплавов применительно к построению контуров текучести на основе макроскопических критериев текучести.

Рассмотрим влияние на применимость критерия Хилла различий в механизмах деформации исследуемых магниевых сплавов. Для устранения влияния текстуры реализуем расчетные процедуры для двух типов текстуры, каждый из которых одинаков для всех трех сплавов, различающихся природной (монокристалльной) анизотропией, аналогичные расчеты выполним для виртуального изотропного сплава, для которого все пять систем сдвига имеют одинаковые КПНС. При этом рассмотрим два наиболее распространенных типа текстуры магниевых полуфабрикатов– аксиальную текстуру прессованного профиля (рис.4.2) и базисную текстуру листа (рис.4.3). Эти полюсные фигуры принадлежат реальным полуфабрикатам: в частности, на рис.4.2 приведены ОПФ для прутков сплава МА14, обладающих наиболее выраженной призматической текстурой (см. табл.4.2).

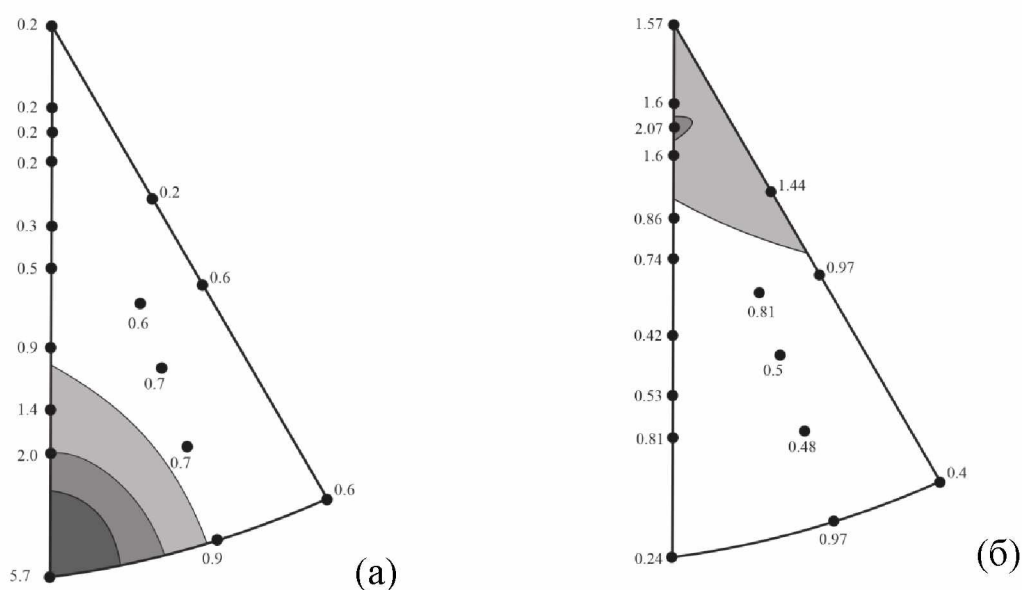


Рис.4.2. ОПФ аксиальной текстуры прессованного прутка в осевом (а) и поперечном (б) направлениях

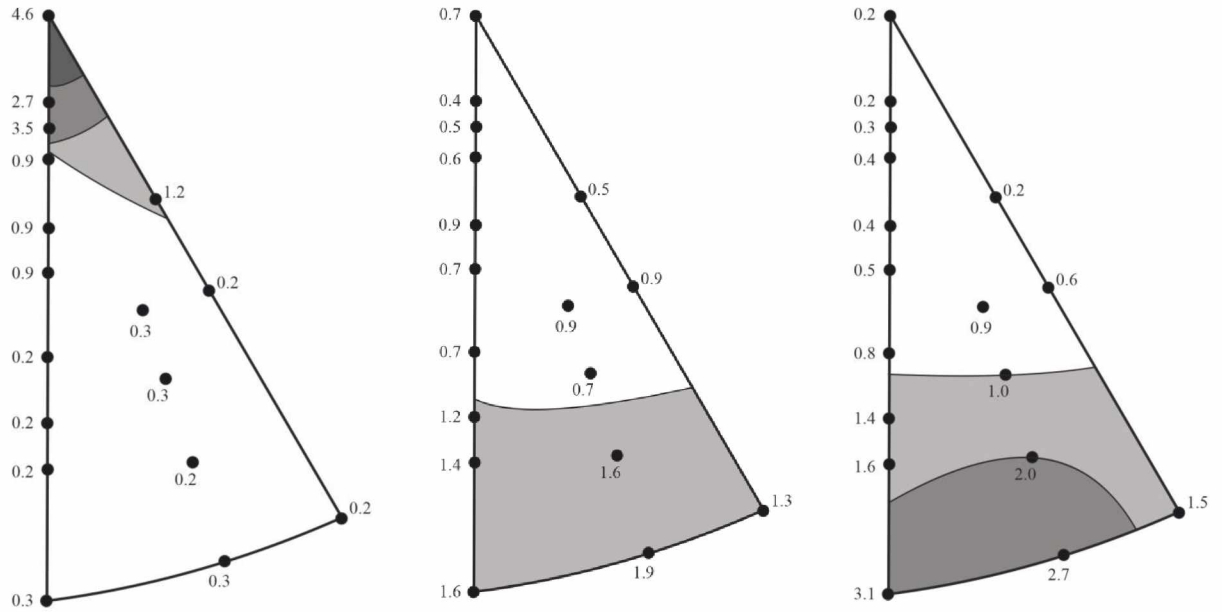


Рис. 4.3. ОПФ базисной текстуры листа в направлении нормали (а), направлении прокатки (б) и поперечном направлении (в)

Для плоского напряженного состояния ($\sigma_3=0$) в координатах главных напряжений ($\sigma_4 = \sigma_5 = \sigma_6 = 0$) выражение для критерия Хилла имеет вид

$$P(R+1)\sigma_1^2 - 2RP\sigma_1\sigma_2 + R(P+1)\sigma_2^2 = P(R+1)\sigma_{0,2}^{ПН\ 2} = R(P+1)\sigma_{0,2}^{ОН\ 2}, \quad (7)$$

где $R = d\varepsilon_2/d\varepsilon_3$; $P = d\varepsilon_1/d\varepsilon_3$ -параметры анизотропии; $\sigma_{0,2}^{ПН}$ и $\sigma_{0,2}^{ОН}$ -пределы текучести в направлениях 1 и 2 соответственно.

С учетом симметрии материалов с аксиальной и базисной текстурами уравнение (7) может быть преобразовано.

Для случая прутков с **аксиальной текстурой** с осью текстуры, совпадающей с направлением ОН, в уравнении Хилла (7) параметр анизотропии $P = 1$, поскольку направления x и z эквивалентны. С учетом этого уравнение (7) будет иметь следующий вид:

$$(R+1)\sigma_1^2 - 2R\sigma_1\sigma_2 + 2R\sigma_2^2 = (R+1)(\sigma_{0,2}^{ПН})^2 = 2R(\sigma_{0,2}^{ОН})^2. \quad (8)$$

Тогда, обозначив $m = \sigma_2/\sigma_1$, получим уравнение, позволяющее построить контуры текучести для аксиальной текстуры (рис.4):

$$\sigma_1 / \sigma_{0,2}^{OH} = \{m^2 - m + [(1+R)/2R]\}^{-1/2}, \quad (9)$$

Величина параметра анизотропии может быть рассчитана из данных о текстуре и относительных значений КПНС заменой отношения пределов текучести отношением средних факторов Закса:

$$R_{акс.} = [2(\sigma_{0,2}^{OH} / \sigma_{0,2}^{ПН})^2 - 1]^{-1} = [2(\overline{M}^{OH} / \overline{M}^{ПН})^2 - 1]^{-1}. \quad (10)$$

Случай **базисной текстуры** полностью соответствует трансверсально изотропной симметрии ($\sigma_{0,2}^{ПН} = \sigma_{0,2}^{OH}$ и $P = R$). Тогда уравнение (7) примет вид:

$$\sigma_1^2 + \sigma_2^2 - [2R/(1+R)]\sigma_1\sigma_2 = \sigma_{0,2}^{ПН}{}^2 = \sigma_{0,2}^{OH}{}^2. \quad (11)$$

Для построения контура текучести для базисной текстуры получим:

$$\sigma_2 / \sigma_{0,2}^{ПН} = \sigma_2 / \sigma_{0,2}^{OH} = \left[1 + m^2 - m(2R/(1+R))\right]^{-1/2}. \quad (12)$$

Как и для аксиальной текстуры величина параметра анизотропии может быть рассчитана из данных о текстуре и относительных значений КПНС заменой отношения пределов текучести отношением средних факторов Закса:

$$R_{баз.} = 2(\sigma_{0,2}^{НН} / \sigma_{0,2}^{НП(ПН)})^2 - 1 = 2(\overline{M}^{НН} / \overline{M}^{НП(ПН)})^2 - 1 \quad (13)$$

Где: $\sigma_{0,2}^{НП(ПН)} = (\sigma_{0,2}^{НП} + \sigma_{0,2}^{ПН}) / 2$ и $\overline{M}^{НП(ПН)} = (\overline{M}^{НП} + \overline{M}^{ПН}) / 2$

Результаты вычисления параметров анизотропии приведены в табл.4.3, контуры текучести для аксиальной призматической текстуры – на рис.4.4а, а для базисной текстуры листа – на рис.4.4б.

