

УДК 548.735:669.71

**ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ МИКРОСТРУКТУРЫ  
БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШЕГО ЭВТЕКТИЧЕСКОГО СПЛАВА Al-Si,  
ЛЕГИРОВАННОГО МЕТАЛЛАМИ**

**THERMAL STABILITY OF THE MICROSTRUCTURE OF RAPIDLY  
SOLIDIFIED EUTECTIC AL-Si ALLOY ALLOYED WITH METALS**

***В. Г. ШЕПЕЛЕВИЧ<sup>1)</sup>, О. В. ГУСАКОВА<sup>2)</sup>, С. В. ГУСАКОВА<sup>1)</sup>***

*<sup>1)</sup> Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, 220030,  
г. Минск, Беларусь*

*<sup>2)</sup> УО «Международный государственный экологический институт имени  
А.Д.Сахарова» БГУ, ул. Долгобродская, 23/1, 220070, г. Минск, Беларусь*

**АННОТАЦИЯ**

Представлены результаты исследования микроструктуры, элементного и фазового составов эвтектического сплава Al – 12,5 масс. % Si – 0,8 масс. % Mg – 0,4 масс. % Mn – 0,7 масс. % Fe – 0,9 масс. % Ni – 1,8 масс. % Cu при изохронном отжиге при температурах 300, 400 и 500 °C в течение 1 часа. Показано, что отжиг при температуре 300 °C не приводит к существенным изменениям микроструктуры и фазового состава фольги. Повышение температуры отжига до 400 и 500 °C вызывает укрупнение наноразмерных глобулярных включений Si, а также фрагментацию тонких пластин кремния и их сфероидизацию. С помощью рентгеноспектрального микроанализа и рентгеноструктурного анализа установлен распад соединения  $Al_3(NiCu)_2$  образование интерметаллических включений  $Mg_5Si_6$ ,  $Al_{17}(NiFeMn)Si_2$ ,  $Al_3Cu_2$  при 500 °C. Рассмотрен механизм диффузионных процессов, приводящий к изменению фазового состава.

Ключевые слова: силумин, магний, железо, марганец, никель, медь, микроструктура, фазовый состав, высокоскоростное затвердевание, изохронный отжиг

## ABSTRACT

The results of a study of the microstructure, elemental and phase composition of the eutectic alloy Al – 12.5 wt. % Si – 0.8 wt. % Mg – 0.4 wt. % Mn – 0.7 wt. % Fe – 0.9 wt. % Ni – 1.8 wt. % Cu during isochronous annealing at temperatures of 300, 400 and 500 °C for 1 hour are presented. It has been shown that annealing at a temperature of 300 °C does not lead to significant changes in the microstructure and phase composition of the foil. Increasing the annealing temperature to 400 °C causes enlargement of nanosized globular Si inclusions, as well as fragmentation and spheroidization of thin silicon plates. Using X-ray spectroscopy and X-Ray diffraction analysis, the formation of intermetallic inclusions  $\text{Mg}_5\text{Si}_6$ ,  $\text{Al}_{17}(\text{NiFeMn})\text{Si}_2$ ,  $\text{Al}_3\text{Cu}_2$  was established. The mechanism of diffusion processes leading to a change in phase composition is considered.

Key words: silumin, magnesium, iron, manganese, nickel, copper, microstructure, phase composition, rapid solidification, isochronous annealing

## ВВЕДЕНИЕ

Сплавы алюминия с кремнием (силумины) при низкой удельной плотности обладают высокой прочностью, хорошими растекаемостью и коррозионной стойкостью, низким коэффициентом линейного расширения, поэтому находят широкое применение в различных отраслях промышленности [1,2]. Основным компонентом, обеспечивающим твердость силуминов, является кремний, однако при равновесной кристаллизации кремний затвердевает в виде крупных пластин, которые становятся концентраторами напряжений при деформации, что приводит к растрескиванию. Поэтому улучшение функциональных характеристик

