

## Определение порога напряжения и микроструктурных факторов, формирующих эффект нелинейной разгрузки магниевого сплава MA14 (ZK60)

© 2023

Данюк Алексей Валериевич\*<sup>1</sup>, кандидат физико-математических наук,  
старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий  
Мерсон Дмитрий Львович<sup>2</sup>, доктор физико-математических наук, профессор,  
директор НИИ прогрессивных технологий

Брилевский Александр Игоревич<sup>3</sup>, младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий  
Афанасьев Максим Анатольевич, научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий  
Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

\*E-mail: A.Danyuk@tltsu.ru,  
Alexey.Danyuk@gmail.com

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7352-9947>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5780-6094>

Поступила в редакцию 14.12.2022

Принята к публикации 01.09.2023

**Аннотация:** Магниево-алюминиевые сплавы – идеальный материал для создания легких и прочных современных транспортных систем, однако его широкое применение ограничено из-за некоторых физико-химических свойств. В работе рассмотрен эффект нелинейной упругой разгрузки магниевого сплава MA14 (ZK60, Mg–5,4Zn–0,5Zr) в крупнозернистом состоянии после рекристаллизационного отжига. Установлено, что нелинейность характеристики разгрузки формируется после достижения определенного порогового уровня напряжения. Предполагается, что изучаемый эффект связан с деформационным поведением сплава, при котором наблюдается формирование двойниковой структуры по механизму двойникования растяжения. Микроструктура материала образцов была определена методами растровой электронной микроскопии с применением анализа дифракции обратно рассеянных электронов. Определение порогового напряжения формирования нелинейности разгрузки было проведено двумя методами: 1) по величине площади петли, образуемой нелинейностью механической характеристики разгрузки и характеристики повторного нагружения (механический гистерезис), и 2) по анализу акустической эмиссии, зарегистрированной при растяжении до разрушения. Сопоставление полученных результатов позволяет предположить, что нелинейность разгрузки обусловлена двойникованием в зернах, в которых наблюдается невыгодная конфигурация (низкий фактор Шмидта) для дислокационного скольжения. Разворот продвойникованного кристалла на угол, близкий к 90°, не способствует повышению фактора Шмидта и активации систем скольжения дислокаций для закрепления деформированной структуры по механизму дислокационного упрочнения. При последующем снижении величины внешнего напряжения происходит раздвойникование и частичное восстановление конфигурации кристаллической решетки.

**Ключевые слова:** магний; магниевый сплав; MA14 (ZK60, Mg–5,4Zn–0,5Zr); нелинейная разгрузка; порог напряжения; упругость; двойникование; раздвойникование; деформационное поведение.

**Благодарности:** Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда в рамках реализации научного проекта № 22-23-01169.

**Для цитирования:** Данюк А.В., Мерсон Д.Л., Брилевский А.И., Афанасьев М.А. Определение порога напряжения и микроструктурных факторов, формирующих эффект нелинейной разгрузки магниевого сплава MA14 (ZK60) // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 4. С. 31–39. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-4-66-3.

### ВВЕДЕНИЕ

Легкие магниевые сплавы обладают высокой удельной к массе прочностью, что делает их крайне привлекательными для применения в конструкции транспортных средств. В настоящее время магниевые сплавы применяются преимущественно для литья в формы или изготовления элементов при помощи токарно-фрезерной обработки из проката (плит, листов, прутков, труб). Гибкая штамповка и другие методы обработки металлов давлением (ОМД) магниевых сплавов существенно ограничены или требуют применения сплавов с относительно высоким легированием дорогими по стоимости элементами, что существенно сни-

жает привлекательность магния для широкого применения. Проблемы ОМД магниевых сплавов, особенно в литом или крупнозернистом состоянии, связаны с особенностями их деформационного поведения, проявляющегося в виде: асимметрии механического отклика на приложение растягивающей и сжимающей нагрузки; сильно ограниченной пластичности, даже при повышенных температурах формообразования; нелинейной характеристики упругого поведения (разгрузки) [1–6].

Особенности упрочнения и пластичности магния связаны с его кристаллической решеткой – гексагональной плотноупакованной (ГПУ), которая является причиной сильной анизотропии упругих и деформационных свойств. Избавиться от проявления анизотропии

довольно сложно, поэтому многие авторы вынуждены исследовать магниевые сплавы, в том числе после упрочняющей деформационной обработки, в нескольких направлениях. Например, для прокатки (ковки) выбираются три направления (нормальное, продольное, поперечное), для экструзии – два (нормальное, поперечное) [7].

При сжатии и растяжении магниевое сплава наблюдаются выраженная деформационная анизотропия и асимметрия деформационного поведения, проявляющиеся в значимом отличии пределов текучести при растяжении и сжатии [8–10], а причиной асимметричного поведения материала может быть начальное упрочнение [11]. В приведенных выше работах можно отметить нелинейное поведение характеристик разгрузки магниевых сплавов, но авторы не уточняют причины и параметры формирования такого эффекта.

Цель работы – определение условий и причин формирования нелинейного упругого поведения при разгрузке магниевое сплава МА14.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Предварительно было проведено исследование химического состава образцов магниевое сплава по методу ГОСТ 7728-79 с применением оптико-эмиссионного спектрометра Thermo Fisher Scientific ARL 4460. Химический состав исследуемого материала приведен в таблице 1, значения содержания элементов соответствуют требованиям к марке МА14 по ГОСТ 14957-76.

Исследуемый материал имеет крупнозернистую структуру с размером зерна 60...120 мкм и текстуру, соответствующую гомогенизирующему рекристаллизационному отжигу (не текстурирован). Изображение структуры сплава, полученное на растровом электронном микроскопе Zeiss Sigma с применением анализа дифракции обратно рассеянных электронов (SEM+EBSD), а также гистограммы распределений размеров и углов разориентировки кристаллической решетки на границах зерен показаны на рис. 1. Определение механических характеристик сплава при циклическом нагружении и монотонном растяжении до разрушения было проведено на плоских образцах с лопатками под захваты, рабочее сечение образца 4×4 мм, длина 4 мм. Вырезка образцов проведена электроэрозионным способом на станке с числовым программным управлением, что позволяет получить образцы идентичной геометрии и без упрочнения поверхностного слоя.

