

УДК 669.721.5

ВЛИЯНИЕ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Mg-Y-Gd-Zr

©2023 г. Л.Л. Рохлин, Е.А. Лукьянова, Т.В. Добаткина, И.Е. Тарытина, А.С. Баикин

ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва
E-mail: rokhlin@imet.ac.ru

Поступила в редакцию 1 ноября 2022 г.

После доработки 14 ноября 2022 г. принята к публикации 21 ноября 2022 г.

Представлены результаты исследования полученных методом ротационнойковки структуры и механических свойств магниевых сплавов, близких по составу к сплаву ИМВ7-1 системы Mg-Y-Gd-Zr. Механические свойства определяли после ротационнойковки и после ротационнойковки с последующим старением при 200 °С длительностью до 64 ч. Старение сплавов проводили как непосредственно после ротационнойковки, так и после гомогенизации при 515 °С полученных деформированных сплавов. Установлено, что ротационнаяковка способствует упрочнению исследованных сплавов в результате измельчения зерна и интенсивного двойникования. Проведенное после ротационнойковки старение приводит к дополнительному упрочнению сплавов в результате распада пересыщенного магниевого твердого раствора. Отжиг после ротационнойковки способствует увеличению размера зерна в исследованных сплавах за счет собирательной рекристаллизации и снижению тем самым прочностных свойств сплавов.

Ключевые слова: магниевые сплавы; редкоземельные металлы; распад твердого раствора; механические свойства.

Магниевые сплавы, содержащие в качестве легирующих элементов редкоземельные металлы (РЗМ), имеют достаточно высокие прочностные свойства в сочетании с низким удельным весом и поэтому представляют интерес как конструкционные материалы [1—3]. Сплавы магния, содержащие РЗМ, склонны к упрочнению в результате распада пересыщенного магниевого твердого раствора. Также одним из способов достижения их упрочнения является измельчение зерна путем деформационной обработки, в частности методом ротационнойковки (РК), которая обеспечивает высокий уровень механических свойств магниевых сплавов [4—6].

В настоящей работе представлены результаты исследования влияния РК, а также старения при 200 °С после РК на структуру и свойств магниевых сплавов, близких по составу к сплаву ИМВ7-1 системы Mg-Y-Gd-Zr [1].

Материалы и методы экспериментов. Составы исследованных сплавов приведены в табл. 1. Сплавы плавил в электрической печи сопротивления в железных тиглях под флюсом ВИ2 состава: 38—46% MgCl₂, 32—

40% KCl, 5—8% BaCl₂, 3—5% CaF₂ [7]. Для приготовления сплавов использовали металлы следующей чистоты: магний Мг95 (>99,95% Mg) и РЗМ (иттрий и гадолиний) чистотой не менее 99,83% РЗМ (здесь и далее составы приводятся в мас.%). Редкоземельные металлы вводили в расплавленный магний в виде предварительно приготовленных лигатур Mg-35,0% Y, Mg-44,2% Gd. Цирконий вводили в виде промышленной лигатуры Mg-9,6% Zr. Из тигля расплавы переливали в изложницу из нержавеющей стали, нагретую до ~300 °С, и получали цилиндрические слитки диаметром 20 и длиной 130 мм. Слитки гомогенизировали при темпера-

Таблица 1

Составы сплавов для исследования
(числитель — шихта; знаменатель — данные
химического анализа)