Табл.4.3. Параметры анизотропии прутков с призматической текстурой и листов с базисной текстурой из магниевых сплавов

Сплав	α_k	Аксиальная текстура прутка				Базисная текстура листа			
		M^{OH}	$M^{ПН}$	R	P	$M^{НН}$	$M^{OH(ПН)}$	R	P
МА2-1	$\alpha_2=1,7; \alpha_4=2,2$	3,74	2,94	0,45	1	2,9	3,59	0,31	0,31
МА14	$\alpha_2=1,5; \alpha_4=1,8$	3,29	2,72	0,52	1	2,78	3,16	0,54	0,54
Mg-5Li-3Al	$\alpha_1=1,4$	2,69	2,63	0,92	1	2,87	2,64	1,37	1,37
Изотропный	$\alpha_1= \alpha_2= \alpha_3= \alpha_4=1,0$	2,42	2,49	1,12	1	2,64	2,38	1,46	1,46

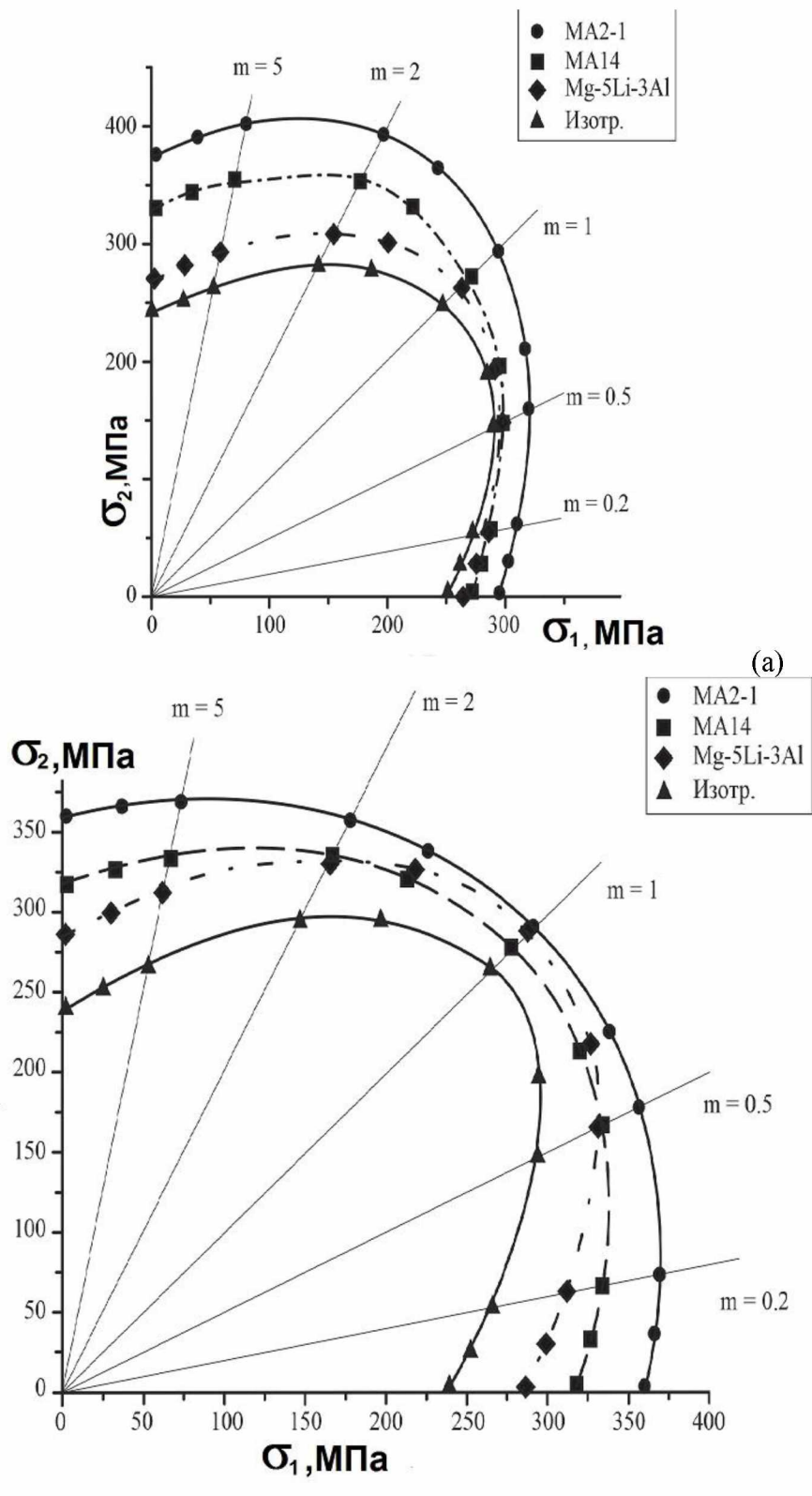


Рис.4.4. Контуры текучести для прутков с аксиальной текстурой (а) и для листов сплавов с базисной текстурой (б)

Следует отметить, что значения напряжений течения рассчитаны из условия равенства для всех сплавов КПНС для базисного скольжения ($\tau_0=100$ МПа). Это сделано для упрощения сравнительной оценки влияния на сопротивление деформации особенностей механизма деформации сплавов, именно поэтому для всех сплавов были приняты одинаковая текстура и одинаковые значения КПНС для базисного скольжения (для остальных систем значения КПНС определяются значениями α_k , см. табл. 4.2). Поскольку значения КПНС для небазисных систем значительно выше, ясно, что минимальную прочность при любых видах напряженного состояния (траектории нагружения) имеет изотропный сплав (см. рис.4.4б).

Самым прочным при всех видах напряженного состояния является сплав МА2-1, что также понятно, учитывая его самую высокую природную (монокристалльную) анизотропию, обусловленную различием в КПНС для действующих систем сдвига (см.табл.4.2). Поведение сплавов МА14 и Mg–5Li–3Al более сложное, при том что для большей доли траекторий нагружения сплав МА14 по прочности доминирует, но для нескольких отношений главных напряжений в интервале значений $m_{0,5-2}$ в случае базисной текстуры незначительное преимущество имеет сплав Mg–5Li–3Al (см. рис. 4.4б). Напомним, что это относится только к эффекту анизотропии, а не к реальной прочности: она, разумеется, выше у сплава МА14. Тем не менее эффект анизотропии для этих сплавов при сложнонапряженном состоянии выше, чем при одноосном нагружении (см. рис.4.4б).

Важно отметить, что влияние природной анизотропии превышает влияние текстуры. Оба этих эффекта зависят от вида напряженного состояния, поэтому проще всего оценить их вклад по контурам текучести для одноосного испытания прутков с аксиальной призматической текстурой (см. рис.4.4а). Текстурный эффект соответствует разнице между пределами текучести в осевом и поперечном направлениях прутка (пересечение контура текучести с осью ординат и абсцисс на рис. 4.4а соответственно). Для сплава МА2-1 он составляет 80 МПа, для сплава МА14 – 58 МПа и для сплава Mg–5Li–3Al – 21

МПа. Эффект анизотропии определяется различием в пределах текучести в осевом направлении исследуемых магниевых сплавов с разным типом и интенсивностью анизотропии и изотропного сплава (пересечения контуров текучести с осью ординат на рис.4.4а). Для сплавов МА2-1 и МА14 эта разница составляет 137 МПа и 92 МПа соответственно, а для сплава Mg–5Li–3Al –47 МПа.

Важно также отметить, что, несмотря на высокий предел текучести сплава МА2-1 в осевом направлении (376 МПа), трубчатые изделия из таких прутков в условиях внутреннего давления ($m=0,5$) будут иметь в направлении максимальных напряжений (тангенциальное направление трубы) предел текучести всего лишь 321 МПа. По этой причине предпочтительнее изготавливать трубчатые изделия из листов с базисной текстурой, что обеспечит при траектории нагружения $m=0,5$ предел текучести в тангенциальном направлении трубы 356 МПа (см. рис.4.4б).

Выводы по 4 главе

1. На основе сопоставления экспериментально установленной анизотропии прочностных свойств и усредненных факторов Шмида для текстурированных прессованных прутков из магниевых сплавов МА2-1, МА14 и Mg-5Li-3Al определены относительные значения критических приведенных напряжений сдвига (КПНС) для действующих систем скольжения и двойникования.
2. Наиболее выраженной монокристалльной анизотропией прочностных свойств обладает сплав МА2-1, для которого КПНС для «растягивающего» $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ -двойникования и $\langle \bar{c} + \bar{a} \rangle$ -скольжения выше, чем для базисного скольжения, в 1,7 и 2,2 раза соответственно, а для сплава МА14 – в 1,5 и 1,8 раза; при этом в сплаве Mg-5Li-3Al двойникование отсутствует, а деформация осуществляется базисным, а также призматическим скольжением, величина КПНС для которого в 1,4 раза выше, чем для базисного скольжения.
3. На основе полученных данных рассчитаны параметры анизотропии, в рамках критерия анизотропной текучести Хилла построены контуры текучести для исследованных сплавов и показано, что вклад в анизотропию прочностных свойств от монокристалльной анизотропии значительно превышает вклад от текстурного фактора.
4. Анализ контуров текучести для магниевых прутков с призматической аксиальной текстурой и листов с базисной текстурой показал, что последние имеют преимущество в прочностных показателях при изготовлении из них трубчатых изделий, работающих в условиях внутреннего давления.

Глава 5. Исследование влияния количественных характеристик текстуры и фазового состава на коррозионные свойства магниевых сплавов

В этой главе исследовали влияние количественных параметров текстуры и особенностей выделения интерметаллидных фаз $Mg_{17}Al_{12}$, $MgZn_2$ и $Mg_{12}Nd$ в сплавах систем Mg–Al–Zn (МА2-1), Mg–Zn–Zr (МА14) и Mg–Nd–Zr (МА12) на их коррозионные свойства. Большой разброс коррозионных свойств магниевых сплавов стал стимулом для настоящей работы. В ней развивается количественный подход к оценке влияния текстуры и фазовых превращений на коррозионные характеристики сплавов МА2-1, МА14 и МА12.

В [101] развита методика определения состава твердого раствора и количества интерметаллидной фазы $Al_{12}Mg_{17}$ для сплавов Mg–Al на основании измерения периодов решетки твердого раствора и известной зависимости этих периодов решетки от состава. При фазовом превращении происходит изменение соотношения фаз (W_α и W_β) и удельного объема твердого раствора (V_α) из-за изменения его состава. Все эти изменения вычисляются с помощью соотношений (2.1) – (2.3) и затем с помощью (2.4) рассчитывают величины удельных объемов сплава для исходного (V_1) и конечного (V_2) состояний. Очевидно, что относительное изменение объема сплава после фазового превращения будет равно:

$$\frac{\Delta V}{V_1} = \frac{V_2 - V_1}{V_1} \quad (5.1)$$

Легкость процессов выделения/растворения $Al_{12}Mg_{17}$ фазы объясняется очень малым объемным эффектом превращения. Величина объемного эффекта на один % выделяющейся фазы равен 0,072%, что значительно ниже, чем аналогичный эффект от выделения фазы Al_3Mg_2 в сплавах Al–Mg (0,17%). Такой низкий объемный эффект превращения для $Al_{12}Mg_{17}$ интерметаллида объясняется удачным сочетанием объемных изменений матрицы и выделения. Удельный объем матрицы в результате выделения фазы $Al_{12}Mg_{17}$

увеличивается, а удельный объем самой β -фазы ($0,4789 \text{ см}^3/\text{г}$) ниже, чем твердого раствора ($0,5758 \text{ см}^3/\text{г}$) и ее выделение уменьшает удельный объем сплава. В результате суммарный эффект превращения для сплава близок к нулю.

