На правах рукописи

lif

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.

> Автореферат диссертации на соискание учёной степени кандидата технических наук

> > Москва, 2021 г.

Работа выполнена на кафедре «Материаловедение и технология обработки материалов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)».

Научный руководитель:	доктор технических наук, профессор Бецофен Сергей Яковлевич					
Официальные оппоненты:	Исаенкова Маргарита Геннадьевна, доктор физико-математических наук, доцент, ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», профессор					
	Мартыненко Наталья Сергеевна, кандидат технических наук, ФГБУН Института металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российская академии наук, научный сотрудник					
Велушая организация:	ΦΓΑΟΥ	BO	«Уральский	федеральный		

Защита диссертации состоится «28» декабря г. в 15 часов 45 минут на заседании диссертационного совета 24.2.327.04 (Д 212.125.15) в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ) по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3, ауд. 307Б. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой Светлане Владимировне и по электронной почте skvorcovasv@mati.ru.

Б.Н. Ельшина»

университет имени первого Президента России

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте: https://mai.ru/events/defence/index.php?ELEMENT ID=160832

Автореферат разослан «____» ____ 2021 г.

Ученый секретарь диссертационного Совета

Cuth

Скворцова С.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы.

Анизотропия свойств существует практически BO всех конструкционных материалов, но наиболее остро она проявляется в сплавах с ΓП решеткой, 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 деформации решетки при образовании твердых растворов замещения и особенно внедрения. Помимо анизотропии прочностных свойств в последние годы повысился интерес к упругим свойствам и соответственно к их анизотропии в связи с использованием металлических сплавов 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 применения текстурированных анизотропных проблем материалов В элементах конструкций авиакосмической техники является оценка точности параметров физико-механических свойств оценки анизотропии ИЗ текстурных данных.

Целью настоящей работы является уточнение данных для параметров нормировки 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 магния, а также другим сплавам с ГП решеткой и 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 ГП металлов.

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 MA2-1, MA14 и Mg–5Li–3Al

4. Рассчитать параметры анизотропии, построить контуры текучести для исследованных магниевых сплавов и оценить вклад в анизотропию прочностных свойств от монокристальной 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 металлов с ГП 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 ОΠΦ c учетом неравномерности расположения рефлексов на стереографическом треугольнике по Моррису, по фактору повторяемости и с одинаковым весом каждой ориентировки.

3. Для магниевых сплавов MA2-1, MA14 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 монокристальной анизотропией прочностных свойств из исследованных трех сплавов обладает сплав MA2-1, для которого КПНС для {1012} <1011>-двойникования и

4

 $\langle \overline{c} + \overline{a} \rangle$ -скольжения выше, чем для базисного скольжения, в 1,7 и 2,2 раза соответственно, а для сплава MA14 –в 1,5 и 1,8 раза; при этом в сплаве Mg– 5Li–3A1 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: $Mg_{17}Al_{12}$ в MA2-1, $MgZn_2$ в MA14 и $Mg_{12}Nd$ в MA12, 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 ГП металлов позволяет повысить надежность оценки этих характеристик анизотропии из ОПФ.
- 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 монокристальной анизотропии существенно превышает вклад от текстурного фактора.
- Анализ контуров текучести для сплавов MA2-1, MA14 и Mg–5Li–3A1 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 МА14 и МА2-1 показали отсутствие влияния текстуры на сопротивление коррозии указанных сплавов.
- 5. Показано, что значительно более низкая коррозионная стойкость сплава МА14 по сравнению со сплавами МА2-1 и МА12, обнаруженная в нашей и других работах, возможно, связана с большим отрицательным эффектом выделения из твердого раствора фазы MgZn₂ (-0,46%) в сплаве МА14, в связи с повышенной вероятностью формирования 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 Международной неделе авиакосмических технологий «Aerospace Science Week», г. Москва, МАИ, 2017 г., XVIII Международной научно-технической Уральской школе семинаре металловедов – 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 публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитируемой литературы. Объем диссертации составляет 123 страниц, включая 38 рисунков, 14 таблиц и список литературы из 130 наименований.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Значения нормировочных коэффициентов для построения ОПФ и расчета коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР для текстурированных ГП металлов.