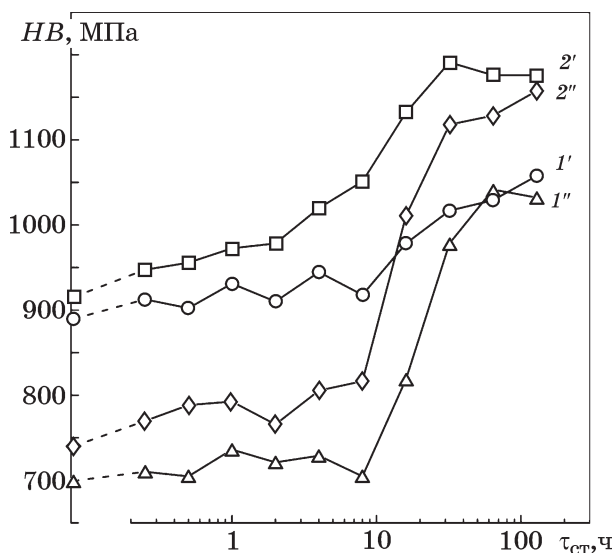
Сплав	Содержание элемента, мас. %		
	Y	Gd	Zr
1	5,0/3,03	5,0/4,41	0,7/0,07
2	6,5/3,86	6,5/5,75	0,7/0,28

туре 515 °С в течение 6 ч с последующей закалкой в воде комнатой температуры для устранения неоднородности химического состава. Далее гомогенизированные слитки деформировали методом РК. Деформирование проводили на ротационно-ковочной машине РКМ модели 2129.02 с максимальным усилием 8 кН и частотой 1920 ударов в минуту. Ковка осуществлялась на заготовках с исходным диаметром 19,8 мм до конечного диаметра прутка 9 мм в диапазоне температур 450—455 °С в несколько проходов, между которыми проводились промежуточные нагревы в указанном температурном интервале. Суммарная вытяжка (4,69) рассчитывалась по формуле $\mu = F_{\text{нач}}/F_{\text{кон}}$, где $F_{\text{нач}}$, $F_{\text{кон}}$ — начальная и конечная площади сечения прутка соответственно.

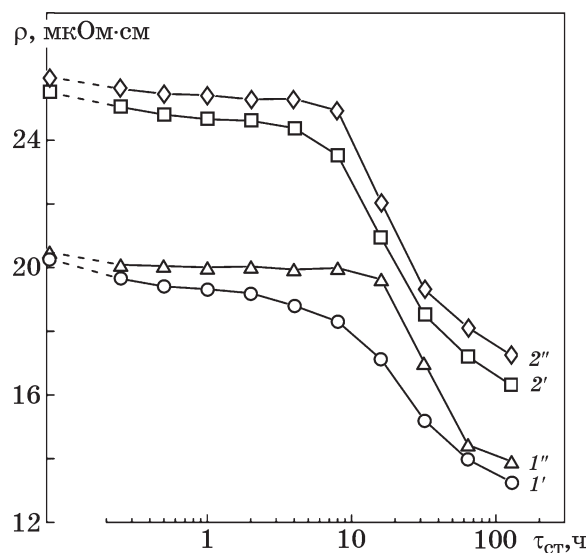
Известно, что старение сплавов непосредственно после деформации и старение деформированных сплавов, предварительно закаленных перед старением, может обеспечивать разный уровень свойств, поэтому исследование процесса старения проводили на сплавах в двух исходных состояниях: непосредственно сразу после РК и после РК и дополнительного отжига при температуре 515 °С в течение 2 ч с закалкой на воздухе. Дополнительный отжиг после РК мог привести к повторному получению пересыщенного твердого раствора и, как следствие, повысить эффект упрочнения в процессе распада пересыщенного магниевого твердого раствора при последующем старении. Старение проводили при температуре 200 °С длительностью от 15 мин до 128 ч. Распад пересыщенного твердого раствора прослеживали путем измерения твердости и удельного электросопротивления. Твердость определяли на приборе ИТ 5010-01М по методу Бринелля при нагрузке 612,9 Н и диаметре шарика 2,5 мм. Измерение электрического сопротивления проводили на установке, собранной на базе микроомметра БСЗ-010-2, на образцах с диаметром рабочей части 6 мм и рабочей длиной 23,74 мм. Ошибка в определении удельного электрического сопротивления составляла $\pm 0,7\%$. Механические свойства определяли путем испытания на растяжение при комнатной температуре на универсальной испытательной машине ИНСТРОН 3382 при скорости деформирования 1 мм/мин на стандартных цилиндрических образцах диаметром 4 и длиной рабочей части 20 мм. Микрострук-

