

УДК 669.7/8.017

**ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ЧИСЛА ПРОХОДОВ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ СПЛАВА AZ31****Пинюгжанин В.М.***ФГБОУ ВПО «Пермский государственный национальный исследовательский университет»,  
Пермь, e-mail: ramedlov87@yandex.ru*

Исследовано влияние температуры и количества проходов равноканального углового прессования (РКУП) на микроструктуру магниевого сплава AZ31. Деформацию исходных заготовок осуществляли в РКУП матрице с углом пересечения каналов  $105^\circ$  по маршруту  $B_c$ . Микроструктура представлена в работе комплексом следующих параметров: размер зерна, величина областей когерентного рассеяния, микротвердость, уровень микродеформации. Установлено, что наиболее мелкодисперсное состояние сплава может быть достигнуто уже после 2-х проходов в интервале температур  $150\text{--}200^\circ\text{C}$ . При увеличении числа проходов все исследуемые характеристики не претерпевают существенных изменений. Как оказалось, РКУП в первую очередь приводит к формированию в сплаве AZ31 новых высокоугловых границ, вместе с тем происходит и измельчение кристаллитов исходного материала. Проведенные исследования позволяют предположить, что температура рекристаллизации сплава находится в диапазоне  $200\text{--}250^\circ\text{C}$ .

**Ключевые слова:** равноканальное угловое прессование (РКУП), микроструктура, AZ31, измельчение

**IMPACT OF THE NUMBER OF PASSES AND TEMPERATURE OF EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING ON AZ31 ALLOY MICROSTRUCTURE****Pinyugzhanin V.M.***Perm State University, Perm, e-mail: ramedlov87@yandex.ru*

The impact of temperature and the number of passes of equal channel angular pressing (ECAP) on the microstructure of AZ31 magnesium alloy is analyzed. Using the route  $B_c$  billets of AZ31 alloy were processed by ECAP die having an inner angle  $105^\circ$  between the channels. In this work, the resulting microstructure is presented in terms of the following parameters: grain size, coherent scattering domain size, microhardness and microstrain level. It is shown that the finest structure can be achieved after two ECAP passes, only. Under these conditions the refinement of the alloy occurs predominantly due to formation of high angle boundaries. This is accompanied by a reduction of the coherent scattering domain size. When increasing the number of passes the optimized characteristics do not change markedly. The deformation via 2 passes at temperatures ranging from 200 to  $250^\circ\text{C}$  leads to a recrystallization process of the alloy.

**Keywords:** equal channel angular pressing (ECAP), microstructure, AZ31, grain refinement

Современное развитие водородной энергетики во многом зависит от создания эффективных систем хранения и транспортировки водорода. Для решения указанной задачи особое внимание уделяется взаимосвязи между кинетикой взаимодействия водорода с различным рода твердыми фазами и их микроструктурой, включая аморфные и нанокристаллические вещества. К числу перспективных материалов накопителей водорода относятся магний и сплавы на его основе, которые способны обратимо поглощать водород в количестве, удовлетворяющем требованию DOE [5].

Измельчение структуры материала до нанокристаллического состояния с размером частиц  $20\text{--}50$  нм является одним из способов, позволяющих повысить скорость поглощения и обратимую сорбционную емкость водорода при большом количестве циклов сорбция/десорбция. Однако, как было установлено [2], обратимая сорбционная емкость наноструктурированного материала часто оказывается ниже, чем ожидалось, а при достижении частицами магния некоторого критического размера образование в атмосфере водорода стабильных гидрид-

ных зародышей не происходит. Указанные обстоятельства позволяют предположить, что существуют некоторые оптимальные размерные параметры микроструктуры материала, по всей вероятности, в диапазоне перехода от нано- к ультрамелкозернистому состоянию, которое, в свою очередь, может быть достигнуто приложением интенсивной пластической деформации (ИПД). Одной из разновидностей ИПД является метод равноканального углового прессования (РКУП) [7]. Для выбора оптимальных размерных параметров необходимо установить общие закономерности изменения микроструктуры сплава при различных условиях деформации.

