

УДК: 539.424, 669.1

DOI 10.17223/19988621/67/10

**А.Б. Ворожцов, В.В. Платов, А.А. Козулин, А.П. Хрусталеv,
И.П. Мишин, И.А. Жуков**

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЧАСТИЦ TiB_2 НА СТРУКТУРУ, ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ И СВОЙСТВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 1550¹

В работе исследовано влияние частиц TiB_2 на структуру и механические свойства алюминиевого сплава 1550 до и после деформационной обработки. Методом СВС синтезированы лигатуры, содержащие частицы TiB_2 . Для введения лигатур в расплав и улучшения распределения частиц проводилась ультразвуковая обработка расплава. Установлено влияние частиц TiB_2 на измельчение зерна сплава 1550 и изменение твёрдости и механических свойств при растяжении. Установлено, что введение частиц TiB_2 в сплав 1550 способствует увеличению показателей прочности и пластичности как литых, так и прокатанных сплавов по сравнению с исходным сплавом.

Ключевые слова: *легкие сплавы, наноразмерные частицы, диборид титана, упрочнение, структура, твёрдость, прочность, предел текучести.*

1. Введение

В настоящее время сплавы системы Al-Mg широко используются в авиационной технике, морском транспорте, изготовлении трубопроводов за счёт высокой коррозионной стойкости и хорошей свариваемости традиционными методами [1, 2]. Отечественный деформируемый сплав марки 1550 относится к сплавам системы Al-Mg и используется в виде листового проката. Наибольшие показатели свойств этого сплава достигаются за счёт дисперсионного твердения при введении таких элементов, как цирконий или скандий [3–5]. Основным недостатком данного метода упрочнения является высокая стоимость, которая приводит к значительному удорожанию изделий. Дополнительная деформационная обработка при производстве проката влияет на формирование особой внутренней структуры сплава, напрямую воздействуя на изменение механических свойств. Также для увеличения физико-механических свойств алюминиевых сплавов, кроме дисперсионного твердения и деформационной обработки, известны такие методы, как модифицирование структуры путем измельчения зерна при кристаллизации расплава и упрочнение металлической матрицы введением неметаллических частиц, волокон [6–9].

Часто при модифицировании структуры в алюминиевый сплав вводится химический иннокулятор. За счёт близких параметров кристаллического строения, иннокуляторы способны выступать в качестве центров переохлаждения в расплаве при его кристаллизации [10]. Наиболее широко используемым модификатором для сплавов алюминия является диборид титана (TiB_2). Модификатор TiB_2 вводится «ex-situ» при помощи лигатуры Al-5Ti-1B [10–12] (содержит частицы Al_3Ti и TiB_2 в алюминиевой матрице), либо синтезируется «in-situ» при помощи солей

¹ Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-38-90020.

K_2TiF_6 и KBF_4 [13]. Как показали последние исследования, частицы TiB_2 титана не являются достаточно активными центрами кристаллизации для измельчения зерна, но их активность зародышеобразования значительно повышается при синтезе на поверхности TiB_2 двумерного соединения Al_3Ti [10]. В работе [13] показано, что оптимальный размер частиц для их использования в качестве иннокуляторов в алюминиевых сплавах составляет от 1 до 5 мкм. Дополнительным механизмом выступает дисперсное упрочнение [14], для которого необходимо использование частиц размером до 500 нм [15–17]. При этом неметаллические наночастицы должны быть равномерно распределены в объёме алюминиевой матрицы и иметь с ней хорошую связь, которая сохранится во время движения дислокаций. Эффективным препятствием для движения дислокаций в алюминии может выступать TiB_2 благодаря его высокой твёрдости [18]. Перспективным является одновременное использование частиц TiB_2 как для модифицирования, так и для дисперсного упрочнения структуры алюминиевых сплавов. Для этого должны быть использованы лигатуры заданного состава, содержащие частицы TiB_2 в достаточном количестве нано- и микроразмерного диапазона. Так, например, в работе [19] было показано, что отдельное введение смеси модифицирующих микрочастиц TiB_2 и наночастиц оксида алюминия позволяет модифицировать структуру и упрочнять алюминиевую матрицу, увеличивая прочность и электропроводность.

Основными целями данной работы стало изготовление лигатур, пригодных для введения в расплав алюминиевого сплава 1550 при одновременном воздействии ультразвука с последующей кристаллизацией в кокиле с проведением деформационной обработки полученных сплавов до состояния листового проката в цилиндрических валках при повышенных температурах.

2. Материалы и методика

На первом этапе были синтезированы лигатуры $Al-TiB_2$ из смеси на основе алюминиевого порошка субмикронных размеров и порошка TiB_2 с бимодальным распределением размеров частиц. При изготовлении лигатур необходимым условием выступало использование порошка с бимодальными структурами. Для получения бимодального распределения частиц TiB_2 в лигатуре использован метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [20]. Управляя основными факторами синтеза, такими, как скорость и температура исходной порошковой системы $Al-Ti-B$, можно регулировать размер частиц TiB_2 , формирующихся в процессе горения, и фазовый состав получаемых лигатур. Использование экзотермической реакции стехиометрического соотношения титана и бора при изготовлении лигатур делает указанный метод энергоэффективным, так как не требует подвода дополнительной энергии для инициирования и поддержания процесса горения. Морфология, дисперсность, химический состав порошковых материалов, оборудование для получения, методика проведения СВС-эксперимента подробно описана в [19, 21].

В работе после проведения трех экспериментов по синтезу были получены три смеси с бимодальным распределением частиц по размерам: смесь 1 – 0.1 мкм – 1.9 об. %, 0.9 мкм – 7.5 %; смесь 2 – 0.1 мкм – 1.1 об. %, 2 мкм – 7 %; смесь 3 – 0.1 мкм – 1.9 об. %, 1 мкм – 8.2 %.

Полученные лигатуры вводили в расплав алюминиевого сплава с одновременным ультразвуковым (УЗ) воздействием. В качестве исходного сплава использован алюминиевый сплав марки 1550 (91.9–94.68 % Al, 4.8–5.8 % Mg, 0.6 % Mn). УЗ-обработка необходима для дегазации расплава [22] и улучшения смачиваемо-

сти поверхности частиц TiB_2 [23]. 1 кг сплава 1550 помещали в графитовый тигель, расплавляли в муфельной печи (780°C) и выдерживали в течение двух часов. В расплав помещался ультразвуковой волновод и осуществлялось введение лигатуры с одновременной УЗ-обработкой при температуре расплава 730°C . УЗ-обработка осуществлялась с использованием магнитострикционного водоохлаждаемого преобразователя (мощность 4.1 кВ и частота 17.6 кГц). После полного растворения лигатуры УЗ-обработка осуществлялась в течение 2 минут. Полученный расплав выдерживали в печи в течение 30 минут. Литье расплава в стальной кокиль осуществлялось при температуре 720°C . Исходный сплав 1550 был получен с аналогичными параметрами литья без введения лигатуры. Данные о полученных сплавах приведены в табл. 1.