туру сплавов исследовали методом оптической микроскопии на металлографическом микроскопе фирмы Reichert, модель М24. В качестве травителей при изучении структуры в оптическом микроскопе использовали 0,5%-ный раствор азотной кислоты в этиловом спирте для выявления вторых фаз, богатых иттрием и гадолинием, и раствор 60% этиленгликоля + 20% уксусной кислоты + 1% азотной кислоты + 19% воды для выявления зерен магниевого твердого раствора. Содержание легирующих элементов в сплавах контролировали химическим анализом, который проводили на волнодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре S8 TIGER фирмы BRUKER (Германия). Составы сплавов для исследования в табл. 1 приведены по результатам химического анализа, так как его результаты имеют некоторое отклонение от расчетных по шихте.

Результаты исследования и их обсуждение. Наибольшее упрочнение литых и деформированных магневых сплавов с РЗМ при распаде пересыщенного магниевого твердого раствора наблюдается при температуре 200 °С [2], однако время достижения максимального упрочнения зависит от содержания легирующих элементов. Чтобы определить время достижения максимального упрочнения исследованных сплавов в процессе старения при 200 °С исследовали кинетику их старения при этой температуре. На фиг. 1 и 2 приведены результаты измерений твердости и удельного электросопротивления сплавов в состояниях при старении после РК и после РК с последующими отжигом при 515 °С и закалкой на воздухе. Можно видеть, что характер кривых изменения твердости для сплавов после РК аналогичен характеру изменения твердости для сплавов после РК с последующим отжигом (фиг. 1). Изменение твердости проходит в две стадии. На первой стадии она изменяется незначительно (инкубационный период), а затем на второй стадии значительно возрастает и переходит через максимум. Такой ход кривых изменения твердости при распаде пересыщенного твердого раствора является характерным для литых магневых сплавов, содержащих иттрий и гадолиний [3]. Несмотря на более низкие значения твердости сплавов, подвергнутых дополнительному отжигу (см. на фиг. 1 кр. 1", 2"), сам эффект упрочнения (разница между исходной твердостью



Фиг. 1. Влияние времени старения $\tau_{\text{ст}}$ при 200 °С на твердость сплавов Mg-3,03% Y-4,41% Gd-0,07% Zr (1', 1'') и Mg-3,86% Y-5,75% Gd-0,28% Zr (2', 2'') после РК (1', 2') и РК с последующими отжигом при 515 °С и закалкой на воздухе (1'', 2'')



Фиг. 2. Влияние времени старения $\tau_{\text{ст}}$ при 200 °С на удельное электросопротивление сплавов Mg-3,03% Y-4,41% Gd-0,07% Zr (1', 1''), Mg-3,86% Y-5,75% Gd-0,28% Zr (2', 2'') после РК (1', 2') и РК с последующими отжигом при 515 °С и закалкой на воздухе (1'', 2'')

перед старением и ее максимальным значением, достигнутым в процессе старения) оказывается более значительным. При этом величины твердости образцов без отжига и после отжига при больших выдержках достаточно близкие. Таким образом, магниевый твердый раствор сплавов после дополнительного отжига оказывается в более насыщенном состоянии, что дает основание предполагать, что непосредственно в процессе РК происходит частичный распад магниевого твердого раствора, а сплавы после РК при старении упрочняются с меньшим эффектом.