Магниевого сплавы при относительно небольшом ( $\sim 5$  вес. %) содержании легирующих компонентов имеют гексагональную плотноупакованную (ГПУ) структуру с соотношением  $c/a = 1,624$  [3], а потому при комнатной температуре для них характерно значительно меньшее число систем легкого скольжения по сравнению с материалами, которые имеют кубическую решетку [3]. В связи с этим деформацию магния и его сплавов обычно осуществляют при нагреве

до температур  $(0,2-0,6)T_{пл}$  ( $T_{пл}$  – температура плавления, равная 924 К).

Формирование микроstructures сплава посредством РКУП может быть реализовано путем варьирования нескольких параметров [1]. К их числу относятся маршрут и скорость прохождения заготовки по каналу матрицы, температура нагрева заготовки в процессе РКУП и, конечно же, количество проходов сплава. В работе [4] нами было показано, что наиболее эффективным для уменьшения размера зерен и кристаллитов магниевых сплавов AZ31 является маршрут  $V_C$ . В продолжение этих исследований было проанализировано влияние температуры деформации и количества проходов по маршруту  $V_C$  на степень измельчения микроstructures сплава AZ31 в процессе РКУП.

#### Материалы и методика исследования

Заготовки промышленного сплава AZ31 (96% Mg, 3% Al, 1% Zn, вес. %) размером  $10 \times 10 \times 100$  мм деформировали в установке РКУП с углом пересечения каналов  $105^\circ$  по маршруту  $V_C$ . Скорость прохождения заготовок по каналу матрицы составляла  $\sim 1$  см/с. В первой серии экспериментов каждую заготовку деформировали в канале РКУП матрицы при температуре  $250^\circ\text{C}$  заданным количеством проходов: 2, 4, 5, 8 или 9. Во второй серии экспериментов изучали влияние температуры при двукратном прохождении заготовки по каналу РКУП матрицы. В этом случае деформацию осуществляли при одной из температур: 150, 200, 250 и  $300^\circ\text{C}$ . Образцы для исследования микроstructures представляли собой пластинки размером  $10 \times 10 \times 2$  мм, вырезанные из средней части деформированной заготовки перпендикулярно направлению движения образца по каналу матрицы.

Расчет параметров тонкой структуры – размера областей когерентного рассеяния (ОКР)  $D$  и среднего уровня микродеформаций  $\langle \epsilon \rangle$  – осуществляли методом рентгеноструктурного анализа в приближении Вильямсона–Холла [10], считая, что размерное и деформационное уширение линии представлено в распределении интенсивности каждого рентгеновского максимума как функции Гаусса. Рентгенограммы были получены на дифрактометре Siemens D5000 в  $\lambda\text{-Co}$  ( $K_\alpha$ ) излучении. Микроstructure сплава исследовали с применением оптического микроскопа Olympus BX-51. Испытание образцов на микротвердость проводили на приборе ПМТ-3 по стандартной методике при нагрузке 100 Г (1 Н). Для объективности результата были получены данные с различных участков поверхности шлифа, местоположение которых было одинаковым для всех образцов.

#### Результаты исследования и их обсуждение

Согласно результатам оптической микроскопии, для сплава AZ31 в исходном состоянии характерна преимущественно равноосная форма зерен со средним размером  $\sim 30$  мкм.

#### Влияние количества проходов

На рис. 1 показано изменение нескольких параметров микроstructures спла-

ва в зависимости от количества проходов РКУП. Видно, что все анализируемые характеристики микроstructures, за исключением уровня микродеформаций, являются немонотонными функциями числа проходов. Из представленных результатов можно особо выделить данные, соответствующие двум проходам РКУП. Как следует из зависимости, показанной на рис. 1,а, уже два прохода при  $250^\circ\text{C}$  приводят к максимальному измельчению зерна исходного материала до размеров  $\sim 2$  мкм. Далее, по мере роста количества проходов, размер зерна сплава практически не изменяется. Измельчение структуры при двукратном прессовании сопровождается ростом микротвердости сплава (рис. 1, б), которая при последующих циклах РКУП деформации оказывается слабо чувствительной к росту количества проходов.