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 монокристальной анизотропии в анизотропию прочностных свойств текстурированных магниевых прутков.

5. Оценка влияния на коррозионные свойства сплавов МА14, МА2-1 и МА12 количественных характеристик текстуры и фазового состава.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность выбранной темы диссертации. Цель работы и задачи исследования, представлена научная новизна и практическая значимость, перечислены полученные автором результаты.

В первой главе представлен анализ литературы по теме работы, В обзоре рассмотрены механизмы деформации ГП сплавов, проанализированы методики измерения описания количественных характеристик текстуры,

результаты исследования влияния легирующих элементов на механизмы скольжения, двойникования и кристаллографическую текстуру сплавов на основе магния. Проанализировано влияние текстуры на механические и коррозионные свойства магниевых сплавов, а также на их анизотропию.

Глава 2. Материалы и методы исследования

В качестве материала для исследования анизотропии механических свойств выбраны прутки диаметром 20 мм из сплавов MA2-1 (Mg-4,3Al-1Zn-0,4Mn) и MA14 (Mg-5,5Zn-0,8Zr), а также прутки диаметром 25 мм из сплава Mg-5,5Li–3Al. Полуфабикаты 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 ГП 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:

для базисной текстуры

$$\begin{split} P_{\gamma}^{5a_{3}} &= 20(1+5\gamma^{1,5})^{-2};\\ P_{\gamma}^{\text{призм}} &= 20(1+5(0,5\pi-\gamma^{1,5}))^{-2} \end{split}$$

для призматической текстуры

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 электрода сравнения. Потенциодинамические электрод В качестве поляризационные кривые (ППК) были получены при скорости развертки потенциала 0,2 мВ/с.

Рентгеноструктурный анализ проводили с помощью дифрактометра ДРОН-7 в фильтрованном СиК₍-излучении. Текстуры определяли с помощью обратных полюсных фигур (ОПФ) съемкой спектров в интервале углов дифракции 2Θ=25–150°, 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).

Глава 3. Разработка методики вычисления и оценка точности расчетов анизотропии свойств ГП сплавов из ОПФ

В настоящей главе уточнены параметры нормировки по Моррису для ОПФ сплавов с ГП 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 ГП сплавов используют 17 рефлексов, которые были рассчитаны титану, применительно К 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 ТКЛР (а) также оценивали суммированием с учетом только текстурных коэффициентов, но без учета неравномерности распределения экспериментальных рефлексов по сфере проекций.

$$f_n(E_n, \alpha_n) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i f_i(E_i, \alpha_i)$$
(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 соответственно наибольшей чувствительностью к точности оценки модуля Юнга для текстурированного поликристалла.

$$E_{i} = \left[S_{11} - \cos^{2}\gamma_{i}(2S_{11} - 2S_{13} - S_{44}) - \cos^{4}\gamma_{i}(S_{11} + S_{33} - 2S_{13} - S_{44})\right]^{-1}$$
(2)
First S. S. S. S. Metroprove and the remaining the remaining of the second Ti

Где: *S*₁₁,*S*₁₂,*S*₃₃,*S*₄₄- константы упругой податливости Ti

ТКЛР рассчитывали с использованием монокристальных констант для Zr. $\alpha_i = \alpha_a + \cos^2 \gamma_i (\alpha_c - \alpha_a)$ Где: γ_i – угол между нормалью к плоскости (*i=hkl*) и осью *с* кристаллической решетки; $\alpha_c = 7,65 \cdot 10^{-6}$ и $\alpha_a = 5,16 \cdot 10^{-6}$ град⁻¹ – константы ТКЛР для Zr. Коэффициент Кернса определяли из соотношения:

$$f_i = \cos^2 \gamma_i$$

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

$$P_{i} = \frac{I_{i} / R_{i}}{\sum_{i=1}^{n} A_{i}(I_{i} / R_{i})} ; \qquad f_{n}^{A}(E_{n}^{A}, \alpha_{n}^{A}) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} A_{i}f_{i}(E_{i}, \alpha_{i}) ;$$