Таблица 1

Данные о полученных сплавах

Номер группы	Основа, сплав	Средний размер, мкм/содержание, об. % частиц TiB_2	Количество частиц TiB_2 в лигатуре, %	Количество частиц TiB_2 в 1 кг сплава, шт.
1	1550	0.1/17, 0.9/83	30	$4 \cdot 10^{20} \pm 6 \cdot 10^{10}$
2	1550	0.1/14, 2/86	30	$4 \cdot 10^{20} \pm 6 \cdot 10^{10}$
3	1550	0.1/18, 1/82	43	$4.5 \cdot 10^{20} \pm 7.3 \cdot 10^{10}$
4	1550	-	-	-

Из полученных отливок сплавов групп 1, 2, 3, 4 (табл. 1) вырезали призматические заготовки – слэбы, размерами $11 \times 17 \times 40$ мм. Для проведения прокатки использовался лабораторный двухвалковый прокатный стан с диаметром валков 80 мм и скоростью вращения 24 об/мин. Прокатка исследуемых алюминиевых сплавов проводилась в состоянии предварительного нагрева заготовок, которые помещались в муфельную печь, разогретую до 300°C , на 30 мин. Обработку прокаткой проводили до толщины слэбов с 11 до 2 мм за несколько циклов с промежуточным прогревом в течение 15 мин при температуре 300°C . Суммарная деформация слэба составляла 80 %. Каждый цикл разбивался на 7 реверсивных проходов. За один проход прокатки реализовывалось обжатие до 4 %. Количество проходов за цикл выбиралось экспериментальным путем исходя из значений температуры слэбов при остывании. Прокатка при низких температурах ведет к появлению дефектов в объеме слэба и росту магистральной трещины при последующих циклах обработки независимо от температурных и деформационных режимов.

Металлографический анализ литых сплавов проводили с помощью оптического микроскопа Olympus GX71. Структуру литых материалов изучали после механической шлифовки, полировки и травления образцов раствором Келлера ($0.5 \text{ HF} - 1.8 \text{ HCl}_2 - 2.7 \text{ HNO}_3 - 95 \text{ H}_2\text{O}$). Средний размер зерен определяли методом сечущих по стандарту ASTM 112-13 по результатам не менее 300 измерений для каждого состояния и выделение границ на оптических изображениях проводили с использованием программного обеспечения Olympus Stream. Дополнительные исследования микроструктуры и текстуры прокатанных сплавов проводили методами дифракции обратного рассеяния электронов (EBSD) на электронном микроскопе Tescan Vega II LMU, снабженном дополнительным устройством дифракции обратного рассеяния электронов. Поверхность исследуемых образцов была подготовлена методом предварительной механической полировки с последующим ионным травлением на аппарате SEMPRep2. Полученные данные анализировались с

использованием лицензионного программного обеспечения HKL-Channel 5. Фактографические исследования изломов после испытаний на одноосное растяжение образцов сплавов в состояниях после отливки и после прокатки проводили на растровом электронном микроскопе Philips SEM 500 при одинаковых увеличениях.

Измерения твердости по Бринеллю (HB) проведены в соответствии со стандартом ASTM E103 [24] в разных частях широкой стороны призматической отливки. Для эксперимента использовался автоматический твердомер Duramin 500. Внедрение сферического индентора радиусом 5 мм проводили с усилием 250 кг и выдержкой 30 с. В экспериментах по одноосному растяжению использовался универсальный электромеханический испытательный стенд Instron 3369 со скоростью нагружения 0.2 мм/мин. Образцы вырезались из отливок и прокатанных пластин при помощи электроэрозионной резки и представляли собой плоские лопатки, длиной и шириной рабочей части 25 и 6 мм, толщиной 2 мм, радиусом скругления 14 мм. Испытания проводились согласно стандарту ASTM E8M:2008 [25].

3. Результаты исследования микроструктуры сплавов

Эффект измельчения зерна сплавов 1550 с добавленными бимодальными субмикронными и микронными частицами TiB_2 отражен на поляризованных оптических микрофотографиях на рис. 1, *a–d*.

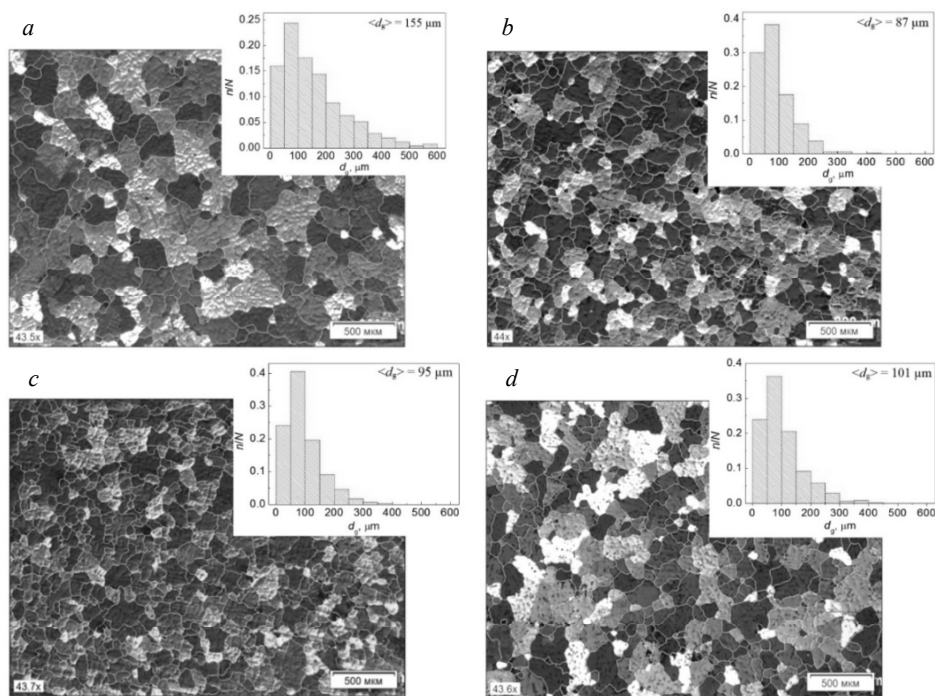


Рис. 1. Поляризованные оптические фотографии исследуемых сплавов: *a* – группа 4 (исходный сплав), *b* – группа 1 (УЗ+смесь 1), *c* – группа 2 (УЗ+смесь 2), *d* – группа 3 (УЗ+смесь 3)

Fig. 1. Polarized optical micrographs of the studied alloys: (*a*) group 4 (initial alloy), (*b*) group 1 (US+mixture 1), (*c*) group 2 (US+mixture 2), and (*d*) group 3 (US+mixture 3)

На рис. 2 представлены гистограммы распределения зерен по размерам в исследуемых сплавах, полученные при статистической обработке измерений структурных составляющих сплавов. На гистограммах d_g – размер зерна, n и N – количество зерен определенного размера и общее количество измерений. Очевидно, что исходный сплав без частиц (рис. 1, *a*) имел грубую и неравномерную дендритную структуру со средним размером зерна около 155 мкм. В сплаве преобладали крупные первичные дендриты со сложной формой. На следующих изображениях видно, что добавление частиц в сплав привело к более равномерному измельчению первичных дендритов и появлению мелких равноосных дендритов в равной степени в зависимости от состава лигатур. Полученные данные свидетельствуют о том, что микрочастицы TiB_2 различной дисперсности, содержащиеся в лигатурах, позволили измельчить структуру алюминиевого сплава 1550. Это может свидетельствовать о том, что синтезированные СВС-методом частицы TiB_2 выступают в качестве новых центров кристаллизации при охлаждении расплава [10]. В общем случае, введение лигатур с частицами TiB_2 позволило снизить средний размер зерна до 87, 95 и 101 мкм, соответственно после введения смесей 1, 2, 3.