силуминов в первую очередь связано с уменьшением размеров и изменением формы частиц кремния от пластинчатой к равноосной или разветвленной. Для регулирования формы и размеров включений кремния используются введение в расплав модифицирующих добавок, подбор которых продолжается не одно десятилетие. Применение в качестве модификаторов натрия и фосфора сопряжено с рядом технических трудностей, а также образованием оксидов алюминия, наводороживанием [3]. Потому исследуются различные добавки в сплав Al-Si, например, редкоземельные элементы, лантаниды, дисперсные частицы [4,5]. В тоже время показано, что только стронций и натрий обеспечивают переход пластин кремния в разветвленную форму при медленных скоростях затвердевания [6]. Уменьшение размеров пластин кремния наблюдается при снижении размеров первичных дендритов алюминия, чему способствует легирование сплава такими металлами как Cu, Co, Mg, Fe приводящее к повышению плотности кристаллических зародышей [7]. Однако более эффективным является повышение скорости кристаллизации [8]. Потому большое внимание уделяется производству силуминов при скорости охлаждения расплава порядка 100 К/с [9]. Значительно более высокие скорости охлаждения расплава до  $10^6$  К/с достигаются в методах получения силуминов в виде дисперсных частиц, при ионно-плазменной, электронной, лазерной обработке поверхности, при получении фольги методом сверхбыстрой закалки из расплава [10-14].

В настоящее время показано, что метод сверхбыстрой закалки из расплава обеспечивает измельчение эвтектического кремния до наноразмерных частиц глобулярной или тонкопластинчатой формы [15-16]. Кроме того, дополнительное легирование металлами позволяет улучшить механические свойства быстрозатвердевших силуминов за счет образования включений дисперсных интерметаллидных фаз [17-18]. Показано, что не легированные быстрозатвердевшие силумины, имеют стабильную микроструктуру до 250-300 °С, а легированные Ti, Fe, Pb до 450 °С [19-21].

Однако легирование силуминов может как повысить термическую стабильность силуминов, так и оказать отрицательное воздействие на их высокотемпературные свойства [12, 22-24]. Установлено, что при сверхбыстрой закалке из расплава сплава Al-Si, легированного Mg, Mn, Fe, Ni и Cu формируются дисперсная микроструктура, включающая соединения  $\text{Al}(\text{FeMn})\text{Si}_2$ ,  $\text{Mg}_5\text{Si}_6$ ,  $\text{Al}_3(\text{NiCu})_2$  [25,26]. При этом два последних соединения наблюдаются в сплавах, полученных при высоких скоростях затвердевания, и является метастабильным при комнатной температуре [27-28]. В связи с этим, актуальны исследования термической стабильности быстрозатвердевших силуминов, легированных Mg, Mn, Fe, Ni и Cu. Целью настоящей работы является исследование изменения микроструктуры сплава при воздействии температуры, в том числе до 500 °С что существенно выше рабочих температур, составляющих 120-150 °С, при которых в большинстве случаев эксплуатируются изделия из силуминов.

#### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В работе представлены результаты исследования изменения при температурном воздействии микроструктуры, элементного и фазового составов фольги сплава Al-Si, легированного металлами. Концентрация элементов в сплаве составляла Al-12,5Si-0,8Mg-0,4Mn-0,7Fe-0,9Ni-1,8Cu (в массовых %) или Al-12,3-1,0Mg-0,2Mn-0,4Fe-0,4Ni-0,8Cu (в атомных %).

Для приготовления многокомпонентно легированного сплава использовались предварительно приготовленные сплавы АК12оч-Mg, АК12оч-Mn, АК12оч-Fe, АК12оч-Ni, АК12оч-Cu, в каждый из которых добавлялся навеска элемента соответствующей массы. Затем полученные сплавы сплавлялись в равных долях при температуре выше температуры эвтектики с добавлением порошка монокристаллического кремния. Полученный сплав затвердевал на воздухе в графитовой изложнице небольшого размера (15x5x3 мм). Микроструктура исходного слитка была

достаточно дисперсной и однородной, что позволяло использовать навески около 0,5-0,7 г для изготовления фольги воспроизводимого состава.

Фольга получалась методом сверхбыстрой закалки из расплава. Для изготовления фольги использовался барабан – кристаллизатор внутренний радиус которого составлял 20 мм, линейная скорость его вращения задавалась равной 15 м/с. Навеска исходного сплава расплавлялась и выливалась на внутреннюю медную отполированную поверхность вращающегося кристаллизатора. При попадании на кристаллизатор расплав разделялся на отдельные капли, капля растекалась тонким слоем и затвердевала в виде полосок фольги. Размер полосок составлял: в ширину 5-15 мм и в длину до 10 см. В зависимости от размера капли толщина фольги имела значения от 20 до 150 мкм. Проведенные исследования показали, что основной объем составляет фольга толщиной более 80 мкм, которая имеет слоистую микроструктуру. При этом микроструктура тонкой фольги близка к микроструктуре слоя фольги, прилегающего к кристаллизатору. Поэтому для исследования выбиралась фольга толщиной порядка 100 мкм.