Изменение удельного электросопротивления с увеличением длительности старения проходит также в две стадии (фиг. 2): на первой оно практически не изменяется, как и твердость, а на второй в соответствии с увеличением твердости снижается в результате распада пересыщенного твердого раствора. Также в сплавах после дополнительного отжига (см. на фиг. 2 кр. 1'', 2'') значения удельного электросопротивления несколько выше, чем в сплавах без отжига (кр. 1', 2'), а характер снижения кривых его изменения в процессе старения более крутой. Это подтверждает, что после отжига магниевый твердый раствор имеет более высокую степень насыщения, а в сплавах при деформации РК уже происходит распад твердого раствора. На графиках изменения твердости видно, что вы-

сокие значения твердости достигаются уже после выдержки 32 ч.

Учитывая полученные более высокие прочностные свойства состаренного при 200 °С горячепрессованного сплава ИМВ7-1 при более длительной выдержке в 64 ч [2], этот режим старения сплавов был выбран для определения механических свойств сплавов непосредственно после РК и после РК с последующими отжигом и закалкой. Полученные результаты приведены в табл. 2. Для сравнения в таблице приведены механические свойства горячепрессованного сплава ИМВ7-1 системы Mg-Y-Gd-Zr [2], который близок по составу к сплавам, исследованным в данной работе.

Предел прочности и предел текучести сплавов 1 и 2 после РК находится в пределах соответственно 366—391 и 351—359 МПа при достаточно хорошей пластичности ~7%. Сплав ИМВ7-1, близкий по составу к исследованным сплавам, в состоянии после горячего прессования имеет более низкие свойства: предел прочности 332 МПа и предел текучести 231 МПа. Последующее старение деформированных методом РК сплавов обеспечивает дополнительное повышение предела прочности до 407—486 МПа и предела текучести до 383—457 МПа, что также выше механических свойств горячепрессованного и состаренного при той же температуре сплава ИМВ7-1 системы Mg-Y-Gd-Zr.

Механические свойства сплавов системы Mg-Y-Gd-Zr

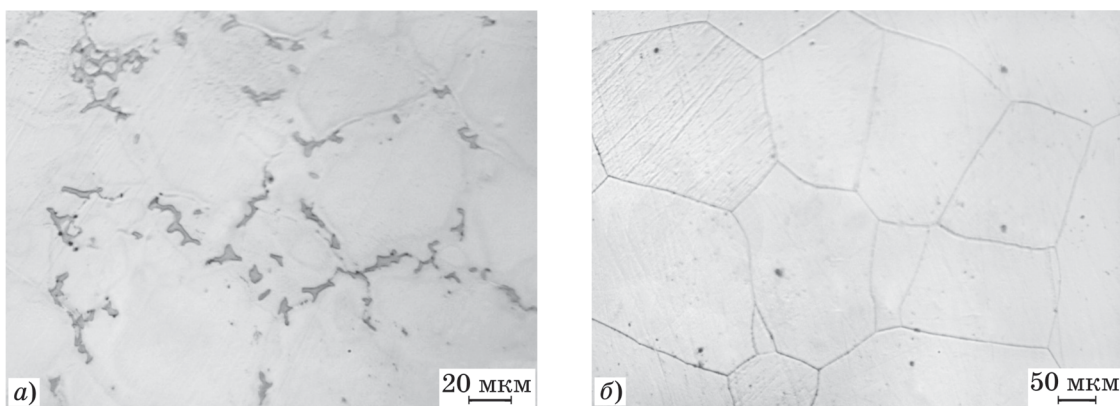
Сплав	Состав сплава	Обработка сплава	Механические свойства		
			$\sigma_{\text{в}},$ МПа	$\sigma_{0,2},$ МПа	$\delta, \%$
1	Mg-3,03% Y-4,41% Gd -0,07% Zr	Гомогенизация при 515 °С, 6 ч	189	118	11,33
		Гомогенизация при 515 °С, 6 ч + старение при 200 °С, 24 ч	223	137	5,6
		РК	366	351	7,02
		РК + старение при 200 °С, 64 ч	407	383	6,74
		РК + отжиг при 515 °С, 2 ч	183	165	2,45
		РК + отжиг + старение при 200 °С, 64 ч	377	307	4,68
2	Mg-3,86% Y-5,75% Gd-0,28% Zr	Гомогенизация при 515 °С, 6 ч	230	161	9,33
		РК	391	359	7,55
		РК + старение при 200 °С, 64 ч	486	457	4,38
		РК + отжиг при 515 °С, 2 ч	218	184	3,04
		РК + отжиг + старение при 200 °С, 64 ч	384	334	0,57
ИМВ7-1 [2, 8]	Mg-4,7% Y-4,6% Gd-0,3% Zr	Гомогенизация при 515 °С, 6 ч	225	158	9,1
		ГП*	332	231	21,4
		ГП + старение при 200 °С, 64 ч	435	338	4,9