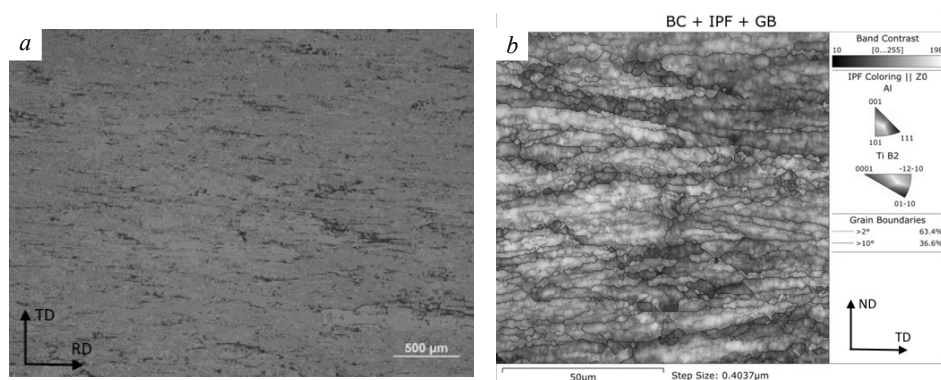


Рис. 2. Оптическое изображение микроструктуры поверхности прокатанного сплава и результаты EBSD-анализа поперечного сечения образца: *a* – прокатанная поверхность, *b* – сечения поперек прокатки

Fig. 2. Optical micrograph of the microstructure of a rolled alloy surface and the results of the EBSD analysis of the sample cross section: (*a*) rolled surface and (*b*) a cross-section in the rolling

Пример микроструктуры прокатанных сплавов можно увидеть на рис. 2, где представлено оптическое изображение поверхности рис. 2, *a* и электронное изображение поперечного сечения, полученное с использованием EBSD-анализа (рис. 2, *b*) сплава 1550. Прокатка при 300 °C с суммарной степенью пластической деформации ~ 80 % привела к формированию новой зеренной структуры – отличной от исходной, со значительной вытяжкой зерен вдоль направления прокатки *RD* (рис. 2, *a*). По результатам оптической микроскопии средний размер зерен в продольном и поперечном направлениях составляет 150 и 25 мкм соответственно. На оптических изображениях полированных поверхностей всех прокатанных пластин в межзеренном пространстве отмечены темные выделяющиеся области, отличные от матрицы фазы. Предположительно это могли быть фазы выделенных из матрицы элементов и их интерметаллических соединений в сочетании температурного и деформационного воздействий. Вычисление среднего размера зерен по результатам оптической микроскопии из-за преобладания полосчатых структур

и наличия мелких разносных зерен между ними является затруднительным. Приблизительные размеры в продольном и поперечном направлениях составляют 150 и 25 мкм соответственно и мелких зерен около 5 мкм.

Результаты EBSD-анализа сечения прокатанного образца сплава 1550, проходящего поперек направления проката, с использованием электронного микроскопа, представлены на рис. 2, *b*. Структура в сечении выражена бимодальным распределением зерен, среди которых большую площадь занимают плоские неравноосные зерна, вытянутые параллельно плоскости проката с максимальными размерами 42 мкм. Большие зерна характеризуются развитой субзеренной структурой с преобладанием малоугловых ($2-10^\circ$) границ, что говорит о значительной дефектности структуры, подверженной большим пластическим деформациям. Кроме этого видно, что вытянутые зёрна отклоняются относительно направления проката, что связано со смещением границ зёрен из-за взаимодействия с пересекающимися субграницами и может наблюдаться в алюминиевых сплавах, содержащих 5 мас.% магния [28]. Между большими зернами располагаются мелкие равноосные рекристаллизованные зерна со средними размерами 5.9 мкм.

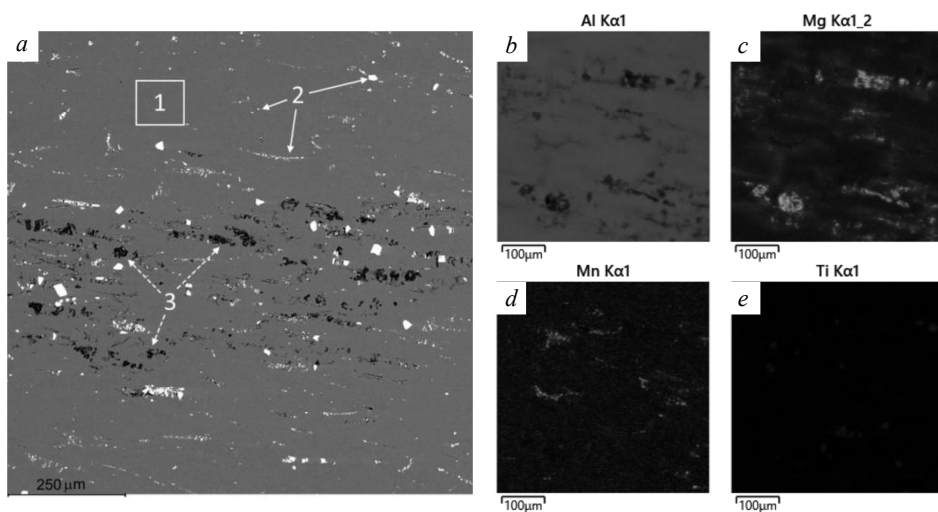


Рис. 3. Результаты ЭДС-анализа и поэлементное картирование участка поверхности прокатанного сплава с частицами TiB_2 , где *a* – общий вид, *b* – Al, *c* – Mg, *d* – Mn и *e* – Ti

Fig. 3. Results of the EDS analysis and the element-by-element mapping of the rolled alloy surface area with TiB_2 particles: (*a*) general view, (*b*) Al, (*c*) Mg, (*d*) Mn, and (*e*) Ti

На рис. 3, *a* представлено BSE-изображение фрагмента структуры поверхности прокатанного образца сплава 1550 с введенными частицами TiB_2 после ЭДС-анализа, показанное на рис. 4, *a*, и характерные для выделенной поверхности фазы. Из рисунка видно, что сплав представлен тремя характерными фазами, из которых основными фазами являются: «1» (выделенная квадратом) – характеризует матричный материал (химический состав $Al - 4Mg - 0.6Mn$ мас.%); «2» (выделенная белыми стрелками) – светлые включения (химический состав $Al - 3Mg - 15Ti - 4$ мас.%); «3» (выделенная пунктирными стрелками) – темные включения (химический состав $Al - 56Mg - 5Si - 0.5Fe$), по-видимому, входящие в состав ин-

терметаллических фаз соединений, в том числе (Fe, Mn)Al₆ [28], выделенных из твердого раствора матрицы.