Для анализа термической стабильности проводился изохронный отжиг при температурах 300, 400 и 500 °С в течение 1 часа. Определялись изменения микроструктуры в поперечном сечении исходной и отожженной фольги, а также микроструктуры и фазового состава у стороны фольги, прилегающей к кристаллизатору, и у свободно затвердевающей стороны.

Для исследования микроструктуры использовался сканирующий электронный микроскоп LEO 1455VP (СЭМ). Элементный состав и распределение элементов изучалось методом рентгеноспектрального микроанализа с помощью энергодисперсионного спектрометра Aztec Energy Advanced X-Max 80. Фазовый анализ проводился в медном излучении ( $\lambda=1,54180 \text{ \AA}$ ) с использованием дифрактометра Rigaku Ultima IV. Дифрактограммы снимались при прямом измерении, а также в скользящем пучке при угле падения в 1 градус. Шлифы поперечного сечения фольги приготавливались с помощью полировальной установки TegraPol 25 с

использованием реактивов и методики полировки алюминиевых сплавов фирмы Struers.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

### *Микроструктура исходного сплава*

Общий вид микроструктуры в поперечном сечении исходной фольги приведен на рисунке 1.

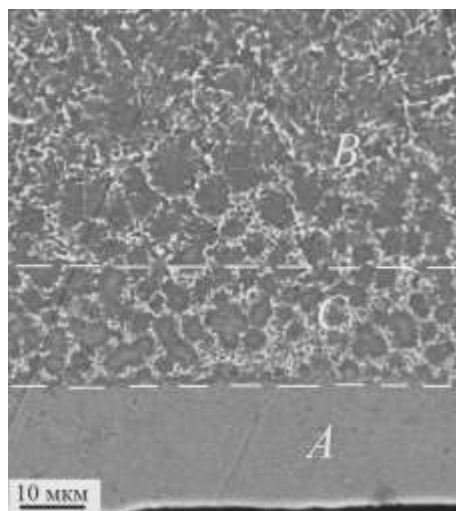


Рис. 1. СЭМ изображения микроструктуры в поперечном сечении фольги сплава Al – 12,5 масс. % Si – 0,8 масс. % Mg – 0,4 масс. % Mn – 0,7 масс. % Fe – 0,9 масс. % Ni – 1,8 масс. % Cu

Fig. 1. SEM images of the microstructure in the cross section of foil of alloy Al – 12,5 wt. % Si – 0,8 wt. % Mg – 0,4 wt. % Mn – 0,7 wt. % Fe – 0,9 wt. % Ni – 1,8 wt. % Cu

Как показано в предыдущих исследованиях [16,18,25,26], фольга сплава Al-Si, полученная при высокоскоростной кристаллизации, имеет слоистую микроструктуру. Слоистость микроструктуры обусловлена непрерывным изменением термодинамических условий на границе раздела фаз твердое тело-расплав. Слой *A*, прилегающий к кристаллизатору, затвердевает при

глубоком переохлаждении и высокой скорости теплоотвода, что приводит к безразделительной кристаллизации и образованию пересыщенного твердого раствора на основе алюминия ( $\alpha$ -Al). Затем, в результате распада пересыщенного твердого раствора, формируются наноразмерные глобулярные частицы кремния и рентгеноаморфные кластеры, содержащие металлы [26].

По мере затвердевания из-за выделения скрытой теплоты кристаллизации уменьшается переохлаждение, а скорость теплоотвода снижается из-за теплоотвода на подложку через слой фольги. Формируется промежуточный слой (*C*). На рисунке 2 а, б приведены микроструктура и карта распределения кремния на границе слоев *A* и *C* в исходном сплаве.