*Горячее прессование.

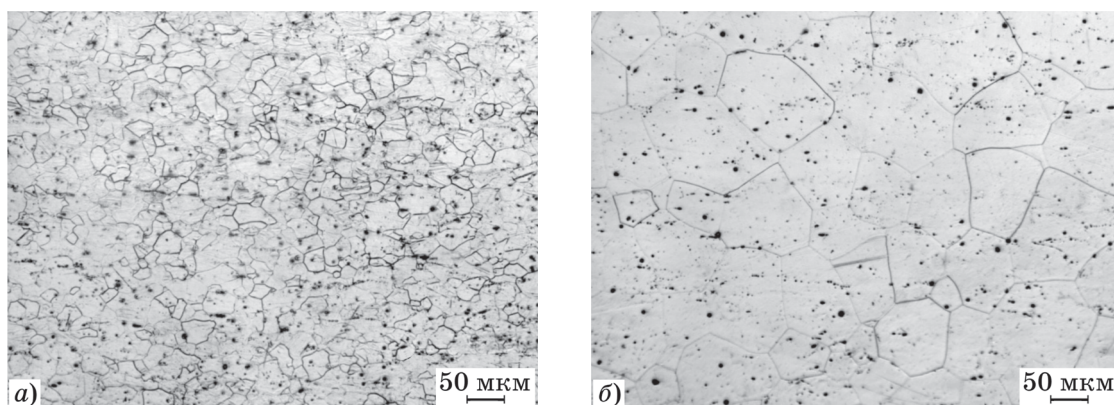
Анализ полученных данных показывает, что обработка исследованных сплавов системы Mg-Y-Gd-Zr методом РК приводит к значительному повышению их прочностных свойств. При этом попытка повысить свойства за счет обогащения магниевого твердого раствора при отжиге сплавов при 515 °С после РК с последующей закалкой, обеспечившей больший эффект старения, не привела к дополнительному повышению прочностных свойств сплавов. Учитывая, что для гомогенизированного сплава, который после упрочняющего старения не подвергался РК, в целом такие высокие значения механических свойств, как после РК, не достигаются, можно заключить, что упрочнение сплава обеспечивается за счет деформационных эффектов.

Микроструктурные исследования показали, что частицы соединений магния с РЗМ, образовавшиеся в процессе литья, полностью растворились в ходе гомогенизации литых сплавов перед РК (фиг. 3). При этом размер