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

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

$$P_{i} = \sum_{i=1}^{n} N_{i} \frac{I_{i} / R_{i}}{\sum_{i=1}^{n} N_{i} (I_{i} / R_{i})} ; f_{n}^{N} (E_{n}^{N}, \alpha_{n}^{N}) = \sum_{i=1}^{n} N_{i} P_{i} f_{i} (E_{i}, \alpha_{i}) / \sum_{i=1}^{n} N_{i} P_{i} (E_{i}, \alpha_{i}) / \sum_{i=1}^$$

В работе¹ была предложена методика, позволивший оценить точность усреднения коэффициентов Кернса на ОПФ в зависимости от количества рефлексов, основанная на аналитическом представлении кристаллографической текстуры на ОПФ.

Это позволило сравнивать различные варианты определения этого коэффициента из реальных ОПФ, с ограниченным количеством экспериментальных рефлексов с результатами моделирования аналогичных текстур при произвольном количестве экспериментальных точек. Мы использовали этот подход для оценки точности определения характеристик анизотропии упругих свойств, ТКЛР, а также коэффициентов Кернса для различных типов текстур.

¹Дзунович 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.

Величины модуля Юнга, ТКЛР и коэффициента Кернса зависят только от угла γ с осью *с* ГП-решетки и не зависят от азимутального угла α в плоскости базиса. Это дает возможность осуществить усреднение по площади стереографического треугольника суммированием «n» трапециевидных секторов (ΔS_i), которые 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» (рис.1).



Рис.1. Схема усреднения свойств для угловой дистанции $\Delta \gamma = 2^0$ (n=45)

На рис.2 сопоставляется точность определения коэффициентов Кернса модуля Юнга для различных вариантов усреднения. Видно, что И усреднение, учитывающее неравномерность распределения рефлексов ОПФ(17) 20-А дает значительно меньшую ошибку по сравнению с усреднением, в котором эта неравномерность не учитывается $O\Pi \Phi 17(20)$. Отметим, что наши расчеты дают меньшую погрешность по сравнению с работы²(ОПФ17-А'), которой площади A_{hkl} данными В определяли планиметрированием градусной сетки, в то время как мы вычисляли площади секторов аналитически с использованием $\Delta \gamma = 0, 5^{\circ}$.

²Агеев Н.В., Бабарэко А.А., Бецофен С.Я. Описание текстуры методом обратных полюсных фигур//Известия АН СССР. Металлы. 1974. №1. С. 94-103.

Видно, что, начиная с ОПФ45, для которого $\Delta \gamma = 2^{0}$, расчетные значения коэффициентов Кернса и модуля Юнга практически не меняются. Это подтверждает обоснованность выбора 2^{0} интервала углов в сетке Вульфа. На рис.3. показаны стандартные стереографические треугольники для ГП решетки с областями примыкающими к 17 и 20 нормалям к атомным плоскостям, которые соответствуют количеству независимых рефлексов в CuK_α-излучении Ti (17 рефлексов), Mg и Zr (20 рефлексов).



Рис.2. Сопоставление точности вычисления коэффициента Кернса (а) и модуля Юнга (б) в зависимости от количества экспериментальных точек на ОПФ для случая базисной текстуры



Рис.3. Стандартные стереографические треугольники для ГП решетки: (а) Ті (17 независимых рефлексов в СиК_αизлучении); (б) Мg и Zr (20 независимых рефлексов в СиК_αизлучении)

Глава 4. Исследование текстуры и анизотропии механических свойств сплавов MA2-1, MA14 и Mg–5Li–3Al

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 MA2-1, MA14 и Mg–5Li–3Al.

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.