Судя по кривой, изображенной на рис. 1, в, вместе с измельчением зерна сплава при двух проходах по маршруту  $V_C$  происходит и уменьшение кристаллитов до размеров  $\sim 70$  нм. При последующем увеличении количества проходов величина областей когерентного рассеяния (ОКР) возрастает до значения  $\sim 200$  нм и далее практически не изменяется. Вне зависимости от числа проходов прессование сплава при  $250^\circ\text{C}$  не приводит к изменению уровня микродеформаций (рис. 1, г).

Как известно [3], микротвердость образца сплава зависит от размера зерна и (или) протяженности межкристаллитных границ, а также степени дефектности внутризеренных областей. Из рис. 1 видно, что рост микротвердости после двух проходов сопровождается как уменьшением размера зерна, так и ОКР без существенного изменения уровня микродеформаций в сплаве. Это свидетельствует в пользу того, что при температуре  $250^\circ\text{C}$  увеличение микротвердости деформируемого материала происходит главным образом не за счет дислокационных реакций, а обусловлено измельчением структуры, которое в данных условиях эксперимента может осуществляться как дроблением исходных зерен и кристаллитов, так и за счет образования зародышей рекристаллизации. С этой точкой зрения согласуется характер изменения микроstructures, которая для сплава после двух проходов показана на рис. 2, а. Видно, что в исследуемом сплаве присутствуют неравноосные зерна с нелинейными границами, возникшие, по-видимому, в процессе деформации материала. С другой стороны, видны и сравнительно мелкие зерна, которые могли образоваться в локальных микрообъемах образца в ходе рекристаллизации.

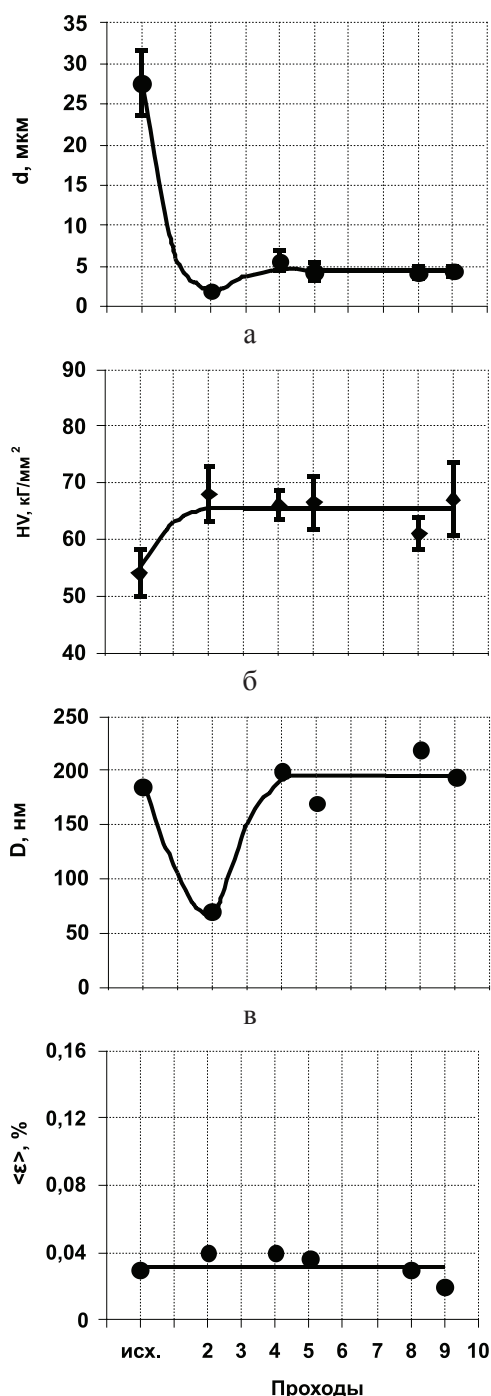


Рис. 1. Размер зерна (а), микротвердость (б), величина ОКР (в) и уровень микродеформаций (г) исходного образца (исх.) и образцов сплава AZ31 после РКУП при 250°C