Образцы для испытаний были подготовлены в одинаковом исходном состоянии (после гомогенизирующего

отжига) и до испытания как на сжатие, так и на растяжение не подвергались начальной деформации или упрочнению, а при установке образцов в захватах испытательной машины соблюдалась процедура защиты образца от нагружения до испытания.

Для исследования причин, формирующих нелинейность упругого поведения и разгрузки, был выполнен ряд испытаний с циклом «нагружение – разгрузка» с точкой максимального напряжения ниже, около и выше предела текучести при инженерном напряжении  $\sigma_{eng} \approx 50, 90$  и 145 МПа соответственно, скорость перемещения активного захвата соответствовала скорости деформации  $1 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ . Для измерения малых деформаций в упругой области нагружения применили тензометрический комплекс НВМ МХ440 с тензоэлементами, приклеенными непосредственно на поверхность образца. Магний и его сплавы склонны к ползучести [12] и длительным интервалам релаксации упругих напряжений [13], поэтому для снижения влияния вязко-динамической компоненты пластичности образец статически выдерживали длительное относительно интервала нагружения время под нагрузкой и после разгрузки до снижения активности деформационных процессов. Активность деформационных процессов контролировали по сигналам акустической эмиссии (АЭ). Механическое двойникование при деформировании магниевых сплавов генерирует дискретные высокоамплитудные акустические импульсы [14], поэтому при снижении активности АЭ до менее 1 сигнала/с считали активность деформационного процесса при релаксации незначительной и переходили к следующему этапу цикла «нагружение – разгрузка». Регистрация АЭ выполнена на аппаратуре РАС РС1-2 в широкополосном режиме 20 кГц – 1 МГц, с частотой дискретизации 2 МГц, усилением +60 дБ, порог амплитудного детектора составил 27 дБ при уровне шума 25 дБ. После испытаний материал образцов из деформированной области повторно был исследован методами растровой электронной микроскопии с анализом структуры.

Для проверки предположения, что причинами формирования нелинейного упругого поведения могут быть особенности деформационных механизмов «дислокационное скольжение» и «двойникование», было проведено испытание такого же образца на растяжение до разрушения со скоростью деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . В процессе растяжения осуществляли запись сигнала АЭ в непрерывном (беспороговом) режиме синхронизированно с параметрами нагружения/растяжения. Для оценки стадийности использовали спектрально-энергетические

Таблица 1. Химический состав исследуемого сплава  
Table 1. Chemical composition of the studied alloy

Материал	Весовое содержание элемента, %								
	Mg	Zn	Zr	Al	Fe	Cu	Ni	Mn	Si
Исследуемый материал	Основа	5,4	0,47	0,002	0,001	0,002	0,001	0,005	0,003
МА14 по ГОСТ 14957-76	Основа	5,0–6,0	0,3–0,9	≤0,05	≤0,03	≤0,05	≤0,005	≤0,1	≤0,05

параметры сигналов АЭ [15; 16]: в данном случае для зарегистрированного сигнала оценивали изменение двух параметров спектральной характеристики от приложенного механического напряжения: 1) мощности – интеграла спектральной плотности мощности сигнала и 2) медианной частоты – медианы спектральной плотности мощности сигнала, рассчитанной по методу, описанному в [17].

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

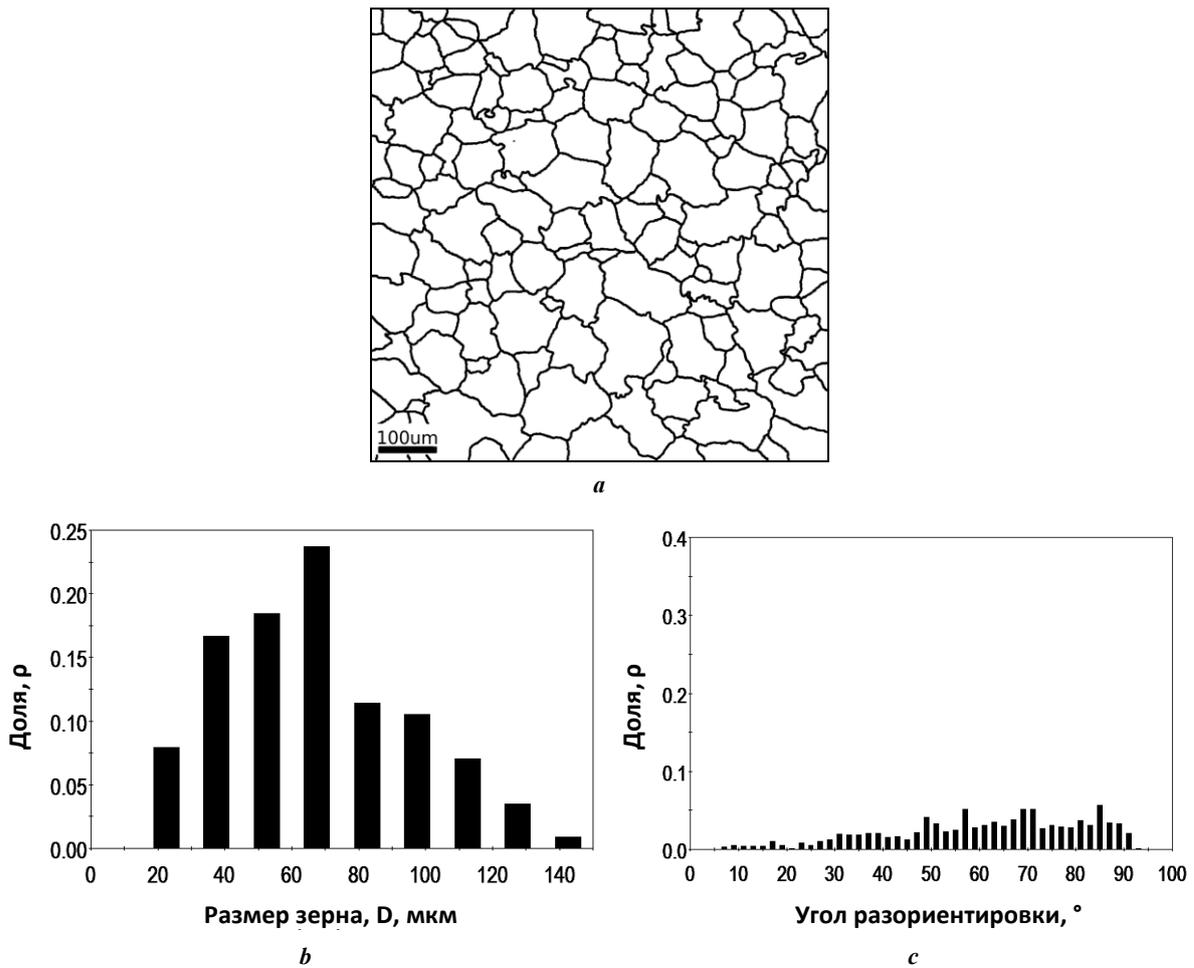
Проведенные испытания циклического растяжения и сжатия без смены направления деформации относительно первоначального направления показаны на рис. 2, где приведено по три цикла нагружения отдельно для сжатия и растяжения. Первое нагружение до напряжения 50 МПа демонстрирует упругое нагружение и линейный возврат материала к исходному состоянию, а наклон линейного участка нагружения и разгрузки соответствует модулю упругости 42...44 ГПа. Во втором (90 МПа) и третьем (145 МПа) циклах нагружения заметна нелинейность упругого участка, оценку кото-