5.1. Текстура и коррозионные свойства магниевых сплавов

На рис.5.1, *а–в* приведены ОПФ для трех ортогональных направлений прессованного профиля 20×90 мм из сплава МА14 (ПН-1и ПН-2–длинное и короткое поперечные направления профиля соответственно). Можно отметить, что текстура профиля аналогична текстуре листа: поскольку вытяжка осуществлялась в ОН и ПН-1в них сформирована одинаковая призматическая текстура, а в ПН-2 происходила деформация сжатием, поэтому в этом направлении текстура базисная. Коэффициент Кернса для ПН-2 в ≈ 5 раз выше, чем для ОН и ПН-1 (таблица). Однако, несмотря на такие большие различия в текстуре, различия в значениях тока коррозии незначительны (рис. 5.1, г).

На рис. 5.2, *а–в* приведены ОПФ для направлений ОН и ПН прессованного цилиндрического профиля диаметром 20 мм из сплава МА2-1. Так же, как и в профиле из сплаве МА14, в формируется призматическая текстура, а в ПН – текстура базисного типа. Однако она менее выражена, чем текстура в направлении ПН-2 профиля из сплава МА14 (см. рис. 5.1, в), поскольку коэффициент Кернса в ПН сплава МА2-1 значительно ниже, чем в ПН-2 сплава МА14 ($0,49$ и $0,82$ соответственно). Для сплава МА2-1 ток коррозии в ОН ниже, чем в ПН, т.е. сечение, в котором преобладают призматические плоскости, показывает бóльшую стойкость к коррозии по сравнению с сечениями, в которых доминируют плоскости базиса. Это противоречит результатам большинства исследований [3–8].

На рис. 5.3, *а–в* приведены ОПФ для фольг из сплава МА12, имеющих базисную текстуру, интенсивность которой увеличивается с уменьшением толщины фольги (увеличением обжатия). Коэффициент Кернса составляет $0,72$ для фольги толщиной $0,5$ мм и $0,76$ для более тонких фольг (см. таблицу).

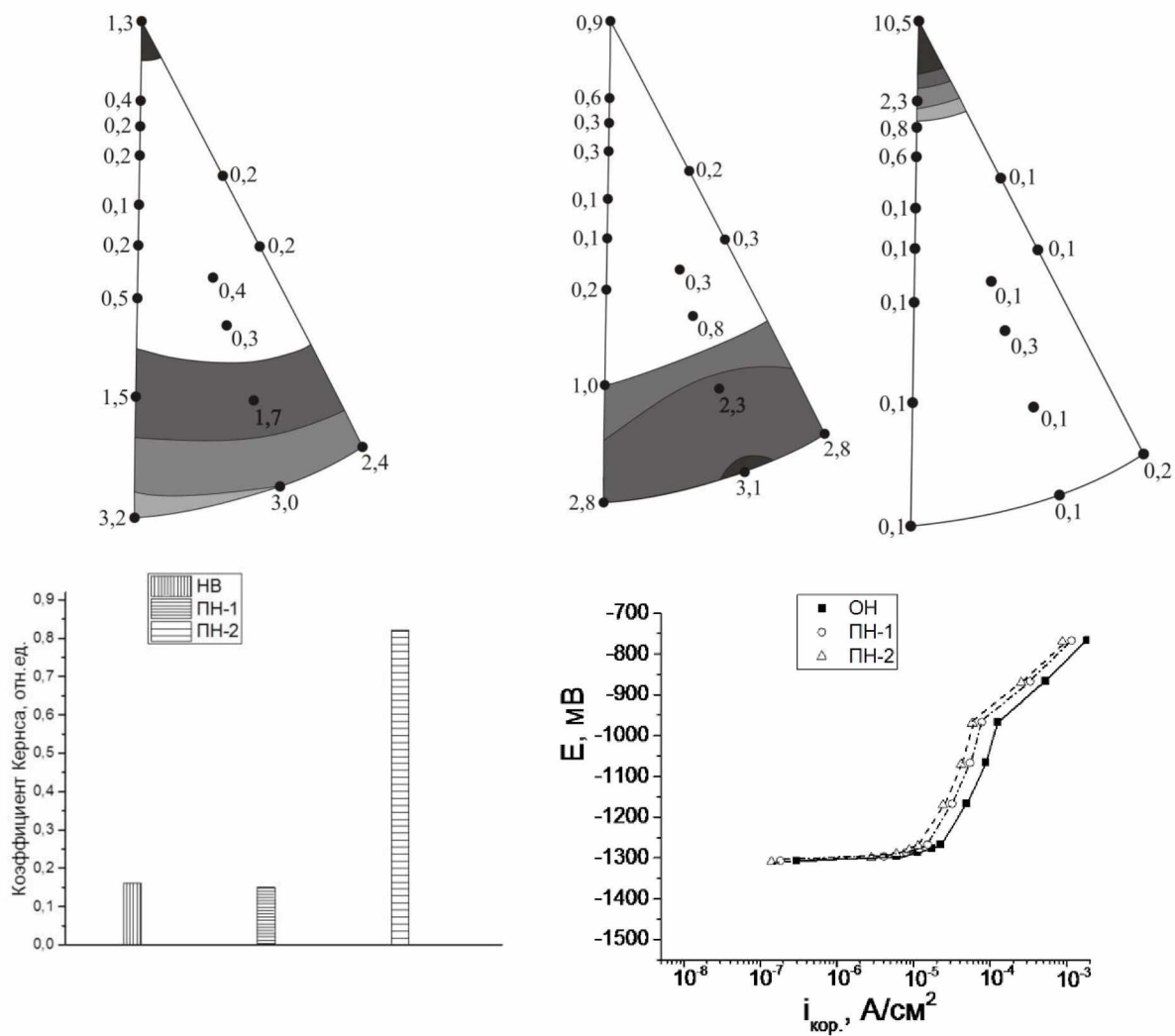


Рис.5.1. ОПФ для направлений ОН (а), ПН-1 (б), ПН-2 (в), коэффициенты Кернса (г) и потенциодинамические поляризационные кривые (д) для сечений, нормальных к ОН, ПН-1 и ПН-2 направлениям прессованного профиля 20x90 мм из сплава МА14

Табл.5.1. Рассчитанные по (2) коэффициенты Кернса для полуфабрикатов из сплавов МА14, МА2-1 и МА12

Сплав	Вид полуфабриката	Направление	Коэффициент Кернса
МА2-1	Пруток диаметром 20 мм	ОН	0,22
		ПН	0,49
МА14	Прессованный профиль сечением 20×90 мм	ОН	0,16
		ПН-1	0,15
		ПН-2	0,82
МА12	Фольга толщиной, мм:		
	0,11	НН	0,76
	0,18	–"–	0,76
	0,50	–"–	0,72

ППК для фольги толщиной 0,5 мм заметно отличается от ППК более тонких фольг, обладающих более интенсивной базисной текстурой: коррозионный потенциал увеличивается с –1540 до –1310 мВ при уменьшении толщины фольги с 0,5 до 0,11 мм (см. рис. 5.3, з).

Можно предположить существование корреляции коррозионных характеристик фольг из сплава МА12 с текстурой. Однако для изменений ППК есть и другие основания: при холодной прокатке фольги с толщины 0,5 до толщины 0,18 мм период решетки «с» уменьшается с 520,6 до 518,9 пм. Такое изменение периода решетки может быть связано с выделением фазы $Mg_{12}Nd$, поскольку радиус атома Nd значительно выше, чем у Mg ($R_{Nd}=181$ пм, $R_{Mg}=160$ пм), а содержание Nd в твердом растворе снижается при выделении интерметаллида. По зависимости периода решетки от содержания Nd можно оценить его концентрацию в твердом растворе, количество выделившегося интерметаллида, а также объемный эффект превращения.

Хотя мы не нашли таких данных для системы Mg-Nd, но нашли для Mg-Ce (рис.5.4а), которую можно применить для системы Mg-Nd, поскольку радиус атома Ce близок к Nd ($R_{Ce}=179$ пм).

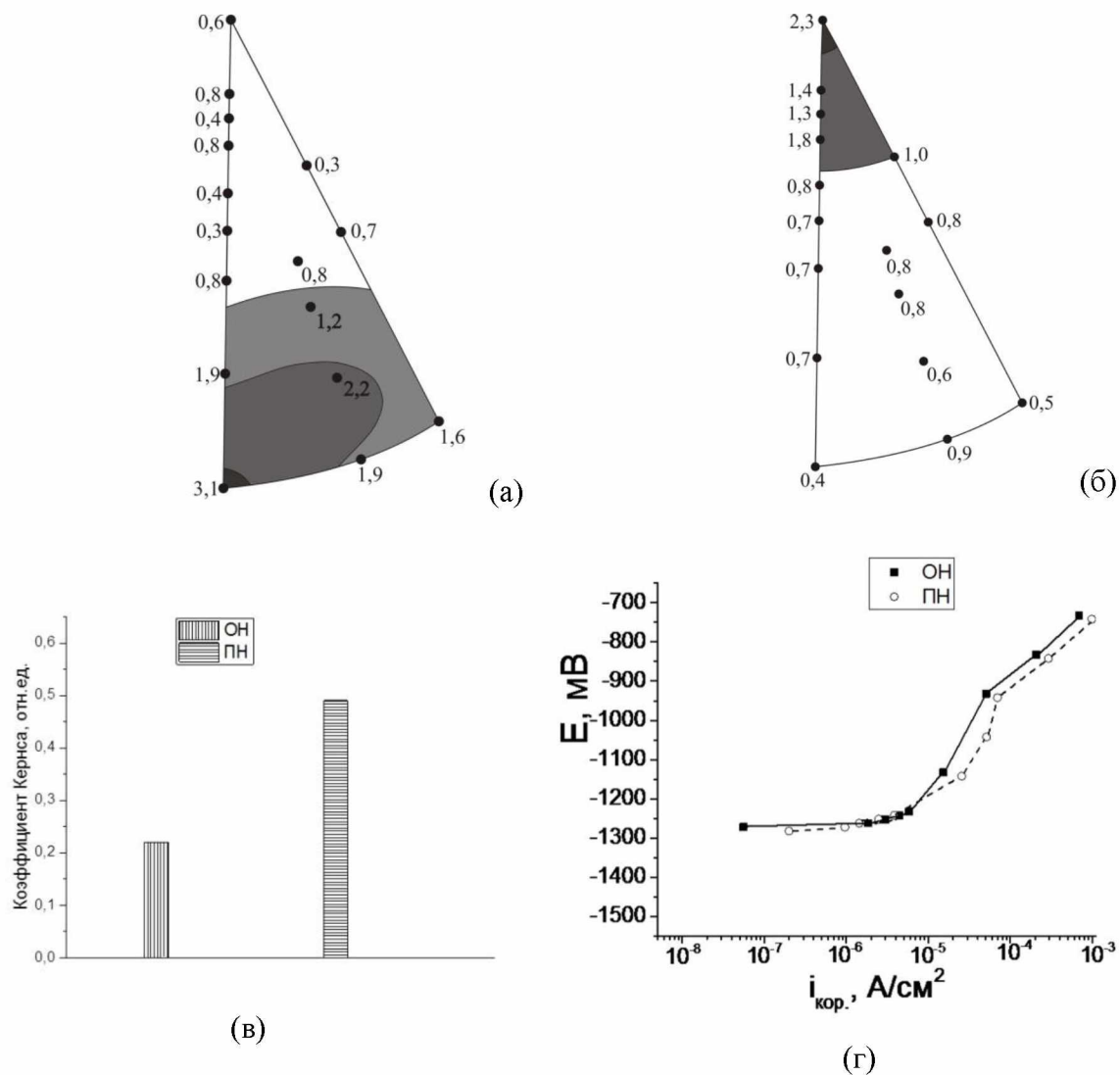


Рис.5.2. ОПФ для направлений ОН (а), ПН (б), коэффициенты Кернса (в) и потенциодинамические поляризационные кривые (г) для сечений, нормальных к направлениям ОН и ПН прессованного прутка Ø 20 мм из сплава МА2-1