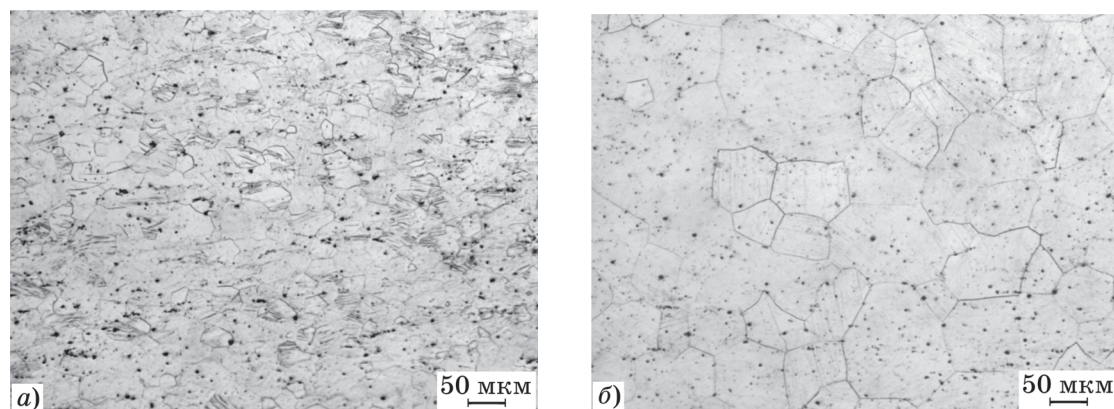
зерна литой структуры после гомогенизации был достаточно большим и составлял $202 \pm 12,8$ мкм. На фиг. 4, а, б представлены микроструктуры сплава Mg-3,86% Y-5,75% Gd-0,28% Zr соответственно после РК и РК с последующими отжигом с закалкой. Ротационная ковка приводит к заметному измельчению зеренной структуры со средним размером зерна $22,4 \pm 1,4$ мкм, состоящей как из деформированных, так и из рекристаллизованных зерен, а также к формированию двойников деформации в них. Каких-либо богатых РЗМ фаз, кроме включений фазы α -Zr темно-серого цвета, не наблюдалось. Дополнительный отжиг после РК приводил к заметному росту зерна до $104,8 \pm 5,5$ мкм, что и обуславливает уменьшение прочностных свойств закаленных сплавов, полученных после РК. На фиг. 5 показаны структуры сплава Mg-3,86% Y-5,75% Gd-0,28% Zr, состаренного при 200 °С в течение 64 ч, после РК и после РК и дополнительного после нее отжига. Видимых



Фиг. 3. Микроструктура сплава Mg-3,03% Y-4,41% Gd-0,07% Zr в литом (а) и гомогенизированном при 515 °С, 6 ч (б) состояниях



Фиг. 4. Микроструктура сплава Mg-3,86% Y-5,75% Gd-0,28% Zr после РК (а), а также после РК и отжига при 515 °С, 2 ч с закалкой (б)



Фиг. 5. Микроструктура состаренного при 200 °С, 64 ч сплава Mg-3,86% Y-5,75% Gd-0,28% Zr в состояниях после РК (а), а также после РК и отжига при 515 °С (б)

структурных изменений методом оптической микроскопии образцов после старения обнаружено не было. Размеры дисперсных включений метастабильной фазы, выделившейся в процессе распада пересыщенного магниевого твердого раствора, о протекании которого свидетельствовали результаты измерения твердости и удельного электросопротивления, слишком малы для выявления в оптическом микроскопе. Ранее проведенные исследования по изучению старения в маг-

ниевом сплаве ИМВ7-1 [9] показали, что упрочнение при старении при 200 °С обусловлено образованием в структуре метастабильной базоцентрированной орторомбической фазы β' , когерентно связанной с магниевой матрицей, что характерно для распада пересыщенного твердого раствора в двойных сплавах магния с иттрием [10] и в сплавах системы Mg-Y-Gd-Zr [11].

Предполагается, что повышение предела прочности и предела текучести в магниевых

сплавах системы Mg-Y-Gd-Zr, подвергнутых РК, обусловлено уменьшением размера зерна, наличием в структуре двойников деформации, которые приводят к увеличению общей доли границ, а также это результат фазового упрочнения после частичного распада пересыщенного магниевого твердого раствора непосредственно в процессе деформации. Степень фазового упрочнения и структурные превращения, происходящие при частичном распаде пересыщенного магниевого твердого раствора в процессе РК, требуют дополнительной оценки методами просвечивающей электронной микроскопии.

В итоге отметим, что для получения высоких прочностных свойств исследованных сплавов системы Mg-Y-Gd-Zr, обработанных РК, их старение необходимо проводить непосредственно после РК.