Очаги присутствия титана в больших количествах, кратно превышающих имеющийся в составе сплава, которыми являются светлые включения 2 на рис. 5, являются частицами введенного порошка TiB₂, который агломерирован в крупные частицы размерами до 28 мкм, что можно наблюдать в виде крупных включений по всей поверхности образца. Однако, в то же время в сплаве фиксируются микроскопические и субмикронные частицы, одиночные распределенные по всему объему сплава и сгруппированные в тонких продольных полосках, очевидно на границах, вытянутых вдоль направления прокатки, зерен.

Распределение введенных частиц по всему объему сплава свидетельствует об эффективном использовании режимов УЗ-обработки расплава перед его кристаллизацией. Фаза 3 на рис. 3, а характерна для всех исследуемых материалов, как для исходного прокатанного сплава, так и для прокатанных сплавов с частицами.

4. Результаты исследования механических свойств

Исследования твердости полученных сплавов показали, что введение частиц TiB₂ незначительно влияет на твердость сплава 1550. Твердость исходного сплава 1550 составила 58±3 НВ, а введение частиц TiB₂ групп 1 и 2 привело к увеличению до 65±3 и 64±1 НВ соответственно. Введение частиц в сплав группы 3 не привело к изменению твердости, которая составила 60±1 НВ. Это может быть связано с наибольшим содержанием субмикронных частиц (18 об. %) в сплаве группы 3, по сравнению с группами 1 (17 об. %) и 2 (14 об. %). Возможно, более равномерное распределение субмикронных частиц TiB₂ не привело к существенному изменению твердости.

В табл. 2. представлены результаты обработки экспериментальных данных по одноосному растяжению исследуемых литых сплавов. Из таблицы видно, что значения условного предела текучести ($\sigma_{0.2}$), предела прочности при растяжении (σ_B) и относительного удлинения до разрушения (ϵ_f) инокулированных сплавов увеличивались одновременно по сравнению с показателями основного сплава.

Деформационная обработка прокаткой заготовок, полученных из отливок сплава 1550, позволяет повысить предел текучести исходного сплава до 332 МПа, а сплавов с введенными частицами до 328, 334, 337 МПа для лигатур со смесью 1, 2 и 3, соответственно (табл. 3), разница между этими показателями незначительна. Предел прочности у прокатанных сплавов с частицами составляет 365, 369, 367 МПа смесей 1, 2, 3, соответственно и выше, чем у исходного прокатанного 363 МПа (табл. 3). Значения относительного удлинения сплавов с частицами превосходят значения для прокатанного сплава без частиц.

Таблица 2

Механические свойства
полученных литьем сплавов

Группа (см. табл.1)	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	ϵ_f , %
4	53	153	11.5
1	74	189	14.6
2	66	187	15.2
3	78	191	17.1

Таблица 3

Механические свойства деформированных
прокаткой сплавов на основе 1550

Группа (см. табл.1)	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	ϵ_f , %
4	332±11	363±16	4±0.3
1 (УЗ+смесь 1)	328±13	365±17	7±0.4
2 (УЗ+смесь 2)	334±16	369±19	5.5±0.2
3 (УЗ+смесь 3)	337±12	367±17	5±0.3

Особенностью поведения исследуемых материалов при комнатной температуре является нестабильность пластического течения, наблюдаемая в каждом из исследуемых сплавов. Возникновение подобных осцилляций на кривых деформации алюминий-магниевого сплава обычно ассоциируется с эффектом Портевена – Ле Шателье (ПЛШ) и связано с динамическим деформационным старением [26].

5. Фрактография литых и прокатанных сплавов

Микрофотографии типичных поверхностей разрушения литых сплавов после испытаний на растяжение, полученные в ходе фрактографического анализа изломов, представлены на рис. 4. При комнатной температуре разрушение литых сплавов (рис. 4, 5) без деформационной обработки при скорости деформации 0.001 с^{-1} происходит в основном по вязкому механизму. Контуры поверхностей разрушения рваные в виде нечетких границ из-за рыхлой структуры изломов. Основную площадь поверхности разрушения занимает волокнистая зона, сформированная ямками разрушения.

На изломе образцов литых сплавов (рис. 4, *a–c*) без добавления частиц обнаружены зоны со сферическими свободными поверхностями зерен (рис. 4, *c*), соизмеренные с размерами структурных составляющих, определенными при микроструктурном анализе. На рис. 4, *b* недеформированные зерна показаны штрихованными белыми стрелками, а поры – сплошными белыми стрелками. По виду это разрушение можно интерпретировать как квазимежкристаллитное, так как на поверхностях других зерен еще видны следы вязкого разрушения.

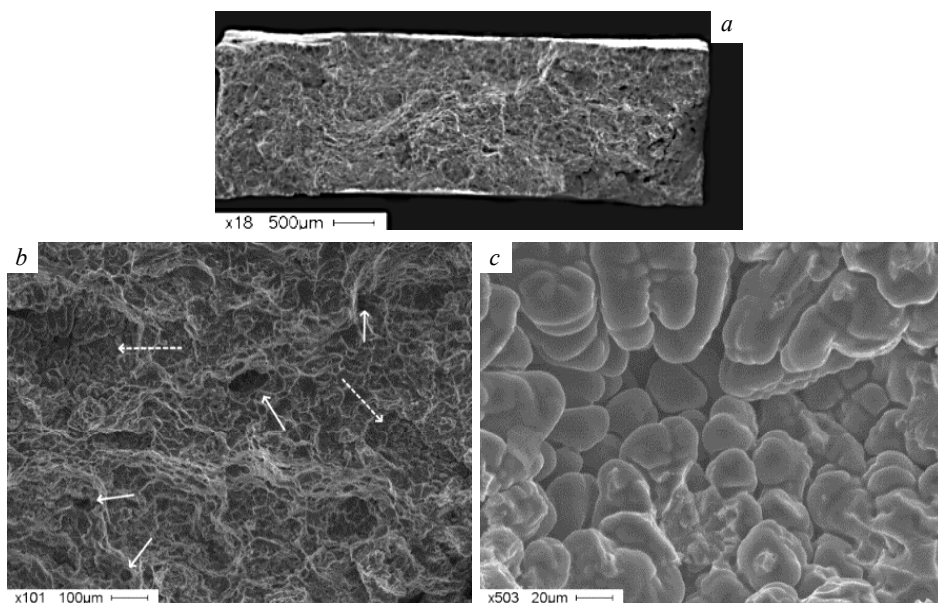


Рис. 4. Поверхность излома образца из литого алюминиевого сплава группы 4 без добавления частиц и без обработки УЗ: *a* – общий вид поверхности разрушения, *b* – типичный вид излома, *c* – отмеченные особенности разрушения

Fig. 4. Fracture surface of the cast aluminum alloy sample of group 4 with no particles added and without US-treatment: (*a*) general view of the fracture surface, (*b*) typical fracture, and (*c*) distinguished fracture features

Наличие подобных картин со свободными поверхностями зерен на изломах для литых сплавов является следствием наличия больших дендритов и, как следствие, слабой связью на границе между их ячейками, являющейся основным источником концентрации напряжений и, следовательно, распространения трещин, что приводит к образованию межзеренного разрушения под нагрузкой. Наличие вторичных фаз на поверхностях разрушения не выявлено.