Сопоставление микрофотографий шлифов сплава при количестве проходов более двух позволило обнаружить морфологическое сходство соответствующих образцов. К примеру, как видно из рис. 2, б, сплав после четырех проходов при 250°C имеет сравнительно однородную структуру с равноосными зёрнами без явных следов пластической деформации по телу зёрна.

Для большинства зёрен характерны почти линейные границы, сходящиеся в тройных стыках под углом  $\sim 120^\circ$ . Данная особенность микроструктуры является типичным признаком рекристаллизованного зёрна. Следовательно, естественно предположить, что в процессе реализации РКУП образец претерпел рекристаллизацию.

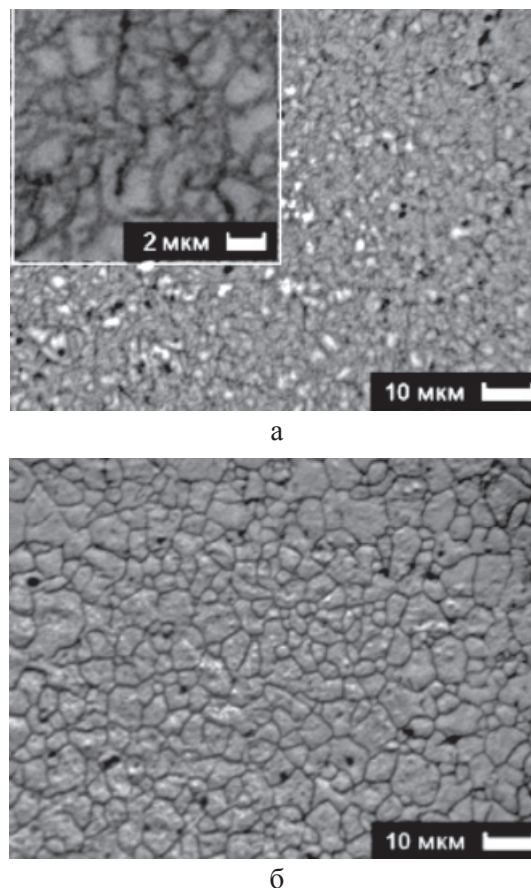


Рис. 2. Микроструктура образца сплава AZ31 после 2-х (а) и 4-х (б) проходов РКУП при температуре 250°C

Полученные данные по характеру изменения величины зёрна и особенностей микроструктуры сплава хорошо коррелируют с результатами работы [8], где авторы изучали влияние количества проходов РКУП на размер зёрна при температуре 320°C, когда магниевый сплав оказывается рекристаллизованным уже после первого прохода. Таким образом, на наш взгляд, при количестве проходов РКУП более двух решающий вклад в формирование микроструктуры материала вносят рекристаллизационные процессы, о чем также свидетельствуют низкий уровень микроискажений в сплаве после каждого цикла деформации и близкие значения микротвердости у всех деформированных образцов (рис. 1, б). Вследствие этого наиболее мелкодисперсная структура со средним размером зёрен  $\sim 2 \mu\text{m}$  форми-

руется после двух проходов по маршруту  $V_c$ . Данное обстоятельство было принято во внимание при изучении особенностей формирования микроструктуры сплава посредством РКУП деформации в широком температурном интервале.