рой можно дать по площади петли гистерезиса, образованной линиями нагружения и разгрузки.

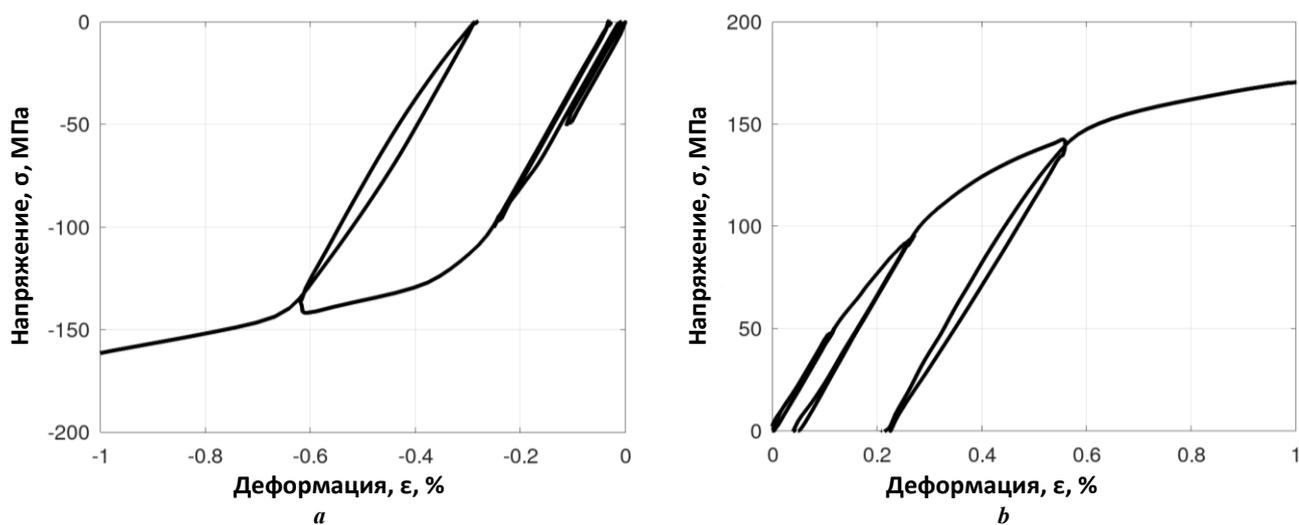
Для каждой петли фиксировали напряжение вершины петли и величину объемной плотности энергии вязкоупругого поведения материала – площадь петли, образуемой характеристикой нагружения и разгрузки, результаты замеров которой представлены на рис. 3.

Для определения напряжения активации двойникования провели обработку АЭ, зарегистрированной при монотонном растяжении образца, характеристика нагружения представлена на рис. 4. Расчет спектральных параметров сигнала АЭ выполнен методом постобработки с применением алгоритмов спектральной кластеризации [16].

Результаты исследования микроструктуры методами растровой электронной микроскопии после деформации показывают наличие двойников, которые формируются одновременно с нелинейным упругим поведением и, следовательно, могут являться его причиной. Структура образцов после испытания на сжатие и растяжение до величины остаточной деформации 1,5 % показана на рис. 5.

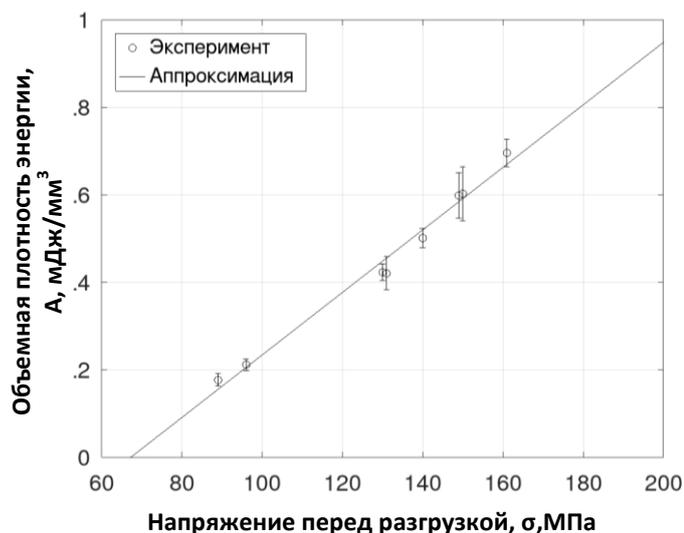


**Рис. 1.** Исходная структура сплава MA14 (a), гистограммы распределений размера зерна (b) и углов разориентировки кристаллической решетки на границах зерен (c)  
**Fig. 1.** The initial structure of the MA14 alloy (a), histograms of the grain size distribution (b) and the crystal lattice misorientation at the grain boundaries (c)



**Рис. 2.** Диаграммы нагружения – разгрузки сплава MA14.  
 При сжатии деформация и напряжение имеют отрицательный знак (а),  
 при растяжении – положительный знак (b)

**Fig. 2.** Loading – unloading diagrams of the MA14 alloy.  
 Under compression, strain and stress have a negative sign (a), under tension – a positive sign (b)