Выводы. 1. Ротационная ковка способствует упрочнению сплавов типа ИМВ7-1 системы Mg-Y-Gd-Zr в результате измельчения зерна, двойникования и частичного распада пересыщенного магниевого твердого раствора.

2. Проведение старения при 200 °С указанных сплавов, подвергнутых ротационной ковке, позволяет при определенных выдержках достигать дополнительного упрочнения за счет распада пересыщенного твердого раствора на основе магния.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А.с. 1010880 СССР. Сплав на основе магния / М.Е. Дриц, Л.Л. Рохлин, Н.И. Никитина [и др.] // Бюл. изобретений. 1997. №29. Ч.2. С.439.
2. Рохлин, Л.Л. Исследование свойств высокопрочного магниевого сплава системы Mg-Y-Gd-Zr / Л.Л.

- Рохлин, Т.В. Добаткина, Н.И. Никитина, И.Е. Тарытина // МТМ. 2010. №12. С.15—18.
3. Rokhlin, L.L. Magnesium alloys containing rare earth metals / L.L. Rokhlin. — L.-N.Y. : Taylor and Francis, 2003. 245 p.
4. Gan, W.M. Microstructures and mechanical properties of pure Mg processed by rotary swaging / W.M. Gan, Y.D. Huang, R. Wang, G.F. Wang, A. Srinivasan, H.-G. Brokmeier, N. Schell, K.U. Kainer, N. Hort // Mater. Des. 2014. V.63. P.83—88.
5. Мартыненко, Н.С. Исследование структуры, механических свойств и коррозионной стойкости магниевого сплава WE43 после ротационнойковки / Н.С. Мартыненко, Е.А. Лукьянова, М.М. Морозов, В.С. Юсупов, С.В. Добаткин, Ю.З. Эстрин // МТМ. 2018. №4. С.51—56.
6. Estrin, Y. Effect of rotary swaging on microstructure, texture, and mechanical properties of a Mg-Al-Zn alloy / Y. Estrin, N. Martynenko, E. Lukyanova, V. Serebryany, M. Gorshenkov, M. Morozov, V. Yusupov, S. Dobatkin // Advanc. Eng. Mater. 2020. V.22. Is.1. Art.1900506.
7. Магниеые сплавы : справочник. Ч.2 : Физико-химические процессы, происходящие при плавке. Рафинирование сплавов и повышение их чистоты / М.В. Чухров. — М. : Металлургия, 1978. С.8—32.
8. Лукьянова, Е.А. Влияние самария на свойства сплавов системы Mg-Y-Gd-Zr / Е.А. Лукьянова, Л.Л. Рохлин, Т.В. Добаткина, И.Г. Королькова, И.Е. Тарытина // Металлы. 2018. №1. С.58—63. — (Е.А. Luk'yanova, L.L. Rokhlin, T.V. Dobatkina, I.G. Korol'kova, I.E. Tarytina, «Effect of samarium on the properties of Mg-Y-Gd-Zr alloys». Russian Metallurgy (Metally), 2018. №1. P.51—55.)
9. Lukyanova, E.A. Reversion after ageing in an Mg-Y-Gd-Zr alloy / E.A. Lukyanova, L.L. Rokhlin, N.Y. Tabachkova, T.V. Dobatkina, N.I. Nikitina // J. Alloys Comp. 2015. V.635. P.173—179.
10. Nie, J.-F. Precipitation and hardening in magnesium alloys / J.-F. Nie // Met. Mater. Trans. A. 2012. V.43A. November. P.3891—3939.
11. Zheng, J. Precipitation in Mg-Gd-Y-Zr alloy : Atomic-scale insights into structures and transformations / J. Zheng, Z. Li, L. Tan, X. Xu, R. Luo, B. Chen // Mater. Charact. 2016. V.117. P.76—83.