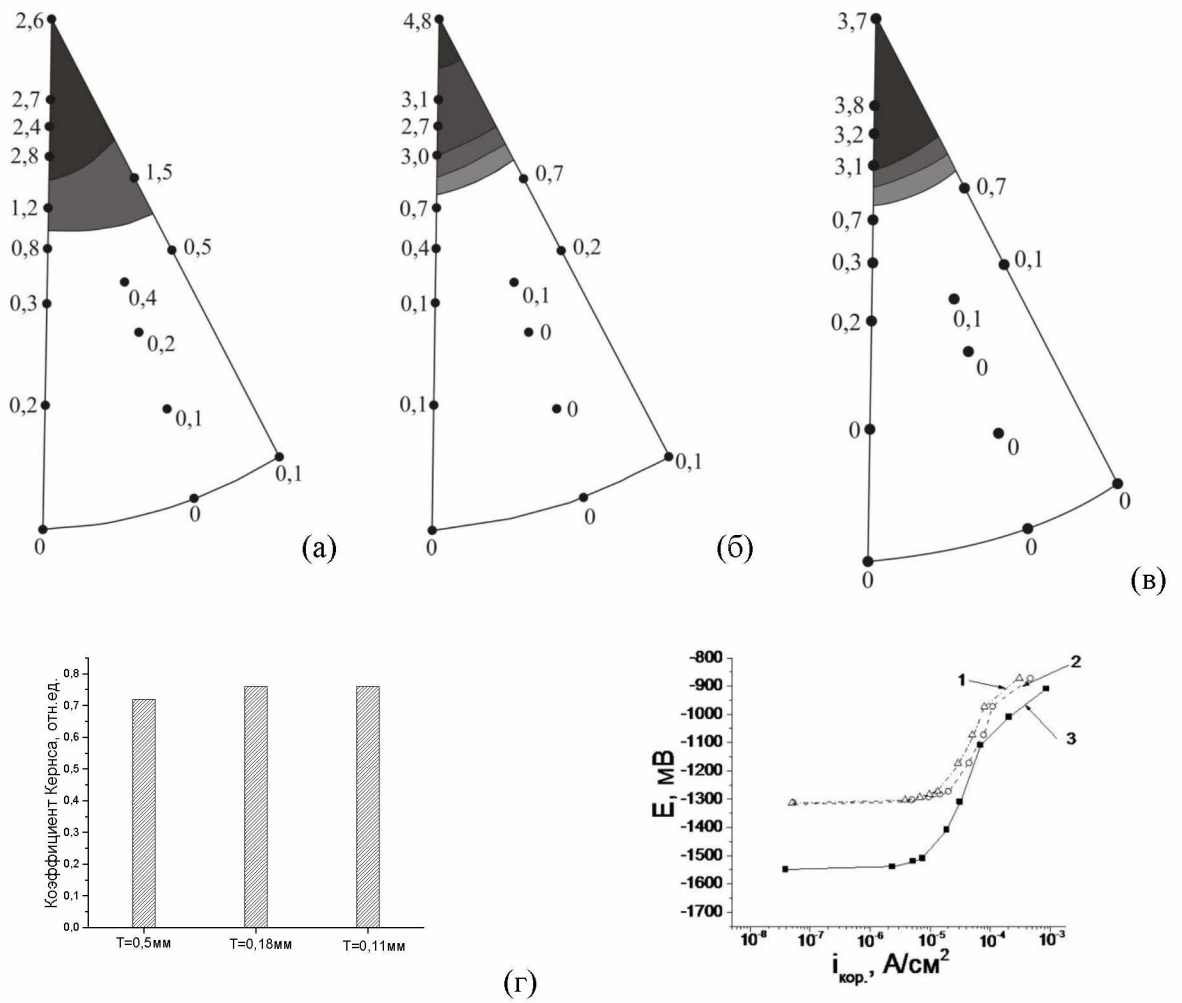


Рис.5.3. ОПФ для направления НН фольг из сплава МА12 толщиной 0,5 (а), 0,18 (б), 0,11 мм (в) и соответствующие ППК (г)

На рис. 5.4б приведена зависимость от периода решетки «с» содержания Nd в твердом растворе, а на рис.5.6а зависимость объемного эффекта от количества выделившейся фазы $Mg_{12}Nd$, который свидетельствует об отрицательном знаке этого эффекта. Это должно сопровождаться образованием растягивающих напряжений, которые снижают периоды решетки в нормальном плоскости съемки направлении в дополнении к эффекту от снижения содержания Nd в твердом растворе и их разделить невозможно. На рис. 5.4а приведена возможная схема превращения, которая учитывает тот факт, что при выделении $Mg_{12}Nd$ величина остаточных напряжений должна быть пропорциональна количеству выделившейся фазы. Такой критерий выполняется, например, когда в исходной 0,5 мм фольге содержится 2% $Mg_{12}Nd$, а в 0,18 мм фольге после холодной прокатки количество этой фазы увеличивается до 6%.

Тогда разница между расчетными из вегардовской зависимости величинами $c=521,35$ пм (2% фазы) и $c=521,15$ пм (6% фазы) и соответствующими экспериментальными значениями $c=520,6$ и $518,9$ пм соответствует растягивающим напряжениям 148 МПа и 440 МПа (рис.5.4а). При этом содержание Nd в твердом растворе снизится от 2,5 до 1,2% (рис.5.4б).

Подтверждение такому объяснению можно найти в работе [129], где исследовано влияние на текстуру и коррозионные характеристики сплава Mg–6Gd–2Y–0,2Zr добавления в него до 1,5% Nd. Было показано, что с увеличением содержания неодима в сплаве происходит рост коррозионного потенциала и тока коррозии. Минимальный тока коррозии отмечен у сплава с 0,5% Nd, что связали с благоприятной текстурой, при этом максимальный коррозионный ток объяснен выделением интерметаллидной фазы. В [129] при увеличении содержания неодима с 0,5 до 1% потенциал коррозии увеличился с -1510 до -1400 мВ, а коррозионный ток – с $5,1 \cdot 10^{-7}$ до $9,0 \cdot 10^{-7}$ А/см². В настоящей работе наблюдается сходная ситуация, когда в результате

выделения интерметаллидной фазы увеличивается коррозионный потенциал с -1540 до -1310 мВ, при этом увеличивается и ток коррозии.

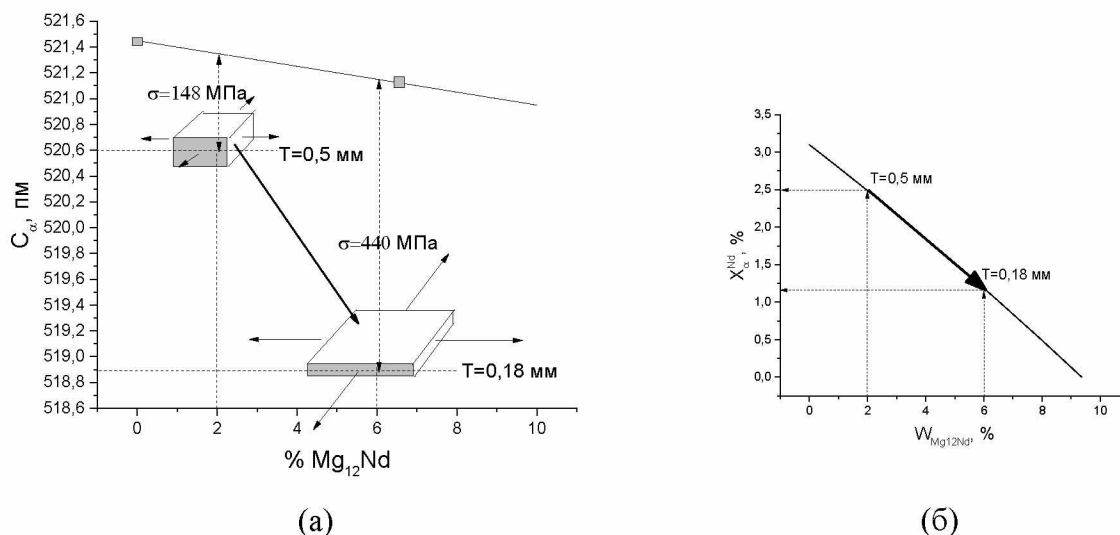


Рис.5.4 .Зависимость периода «с» ГПУ решетки твердого раствора Nd в Mg (а) и концентрации Nd в твердом растворе (б) от количества интерметаллида $Mg_{12}Nd$ и схема преобразования фазового состава и напряженного состояния сплава МА12 при холодной прокатке: $\sigma_\alpha=520,6$ и $518,9$ пм периоды решетки «с» фольги толщиной $0,5$ мм и $0,18$ мм □ответственно; - экспериментальные значения периода «с» для Mg и сплава Mg-1%Ce

Таким образом, текстура не является доминирующим фактором при формировании коррозионных характеристик сплавов МА14, МА2-1 и МА12. Существенно больший эффект, по крайней мере, для сплава системы Mg–Nd–Zr (МА12) связан с изменениями фазового состава. Поэтому далее исследовано влияние на коррозионные свойства сплавов особенностей выделяющихся интерметаллидных фаз, их количества, а также состава твердого раствора.