На поверхностях разрушения образцов из литого сплава с добавлением частиц и воздействием УЗ перед разливкой не зафиксировано присутствие макропор и усадочных раковин (рис. 5, *a–c*). В отличие от исходного, в сплаве с добавлением частиц TiB_2 микронного размера было гораздо больше мелких ямочек, указывающих на то, что последние подвергались большей пластической деформации до разрушения. Таким образом, были получены более высокая прочность и удлинение. Внутри ямок видны микропоры.

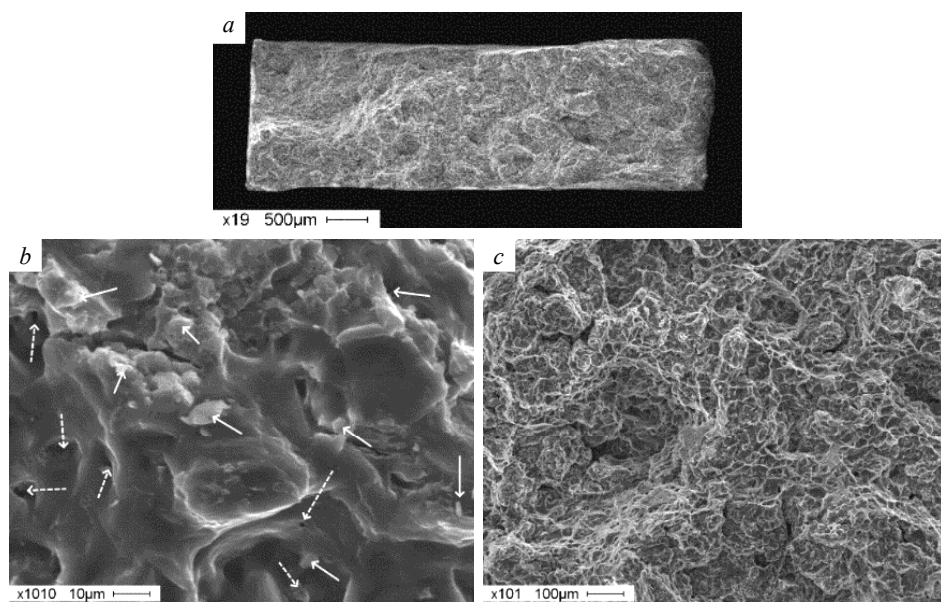


Рис. 5. Поверхность излома образца из литого алюминиевого сплава группы 3 с добавлением частиц и с обработкой УЗ: *a* – общий вид поверхности разрушения, *b* – типичный вид излома; *c*) отмеченные особенности разрушения

Fig. 5. Fracture surface of the cast aluminum alloy sample of group 3 with the addition of particles and with US-treatment: (*a*) general view of the fracture surface, (*b*) typical fracture, and (*c*) distinguished fracture features

По-видимому, разрушение инициировано образованием и ростом множества микропор на границах микродефектов или частиц. На стенках и в основании отдельных ямок обнаруживаются множественные образования второй фазы, как на рис. 5, *c*, выделенные сплошными стрелками, в виде агломератов частиц размера-ми до 5 мкм. На рис. 5, *c* микропоры на дне ямок показаны штрихованными белыми стрелками, а частицы второй фазы на стенках ямок – сплошными белыми стрелками. В данном случае для инокулированных материалов разрушение произошло по преобладающему транскристаллитному механизму.

Схема излома для образцов сплавов после деформационной обработки прокаткой, образовавшегося в результате среза в тонком сечении при растяжении, показана на рис. 6. Большая часть поверхности излома – под углом 45° к толщине образца, т.е. в плоскости действия максимальных касательных напряжений. Этот тип излома часто называют косым изломом. Поверхности разрушения сплавов после деформационной обработки прокаткой (рис. 6) не такие рыхлые за счет преобладания деформации сдвига, как в случае со сплавами после литья. Контуры изломов ровные, разрушение происходит, практически, в ровной плоскости, расположенной под углом к толщине образца.

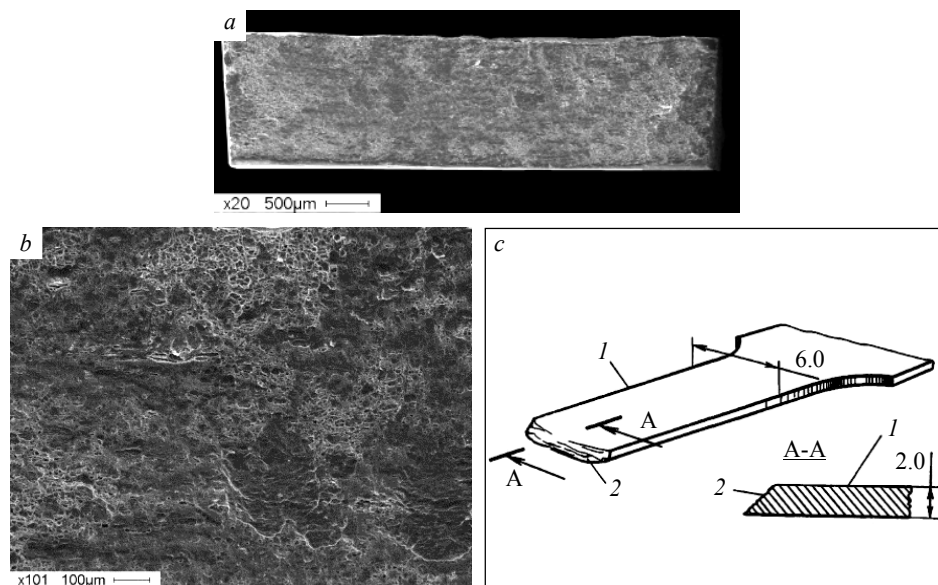


Рис. 6. Поверхность излома образца из прокатанного алюминиевого сплава группы 4 без добавления частиц и без обработки УЗ: *a* – общий вид поверхности разрушения, *b* – типичный вид излома; *c* – схема косого излома плоского стального образца, разрушившегося в результате среза при растяжении [27]. В этом случае разрушение произошло вдоль направления действия максимальных касательных напряжений: *1* – образец после испытания на растяжение; *2* – поверхность излома

Fig. 6. Fracture surface of the rolled aluminum alloy sample of group 4 with no particles added and without US-treatment: (*a*) general view of the fracture surface, (*b*) typical fracture, and (*c*) diagram of an oblique fracture of a flat steel sample that failed as a result of the shear in tension [27]. In this case, the fracture occurred along the action of maximum shear stresses: *1*, sample after tensile test and *2*, fracture surface

Фрактографические исследования образцов прокатанных сплавов показали, что при комнатной температуре основным механизмом разрушения является вязкий транскристаллитный. На поверхности излома видны мелкие округлой формы и крупные ямки отрыва, меньшие по размерам, чем у сплавов после литья. Ямки отрыва образуются путем слияния нескольких микропор вдоль границ сплава. Аналогично исходному сплаву, на дне ямок присутствуют частицы вторых фаз. Большее количество мелких ямок на поверхности разрушения прокатанных сплавов также свидетельствуют о больших величинах пластических деформаций до

разрушения, чем у исходного прокатанного сплава. Дополнительной характерной чертой обоих прокатанных сплавов, разрушенных при скоростях деформации 0.001 с^{-1} , необходимо отметить присутствие множественных гладких областей на поверхности разрушения с мелкими полосами скольжения.