Применительно к прессованным пруткам соотношение между анизотропией пределов текучести(K_a^{σ}) и текстурой можно представить в следующем виде:

 $K_{a}^{\sigma} = \underline{\sigma_{0,2}^{\text{OH}}} / \underline{\sigma_{0,2}^{\text{IIH}}} = \overline{\Phi^{\text{IIH}}} / \overline{\Phi^{\text{OH}}} = \overline{M^{\text{OH}}} / \overline{M^{\text{IIH}}}.$ (3)

Где $\overline{\Phi^{\Pi H}}$, $\overline{\Phi^{O H}}$ усредненные по ориентировкам на ОПФ факторы Шмида для поперечного (ПН) и осевого направлений (ОН) прутка.

М^{он}, *М*^{пн} - усредненные по ориентировкам на ОПФ обратные факторы Шмида (факторы Закса) для поперечного (ПН) и осевого направлений (ОН) прутка

Усредненные факторы Шмида находят из ОПФ для направлений ОН (ПН):

$$\overline{\Phi^{oh(nh)}} = \sum_{i=1}^{17} (\mathbf{P}_i^{oh(nh)} \Phi_i^k / \alpha_k) A_i$$
(4)

Где $P_i^{on(nn)}$ - полюсная плотность i-го рефлекса на ОПФ для ОН(ПН); β_k отношение КПНС для k-ой системы сдвига (τ_1 , τ_2 , τ_3 , τ_4) к КПНС для базисного скольжения (τ_0)

Подставив (4) в (3) получим:

$$K_{\rm a}^{\sigma} = \frac{\sigma_{0,2}^{\rm OH}}{\sigma_{0,2}^{\rm IH}} = \sum_{i=1}^{\frac{17}{17}} (P_i^{\rm IH} \Phi_i^k / \beta_k) A_i}{\sum_{i=1}^{17} (P_i^{\rm OH} \Phi_i^k / \beta_k) A_i} = \frac{1}{M^{\rm OH}} / \frac{1}{M^{\rm IH}}$$
(5)

Из последнего соотношения неизвестными являются четыре величины α_k , для определения которых необходимо рассчитать значения Φ_i^k для систем скольжения и двойникования магния. К ним относятся 3 системы базисного скольжения (КПНС равно τ_0), 3 системы призматического скольжения $\{10\bar{1}0\} < 11\bar{2}0 > ($ КПНС равно τ_1), 6 систем «растягивающего» двойникования $\{10\bar{1}2\} < 10\bar{1}1 > ($ КПНС равно τ_2 , действуют при растяжении вдоль оси *c*), 6 систем «сжимающего» $\{10\bar{1}1\} < 10\bar{1}2 >$ двойникования (КПНС равно τ_3 , действуют при сжатии вдоль оси *c*), а также 12 систем $<\bar{c}+\bar{a}>$ скольжения $\{10\bar{1}1\} < 11\bar{2}3 > ($ КПНС равно τ_4). $\beta_1 = \tau_{\{10\bar{1}0\} < 11\bar{2}0>}$ (КПНС равно τ_4).

 $\beta_4 = \tau_{<\bar{c}+\bar{a}>}/\tau_{\{0001\}<11}\bar{2}_{0>}$

Расчетное соотношение для вычисления ФШ ($\Phi_{\alpha\gamma}^{k} = \Phi_{i}^{k}$) имеет вид: $\Phi_{\alpha\gamma}^{k} = \cos^{2}\gamma(AD) + \sin\gamma\cos\gamma[A(EM+FL)+D(BM+CL)] + \sin^{2}\gamma[(BM+CL)(EM+FL)]$ (6) 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. 1 приведены рассчитанные из (6) ФШ для 9 из 17 экспериментальных рефлексов, которые дают достаточную информацию для анализа влияния ориентировки (угла γ) на величину ФШ (влияние угла α незначительно).