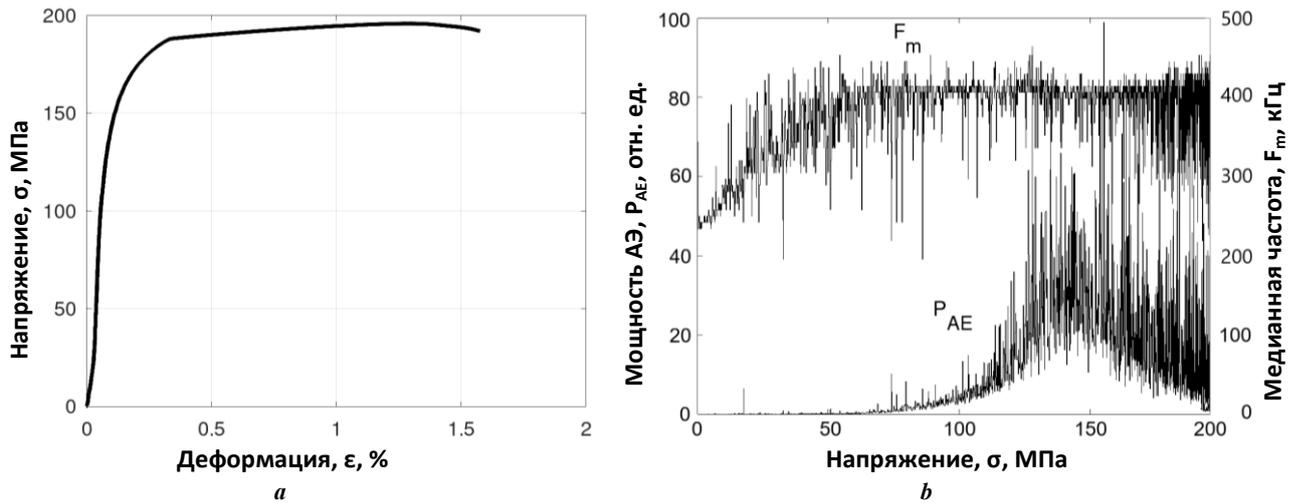
**Рис. 3.** Объемная плотность энергии вязкоупругого поведения материала  
**Fig. 3.** Energy volumetric density of the material viscoelastic behaviour

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

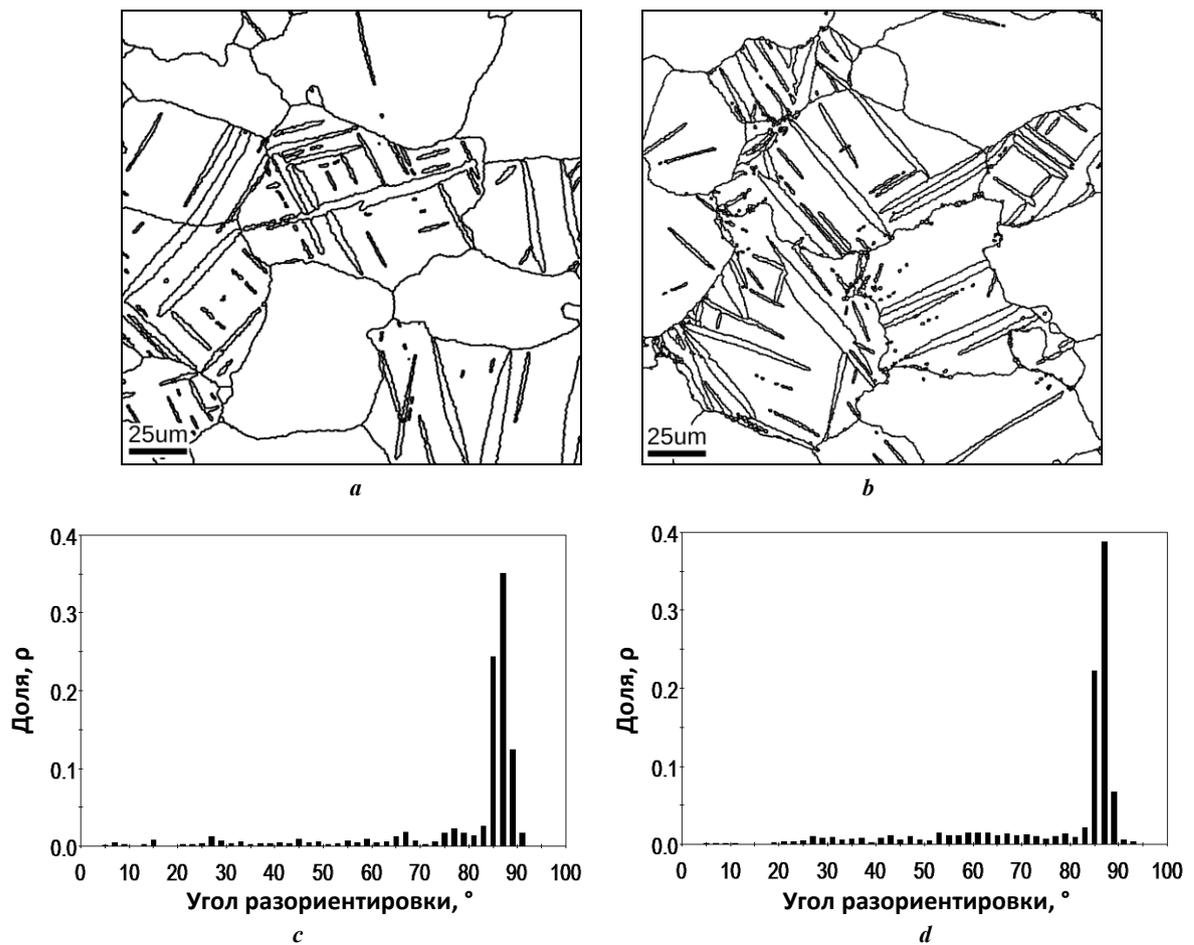
Количественное сравнение полученного модуля упругости 42...44 ГПа полностью согласуется с данными из литературных источников для сплава MA14 (ZK60) – 42...45 ГПа [18; 19]. При нагружении сплава до напряжения 90 МПа, при котором формируется микропластическая деформация 0,05 %, модуль упругости сохраняет свое значение, но разгрузка материала происходит по выгнутой вниз характеристике, формируя гистерезис характеристики «нагрузка – разгрузка». При двойниковании растяжения наблюдается разворот решетки, а направления разворота могут соответствовать максимальной анизотропии упругих констант материа-

ла,  $E(0001)=50,8$  ГПа,  $E(-1-120) (-1100)=45,5$  ГПа [20], но влияние исключительно фактора анизотропии достаточно мало, или малозначительно, так как повторное нагружение происходит по выгнутой вверх траектории.