Выводы

Проведено комплексное изучение изменения физико-механических свойств от технологии изготовления и обработки каждой партии полученных сплавов. Установлены зависимости увеличения твердости, значений пределов текучести и пределов прочности при растяжении от введения упрочняющих частиц, режимов деформационной обработки и отжига. Сплавы исходного состава без введения частиц имеют преимущественно крупнокристаллическую дендритную структуру со средним размером дендритных кластеров 155 мкм. Сплавы, содержащие частицы TiB_2 , имеют сформировавшуюся зернистую структуру с меньшими размерами. Зерна имеют выраженную равноосность со средними размерами 87–101 мкм. Синтезированные частицы TiB_2 при введении в расплав являются эффективным модификатором литой структуры, позволяющим получать отливки с недендритной структурой.

Установлено, что введение частиц TiB_2 в количестве $4\text{--}4.5 \cdot 10^{20}$ шт. позволяет повысить предел текучести, предел прочности и пластичность сплава с 53 до 78 МПа, с 153 до 191 МПа и с 11.5 до 17.1 % соответственно. Наибольший эффект измельчения структуры литых сплавов достигается при использовании лигатуры, содержащей микрочастицы TiB_2 размером 1 мкм.

После деформационной обработки сплавы имеют вновь сформированную мелкозернистую структуру. Между крупными вытянутыми зернами присутствуют очаги субмикронных равноосных зерен, которые являются интерметаллическими соединениями, сформированными в процессе воздействия температуры и больших степеней деформации. Частицы TiB_2 присутствуют в прокатанных сплавах в виде крупных агломератов и скоплений субмикронных частиц.

Деформационная обработка позволяет увеличить предел текучести и предел прочности исходного сплава 1550 до 332 и 363 МПа соответственно с одновременным снижением пластичности до 4 %. Введение частиц TiB_2 $(4\text{--}4.5) \cdot 10^{20}$ шт./кг с последующей деформационной обработкой позволило увеличить предел текучести и предел прочности исходного сплава 1550 до 328 и 365 МПа соответственно. Пластичность деформированного сплава 1550 с частицами увеличилась до 7 % по сравнению с деформированным сплавом 1550 без частиц.

ЛИТЕРАТУРА

1. Kawazoe M., Shibata T., Mukai T., Higashi K. Elevated temperature mechanical properties of A 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel-angular-extrusion // Scripta Materialia. 1997. V. 36. No. 6. P. 699–705. DOI: 10.1016/S1359-6462(96)00446-0.
2. Jones R.H. The influence of hydrogen on the stress-corrosion cracking of low-strength Al-Mg alloys // JOM. 2003. V. 55. No. 2. P. 42–46. DOI: 10.1007/s11837-003-0225-5.
3. Lee S., Utsunomiya A., Akamatsu H., Neishi K., Furukawa M., Horita Z., Langdon T.G. Influence of scandium and zirconium on grain stability and superplastic ductilities in ultrafine-grained Al-Mg alloys // Acta Materialia. 2002. V. 50. No. 3. P. 553–564. DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00368-8.
4. Filatov Y.A., Yelagin V.I., Zakharov V.V. New Al-Mg-Sc alloys // Materials Science and Engineering: A. 2000. V. 280. No. 1. P. 97–101. DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00673-5.

5. Ahmad Z. The properties and application of scandium-reinforced aluminum // JOM. 2003. V. 55. No. 2. P. 35–39. DOI: 10.1007/s11837-003-0224-6.
6. Yan S.J., Dai S.L., Zhang X.Y., Yang C., Hong Q.H., Chen J.Z., Lin Z.M. Investigating aluminum alloy reinforced by graphene nanoflakes // Materials Science and Engineering: A. 2014. V. 612. P. 440–444. DOI: 10.1016/j.msea.2014.06.077.
7. Vorozhtsov S., Minkov L., Dammer V., Khrustalyov A., Zhukov I., Promakhov V., Vorozhtsov A., Khmeleva M. Ex situ introduction and distribution of nonmetallic particles in aluminum melt: modeling and experiment // JOM. 2017. V. 69. No. 12. P. 2653–2657. DOI: 10.1007/s11837-017-2594-1.
8. Li B., Zhang Z., Shen Y., Hu W., Luo L. Dissimilar friction stir welding of Ti–6Al–4V alloy and aluminum alloy employing a modified butt joint configuration: Influences of process variables on the weld interfaces and tensile properties // Materials & Design. 2014. V. 53. P. 838–848. DOI: 10.1016/j.matdes.2013.07.019.
9. Zhukov I., Promakhov V., Vorozhtsov S., Kozulin A., Khrustalyov A., Vorozhtsov A. Influence of Dispersion Hardening and Severe Plastic Deformation on Structure, Strength and Ductility Behavior of an AA6082 Aluminum Alloy // JOM. 2018. V. 70. No. 11. P. 2731–2738. DOI: 10.1007/s11837-018-3132-5.
10. Fan Z., Wang Y., Zhang Y., Qin T., Zhou X.R., Thompson G.E., Pennycook T., Hashimoto T. Grain refining mechanism in the Al/Al–Ti–B system // Acta Materialia. 2015. V. 84. P. 292–304. DOI: 10.1016/j.actamat.2014.10.055.
11. Kotadia H.R., Qian M., Eskin D.G., Das A. On the microstructural refinement in commercial purity Al and Al-10 wt% Cu alloy under ultrasonication during solidification // Materials & Design. 2017. V. 132. P. 266–274. DOI: 10.1016/j.matdes.2017.06.065.
12. Li Y., Bai Q.L., Liu J.C., Li H.X., Du Q., Zhang J.S., Zhuang L.Z. The influences of grain size and morphology on the hot tearing susceptibility, contraction, and load behaviors of AA7050 alloy inoculated with Al-5Ti-1B master alloy // Metallurgical and Materials Transactions A. 2016. V. 47. No. 8. P. 4024–4037. DOI: 10.1007/s11661-016-3543-2.
13. Greer A.L., Bunn A.M., Tronche A., Evans P.V., Bristow D.J. Modelling of inoculation of metallic melts: application to grain refinement of aluminium by Al–Ti–B // Acta Materialia. 2000. V. 48. No. 11. P. 2823–2835. DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00094-X.
14. Liu H., Gao Y., Qi L., Wang Y., Nie Jian-Feng. Phase-field simulation of Orowan strengthening by coherent precipitate plates in an aluminum alloy // Metallurgical and Materials Transactions A. 2015. V. 46. No. 7. P. 3287–3301. DOI: 10.1007/s11661-015-2895-3.
15. Ezatpour H.R., Parizi M.T., Sajjadi S.A., Ebrahimi G.R., Chaichi A. Microstructure, mechanical analysis and optimal selection of 7075 aluminum alloy based composite reinforced with alumina nanoparticles // Materials Chemistry and Physics. 2016. V. 178. P. 119–127. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2016.04.078.
16. Vorozhtsov S.A., Eskin D.G., Tamayo J., Vorozhtsov A.B., Promakhov V.V., Averin A.A., Khrustalyov A.P. The application of external fields to the manufacturing of novel dense composite master alloys and aluminum-based nanocomposites // Metallurgical and Materials Transactions A. 2015. V. 46. No. 7. P. 2870–2875. DOI: 10.1007/s11661-015-2850-3.
17. Mousavian R.T., Khosroshahi R.A., Yazdani S., Brabazon D., Boostani A.F. Fabrication of aluminum matrix composites reinforced with nano-to micrometer-sized SiC particles // Materials & Design. 2016. V. 89. P. 58–70. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.09.130.
18. Gao Q., Wu S., Lü S., Xiong X., Du R., An P. Improvement of particles distribution of in-situ 5 vol% TiB₂ particulates reinforced Al-4.5 Cu alloy matrix composites with ultrasonic vibration treatment // Journal of Alloys and Compounds. 2017. V. 692. P. 1–9. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.09.013.
19. Zhukov I.A., Kozulin A.A., Khrustalyov A.P., Matveev A.E., Platov V.V., Vorozhtsov A.B., Zhukova T.V., Promakhov V.V. The Impact of Particle Reinforcement with Al₂O₃, TiB₂, and TiC and Severe Plastic Deformation Treatment on the Combination of Strength and Electrical Conductivity of Pure Aluminum // Metals. 2019. V. 9. No. 1. P. 65-1–65-10. DOI: 10.3390/met9010065.