Табл. 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	Рефлексы (<i>hkl</i>)								
	(001)	(105)	(103)	(102)	(112)	(212)	(201)	(211)	(110)
α, град	0	0	0	0	30	10,2	0	10,2	30
ү, град	0	20,6	32,0	43,2	58,4	68,0	75,1	78,6	90
Факторы Шмида для систем сдвига:									
{100} < 110 >	0	0,053	0,122	0,203	0,314	0,424	0,404	0,474	0,433
(0001) < 110 >	0	0,285	0,389	0,432	0,446	0,341	0,215	0,190	0
{102} < 101 >	0,5	0,433	0,338	0,223	0,137	0	0	0	0

{101} < 102 >	0	0	0	0,255	0,331	0,445	0,5/0	0,444	0,315
{101} < 113 >	0,401	0,475	0,457	0,401	0,36	0,473	0,48	0,486	0,4

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.

Результаты решения обратной задачи (5) приведены в табл.2. Для сплавов MA2-1 и MA14 кроме основного механизма сдвига посредством базисного скольжения активны «растягивающее» двойникование и $\langle \overline{c} + \overline{a} \rangle$ -скольжение, при этом относительные величины КПНС по этим системам и базисному скольжению для сплава MA2-1 выше, чем для MA14, что объясняет причину меньшей анизотропии прочностных свойств сплава MA14 при более интенсивной призматической текстуре.

Табл.2. Параметры анизотропии свойств и текстуры прутков из магниевых сплавов

Сплав	$K_a^{\sigma} = \frac{\sigma_{0,2}^{\text{OH}}}{\sigma_{0,2}^{\text{IIH}}}$	$K_a^T = \frac{M^{\text{OH}}}{M^{\text{IH}}}$	f ^{он}	βĸ
MA2-1	1,25	1,47	0,189	$\beta_2 = 1,7; \beta_4 = 2,2$
MA14	1,16	1,58	0,155	$\beta_2=1,5; \beta_4=1,8$
Mg-5Li-3Al	1,06	1,35	0,222	β ₁ =1,4

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.

Сопоставление анизотропии прочностных свойств и текстурных данных (табл.2) показывает, что между ними отсутствует четкая корреляция. Так, самая высокая интенсивность призматической текстуры прутков соответствует сплаву МА14, у которого 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 большее, чем у сплава МА14 значение коэффициента Кернса (0,189).

Найденные для сплавов значения β_к (табл.2) позволяют оценить прочность каждого конкретного сплава при любых видах напряженного состояния с помощью критерия текучести Хилла.

$$P(R+1)\sigma_1^2 - 2RP\sigma_1\sigma_2 + R(P+1)\sigma_2^2 = P(R+1)\sigma_{0,2}^{\Pi H} = R(P+1)\sigma_{0,2}^{OH}$$
, (7)
где $R = d\epsilon_2/d\epsilon_3$; $P = d\epsilon_1/d\epsilon_3$ -параметры анизотропии; $\sigma_{0,2}^{\Pi H}$ и $\sigma_{0,2}^{OH}$ -пределы
текучести в направлениях 1=ПН и 2=OH соответственно.

Для того, чтобы разделить влияние на прочностные показатели текстуры и механизма деформации (β_{κ}) целесообразно сравнивать поведение сплавов с одинаковой текстурой. При этом рассматривали два типа текстуры, базисную текстуру характерную для прокатанных листов и призматическую текстуру, свойственную прессованному профилю (рис.4).



Рис.4. ОПФ аксиальной текстуры прессованного прутка (а) и базисной текстуры листа (б)

К трем вариантам различных механизмов деформации, характерных для исследованных сплавов, добавили текстурированный изотропный сплав, у которого все величины β_k=1, т.е. для которого КПНС для всех систем сдвига одинаково.

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:

$$(R+1)\sigma_1^2 - 2R\sigma_1\sigma_2 + 2R\sigma_2^2 = (R+1)(\sigma_{0,2}^{\Pi H})^2 = 2R(\sigma_{0,2}^{O H})^2.$$
 (8)

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

$$R_{a\kappa c.} = \left[2^{\left(\sigma_{0,2}^{OH} / \sigma_{0,2}^{\Pi H}\right)^{2}} - 1\right]^{-1} = \left[2^{\left(\overline{M^{OH}} / \overline{M^{\Pi H}}\right)^{2}} - 1\right]^{-1}.$$