При нагружении более 100 МПа происходит переход к режиму активной пластической деформации: в эксперименте это наблюдается после третьего цикла нагружения, который был остановлен по достижении напряжения 145 МПа, а остаточная деформация составила 0,29 и 0,22 % для сжатия и растяжения соответственно. Отличие величины пластической деформации сжатия и растяжения при приложении одинакового по величине напряжения описано в работах [8–11] и является проявлением асимметрии деформационного поведения



**Рис. 4.** Диаграмма нагружения образца сплава MA14 (a) и параметры акустической эмиссии в зависимости от напряжения (b)  
**Fig. 4.** Loading diagram of the MA14 alloy sample (a) and acoustic emission parameters depending on the stress (b)



**Рис. 5.** Структура сплава MA14 после испытания на сжатие (a) и на растяжение (b), гистограммы распределений углов разориентировки кристаллической решетки на границах зерен после испытания на сжатие (c) и на растяжение (d)  
**Fig. 5.** MA14 alloy structure after compression (a) and tensile (b) tests, histograms of the crystal lattice misorientation angles at the grain boundaries after compression (c) and tensile (d) tests

магния и некоторых других металлов и сплавов. Особенностью этапа разгрузки после приложения напряжения 145 МПа является сильная нелинейность, при которой расхождение траекторий нагружения и разгрузки увеличивается, формируя визуальную симметричную петлю механического гистерезиса. Похожее описание поведения сплава МА14 (ZK60) приводятся в работах [1; 4; 6; 7].

Аппроксимация экспериментальных значений объемной плотности энергии, формирующей поведение нелинейной упругости, и интерполяция в сторону оси напряжения на рис. 3 показывают, что эффект нелинейной разгрузки проявляется при достижении значения напряжения в интервале 65...70 МПа.

В работах [13] и [16] показано, что анализ параметров сигнала АЭ и кластеризация сигнала по распределению спектральной плотности мощности позволяют точно отслеживать активность двойникового. Работа деформационных систем двойникового сопровождается высокоамплитудными импульсами АЭ с резким передним фронтом и релаксационным спадом, а спектральная характеристика имеет низкую медианную частоту. АЭ, генерируемая дислокационным скольжением, отличается малыми амплитудами и широким спектром.

В данном случае стоит обратить внимание на характер изменения параметров мощности и медианной частоты сигнала АЭ, которые показаны на рис. 4. Акустическая эмиссия проявляет импульсный характер при активации двойникового, при этом измеряемые параметры сигнала пропорционально реагируют на интенсивность процесса повышением энергии (амплитуды) и медианной частоты в интервале механических напряжений 70...140 МПа, именно в этом интервале напряжений наиболее активно материал деформируется по механизму двойникового.

Очевидно, что «порог» напряжения 65...70 МПа соответствует физическому пределу текучести испытываемого материала: при этом напряжении начинается деформационное упрочнение и проявление релаксационных свойств деформационных механизмов, скольжения и в большей степени двойникового, создающих мощную АЭ.

Структурное состояние образцов, испытанных на сжатие и растяжение, получилось схожим. Деформированные структуры содержат признаки активности систем дислокационного скольжения, формирующие субзернистую структуру с малыми углами разориентировки (3...5°) и двойники растяжения с углами разориентировки кристаллической решетки около 86°. Тип активных деформационных механизмов в смежных зернах может быть неодинаков, так как активация конкретной деформационной системы происходит только после превышения определенного критического сдвигового напряжения: наименьшие величины критического сдвигового напряжения имеют системы скольжения базисной плоскости, следующими по мере повышения критического сдвигового напряжения являются системы призматического скольжения и двойникового растяжения [13; 21], и именно эти системы можно идентифицировать на малых деформациях, наблюдаемых в данном исследовании. Критическое сдвиговое напряжение в первую очередь достигается в кристаллах (зернах), благоприятно ориентированных по отношению

к внешнему напряжению, и численно определяется фактором Шмидта [22; 23]. Неоднородность активации деформационных систем формирует неравномерное в объеме материала напряженное состояние, а градиенты упругих напряжений могут тормозить распространение двойника внутри зерна, а затем при снижении величины внешнего напряжения под действием упругих сил может происходить обратный процесс – раздвойникование [24; 25].

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Наиболее вероятным механизмом, формирующим нелинейную характеристику разгрузки и нелинейное упругое поведение сплава МА14, является механизм двойникового – раздвойникового в системах «двойникование – растяжение». Формирование двойника в зерне связано с недостаточным количеством активных систем легкого скольжения в базисной и призматических плоскостях, которые ортогональны относительно друг друга. При этом «двойникование – растяжение» с углом разориентировки 86° не формирует более благоприятные условия для активации систем легкого скольжения. Как следствие, в магнии наблюдаются условия формирования двойника в неупрочненной решетке (с малой длиной отрезков закрепленных дислокаций), при этом после формирования двойника не наблюдается его закрепления (упрочнения) активным скольжением. Таким образом, по-видимому, формируются нерелаксировавшие упругие напряжения как на периферии двойника внутри зерна, так и по периметру зерна, и именно эти напряжения приводят к раздвойникованию при снятии внешнего напряжения. Механизм работы незакрепившегося (неупрочненного «упругого» двойника) похож на поведение выгнутой упругой балки между двух опор, имеющей возможность упругого прогиба и два «пути» деформации в зависимости от направления: увеличения или уменьшения напряжения, при этом знак нагружения не оказывает влияния.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Yu Hai Yan, Wu Hangyu, Wang Lin. Inelastic strain recovery of magnesium alloys and a new elastic modulus model // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2020. Vol. 967. Article number 012046. DOI: [10.1088/1757-899X/967/1/012046](https://doi.org/10.1088/1757-899X/967/1/012046).
2. Xiong Ying, Yu Qin, Jiang Yanyao. Deformation of extruded ZK60 magnesium alloy under uniaxial loading in different material orientations // Materials Science and Engineering: A. 2018. Vol. 710. P. 206–213. DOI: [10.1016/j.msea.2017.10.059](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.10.059).
3. Shiraishi K., Mayama T., Yamasaki M., Kawamura Y. Enhanced non-linearity during unloading by LPSO phase in as-cast Mg–Zn–Y alloys and slip-dominated non-linear unloading mechanism // Materials Science and Engineering: A. 2020. Vol. 790. Article number 139679. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139679](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139679).
4. Hama T., Matsudai R., Kuchinomachi Y., Fujimoto H., Takuda H. Non-linear Deformation behavior during unloading in various metal sheets // ISIJ International. 2015. Vol. 55. № 5. P. 1067–1075. DOI: [10.2355/isijinternational.55.1067](https://doi.org/10.2355/isijinternational.55.1067).