### Влияние температуры

Влияние температуры РКУП деформации на параметры микроструктуры сплава показано на рис. 3. Согласно данным, представленным на рис. 3, а, два прохода при  $150^\circ\text{C}$  сопровождаются уменьшением размера зерна до значения  $\sim 2$  мкм. Размер зерна остается постоянным с повышением температуры деформации вплоть до  $250^\circ\text{C}$  и увеличивается для образца, деформированного при  $300^\circ\text{C}$ , достигая значения  $\sim 8$  мкм. Возрастание микротвердости сплава (рис. 3, б) при температурах деформации  $150$  и  $200^\circ\text{C}$  согласуется с изменением размера зерна (см. рис. 3, в) и свидетельствует о деформационном упрочнении сплава. Затем с повышением температуры проходов от  $200$  до  $250^\circ\text{C}$  значение  $HV$  уменьшается. Как видно из рис. 3, в, РКУП деформация сплава при температуре  $150^\circ\text{C}$  приводит к уменьшению ОКР, размер которых в деформированном материале достигает  $\sim 75$  нм и в дальнейшем слабо зависит от температуры проходов вплоть до температуры  $250^\circ\text{C}$ . Величина микроискажений (рис. 3, г) в сплаве изменяется немонотонно с увеличением температуры: деформация материала при  $150^\circ\text{C}$  приводит к заметному росту уровня микроискажений, затем по мере повышения температуры деформации этот показатель снижается и, начиная с  $250^\circ\text{C}$ , практически не изменяется в исследованном нами интервале температур.

Характер эволюции параметров микроструктуры (рис. 3) – в первую очередь микротвердости и величины микродеформаций – позволяет выделить два температурных интервала. В первом наблюдаемые закономерности изменения микроструктуры обусловлены преимущественно деформационными, а во втором – пред- и рекристаллизационными процессами. Указанное обстоятельство иллюстрируют микрофотографии образцов сплава после двух проходов при  $150^\circ\text{C}$  (рис. 4) и после двух (и четырех) проходов РКУП при  $250^\circ\text{C}$  (рис. 2). Как видно из рис. 4, микроструктура образца сплава обладает существенной неоднородностью: скопления из мелких зерен соседствуют вместе с крупными исходными зернами, раздробленными вновь образованными большеугловыми границами на фрагменты, протяженность которых в различных направлениях в плоскости шлифа может значительно отличаться. Измельчение спла-

ва после деформации при  $250^\circ\text{C}$  (см. рис. 2) оказывается заметно более равномерным. Несмотря на присутствие в микроструктуре образца, показанной на рис. 2, а, зерен деформационного происхождения, проследить ход первоначальных высокоугловых границ в нем не представляется возможным.