Случай базисной текстуры полностью соответствует трансверсально изотропной симметрии ($\sigma_{0,2}^{\Pi H} = \sigma_{0,2}^{O H}$ и P = R). Тогда уравнение (7) примет вид: $\sigma_1^2 + \sigma_2^2 - [2R/(1+R)]\sigma_1\sigma_2 = \sigma_{0,2}^{\Pi H} = \sigma_{0,2}^{O H} = \sigma_{0,2}^{O H}$ (9)

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:

$$R_{\delta a_{3.}} = 2(\sigma_{0,2}^{\text{HH}} / \sigma_{0,2}^{\text{HII}(\Pi\text{H})})^2 - 1 = 2(\overline{M^{\text{HH}}} / \overline{M^{\text{HII}(\Pi\text{H})}})^2 - 1$$
(10)

$$\Gamma_{\text{Де:}} \sigma_{0,2}^{\text{HII}(\Pi\text{H})} = (\sigma_{0,2}^{\text{HII}} + \sigma_{0,2}^{\text{IH}}) / 2 _{\text{H}} \overline{M^{\text{HII}(\Pi\text{H})}} = (\overline{M^{\text{HII}}} + \overline{M^{\text{IH}}}) / 2$$

Контуры текучести для аксиальной призматической текстуры приведены на рис.5. Значения напряжений течения рассчитаны из условия равенства для всех сплавов КПНС для базисного скольжения (τ_0 =100 МПа).

Важно отметить, что влияние природной, монокристальной Текстурный эффект анизотропии превышает влияние текстуры. соответствует разнице между пределами текучести в осевом и поперечном направлениях прутка (пересечение контура текучести с осью ординат и абсцисс на левом контуре текучести соответственно). Для сплава МА2-1 он составляет 80 МПа, для сплава MA14 – 58 МПа и для сплава Mg-5Li-3A1 – 21 МПа. Эффект монокристальной 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 левом контуре текучести). Для сплавов МА2-1 и МА14 эта разница составляет 137 МПа и 92 МПа соответственно, а для сплава Mg-5Li-3Al -47 МПа. Таким образом имеет место почти двукратное превышение монокристальной анизотропии над текстурной. Естественно, что этот вывод относится только К исследованным сплавам с конкретными текстурами прутков.



Рис.5. Контуры текучести для аксиальной текстуры прутков (a) и листов сплавов с базисной текстурой (б)

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 Mg₁₇Al₁₂, MgZn₂ и Mg₁₂Nd в сплавах систем Mg–Al–Zn (MA2-1), Mg–Zn–Zr (MA14) и Mg–Nd–Zr (MA12) на их коррозионные свойства.

На рис.6 для трех ортогональных сечений, нормальных к ОН, ПН-1 и ПН-2 направлениям прессованного профиля 20х90 мм из сплава МА14 приведены коэффициенты Кернса (рис.6а) и потенциодинамические поляризационные кривые (ППК) для соответствующих сечений (рис.6б). При деформации профиля вытяжка осуществлялась в ОН и ПН-1 и в них сформирована одинаковая призматическая текстура, а в ПН-2 происходила деформация сжатием, поэтому в этом направлении также как в направлении нормали к плоскости прокатки листа (НН) располагается ось «с».



Рис.6. Коэффициенты Кернса (а) и ППК (б) для сечений, нормальных к ОН, ПН-1 и ПН-2 направлениям прессованного профиля 20х90 мм из сплава МА14

Соответственно коэффициент Кернса для ПН-2 в Н5 раз выше, чем для ОН и ПН-1 (рис.6а). Однако, несмотря на такие большие различия в текстуре, различия в значениях тока коррозии незначительны (рис. 6 б). Прессованный цилиндрический профиль из сплава MA2-1 характеризуется призматической текстурой в ОН и базисной текстурой в ПН. Однако также как и для сплава для сечений, нормальных к ОН и ПН близки, MA14 ППК что свидетельствует о том, что для исследованных полуфабрикатов текстура не оказывает заметного влияния на коррозионные свойства. На рис. 7 текстуры коррозионных приведены результаты исследования И характеристик фольг из сплава МА12, имеющих базисную текстуру, которой незначительно увеличивается с уменьшением интенсивность толщины фольги. Коэффициент Кернса составляет 0,72 для фольги толщиной 0,5 мм и 0,76 для более тонких фольг (рис.7 а). ППК для фольги толщиной 0,5 мм заметно отличается от ППК более тонких фольг, коррозионный потенциал увеличивается с -1540 до -1310 мВ при уменьшении толщины фольги с 0,5 до 0,18 мм (рис. 7 б).