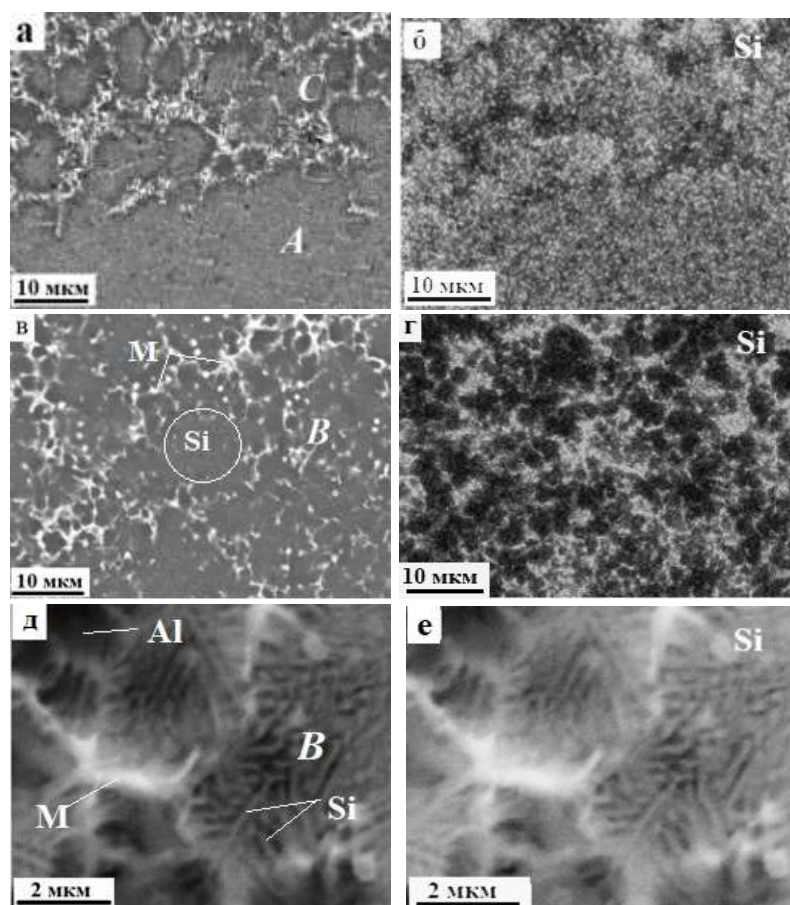


Рис. 2. СЭМ изображения микроструктуры (а, в, д) и карты распределения Si в поперечном сечении фольги на границе слоев *A* и *C* (б) и в слое *B* (г) и на внешней (свободно затвердевающей) поверхности слоя *B* (е)

Fig. 2. SEM images of the microstructure (a, c, e) and a map of Si distribution in the cross section of the foil at the boundary of layers *A* and *C* (b) and at layer *B* (d) and on the outer (free-solidifying) surface of layer *B* (f)

В слое *C* наблюдаются сферические участки, центр которых имеет микроструктуру сходную с микроструктурой слоя *A*. На периферии сферических участков фиксируется  $\alpha$ -Al и Si (темная область). Легирующие металлы оттесняются к краю, образуя слой включений интерметаллических соединений (светлые включения).

Формирование микроструктуры в слое *B* протекает при меньшем градиенте температуры и переохлаждении расплава. Микроструктура слоя *B* состоит из первичных дендритов  $\alpha$ -Al, смеси алюминия и эвтектического кремния в междендритном пространстве (область выделенная окружностью на рис. 2 г), а также интерметаллических включений (обозначены буквой М) на границах дендритов алюминия, как показано на рисунке 2 в и д. Поскольку контраст в отраженных электронах между фазой Al и фазой Si небольшой, то на рисунках 2 д и е приведены микроструктура и карта распределения кремния свободно затвердевшей поверхности слоя *B*. Кремний в междендритном пространстве образует тонкие пластины (толщиной пластин 100-200 нм), как показано на рисунках 2д и е. Подробное описание механизмов слоистой микроструктуры дано в работе [18].