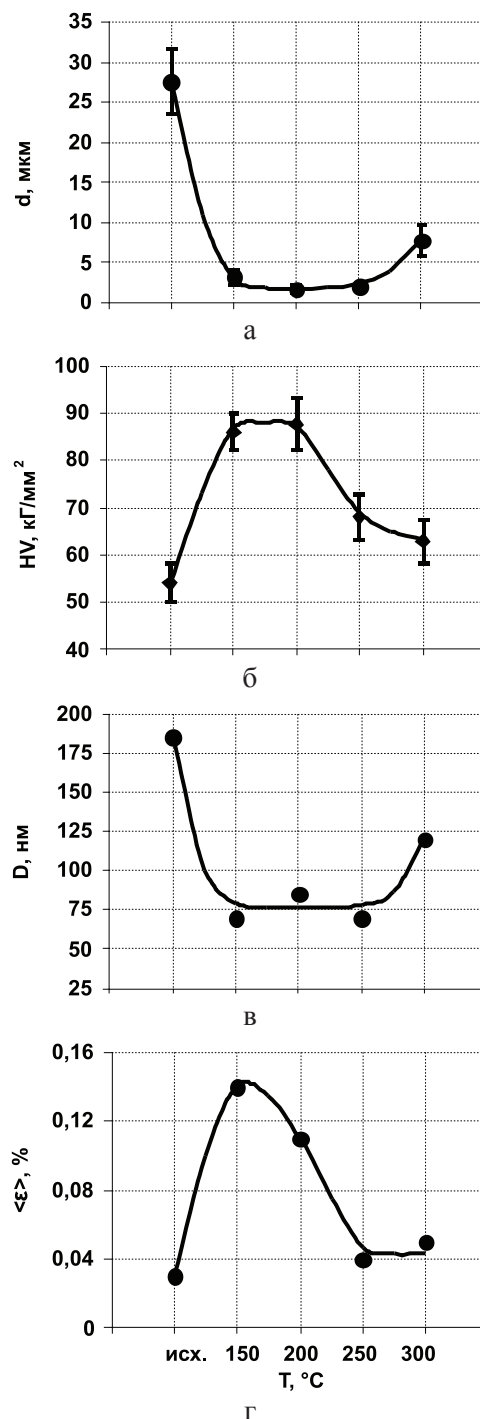


Рис. 3. Размер зерна (а), микротвердость (б), величина ОКР (в) и уровень микродеформаций (г) исходного образца (исх.) и образцов сплава AZ31 после двух проходов РКУП при различных температурах

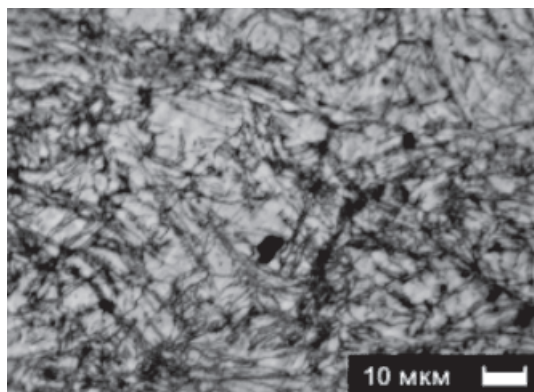


Рис. 4. Микроструктура сплава после двух проходов РКУП при 150 °С

Рассмотренные морфологические особенности магниевого сплава аналогичны тем, которые наблюдали после РКУП деформации титана [6]. Сравнение результатов воздействия ИПД на микроструктуру этих материалов интересно тем, что титан имеет также гексагональную плотноупакованную решетку, однако с иным соотношением  $c/a$  (для чистого титана  $c/a = 1,588$  [3]). Как известно [1], наиболее интенсивное измельчение зерна в металлах и сплавах с кубической решеткой также происходит после одного-двух проходов. Это свидетельствует о преимущественном влиянии на формирование микроструктуры, в первую очередь, способа деформации – в данном случае РКУП, тогда как типу кристаллической решетки исходного материала, видимо, можно отвести второстепенную роль. Тем не менее, следует заметить, что в отличие от магния и титана РКУП кубических металлов (например алюминия [9]), как правило, сопровождается формированием более однородной структуры. Так, в плоскости шлифа, ортогональной либо параллельной направлению движения образца по каналу матрицы, материал обычно представлен близкими по форме и размеру зернами.

### Закключение

На основании проведенного исследования можно сделать вывод о том, что для получения мелкодисперсной структуры в сплаве AZ31 достаточно использовать 2 прохода РКУП по маршруту  $V_C$  в интервале температур 150–200 °С. При данных условиях ИПД достигается минимальный размер зерен за счет, прежде всего, формирования новых высокоугловых границ, которое сопровождается также измельчением кристаллитов сплава. Полученная при этом микроструктура образцов характеризуется существенной неоднородностью. Установленные нами закономерности изменения микроструктуры позволяют утверждать, что температура

рекристаллизации сплава AZ31 находится в интервале температур 200–250 °С.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Министерства образования Пермского края, соглашение № С-26/211.

### Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М.: Логос, 2000. – 272 с.
2. Gerasimov K.B., Konstanchuk I.G., Bobet J.-L. «Hysteresis» in interaction of nanocrystalline magnesium with hydrogen // *Int. J. Hydr. Energy*. – 2009. – Vol. 34. – P. 1916–1921.
3. Полухин П.И., Горелик С.С., Воронцов В.К. Физические основы пластической деформации. – М.: Металлургия, 1982. – 584 с.
4. Инновационные технологии. Перспективные материалы для водородной энергетики / Н.Е. Скрыбина, Д.С. Заболотский, D. Fruchart, G. Girard, S. Miraglia // *Вестн. Перм. ун-та. Сер. Физика*. – 2009. – Вып. 1. – С. 89–96.
5. Тарасов Б.П., Лотоцкий М.В., Яртъсь В.А. Проблема хранения водорода и перспективы использования гидридов для аккумулялирования водорода // *Рос. хим. ж.* – 2006. – Т. 1, №. 6. – С. 34–48.
6. Kim I., Kim J., Shin D.H., Lee C.S., Hwang S.K. Effects of equal channel angular pressing temperature on deformation structures of pure Ti // *Materials Science and Engineering*. – 2003. – Vol. 342 A. – P. 302–310.
7. Mg alloy for hydrogen storage processed by SPD / D.R. Leiva, D. Fruchart, M. Bacia, G. Girard, N. Skryabina, A. C.S. Villela, S. Miraglia, D.S. Santos, W.J. Botta // *International Journal of Materials Research*. – 2009. – Vol. 100, № 12. – P. 1739–1747.
8. Effect of equal channel angular pressing on the strength and ductility of an AZ80 alloy / T.S. Pereira, C.W. Chung, R. Ding, Y.L. Chiu // *Mater. Sci. Eng.* – 2009. – Vol. 4 (doi:10.1088/1757-899X/4/1/012022).
9. Sun P.-L., Kao P.-W., Chang C.-P. Effect of Deformation Route on Microstructure Development in Aluminum Processed by Equal Channel Angular Extrusion // *Metal. Mater. Trans.* 2004. – Vol. 35. – P. 1359–1368.
10. Williamson G. K., Hall W. H. X-Ray Line Broadening From Filed Aluminum And Wolfram // *Acta Metallurgica*. – 1953. – Vol. 10. – P. 427–433.

### References

1. Valiev R.Z., Alexandrov I.V. *Nanostrukturnye materialy, poluchennye intensivnoj plasticheskoj deformatsiej*. Moscow, Logos, 2000. 272 p.
2. Gerasimov K.B., Konstanchuk I.G., Bobet J.-L., *Int. J. Hydr. Energy*, 2009, Vol. 34, pp. 1916–1921.
3. Polukhin P.I., Gorelik S.S., Vorontsov B.K. *Fizicheskie osnovy plasticheskoj deformatsii*. Moscow, Metallurgiya, 1982. 584 p.
4. Skryabina N.E., Zabolotsky D.S., Fruchart D., Girard G., Miraglia S., *Bulletin Of Perm State University. Physics*, 2009, Vol. 1, pp. 89–96.
5. Tarasov B. P., Lototsky M. V., Yartys V. A., *Ros. Khim. J.*, 2006, Vol. 1, no. 6, pp. 34–48.
6. Kim I., Kim J., Shin D. H., Lee C. S., Hwang S. K., *Mater. Sci. Eng.*, 2003, Vol. 342 A, pp. 302–310.
7. Leiva D.R., Fruchart D., Bacia M., Girard G., Skryabina N., Villela A. C.S., Miraglia S., Santos D.S., Botta W.J., *Int. J. of Mater. Res.*, 2009, Vol. 100, no.12, pp. 1739–1747.
8. Pereira T.S., Chung C.W., Ding R., Chiu Y.L., *Mater. Sci. Eng.*, 2009, Vol. 4 (doi:10.1088/1757-899X/4/1/012022).
9. Sun P.-L., Kao P.-W., Chang C.-P., *Metal. Mater. Trans.* 2004, Vol. 35, pp. 1359–1368.
10. Williamson G. K., Hall W. H., *Acta Metallurgica*, 1953, Vol. 10, pp. 427–433.

### Рецензенты:

Аптуков В.Н., д.т.н., профессор, заведующий кафедрой математического анализа ФГБОУ ВПО «Пермский государственный национальный исследовательский университет», г. Пермь;

Зуев А.Л., д.ф.-м.н., доцент, старший научный сотрудник Института механики сплошных сред УрО РАН, г. Пермь.

Работа поступила в редакцию 23.07.2012.