5.2. Влияние фазовых превращений на коррозионные свойства

Количественный фазовый анализ позволяет объективно оценить структурно-фазовое состояние конструкционных материалов после

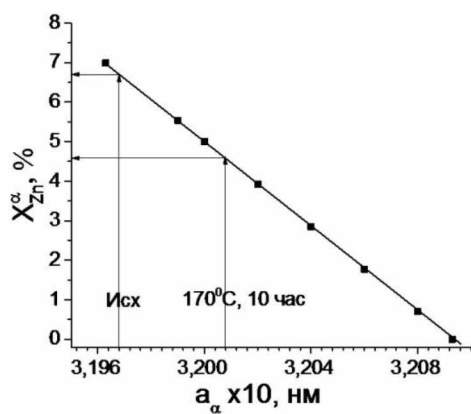
различных технологических операций получения полуфабрикатов и сварки. Была разработана методика количественного фазового анализа на основании измерения параметров решетки твердого раствора, закона Вегарда и уравнений баланса химического и фазового составов применительно к сплавам системы Al–Mg–Li и Al–Cu–Li [130], а также сплавов на основе магния [101].

В сплавах Mg–Al присутствует интерметаллид β -Mg₁₇Al₁₂ с ОЦК-решеткой ($a_\beta = 1,0544$ нм), а в сплавах Mg–Zn выделяется фаза β' -MgZn₂ с ГПУ-решеткой ($a = 0,522$ нм, $c = 0,857$ нм), ее удельный объем $V_{\text{MgZn}_2} = 0,192$ см³/г. В сплавах Mg–Nd выделяется интерметаллид β -Mg₁₂Nd с тетрагональной решеткой (I4/mmm, $a=1,031$ нм; $c=0,593$ нм), его удельный объем $V_{\text{Mg}_{12}\text{Nd}} = 0,435$ см³/г.

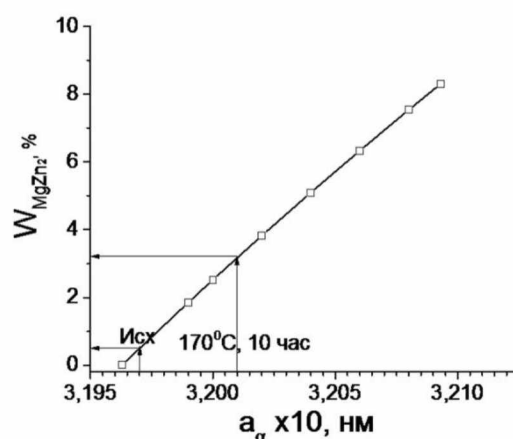
На рис.5.5 показан пример применения методики для количественного фазового анализа сплава МА14 в виде прессованного профиля в исходном состоянии и после отпуска при 170°C, 10 ч. Состав твердого раствора (X_{Zn}^α) определяют на основании измерения параметров решетки твердого раствора и закона Вегарда, а количество интерметаллида MgZn₂ (W_{MgZn_2}) – из уравнения баланса химического и фазового составов (5.2):

$$W_{\text{MgZn}_2} = \frac{X_{\text{Zn}}^0 - X_{\text{Zn}}^\alpha}{X_{\text{Zn}}^{\text{MgZn}_2} - X_{\text{Zn}}^\alpha}, \quad (5.8)$$

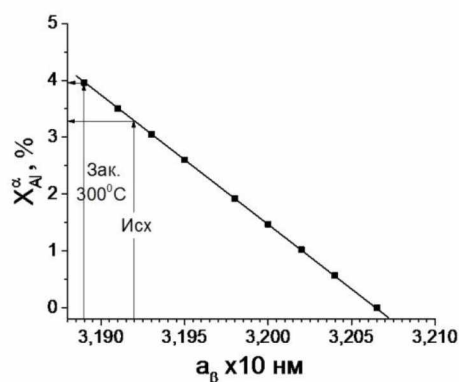
где X_{Zn}^α – содержание цинка в α -фазе, % (мас.); $X_{\text{Zn}}^{\text{MgZn}_2} = 84,3$ – содержание цинка в фазе MgZn₂, %; X_{Zn}^0 – содержание цинка в сплаве, %.



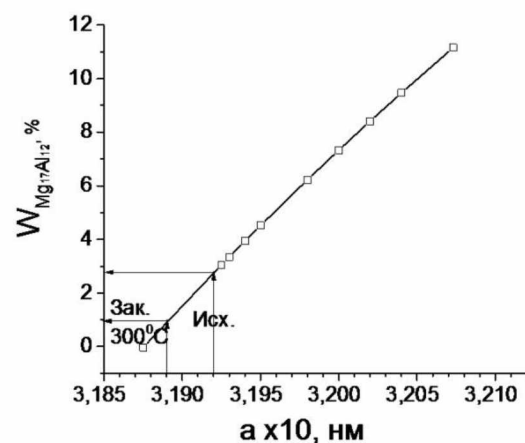
(а)



(б)



(в)



(г)

Рис.5.5. Зависимости от периода решетки твердого раствора содержания в нем легирующих элементов (а, в) и количества интерметаллидной фазы (б, г) в сплавах МА14 (а,б) и МА2-1 (в, г)

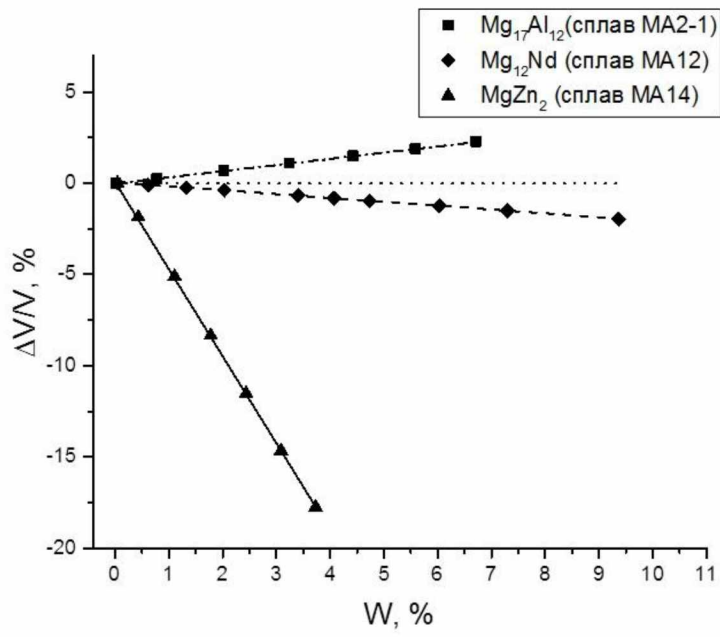
На рис.5.5а приведена зависимость от периода решетки «а» α -фазы (a_α) содержания цинка в твердом растворе и на рис.5.5б зависимость количества $MgZn_2$ -фазы в сплаве МА14. Старение при $170^\circ C$, 10 ч приводит к увеличению параметра решетки твердого раствора с 0,3197 до 0,3208 нм, этому соответствует снижение содержания цинка в твердом растворе (X_{Zn}^α) с 6,7 до 4,6% и увеличение количества интерметаллидной фазы (W_{MgZn_2}) с 0,6 до 3,2%.

Для сплавов Mg-Al-Zn характерно доминирование алюминия по отношению к цинку, поэтому можно принять, что цинк находится в твердом растворе и его количество равно его концентрации в сплаве, а переменное содержание алюминия определяется по параметру решетки твердого раствора. Состав твердого раствора (X_{α}^{Al}) определяют на основании измерения параметров решетки твердого раствора и закона Вегарда, а количество γ -фазы – интерметаллида $Mg_{17}Al_{12}$ (W_{γ}) из уравнения баланса химического и фазового состава (5.5):

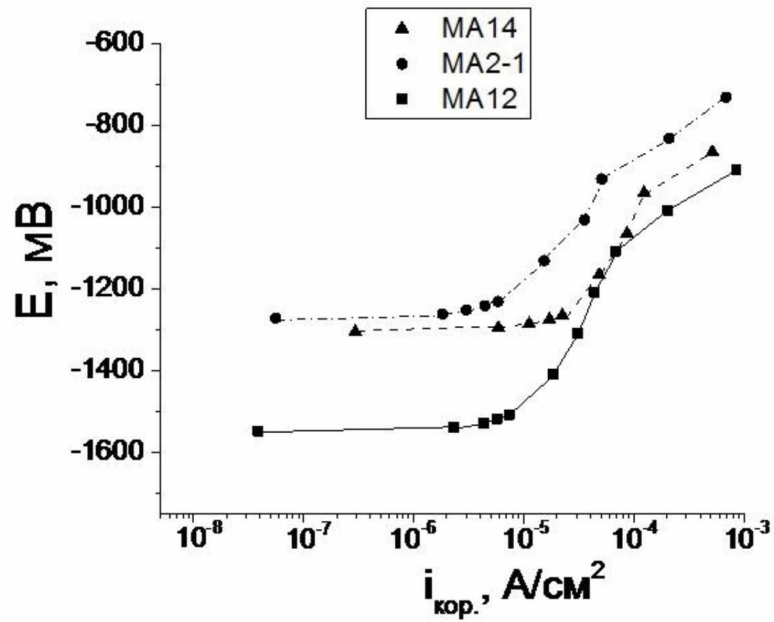
$$W_{\gamma} = \frac{X_{Al}^0 - X_{Al}^{\alpha}}{X_{Al}^{\gamma} - X_{Al}^{\alpha}}.$$

На рис.5.5в, г показан пример применения методики для количественного фазового анализа прессованного прутка сплава МА2-1 в исходном состоянии и после закалки от 300⁰С, при этом параметр решетки твердого раствора понизился с 0,3192 до 0,3187 нм, чему соответствует увеличение содержания алюминия в твердом растворе (X_{α}^{Al}) с 3,3 до 4,8% и снижение количества интерметаллидной фазы (W_{γ}) от 4,3 до 3%.

На основе информации о количественном соотношении фаз в сплавах МА2-1, МА14 и МА12 по соотношениям (5)–(7) рассчитано относительное изменение их объема в случае выделения интерметаллидных фаз при термообработке (рис. 5.6, а). Эти зависимости позволяют объяснить некоторые закономерности коррозионного поведения этих сплавов, а также некоторые другие результаты [132]. Объемный эффект от фазового превращения в исследуемых сплавах существенно различается по величине и знаку.



(a)



(б)

Рис.5.6. Зависимость объемных эффектов выделения интерметаллидных фаз от их объемной доли W (а) и соответствующие ППК (б) для сплавов МА2-1, МА12 и МА14

Так, минимальный объемный эффект реализуется в сплаве МА12 при выделении фазы $Mg_{12}Nd$. В сплаве МА2-1 при выделении фазы $Mg_{17}Al_{12}$ объемный эффект немного выше по абсолютной величине, и он положительный, что способствует сопротивлению коррозии, поскольку в этом случае возникают сжимающие напряжения, которые препятствуют разрушению. В сплаве МА14 выделение фазы $MgZn_2$ сопровождается очень большим отрицательным объемным эффектом, что должно приводить к образованию растягивающих напряжений, вызывающих деградацию материала и, соответственно, снижение коррозионной стойкости.