5. Wang Lifei, Huang Guangsheng, Quan Quan, Bassani P., Mostaed E., Vadani M., Pan Fusheng. The effect of twinning and detwinning on the mechanical property of AZ31 extruded magnesium alloy during strain-path changes // *Material & Design*. 2014. Vol. 63. P. 177–184. DOI: [10.1016/j.matdes.2014.05.056](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.056).
6. Frydrych K., Libura T., Kowalewski Z., Maj M., Kowalczyk-Gajewska K. On the role of slip, twinning and detwinning in magnesium alloy AZ31B sheet // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 813. Article number 141152. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141152](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141152).
7. Tang Weigin, Lee Jeong Yeon, Wang Huamiao, Steglich D., Li Dayong, Peng Yinghong, Wu Peidong. Unloading behaviors of the rare-earth magnesium alloy ZE10 sheet // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2021. Vol. 9. № 3. P. 927–936. DOI: [10.1016/j.jma.2020.02.023](https://doi.org/10.1016/j.jma.2020.02.023).
8. Shi Baodong, Yang Chong, Peng Yan, Zhang Fucheng, Pan Fusheng. Anisotropy of wrought magnesium alloys: A focused overview // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2022. Vol. 10. № 6. P. 1476–1510. DOI: [10.1016/j.jma.2022.03.006](https://doi.org/10.1016/j.jma.2022.03.006).
9. Chen Hongbing, Liu Tianmo, Zhang Yin, Song Bo, Hou Dewen, Pan Fusheng. The yield asymmetry and precipitation behavior of pre-twinned ZK60 alloy // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. Vol. 652. P. 167–174. DOI: [10.1016/j.msea.2015.11.092](https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.092).
10. Zhao Lingyu, Chen Wenhao, Zhou Beian, He Cong, Yan Changjian, Jin Zhaoyang, Yu Huihui, Xin Yunchang. Quantative study on the tension-compression yield asymmetry of a Mg–3Al–1Zn alloy with bimodal texture components // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2022. Vol. 10. № 6. P. 1680–1693. DOI: [10.1016/j.jma.2022.03.002](https://doi.org/10.1016/j.jma.2022.03.002).
11. Vinogradov A., Vasilev E., Linderov M., Merson D. Evolution of Mechanical Twinning during Cyclic Deformation of Mg–Zn–Ca Alloys // *Metals*. 2016. Vol. 6. № 12. Article number 304. DOI: [10.3390/met6120304](https://doi.org/10.3390/met6120304).
12. Wang Yang-Yang, Jia Chen, Tayebi M., Hamawandi B. Microstructural Evolution during Accelerated Tensile Creep Test of ZK60/SiCp Composite after KoBo Extrusion // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 18. Article number 6428. DOI: [10.3390/ma15186428](https://doi.org/10.3390/ma15186428).
13. Trojanova Z., Drozd Z., Lukac P., Dzugan J. Stress Relaxation Tests: Modeling Issues and Applications in Magnesium Alloys and Composites // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2023. Vol. 32. P. 2766–2783. DOI: [10.1007/s11665-022-06951-w](https://doi.org/10.1007/s11665-022-06951-w).
14. Vinogradov A., Orlov D., Danyuk A., Estrin Y. Effect of grain size on the mechanisms of plastic deformation in wrought Mg–Zn–Zr alloy revealed by acoustic emission measurements // *Acta Materialia*. 2013. Vol. 61. № 6. P. 2044–2056. DOI: [10.1016/j.actamat.2012.12.024](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.12.024).
15. Capek J., Knapek M., Minarik P., Dittrich J., Mathis K. Characterization of Deformation Mechanisms in Mg Alloys by Advanced Acoustic Emission Methods // *Metals*. 2018. Vol. 8. № 8. Article number 644. DOI: [10.3390/met8080644](https://doi.org/10.3390/met8080644).
16. Vinogradov A., Orlov D., Danyuk A., Estrin Y. Deformation mechanisms underlying tension–compression asymmetry in magnesium alloy ZK60 revealed by acoustic emission monitoring // *Materials Science and Engineering: A*. 2015. Vol. 621. P. 243–251. DOI: [10.1016/j.msea.2014.10.081](https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.081).
17. Vinogradov A., Nadtochiy M., Hashimoto S., Miura S. Acoustic Emission Spectrum and Its Orientation Dependence in Copper Single Crystals // *Materials Transactions, JIM*. 1995. Vol. 36. № 4. P. 496–503. DOI: [10.2320/matertrans1989.36.496](https://doi.org/10.2320/matertrans1989.36.496).
18. Tromans D. Elastic anisotropy of HCP metal crystals and polycrystals // *IJRAS*. 2011. Vol. 6. № 4. P. 462–483.
19. Pahlevanpour A.H., Karparvarfard S.M.H., Shaha S.K., Behraves S.B., Adibnazari S., Jahed H. Anisotropy in the Quasi-static and Cyclic Behavior of ZK60 Extrusion: Characterization and Fatigue Modeling // *Material & Design*. 2018. Vol. 160. P. 936–948. DOI: [10.1016/j.matdes.2018.10.026](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.10.026).
20. Russell W.D., Bratton N.R., Paudel Y. et al. In Situ Characterization of the Effect of Twin-Microstructure Interactions on {1 0 1 2} Tension and {1 0 1 1} Contraction Twin Nucleation, Growth and Damage in Magnesium // *Metals*. 2020. Vol. 10. № 11. Article number 1403. DOI: [10.3390/met10111403](https://doi.org/10.3390/met10111403).
21. Agnew S.R. Deformation mechanisms of magnesium alloys. *Advances in Wrought Magnesium Alloys // Advances in Wrought Magnesium Alloys. Fundamentals of Processing, Properties and Applications*. 2012. P. 63–104. DOI: [10.1533/9780857093844.1.63](https://doi.org/10.1533/9780857093844.1.63).
22. Wang Jingya, Chen Yiwen, Chen Zhe, Llorca J., Zeng Xiaogin. Deformation mechanisms of Mg–Ca–Zn alloys studied by means of micropillar compression tests // *Acta Materialia*. 2021. Vol. 217. Article number 117151. DOI: [10.1016/j.actamat.2021.117151](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117151).
23. Li Lichao, Kim Chunjoong, Kim Young-Min. Identification of Active Slip Mode and Calculation of Schmid Factors in Magnesium Alloy // *Metals*. 2022. Vol. 12. № 10. Article number 1604. DOI: [10.3390/met12101604](https://doi.org/10.3390/met12101604).
24. Косевич А.М., Бойко В.С. Дислокационная теория упругого двойникования кристаллов // *Успехи физических наук*. 1971. Т. 104. № 2. С. 201–254. DOI: [10.3367/UFNr.0104.197106b.0201](https://doi.org/10.3367/UFNr.0104.197106b.0201).
25. Yu Qin, Wang Jian, Jiang Yanyao, McCabe R.J., Li Nan, Tomé C.N. Twin–twin interactions in magnesium // *Acta Materialia*. 2014. Vol. 77. P. 28–42. DOI: [10.1016/j.actamat.2014.05.030](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.05.030).