20. Eskin D.G., Al-Helal K., Tzanakis I. Application of a plate sonotrode to ultrasonic degassing of aluminum melt: acoustic measurements and feasibility study // *Journal of Materials Processing Technology*. 2015. V. 222. P. 148–154. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2015.03.006.
21. Xuan Y., Nastac L. The role of ultrasonic cavitation in refining the microstructure of aluminum based nanocomposites during the solidification process // *Ultrasonics*. 2018. V. 83. P. 94–102. DOI: 10.1016/j.ultras.2017.06.023.
22. Zhukov I.A., Ziatdinov M.Kh., Vorozhtsov A.B., Zhukov A.S., Vorozhtsov S.A., Promakhov V.V. Self-propagating high-temperature synthesis of Al and Ti borides // *Russian Physics Journal*. 2016. V. 59. No. 8. P. 1324–1326. DOI: 10.1007/s11182-016-0911-8.
23. Zhukov I.A., Promakhov V.V., Matveev A.E., Platov V.V., Khrustalev A.P., Dubkova Ya.A., Vorozhtsov S.A., Potekaev A.I. Principles of Structure and Phase Composition Formation in Composite Master Alloys of the Al–Ti–B₄C Systems Used for Aluminum Alloy Modification // *Russian Physics Journal*. 2018. V. 60. No. 11. P. 2025–2031. DOI: 10.1007/s11182-018-1319-4.
24. ASTM E10:2017. Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials.
25. ASTM E8M:2008. Standard test method for tension testing of metallic materials.
26. Kang J., Wilkinson D.S., Jain M., Embury J.D., Beaudoin A.J., Kim S., Mishra R., Sachdev A.K. On the sequence of inhomogeneous deformation processes occurring during tensile deformation of strip cast AA5754 // *Acta Materialia*. 2006. V. 54. P. 209–218. DOI: 10.1016/j.actamat.2005.08.045.
27. Фрактография и атлас фрактограмм: справ. изд.: пер. с англ. / под ред. Дж. Феллоуза. М.: Металлургия, 1982. 489 с.
28. Mcqueen H.J., Evangelista E., Bowles J., Crawford G. Hot deformation and dynamic recrystallization of Al-5Mg-0.8Mn alloy // *Metal Science*. 1984. V. 18(8). P. 395–402. DOI: 10.1179/030634584790419854.

Статья поступила 05.08.2020 г.

Vorozhtsov A.B., Platov V.V., Kozulin A.A., Khrustalev A.P., Mishin I.P., Zhukov I.A. STUDY OF THE EFFECT OF TiB₂ PARTICLES ON THE STRUCTURE, DEFORMATION BEHAVIOR, AND PROPERTIES OF THE ALUMINUM ALLOY 1550. *Vestnik Tomskogo gosudarstvennogo universiteta. Matematika i mekhanika* [Tomsk State University Journal of Mathematics and Mechanics]. 67. pp. 102–116

DOI 10.17223/19988621/67/10

Keywords: light alloys, nanosized particles, titanium diboride, hardness, structure, ultimate tensile strength, yield strength.

In this work, the special master alloys containing aluminum and TiB₂ powder with bimodal particle size distribution in three mixture compositions are prepared. The master alloys are infused into the melts using an external ultrasound source. The castings with particles had smaller grain sizes than the initial castings without particles. It is found that the hardness, yield strength, and ultimate tensile strength reach higher values with an increase in the relative elongation of the cast alloys with added particles. A warm rolling mode is employed for the studied alloys to obtain sheet blanks. It is shown that the staged shrinkage of the billets up to deformation of 80 % with periodic heating up to 300 °C allows one to obtain defect-free sheet products. The structure of the rolled sheet-alloys is characterized by the plate-shaped grains elongated along the rolling direction with pockets of submicron-sized grains in between. The strength properties of the studied rolled alloys exceeded those of the cast alloys. In the case of the rolled alloys, an increase in the yield strength, ultimate tensile strength, and ductility is revealed for the alloys with particles as compared to the ones with no particles added.

Financial support. The reported study was funded by RFBR, project No. 19-38-90020.

Aleksandr B. VOROZHTSOV (Doctor of Physics and Mathematics, Professor, Tomsk State University, Tomsk, Russian Federation). E-mail: abv1953@mail.ru

Vladimir V. PLATOV (Tomsk State University, Tomsk, Russian Federation). E-mail: vova.platov.85@mail.ru

Aleksandr A. KOZULIN (Candidate of Physics and Mathematics, Tomsk State University, Tomsk, Russian Federation). E-mail: kozulyn@ftf.tsu.ru

Anton P. KHRUSTALEV (Candidate of Physics and Mathematics, Tomsk State University, Tomsk, Russian Federation). E-mail: tofik0014@gmail.com

Ivan P. MISHIN (Candidate of Physics and Mathematics, Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch Russian Academy of Sciences, Tomsk, Russian Federation). E-mail: mip@ispms.tsc.ru

Il'ya A. ZHUKOV (Candidate of Technical Sciences, Tomsk State University, Tomsk, Russian Federation). E-mail: gofra930@gmail.com