Полученные ППК подтверждают результаты расчетов объемных эффектов для исследуемых сплавов: максимальный ток коррозии соответствует сплаву МА14, минимальный – сплаву МА12 (рис. 5.5, б). Сходные результаты получены в работах [131, 132].

Выводы по главе 5

1. Показано, что для прессованных полуфабрикатов из сплавов МА14 и МА2-1 измеренные в сечениях отличающихся текстурой коррозионные свойства практически идентичны, несмотря на разницу в коэффициентах Кернса для этих сечений 0,15-0,82 для МА14 и 0,22-0,49 для сплава МА2-1, что свидетельствует о незначительном влиянии текстуры на сопротивление коррозии указанных сплавов.
2. Для сплавов МА2-1, МА14 и МА12 предложены методики расчета состава твердого раствора, количества интерметаллидных фаз и объемных эффектов их выделения. Показано, что выделения фаз $Mg_{17}Al_{12}$ в МА2-1, $MgZn_2$ в МА14 и $Mg_{12}Nd$ в МА12 характеризуются величинами объемных эффектов, рассчитанных на 1% выделившейся фазы, соответственно +0,072, -0,46 и -0,036%.
3. Для сплава МА12 обнаружено изменение потенциала коррозии от – 1540 до –1310 мВ в результате холодной прокатки, сопровождающейся уменьшением периода решетки c от 521,6 до 518,9 пм из-за выделения $Mg_{12}Nd$ фазы, приводящему к снижению концентрации Nd в твердом растворе и увеличению растягивающих напряжений, вследствие отрицательного объемного эффекта от выделения фазы.
4. Пониженная коррозионная стойкость сплава МА14 по сравнению с МА2-1 и МА12, обнаруженная в нашей и других работах, возможно, связана с большим отрицательным эффектом выделения из твердого раствора фазы $MgZn_2$ (-0,46%), что должно сопровождаться образованием высоких растягивающих напряжений, способствующих коррозионному поражению металла.

Общие выводы

1. Впервые определены нормировочные коэффициенты A_{hkl}^{20} для 20 рефлексов и уточнены коэффициенты A_{hkl}^{17} для 17 рефлексов ГПУ решетки необходимые для построения ОПФ, расчета коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР для текстурированных ГПУ сплавов на основе Ti, Zr, Mg.

2. Проведена оценка точности определения коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР с использованием трех вариантов усреднения на ОПФ с учетом неравномерности расположения рефлексов на стереографическом треугольнике по Моррису, по фактору повторяемости и с одинаковым весом каждой ориентировки.

3. Показано, что при оценке модуля Юнга и ТКЛР для полуфабрикатов с базисной текстурой достаточно 17 рефлексов на ОПФ, чтобы обеспечить погрешность $< 1\%$ при использовании усреднения по Моррису и фактору повторяемости, в случае призматической текстуры погрешность $< 1\%$ обеспечивают все три варианта усреднения, при этом погрешность при усреднении по Моррису минимальна.

4. При оценке коэффициентов Кернса удовлетворительные результаты можно получить только с использованием усреднения по Моррису, при этом можно использовать как 20, так и 17 рефлексов с погрешностью для полуфабрикатов с базисной текстурой $< 1\%$, а с призматической текстурой $< 6\%$.

5. На основе сопоставления экспериментально установленной анизотропии прочностных свойств и усредненных факторов Шмида для текстурированных пресованных прутков из магниевых сплавов MA2-1, MA14 и Mg-5Li-3Al определены относительные значения критических приведенных напряжений сдвига (КПНС) для действующих систем скольжения и двойникования.

6. Наиболее выраженной монокристалльной анизотропией прочностных свойств обладает сплав MA2-1, для которого КПНС для

«растягивающего» $\{10\bar{1}2\} <10\bar{1}1>$ -двойникования и $<\bar{c} + \bar{a}>$ -скольжения выше, чем для базисного скольжения, в 1,7 и 2,2 раза соответственно, а для сплава МА14 – в 1,5 и 1,8 раза; при этом в сплаве Mg–5Li–3Al двойникование отсутствует, а деформация осуществляется базисным, а также призматическим скольжением, величина КПНС для которого в 1,4 раза выше, чем для базисного скольжения.

7. На основе полученных данных рассчитаны параметры анизотропии, в рамках критерия анизотропной текучести Хилла построены контуры текучести для исследованных сплавов и показано, что вклад в анизотропию прочностных свойств от монокристалльной анизотропии существенно превышает вклад от текстурного фактора.

8. Анализ контуров текучести для магниевых прутков с призматической аксиальной текстурой и листов с базисной текстурой показал, что последние имеют преимущество в прочностных показателях при изготовлении из них трубчатых изделий, работающих в условиях внутреннего давления.

9. Показано, что для прессованных полуфабрикатов из сплавов МА14 и МА2-1 измеренные в сечениях отличающихся текстурой коррозионные свойства практически идентичны, несмотря на разницу в коэффициентах Кернса для этих сечений 0,15-0,82 для МА14 и 0,22-0,49 для сплава МА2-1, что свидетельствует о незначительном влиянии текстуры на сопротивление коррозии указанных сплавов.

10. Для сплавов МА2-1, МА14 и МА12 предложены методики расчета состава твердого раствора, количества интерметаллидных фаз и объемных эффектов их выделения. Показано, что выделения фаз $Mg_{17}Al_{12}$ в МА2-1, $MgZn_2$ в МА14 и $Mg_{12}Nd$ в МА12 характеризуются величинами объемных эффектов, рассчитанных на 1% выделившейся фазы, соответственно +0,072, -0,46 и -0,036%.

11. Для сплава МА12 обнаружено изменение потенциала коррозии от –1540 до –1310 мВ в результате холодной прокатки, сопровождающейся

уменьшением периода решетки c от 521,6 до 518,9 пм из-за выделения $Mg_{12}Nd$ фазы, приводящему к снижению концентрации Nd в твердом растворе и увеличению растягивающих напряжений, вследствие отрицательного объемного эффекта от выделения фазы.

12. Пониженная коррозионная стойкость сплава MA14 по сравнению с MA2-1 и MA12, обнаруженная в нашей и других работах, возможно, связана с большим отрицательным эффектом выделения из твердого раствора фазы $MgZn_2$ (-0,46%), что должно сопровождаться образованием высоких растягивающих напряжений, способствующих коррозионному поражению металла.

Список литературы

1. Машиностроение. Энциклопедия. Цветные металлы и сплавы. Конструкционные металлические материалы. Под общ. ред. И.Н. Фридляндера. М.: Машиностроение.2001. 880с
2. Магниеые сплавы. Металловедение магния и его сплавов. Области применения: Справочник. Под ред. М.Б. Альтмана, М.Е. Дриц и др. М.: Металлургия. 1978. Т.2. 237с
3. Эмли. Основы технологии производства и обработки магниевых сплавов. М.: Металлургия, 1972, 488с
4. Волкова Е.Ф., Дуюнова В.А., О современных тенденциях развития магниевых сплавов. ТЛС. 2016. №3. С.94-105.
5. Корушева И.С., Волкова Е.Ф., Гончаренко Е.С. Перспективы применения магниевых и литейных алюминиевых сплавов. Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С.112-222.
6. Volkova E.F Evolution of wrought Magnesium Alloys Aerospace Application. In Proceedings of the 10th International Conference on Magnesium Alloys and Their Application. Mg. 2015, P.10-24.
7. Волкова Е.Ф., Антипов В.В. Магниеые деформируемые сплавы. ВИАМ. 2001-205926, ноябрь 2011. С. 2-13
8. М.Е. Дриц, Л.Л. Рохлин. Магниеые сплавы с особыми акустическими свойствами. М.: Металлургия. 1983.128с.
9. Dmitry Merson, Alexander Brilevsky, Pavel Myagkikh, Alexandra Tarkova, Alexei Prokhorikhin, Evgeny Kretov, Tatiana Frolova, Alexei Vinogradov. The Functional Properties of Mg–Zn–X Biodegradable Magnesium Alloys. Materials. 2020. V.1. P 544-548.
10. Фролова Т.С., Бойков А.А., Таркова А.Р., Орищенко К.Е., Прохорихин А.А., Малаев Д.У., Синицина О.И., Байструков В.И., Кретов Е.И., Прямов М.В., Мерсон Д.Л., Виноградов А.Ю. исследование цитотоксического эффекта магниевых сплавов на клеточные культуры. Патология кровообращения и кардиохирургия. 2019. Т. 23. № 3. С. 22-29.

11. N. Birbilis, Controlling initial biodegradation of magnesium by a biocompatible strontium phosphate conversion coating, *Acta Biomater.* 2014. V. 10 (3). 1463-1474.
12. Y. Ding, C. Wen, P. Hodgson, Y. Li, Effects of alloying elements on the corrosion behavior and biocompatibility of biodegradable magnesium alloys: a review, *J. Mater. Chem. B.* 2014. V. 2 (14). 1912-1933.
13. R Radha, D Sreekanth Insight of magnesium alloys and composites for orthopedic implant applications – a review. *Journal of Magnesium and Alloys.* 2017. V. 5. P. 286–312.
14. Y.F. Zheng, X.N. Gu, F. Witte, Biodegradable metals, *Mater. Sci. Eng. R.* 2014Rep. 77. 1-34.
15. Mordike BL, Ebert T. Magnesium properties - applications - potential. *Mater Sci Eng A.* 2001; V. 302. P.37–45.
16. Birbilis N, Easton MA, Sudholz AD, Zhu SM, Gibson MA. On the corrosion of binary magnesium-rare earth alloys. *Corros. Sci.* 2009. V.51. P.683–689.
17. Бецофен С.Я., Осинцев О.Е., Грушин И.А., Петров А.А., Сперанский К.А. Влияние легирующих элементов на механизм деформации и текстуру магниевых сплавов// *Деформация и разрушение материалов.* 2018. № 8. С. 2–17.
18. Бецофен С.Я., Осинцев О.Е., Грушин И.А., Петров А.А., Сперанский К.А. Закономерности формирования текстуры и анизотропии механических свойств магниевых сплавов // *Деформация и разрушение материалов.* 2018. № 9. С. 2–15.
19. Бецофен С.Я., Ильин А.А., Скворцова С.В., Филатов А.А., Дзунович Д.А. Закономерности формирования текстуры и анизотропии механических свойств в листах титановых сплавов // *Металлы.* 2005. № 2. С. 54–63.
20. Murty K.L., Charit I. Texture development and anisotropic deformation of zircalloys // *Progress in Nuclear Energy.* 2006. N 48. P. 325–359.
21. Скворцова С.В. Закономерности формирования текстуры в титановых

сплавах разных классов // *Авиационные материалы и технологии*. 2007. № 1. С. 40–43.