Можно предположить существование корреляции коррозионных характеристик фольг из сплава MA12 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 от 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 интерметллида, а также объемный эффект превращения.



Рис.7. Коэффициенты Кернса (а) и потенциодинамические поляризационные кривые (б) для фольг из сплава МА12 толщиной 0,11-0,5 мм

Хотя мы не нашли таких данных для системы Mg-Nd, но нашли для Mg-Ce, которые можно применить для системы Mg-Nd (рис.8a), поскольку радиус атома Се близок к Nd ($R_{Ce}=179$ пм). На рис. 86 приведена зависимость объемного эффекта от количества выделившейся фазы Mg₁₂Nd, который отрицательный. 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. Экспериментальным значениям вариаций параметра решетки с от 520,6 до 518,9 пм соответствует несколько вариантов сочетания растягивающих напряжений и количества выделившейся фазы, при этом должно выполняться условие пропорциональности напряжений количеству выделившейся фазы. Это условие выполняется, например, когда в исходной 0,5 мм фольге содержится 2% Mg₁₂Nd, а в 0,18 мм фольге после холодной прокатки количество этой фазы увеличивается до 6%. Тогда разница между расчетными из вегардовской зависимости величинами *с*=521,35 пм (2% фазы) и с=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.8а). При этом содержание Nd в твердом растворе снизится от 2,5 до 1,2%.



Рис.8. Зависимости периода «с» ГП решетки твердого раствора Nd в Mg (а)и объемных эффектов выделения интерметаллидных фаз (б) от их объемной доли (W) для сплавов MA2-1, MA12 и MA14

зависимости Ha рис.8б приведены также объемных эффектов превращения от количества выделившихся интерметаллидных фаз β-Mg₁₇Al₁₂ и MgZn₂ соответственно в MA2-1 и в MA14. Минимальный объемный эффект реализуется в сплаве MA12 при выделении фазы Mg₁₂Nd. В сплаве MA2-1 при выделении фазы Mg₁₇Al₁₂ объемный эффект немного выше по абсолютной величине, но он положительный, что способствует повышению сопротивления коррозии, поскольку в этом случае возникают сжимающие напряжения, которые препятствуют разрушению. В сплаве МА14 выделение фазы MgZn₂ сопровождается очень большим отрицательным объемным эффектом, должно приводить образованию растягивающих что к напряжений, вызывающих деградацию материала И, соответственно, снижение коррозионной стойкости.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Впервые определены нормировочные коэффициенты A_{hkl}^{20} для 20 рефлексов и уточнены коэффициенты A_{hkl}^{17} для 17 рефлексов ГП решетки необходимые для построения ОПФ, расчета коэффициентов Кернса, модулей Юнга и ТКЛР для текстурированных ГП 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 прессованных прутков из магниевых сплавов MA2-1, MA14 и Mg–5Li–3A1 определены относительные значения критических приведенных напряжений сдвига (КПНС) для действующих систем скольжения и двойникования.

Наиболее выраженной монокристальной 6. анизотропией прочностных свойств обладает сплав МА2-1, для которого КПНС для $\{10\overline{1}2\} < 10\overline{1}1 > _{-двойникования}$ и $< \overline{c} + \overline{a} > -скольжения$ «растягивающего» выше, чем для базисного скольжения, в 1,7 и 2,2 раза соответственно, а для сплава MA14 – в 1,5 и 1,8 раза; при этом в сплаве Mg–5Li–3Al двойникование отсутствует, a деформация осуществляется базисным, a 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 монокристальной 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 них трубчатых изделий, работающих изготовлении ИЗ В условиях внутреннего давления.