## REFERENCES

1. Yu Hai Yan, Wu Hangyu, Wang Lin. Inelastic strain recovery of magnesium alloys and a new elastic modulus model. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2020, vol. 967, article number 012046. DOI: [10.1088/1757-899X/967/1/012046](https://doi.org/10.1088/1757-899X/967/1/012046).
2. Xiong Ying, Yu Qin, Jiang Yanyao. Deformation of extruded ZK60 magnesium alloy under uniaxial loading in different material orientations. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 710, pp. 206–213. DOI: [10.1016/j.msea.2017.10.059](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.10.059).
3. Shiraiishi K., Mayama T., Yamasaki M., Kawamura Y. Enhanced non-linearity during unloading by LPSO phase in as-cast Mg–Zn–Y alloys and slip-dominated non-linear unloading mechanism. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 790, article number 139679. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139679](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139679).

4. Hama T., Matsudai R., Kuchinomachi Y., Fujimoto H., Takuda H. Non-linear Deformation behavior during unloading in various metal sheets. *ISIJ International*, 2015, vol. 55, no. 5, pp. 1067–1075. DOI: [10.2355/isijinternational.55.1067](https://doi.org/10.2355/isijinternational.55.1067).
5. Wang Lifei, Huang Guangsheng, Quan Quan, Bassani P., Mostaed E., Vadani M., Pan Fusheng. The effect of twinning and detwinning on the mechanical property of AZ31 extruded magnesium alloy during strain-path changes. *Material & Design*, 2014, vol. 63, pp. 177–184. DOI: [10.1016/j.matdes.2014.05.056](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.056).
6. Frydrych K., Libura T., Kowalewski Z., Maj M., Kowalczyk-Gajewska K. On the role of slip, twinning and detwinning in magnesium alloy AZ31B sheet. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 813, article number 141152. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141152](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141152).
7. Tang Weigin, Lee Jeong Yeon, Wang Huamiao, Steglich D., Li Dayong, Peng Yinghong, Wu Peidong. Unloading behaviors of the rare-earth magnesium alloy ZE10 sheet. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2021, vol. 9, no. 3, pp. 927–936. DOI: [10.1016/j.jma.2020.02.023](https://doi.org/10.1016/j.jma.2020.02.023).
8. Shi Baodong, Yang Chong, Peng Yan, Zhang Fucheng, Pan Fusheng. Anisotropy of wrought magnesium alloys: A focused overview. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2022, vol. 10, no. 6, pp. 1476–1510. DOI: [10.1016/j.jma.2022.03.006](https://doi.org/10.1016/j.jma.2022.03.006).
9. Chen Hongbing, Liu Tianmo, Zhang Yin, Song Bo, Hou Dewen, Pan Fusheng. The yield asymmetry and precipitation behavior of pre-twinned ZK60 alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 652, pp. 167–174. DOI: [10.1016/j.msea.2015.11.092](https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.092).
10. Zhao Lingyu, Chen Wenhao, Zhou Beian, He Cong, Yan Changjian, Jin Zhaoyang, Yu Huihui, Xin Yunchang. Quantitative study on the tension-compression yield asymmetry of a Mg–3Al–1Zn alloy with bimodal texture components. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2022, vol. 10, no. 6, pp. 1680–1693. DOI: [10.1016/j.jma.2022.03.002](https://doi.org/10.1016/j.jma.2022.03.002).
11. Vinogradov A., Vasilev E., Linderov M., Merson D. Evolution of Mechanical Twinning during Cyclic Deformation of Mg–Zn–Ca Alloys. *Metals*, 2016, vol. 6, no. 12, article number 304. DOI: [10.3390/met6120304](https://doi.org/10.3390/met6120304).
12. Wang Yang-Yang, Jia Chen, Tayebi M., Hamawandi B. Microstructural Evolution during Accelerated Tensile Creep Test of ZK60/SiCp Composite after KoBo Extrusion. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 18, article number 6428. DOI: [10.3390/ma15186428](https://doi.org/10.3390/ma15186428).
13. Trojanova Z., Drozd Z., Lukac P., Dzugan J. Stress Relaxation Tests: Modeling Issues and Applications in Magnesium Alloys and Composites. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2023, vol. 32, pp. 2766–2783. DOI: [10.1007/s11665-022-06951-w](https://doi.org/10.1007/s11665-022-06951-w).
14. Vinogradov A., Orlov D., Danyuk A., Estrin Y. Effect of grain size on the mechanisms of plastic deformation in wrought Mg–Zn–Zr alloy revealed by acoustic emission measurements. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, no. 6, pp. 2044–2056. DOI: [10.1016/j.actamat.2012.12.024](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.12.024).
15. Capek J., Knappek M., Minarik P., Dittrich J., Mathis K. Characterization of Deformation Mechanisms in Mg Alloys by Advanced Acoustic Emission Methods. *Metals*, 2018, vol. 8, no. 8, article number 644. DOI: [10.3390/met8080644](https://doi.org/10.3390/met8080644).
16. Vinogradov A., Orlov D., Danyuk A., Estrin Y. Deformation mechanisms underlying tension–compression asymmetry in magnesium alloy ZK60 revealed by acoustic emission monitoring. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, vol. 621, pp. 243–251. DOI: [10.1016/j.msea.2014.10.081](https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.081).
17. Vinogradov A., Nadtochiy M., Hashimoto S., Miura S. Acoustic Emission Spectrum and Its Orientation Dependence in Copper Single Crystals. *Materials Transactions, JIM*, 1995, vol. 36, no. 4, pp. 496–503. DOI: [10.2320/matertrans1989.36.496](https://doi.org/10.2320/matertrans1989.36.496).
18. Tromans D. Elastic anisotropy of HCP metal crystals and polycrystals. *IJRAS*, 2011, vol. 6, no. 4, pp. 462–483.
19. Pahlevanpour A.H., Karparvarfard S.M.H., Shaha S.K., Behraves S.B., Adibnazari S., Jahed H. Anisotropy in the Quasi-static and Cyclic Behavior of ZK60 Extrusion: Characterization and Fatigue Modeling. *Material & Design*, 2018, vol. 160, pp. 936–948. DOI: [10.1016/j.matdes.2018.10.026](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.10.026).
20. Russell W.D., Bratton N.R., Paudel Y. et al. In Situ Characterization of the Effect of Twin-Microstructure Interactions on {1 0 1 2} Tension and {1 0 1 1} Contraction Twin Nucleation, Growth and Damage in Magnesium. *Metals*, 2020, vol. 10, no. 11, article number 1403. DOI: [10.3390/met10111403](https://doi.org/10.3390/met10111403).
21. Agnew S.R. Deformation mechanisms of magnesium alloys. *Advances in Wrought Magnesium Alloys. Fundamentals of Processing, Properties and Applications*, 2012, pp. 63–104. DOI: [10.1533/9780857093844.1.63](https://doi.org/10.1533/9780857093844.1.63).
22. Wang Jingya, Chen Yiwen, Chen Zhe, Llorca J., Zeng Xiaogin. Deformation mechanisms of Mg–Ca–Zn alloys studied by means of micropillar compression tests. *Acta Materialia*, 2021, vol. 217, article number 117151. DOI: [10.1016/j.actamat.2021.117151](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117151).
23. Li Lichao, Kim Chunjoong, Kim Young-Min. Identification of Active Slip Mode and Calculation of Schmid Factors in Magnesium Alloy. *Metals*, 2022, vol. 12, no. 10, article number 1604. DOI: [10.3390/met12101604](https://doi.org/10.3390/met12101604).
24. Kosevich A.M., Boyko V.S. Dislocation theory of the elastic twinning of crystals. *Uspekhi fizicheskikh nauk*, 1971, vol. 104, no. 2, pp. 201–254. DOI: [10.3367/UFNr.0104.197106b.0201](https://doi.org/10.3367/UFNr.0104.197106b.0201).
25. Yu Qin, Wang Jian, Jiang Yanyao, McCabe R.J., Li Nan, Tomé C.N. Twin–twin interactions in magnesium. *Acta Materialia*, 2014, vol. 77, pp. 28–42. DOI: [10.1016/j.actamat.2014.05.030](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.05.030).