22. Ильин А.А., Скворцова С.В., Дзунович Д.А., Панин П.В., Шалин А.В. Влияние параметров термической и термомеханической обработки на текстурообразование в листовых полуфабрикатах из титановых сплавов // *Технология машиностроения*. 2012. № 8. С. 8–12.

23. Скворцова С.В., Ильин А.А., Бецоффен С.Я., Филатов А.А., Дзунович Д.А. Панин П.В. и др. Анизотропия механических свойств и текстура листовых полуфабрикатов из титановых сплавов // *Технология легких сплавов*. 2006. № 1-2. С. 81–87.

24. Скворцова С.В., Дзунович Д.А., Панин П.В., Снегирева Л.А. Текстурообразование в листовых полуфабрикатах титанового сплава ВТ16 при пластической деформации и термической обработке // *Авиационная промышленность*. 2007. № 4. С. 25–29.

25. Бецоффен С.Я., Ильин А.А., Плихунов В.В., Плотников А.Д., Филатов А.А. Текстура и анизотропия механических свойств титановых сплавов, обусловленные механизмом пластической деформации // *Металлы*. 2007. №5. С. 51-59.

26. Бецоффен С.Я., Ильин А.А., Скворцова С.В., Филатов А.А., Дзунович Д.А. Закономерности формирования текстуры и анизотропии механических свойств в листах титановых сплавов // *Металлы*. 2005. № 2. С. 54–63.

27. S.M.C. van Bohemen, A. Kamp, R.H. Petrov, L.A.I. Kestens, J. Sietsma. Nucleation and variant selection of secondary a plates in abTi alloy. *Acta Materialia*. 2008. V. 56. P. 5907–5914.

28. N. Gey, P. Bocher, E. Uta, L. Germain, M. Humbert. Texture and microtexture variations in a near a titanium forged disk of bimodal microstructure. *Acta Materialia*. 2012. V. 60. P. 2647–2655.

29. L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P.Vo, M. Jahazi, P. Bocher. Texture heterogeneities induced by subtransus processing of near a titanium alloys. *Acta Materialia*. 2008. V. 56. P. 4298–4308.

30. D.G. Leo Prakash, P. Honniball, D. Rugg, P.J. Withers, J. Quinta da Fonseca, M. Preuss. The effect of β phase on microstructure and texture evolution during thermomechanical processing of $\alpha + \beta$ Ti alloy. *Acta Materialia*. 2013. V. 61. P. 3200–3213.
31. D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan, S.C. Vogel, D.J. Williams, V. Venkatesh, H.L. Fraser. A study of the mechanism of α to β phase transformation by tracking texture evolution with temperature in Ti–6Al–4V using neutron diffraction. *Scripta Materialia*. 2006. V. 54. P. 231–236.
32. I. Lonardelli, N. Gey, H.-R. Wenk, M. Humbert, S.C. Vogel, L. Lutterotti. In situ observation of texture evolution during $\alpha \rightarrow \beta$ and $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformations in titanium alloys investigated by neutron diffraction. *Acta Materialia*. 2007. V. 55. P. 5718–5727.
33. J. Romero, M. Preuss, J. Quinta da Fonseca. Texture memory and variant selection during phase transformation of a zirconium alloy. *Acta Materialia*. 2009. V. 57. P. 5501–5511.
34. G.C. Obasi, R.J. Moat, D.G. Leo Prakash, W. Kockelmann, J. Quinta da Fonseca, M. Preuss. In situ neutron diffraction study of texture evolution and variant selection during the $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in Ti–6Al–4V. *Acta Materialia*. 2020. V. 60. P. 7169–7182.
35. Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г. Об определении параметров Кернса, используемых для характеристики кристаллографической текстуры труб из сплавов на основе Zr // Труды конференции «Проблемы циркония и гафния в атомной энергетике». Харьков. 1999. С.89-90.
36. Бородкина М.М., Спектор Э.Н. Рентгенографический анализ текстуры металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1981. 272 с.
37. Агеев Н.В., Бабарэко А.А., Бецофен С.Я. Описание текстуры методом обратных полюсных фигур // Известия АН СССР. Металлы. 1974. №1. С. 94-103
38. Kearns J.J. On the relationship among ‘f’ texture factors for the principal planes of zirconium, hafnium and titanium alloys // *J. Nuclear Materials*. 2001.

N 299. P. 171–174.

39. Mani Krishna K.V., Srivastava D., Dey G.K. et al. Comparative study of methods of the determination of Kearns parameter in zirconium // *J. Nuclear Materials*. 2011. N 414. P. 492–497.

40. Заводчиков С.Ю., Зуев Л.Б., Котрехов В.А. *Металловедческие вопросы производства изделий из сплавов циркония*. Новосибирск: Наука, 2012. 252 с.

41. Бецофен С.Я., Смирнов В.Г., Ашмарин А.А., Шафоростов А.А. Количественные методы описания текстуры и анизотропии свойств сплавов на основе титана и магния // *Титан*. 2010. № 2. С. 16–22.

42. Дзунович Д.А., Бецофен С.Я., Панин П.В. Методические аспекты количественного текстурного анализа листовых полуфабрикатов из ГПУ-сплавов (Ti, Zr). *Деформация и разрушение материалов*. 2016. №11. С.8-16.

43. Chabretou V., Hoffmann P.B., Trapp-Pritsching S. et al. Ultra low tin quaternary alloys PWR performance – Impact of tin content on corrosion resistance, irradiation growth, and mechanical properties / *Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 16th Int. Symp. ASTM*. 2011. V. 8. N 5. P. 801–826.

44. Blat-Yrieix M., Ambard A., Focf F. et al. Toward a better understanding of dimensional changes in Zircaloy-4: What is the impact induced by hydrides and oxide layer / *Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 15th Int. Symp. ASTM*. 2008. V. 5. N 9. P. 594–611.

45. Elbachiri K., Doumalin P., Crepin J. et al. Characterization of local strain distribution in Zircaloy-4 and M5 / *Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 15th Int. Symp. ASTM*. 2008. V. 5. N 9. P. 181–192.

46. Grytsyna V., Stukalov A., Chernyaeva T. et al. Destruction of crystallographic texture in zirconium alloy tubes / *Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 14th Int. Symp. ASTM*. 2005. V. 2. N 8. P. 305–329.

47. Dahlback M., Limback M., Hallstadius L. et al. The effect of beta-quenching in final dimension on the irradiation growth of tubes and channels / *Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 14th Int. Symp. ASTM*. 2005. V. 2. N 8. P. 276–304.

48. Griffiths M., Davies W.G., Causey A.R. et al. Variability of in-reactor

diametral deformation for Zr-2,5Nb pressure tubing / Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 13th Int. Symp. ASTM. 2002. P. 796–810.

49. Mahmood S.T., Farkas D.M., Adamson R.B. et al. Post-irradiation characterization of ultra-high-fluence Zircaloy-2 plate / Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 12th Int. Sym. ASTM. 2000. P. 139–169.

50. Huang P.Y., Mahmood S.T., Adamson R.B. Effects of thermomechanical processing on in-reactor corrosion and post-irradiation mechanical properties of Zircaloy-2 / Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 11th Int. Symp. ASTM. 1996. P. 726–757.

51. Vanitha C., Kiran Kumar M., Dey G.K. et al. Recrystallization texture development in single-phase Zircaloy-2 // Mater. Sci. Eng. 2009. V. A519. P. 51–60.

52. Cheong Y.M., Kim S.S., Kim Y.S. Temperature effect of dynamic anisotropic elastic constants of Zr–2.5Nb pressure tube by resonant ultrasound spectroscopy // J. Nuclear Materials. 2002. V. 303. P. 83–91.

53. Yanzhang L., Kim H.G., Park J.Y. et al. Evaluation of microstructure and texture development in Zr-1,0Nb sheet during cold-rolling // Rare Metal Mater. Eng. 2013. V. 42. N 4. P. 667–672.

54. Chai L., Luan B., Murty K.L. et al. Twinning during recrystallization cooling in α -Zr alloy // Mater. Sci. Eng. 2013. V. A576. P. 320–325.

55. Gallagher M., Peykov D., Brodusch N. et al. Variations in nanomechanical properties of back-end Zr–2.5Nb pressure tube material // J. Nuclear Materials. 2013. V. 442. P. 116–123.

56. Mosbrucker P., Daymond M.R., Holt R.A. In situ studies of variant selection during the α - β - α phase transformation in Zr-2,5Nb / Zirconium in the Nuclear Industry: Proc. 16th Int. Symp. ASTM. 2010. V. 8. N 1. P. 195–215.

57. Fong R.W.L. Anisotropy factors from texture and mechanical strain in Zircaloy-4 fuel sheaths // J. Nuclear Materials. 2013. V. 440. P. 288–297.

58. Ажанжа В.М., Ковтун Г.П., Малыхин Д.Г. и др. Текстуальные характеристики опытной партии твэльных труб из сплава КТЦ-110 // Вопросы

атомной науки и техники. 2002. Т. 77. № 2. С. 86–93.

59. Перлович Ю.А., Грехов М.М., Исаенкова М.Г. и др. Изменение структуры и текстуры в объеме оболочечных труб из сплавов на основе циркония при ионно-плазменной обработке поверхности // Вопросы атомной науки и техники. 2004. Т. 85. № 3. С. 59–65.

60. Воробьев Г.М., Вахрушева В.С., Коленкова О.А. Параметры Кернса и однородность текстуры по толщине стенки труб из сплава Zr1Nb, изготовленных в Украине // Вопросы атомной науки и техники. 2003. Т. 83. № 3. С. 92–95.

61. Карасева Е.В., Малыхин Д.Г., Соколенко В.И. Ползучесть сплава Zr1Nb в различных структурных состояниях в интервале температур 300...700 К // Вопросы атомной науки и техники. 2011. Т. 98. № 4. С. 45–47.

62. Holt R.A., Zhao P. Micro-texture of extruded Zr-2,5Nb tubes // J. Nuclear Materials. 2004. V. 335. P. 520–528.

63. Ammar Y.B., Aoufi A., Darrieulat M. Influence of the cooling rate on the texture and the microstructure of Zircaloy-4 studied by means of a Jominy end-quench test // Mater. Sci. Eng. 2012. V. A556. P. 184–193.

64. Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Каплий С.Н. экспрессный метод построения обратных полюсных фигур. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2013. Т. 79. № 5. С. 27-30.

65. Усов В.В., Гопкало Е.Е., Шкатуляк Н.М., Гопкало А.П., Черняева Т.С. Текстура, микроструктура и фрактальные особенности малоциклового усталостного разрушения металла сварных соединений трубопровода // Металлы. 2015. №5. С. 98-110.

66. Бецофен С.Я., Wu R., Грушин И.А., Петров А.А., Сперанский К.А. Исследование механизма деформации, текстуры и анизотропии механических свойств сплавов МА14, ВМД7 и Mg-5Li-3Al // Деформация и разрушение материалов. 2020. №10. С.22-28.

67. Скворцова С.В., Ильин А.А., Бецофен С.Я., Филатов А.А., Дзунович Д.А., Панин П.В. Анизотропия механических свойств и текстура листовых

- полуфабрикатов из титановых сплавов // Технология легких сплавов. 2006. № 1-2. С. 81–87.
68. Гогишвили О.Ш., Кононов Г.Г., Лавриненко И.П., Лалыкин С.П. К методике построения обратных полюсных фигур // Заводская лаборатория. 1981. №7. С.32-34.
69. Morris P.R. Journal Applied Physics // 1959. V.30. P.595-598.
70. Исаенкова М.Г. Закономерности развития кристаллографической текстуры и субструктурной неоднородности в циркониевых сплавах при деформационном и термическом воздействиях: Дис. ... д-ра физ.-мат. наук. М.: НИЯУ «МИФИ», 2011. 425 с
71. Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Фесенко В.А. современные методы экспериментального построения текстурных прямых полных полюсных фигур по рентгеновским данным. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2013. Т. 79. № 7-1. С. 25-32.
72. А.А. Петров. Исследование влияния легирования на механизм деформации и анизотропию механических свойств магниевых сплавов систем Mg-Zn-Zr-(P3Э) И Mg-Li-Al Автореф. диссерт. канд.техн.наук, М. МАИ. 2020
73. Бецофен С.Я., Колобов Ю.Р., Волкова Е.Ф., Божко С.А., Воскресенская И.И. Количественные методы оценки анизотропии прочностных свойств и фазового состава сплавов системы Mg–Al//Деформация и разрушение материалов. 2014. №2. С.2-8.
74. С.Я. Бецофен, В.Ю. Конкевич, О.Е. Осинцев, А.А. Авдюхина, И.И. Воскресенская, И.А. Грушин. Исследование текстуры и анизотропии механических свойств сплавов МА14 и МА2-1, полученных методами гранульной металлургии // Деформация и разрушение материалов. 2014. №12. С.32-39.
75. Бэкофен В. Процессы деформации. М.: Металлургия. 1977, 288 с.
76. Бецофен С.Я., Ильин А.А., Ашмарин А.А., Шафоростов А.А. Влияние механизма деформации на анизотропию механических свойств и технологичность магниевых сплавов // Металлы. 2008. №3. С.83-90

77. А.А. Шафоростов Исследование влияния легирующих элементов на формирование текстуры и анизотропии свойств магниевых сплавов. Автореф. диссерт. канд.техн.наук, М., МАТИ, 2011
- 78.Бецофен С.Я., Волкова Е.Ф., Шафоростов А.А.Влияние легирующих элементов на формирование текстуры прокатки сплавов Mg-Nd-Zr и Mg-Li // Металлы. 2011. №1. С.78-84
79. Haferkamp H., Boehm R., Holzkamp U., Jachik C., Kaese V., Niemeyer M. Alloy development, processing and applications in magnesium lithium alloys// Materials Transactions. 2001.V.42. No.7. P. 1160-1166.
80. Cui, C., Zhu, T., Zhang, T.,Betsofen, S.,Zhang, J., Zhang, M. Microstructure and texture evolution of Mg-Li alloy during rolling // International Journal of Materials Research. 2014.V.105,pp.1111-1117.
81. Al-Samman T. Comparative study of the deformation behavior of hexagonal magnesium-lithium alloys and a conventional magnesium AZ31 alloy// ActaMaterialia, 2009, V. 57, 2229-2242
82. Ying-Nan Lin, Horng-Yu Wu, Geng-Zhong Zhou, Chui-Hung Chiu, Shyong Lee. Mechanical and anisotropic behaviors of Mg–Li–Zn alloy thin sheets//Materials & Design, 2008,V.29, Issue 10, P. 2061-2065.
83. Ruihong Li, Fusheng Pan, Bin Jiang, Hanwu Dong,Qingshan Yang. Effect of Li addition on the mechanical behavior and texture of the as-extruded AZ31 magnesium alloy// Materials Science and Engineering: A, Volume 562, 1 February 2013, Pages 33-38.
84. Wu R.Z., Qu Z.K., Zhang M.L. Review on the influence of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of Mg-Li base alloys // Rev. Adv. Mater. Sci. 2010. V.24. P. 14-34.
85. Wu R. Z., Deng Y. S., Zhang M. L. Microstructure and mechanical properties of Mg–5Li–3Al–2Zn–xRE alloys//J. Mater. Sci., 2009,V. 44, P. 4132–4139
86. Zhu, T., Cui, C., Zhang, T., Wu, R., Betsofen, S., Leng, Z., Zhang, J., Zhang, M. Influence of the combined addition of Y and Nd on the microstructure and

mechanical properties of Mg-Li alloy // *Materials and Design*. 2014. V. 57. P. 245-249.

87. LIU X B, CHEN R S, HAN E H. Effects of ageing treatment on microstructures and properties of Mg-Gd-Y-Zr alloys with and without Zn additions [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008, 465: 232–238.

88. GAO L, CHEN R S, HAN E H. Effects of rare-earth elements Gd and Y on the solid solution strengthening of Mg alloys [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, 481: 379–384.

89. HANG Kui, LI Xing-gang, LI Yong-jun, MA Ming-long. Effect of Gd content on microstructure and mechanical properties of Mg-Y-RE-Zr alloys [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2008,18: s12–s16.

90. SUN Ming, WU Guo-hua, WANG Wei, DING Wen-jiang. Effect of Zr on the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of Mg-10Gd-3Y magnesium alloy [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2009, 523: 145–151.

91. PENG Qiu-ming, WANG Li-dong, WU Yao-ming, WANG Li-min. Structure stability and strengthening mechanism of die-cast Mg-Gd-Dy based alloy [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, 469: 587–592.

92. Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Никитина Н.И., Лукьянова Е.А. Особенности физико-химического взаимодействия магния с отдельными редкоземельными металлами в тройных системах // *Технология легких сплавов*. –2009. –№ 3. –С. 21-27.

93. Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Никитина Н.И., Тарытина И.Е., Лукьянова Е.А. Поведение при отжиге высокопрочного магниевое сплава ИМВ7-1 системы Mg–Y–Gd–Zr // *Перспективные материалы*. –2011. –№ 6. –С. 53-58.

94. Лукьянова Е.А., Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Королькова И.Г. Исследование растворимости самария в твердом растворе на основе магния, содержащем иттрий и гадолиний // *Металлы*. –2012. –№ 4. –С. 85-89.

95. Рохлин Л.Л., Лукьянова Е.А., Добаткина Т.В., Аладьев Н.А., Королькова И.Г. Фазовые равновесия в сплавах системы Mg–Y–Gd–Sm // *Металлы*. –2012. –№ 5. –С. 71-77.

96. Конкевич В.Ю., Осинцев О.Е., Авдюхина А.А. Опробование технологии производства прессованных полуфабрикатов из гранулированных магниевых сплавов МА2-1 и МА14 // Заготовительное производство в машиностроении. 2014. №2. С.41-48.
97. Barnett M.R. Twinning and the ductility of magnesium alloys. Part II. “Contraction” twins // Materials Science and Engineering. 2007. V. A 464. P. 8–16.
98. Sihang You, Yuanding Huang, Karl Ulrich Kainer, Norbert Hort. Recent research and developments on wrought magnesium alloys//Journal of Magnesium and Alloys 5 (2017) 239–253.
99. Колачев Б.А., Бецоффен С.Я., Бунин Л.А., Володин В.А. Физико-механические свойства легких конструкционных сплавов. М.: Металлургия. 1995. 288 с.
100. С.Я.Бецоффен, Л.Л. Рохлин, А.А. Лозован, R.Wu, И.И. Воскресенская. Влияние легирующих элементов на текстуру и анизотропию механических свойств магниевых сплавов: сплавы Mg-Li, Mg-PЗМ, Mg-Al // Металлы. 2014. №6, 80-88.
101. С.Я. Бецоффен, В.Ю. Конкевич, О.Е. Осинцев, И.А. Грушин, А.А. Петров, А.А. Авдюхина, И.И. Воскресенская. Текстура и параметры анизотропии прессованных труб из сплава МА14, полученных методами гранульной металлургии. Физика и химия обработки материалов. 2017. №6. С. 63-71
102. Бецоффен С.Я., Осинцев О.Е., Грушин И.А., Петров А.А., Сперанский К.А. Влияние легирующих элементов на механизм деформации и текстуру магниевых сплавов// Деформация и разрушение материалов. 2018. № 8. С. 2–17.
103. Бецоффен С.Я., Осинцев О.Е., Грушин И.А., Петров А.А., Сперанский К.А. Закономерности формирования текстуры и анизотропии механических свойств магниевых сплавов // Деформация и разрушение материалов. 2018. № 9. С. 2–15.

104. Sabbaghian M., Mahmudia R., Shin K.S. Effect of texture and twinning mechanical properties and corrosion behavior of an extruded biodegradable Mg–4Zn alloy // Journal of Magnesium and Alloys. 2019. V. 7. P. 707–716.
105. Song G.L., Mishra R., Xu Z. Q. Crystallographic orientation and electrochemical activity of AZ31 Mg alloy // Electrochemistry Communications. 2010. V. 12. P. 1009–1012.
106. поверхности и защита материалов. 2012. Т. 48. № 6. С. 579–588.
107. Волкова Е.Ф., Гнеденков С.В., Синебрюхов С.Л., Бецофен С.Я. Влияние деформации и термической обработки на структуру и свойства магниевого сплава МА5 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2012. № 10. С. 55-59.
108. С. Я. Бецофен, И. А. Грушин, Ю. В. Чернышева, М. И. Гордеева, К. А. Сперанский, Д. С. Савостин. Особенности влияния текстуры и фазового состава на коррозионные свойства магниевых сплавов. Деформация и разрушение материалов, 2021, №10, с. 11-19.