21

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 MA2-1, MA14 и MA12 предложены методики расчета состава твердого раствора, количества интерметаллидных фаз и объемных эффектов их выделения. Показано, что выделения фаз Mg₁₇Al₁₂ в MA2-1, MgZn₂ в MA14 и Mg₁₂Nd в MA12 характеризуются величинами объемных эффектов, рассчитанных на 1% выделившейся фазы, соответственно +0,072, -0,46 и -0,036%.

11. Для сплава MA12 обнаружено изменение потенциала коррозии от –1540 до –1310 мВ в результате холодной прокатки, сопровождающейся уменьшением периода решетки *с* от 521,6 до 518,9 пм из-за выделения Mg₁₂Nd 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 MgZn₂ (-0,46%), что должно сопровождаться образованием высоких растягивающих напряжений, способствующих коррозионному поражению металла.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ:

Список публикаций в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК

1. 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.

(Перевод) S. Ya. Betsofen, O. E. Osintsev, I. A. Grushin, A. A. Petrov, and K. A. Speranskii Influence of Alloying Elements on the Deformation Mechanism and the Texture of Magnesium Alloys// Russian Metallurgy (Metally), 2019. No. 4. P. 346–360.

2. 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.

(Перевод) S. Ya. Betsofen, O. E. Osintsev, I. A. Grushin, A. A. Petrov, and K. A. Speranskii. Texture and Anisotropy of the Mechanical Properties of Magnesium Alloys//Russian Metallurgy (Metally)/ 2019. Vol. No. 4. P. 361–373.

3. С.Я. Бецофен, R. Wu, И.А. Грушин, А.А. Петров, К.А.Сперанский. Исследование механизма деформации, текстуры и анизотропии механических свойств сплавов МА14, ВМД7 и Mg-5Li-3A1. Деформация и разрушение материалов. 2020. №10. С.22-28.

(Перевод) S. Ya. Betsofen, R. Wu, I. A. Grushin, A. A. Petrov, and K. A. Speranskii. Deformation Mechanism, Texture, and Anisotropy of the Mechanical Properties of MA14, VMD17-1, and Mg-5Li-3Al Alloys // Russian Metallurgy (Metally), 2021, No. 4, pp. 105–110.

3. С. Я. Бецофен, Р. Ву, И. А. Грушин, К. А. Сперанский, А.А. Петров. Текстура и анизотропия механических свойств сплавов МА2-1, МА14 и Mg—5Li—3Al. Деформация и разрушение материалов, 2021, №7, с.12-22.

4. С. Я. Бецофен, И. А. Грушин, Гордеева М.И, К. А. Сперанский. Обратные полюсные фигуры и анизотропия свойств ГПУ сплавов (Ti, Zr, Mg). Деформация и разрушение материалов, 2021, №8, с.21-29.

6. 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.

Список объектов интеллектуальной собственности

1. С.Я. Бецофен, М.И. Гордеева, И.А. Грушин, А.А. Петров К.А. Сперанский Программа расчета текстуры, фазового состава и анизотропии упругих и прочностных свойств двухфазных титановых сплавов (ВТ6, ПТ3В, ВТ23, VST5553) №2019660663 от 09.08.2019 г.

Список публикаций в других научных журналах и сборниках трудов:

1. S. Ya. Betsofen, I. A. Grushin, A.A. Petrov and K.A. Speransky. Texture and anisotropy of the mechanical properties of 2 mm sheets of Mg-9Li-3Al-0.4Ce alloy// IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 889(2020) 012004 IOP Publishing. doi:10.1088/1757-899X/889/1/012004

2. Сперанский К.А., Грушин И.А., Петров A.A. Разработка экспериментальных и расчетных методов оценки параметров анизотропии текстурированных листовых полуфабрикатов из ГПУ-сплавов. Сборник Международной молодёжной научной локладов конференции XXIII Туполевские чтения (школа молодых ученых) 2017 г., с. 352-357.