## Determination of the stress threshold and microstructural factors forming the nonlinear unloading effect of the ZK60 (MA14) magnesium alloy

© 2023

*Aleksey V. Danyuk*\*<sup>1</sup>, PhD (Physics and Mathematics),  
senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies  
*Dmitry L. Merson*<sup>2</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,  
Director of the Research Institute of Advanced Technologies  
*Aleksandr I. Brilevskiy*<sup>3</sup>, junior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies  
*Maksim A. Afanasyev*, researcher of the Research Institute of Advanced Technologies  
Togliatti State University, Togliatti (Russia)

\*E-mail: A.Danyuk@tltsu.ru,  
Alexey.Danyuk@gmail.com

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7352-9947>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5780-6094>

Received 14.12.2022

Accepted 01.09.2023

**Abstract:** Magnesium alloys are an ideal material for creating lightweight and durable modern transport systems, but their widespread use is limited due to some physical and chemical properties. This paper considers the effect of nonlinear elastic unloading of the MA14 (ZK60, Mg–5.4Zn–0.5Zr) magnesium alloy in a coarse-grained state after recrystallisation annealing. The study found that the nonlinearity of the unloading characteristic, is formed when reaching a certain threshold stress level. It is expected that the effect under the study is associated with the deformation behavior of the alloy, during which the twin structure formation according to the tensile twinning mechanism is observed. The sample material microstructure was determined, by scanning electron microscopy using electron backscattered diffraction analysis. Determination of the threshold stress, for the formation of unloading nonlinearity was carried out by two methods: 1) by the value of the loop area formed by the nonlinearity of the unloading mechanical characteristics and the repeated loading (mechanical hysteresis) characteristics, and 2) by analysing the acoustic emission recorded during failure strain. A comparison of the results obtained, allows suggesting that the unloading nonlinearity is caused by twinning in grains, in which an unfavorable configuration (low Schmidt factor), for dislocation slip is observed. Rotating the twinned crystal at an angle close to 90° does not contribute to an increase in the Schmidt factor and activation of dislocation slip systems to secure the deformed structure through the dislocation strengthening mechanism. With a subsequent decrease in the external stress, detwinning and partial restoration of the crystal lattice configuration occur.

**Keywords:** magnesium; magnesium alloy; ZK60 (Mg–5.4Zn–0.5Zr); nonlinear unloading; stress threshold; elasticity; twinning; detwinning; deformation behavior.

**Acknowledgements:** The research was financially supported by the Russian Science Foundation within the scientific project No. 22-23-01169.

**For citation:** Danyuk A.V., Merson D.L., Brilevskiy A.I., Afanasyev M.A. Determination of the stress threshold and microstructural factors forming the nonlinear unloading effect of the ZK60 (MA14) magnesium alloy. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 4, pp. 31–39. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-4-66-3.