REFERENCES

1. Kawazoe M., Shibata T., Mukai T., Higashi K. (1997) Elevated temperature mechanical properties of A 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel-angular-extrusion. *Scripta Materialia*. 36(6). pp. 699–705. DOI: 10.1016/S1359-6462(96)00446-0.
2. Jones R.H. (2003) The influence of hydrogen on the stress-corrosion cracking of low-strength Al-Mg alloys. *JOM*. 55(2). pp. 42–46. DOI: 10.1007/s11837-003-0225-5.
3. Lee S., Utsunomiya A., Akamatsu H., Neishi K., Furukawa M., Horita Z., Langdon T.G. (2002) Influence of scandium and zirconium on grain stability and superplastic ductilities in ultrafine-grained Al-Mg alloys. *Acta Materialia*. 50(3). pp. 553–564. DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00368-8.
4. Filatov Y.A., Yelagin V.I., Zakharov V.V. (2000) New Al-Mg-Sc alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 280(1). pp. 97–101. DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00673-5.
5. Ahmad Z. (2003) The properties and application of scandium-reinforced aluminum. *JOM*. 55(2). pp. 35–39. DOI: 10.1007/s11837-003-0224-6.
6. Yan S.J., Dai S.L., Zhang X.Y., Yang C., Hong Q.H., Chen J.Z., Lin Z.M. (2014) Investigating aluminum alloy reinforced by graphene nanoflakes. *Materials Science and Engineering: A*. 612. pp. 440–444. DOI: 10.1016/j.msea.2014.06.077.
7. Vorozhtsov S., Minkov L., Dammer V., Khrustalyov A., Zhukov I., Promakhov V., Vorozhtsov A., Khmeleva M. (2017) Ex situ introduction and distribution of nonmetallic particles in aluminum melt: modeling and experiment. *JOM*. 69(12). pp. 2653–2657. DOI: 10.1007/s11837-017-2594-1.
8. Li B., Zhang Z., Shen Y., Hu W., Luo L. (2014) Dissimilar friction stir welding of Ti–6Al–4V alloy and aluminum alloy employing a modified butt joint configuration: Influences of process variables on the weld interfaces and tensile properties. *Materials & Design*. 53. pp. 838–848. DOI: 10.1016/j.matdes.2013.07.019.
9. Zhukov I., Promakhov V., Vorozhtsov S., Kozulin A., Khrustalyov A., Vorozhtsov A. (2018) Influence of dispersion hardening and severe plastic deformation on structure, strength and ductility behavior of an AA6082 aluminum alloy. *JOM*. 70(11). pp. 2731–2738. DOI: 10.1007/s11837-018-3132-5.
10. Fan Z., Wang Y., Zhang Y., Qin T., Zhou X.R., Thompson G.E., Pennycook T., Hashimoto T. (2015) Grain refining mechanism in the Al/Al–Ti–B system. *Acta Materialia*. 84. pp. 292–304. DOI: 10.1016/j.actamat.2014.10.055.
11. Kotadia H.R., Qian M., Eskin D.G., Das A. (2017) On the microstructural refinement in commercial purity Al and Al-10 wt% Cu alloy under ultrasonication during solidification. *Materials & Design*. 132. pp. 266–274. DOI: 10.1016/j.matdes.2017.06.065.
12. Li Y., Bai Q.L., Liu J.C., Li H.X., Du Q., Zhang J.S., Zhuang L.Z. (2016) The influences of grain size and morphology on the hot tearing susceptibility, contraction, and load behaviors

- of AA7050 alloy inoculated with Al-5Ti-1B master alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 47(8). pp. 4024–4037. DOI: 10.1007/s11661-016-3543-2.
13. Greer A.L., Bunn A.M., Tronche A., Evans P.V., Bristow D.J. (2000) Modelling of inoculation of metallic melts: application to grain refinement of aluminium by Al–Ti–B. *Acta Materialia*. 48(11). pp. 2823–2835. DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00094-X.
 14. Liu H., Gao Y., Qi L., Wang Y., Nie J.-F. (2015) Phase-field simulation of Orowan strengthening by coherent precipitate plates in an aluminum alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 46(7). pp. 3287–3301. DOI: 10.1007/s11661-015-2895-3.
 15. Ezatpour H.R., Parizi M.T., Sajjadi S.A., Ebrahimi G.R., Chaichi A. (2016) Microstructure, mechanical analysis and optimal selection of 7075 aluminum alloy based composite reinforced with alumina nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*. 178. pp. 119–127. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2016.04.078.
 16. Vorozhtsov S.A., Eskin D.G., Tamayo J., Vorozhtsov A.B., Promakhov V.V., Averin A.A., Khurstal'ov A.P. (2015) The application of external fields to the manufacturing of novel dense composite master alloys and aluminum-based nanocomposites. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 46(7). pp. 2870–2875. DOI: 10.1007/s11661-015-2850-3.
 17. Mousavian R.T., Khosroshahi R.A., Yazdani S., Brabazon D., Boostani A.F. (2016) Fabrication of aluminum matrix composites reinforced with nano-to micrometer-sized SiC particles. *Materials & Design*. 89. pp. 58–70. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.09.130.
 18. Gao Q., Wu S., Lü S., Xiong X., Du R., An P. (2017) Improvement of particles distribution of in-situ 5 vol% TiB₂ particulates reinforced Al-4.5 Cu alloy matrix composites with ultrasonic vibration treatment. *Journal of Alloys and Compounds*. 692. pp. 1–9. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.09.013.
 19. Zhukov I.A., Kozulin A.A., Khurstal'ov A.P., Matveev A.E., Platon V.V., Vorozhtsov A.B., Zhukova T.V., Promakhov V.V. (2019) The impact of particle reinforcement with Al₂O₃, TiB₂, and TiC and severe plastic deformation treatment on the combination of strength and electrical conductivity of pure aluminum. *Metals*. 9(1). pp. 65–1–65–10. DOI: 10.3390/met9010065.
 20. Eskin D.G., Al-Helal K., Tzanakis I. (2015) Application of a plate sonotrode to ultrasonic degassing of aluminum melt: acoustic measurements and feasibility study. *Journal of Materials Processing Technology*. 222. pp. 148–154. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2015.03.006.
 21. Xuan Y., Nastac L. (2018) The role of ultrasonic cavitation in refining the microstructure of aluminum based nanocomposites during the solidification process. *Ultrasonics*. 83. pp. 94–102. DOI: 10.1016/j.ultras.2017.06.023.
 22. Zhukov I.A., Ziatdinov M.Kh., Vorozhtsov A.B., Zhukov A.S., Vorozhtsov S.A., Promakhov V.V. (2016) Self-propagating high-temperature synthesis of Al and Ti borides. *Russian Physics Journal*. 59(8). pp. 1324–1326. DOI: 10.1007/s11182-016-0911-8.
 23. Zhukov I.A., Promakhov V.V., Matveev A.E., Platon V.V., Khurstal'ev A.P., Dubkova Ya.A., Vorozhtsov S.A., Potekaev A.I. (2018) Principles of structure and phase composition formation in composite master alloys of the Al–Ti–B4C systems used for aluminum alloy modification. *Russian Physics Journal*. 60(11). pp. 2025–2031. DOI: 10.1007/s11182-018-1319-4.
 24. ASTM E10:2017. Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials.
 25. ASTM E8M:2008. Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials.
 26. Kang J., Wilkinson D.S., Jain M., Embury J.D., Beaudoin A.J., Kim S., Mishra R., Sachdev A.K. (2006) On the sequence of inhomogeneous deformation processes occurring during tensile deformation of strip cast AA5754. *Acta Materialia*. 54. pp. 209–218. DOI: 10.1016/j.actamat.2005.08.045.
 27. (1982) *Fraktografiya i atlas fraktogramm* [Metals Handbook: Fractography and Atlas of Fractographs]. Moscow: Metallurgiya.
 28. McQueen H.J., Evangelista E., Bowles J., Crawford G. (1984) Hot deformation and dynamic recrystallization of Al-5Mg-0.8Mn alloy. *Metal Science*. 18(8). pp. 395–402. DOI: 10.1179/030634584790419854.

Received: August 05, 2020