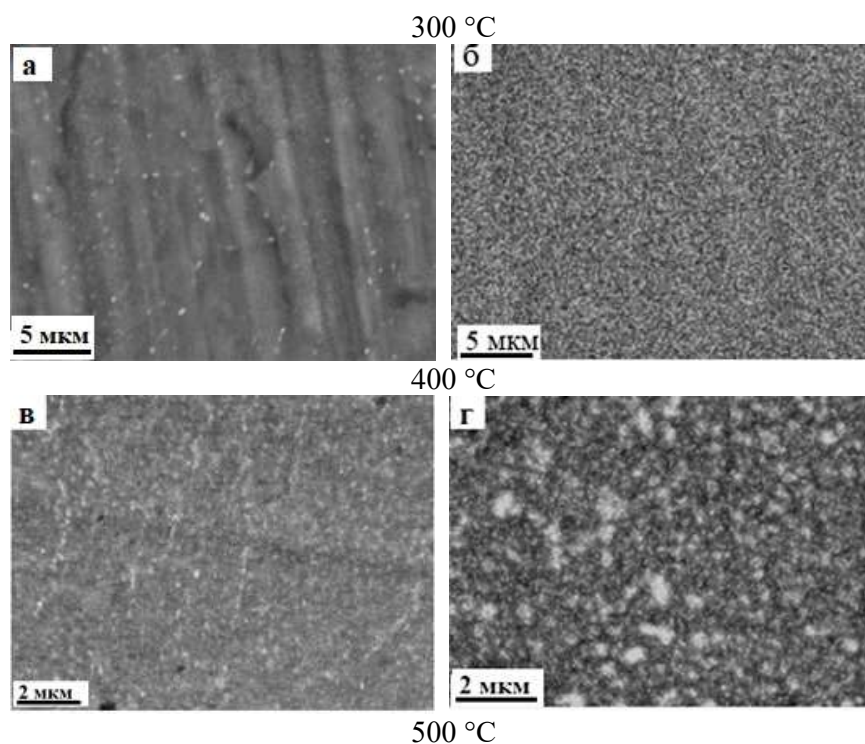
Учитывая существенные различия в микроструктуре слоев *A* и *B* целесообразно рассмотреть основные закономерности изменения микроструктуры и распределения элементов при отжиге в каждом слое, а также на соответствующих им поверхностях.

### ***Изменение формы и размеров включений Si при отжиге***



На рисунке 3 приведены результаты исследования микроструктуры и распределения кремния в слое фольги, прилегающем к кристаллизатору, после изохронного отжига в течение 1 часа при 300, 400 и 500 °С. Согласно полученным результатам отжиг в течении 1 часа при 300 °С, не приводит к заметному изменению формы и размеров включений кремния в фольге.

В настоящих исследованиях не обнаружено изменений зеренной структуры  $\alpha$ -Al при отжиге. Так, на поверхности фольги, прилегающей к кристаллизатору после отжига при 300 и 500 °С появляются выделения на границах зерен, как показано на рисунках 3а и д. Плотность выделений с повышением температуры растет, однако средний размер зерен сохраняется. Основные изменения микроструктуры при температурах отжига 400 и 500 °С касаются изменения форм и размеров включений перераспределения кремния и интерметаллических соединений.



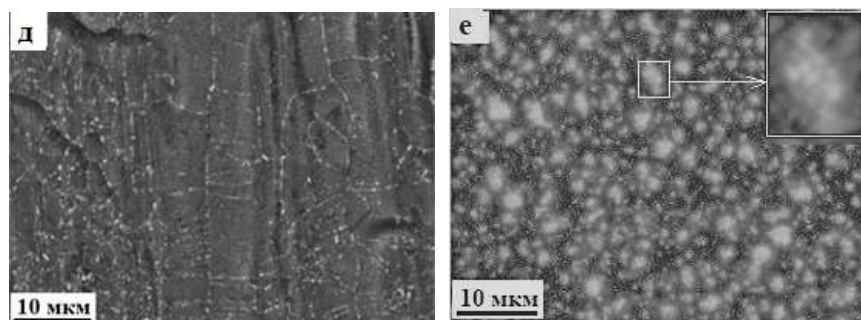


Рис. 3. СЭМ изображения микроструктуры (а, в, г) и карты распределения кремния (б, г, е) на поверхности фольги, прилегающей к кристаллизатору и в слое *A* после изохронного отжига при 300, 400 и 500 °С в течение 1 часа.

Fig. 3. SEM images of the microstructure (a, c, d) and silicon distribution maps (b, d, f) on the surface of the foil adjacent to the crystallizer and in layer *A* after isochronous annealing at 300, 400 and 500 °C for 1 hour.

В слое *A* при температуре 400 °С фиксируется увеличение размеров крупных включений Si за счет растворения мелких. Отжиг при 500 °С сопровождается укрупнением наноразмерных включений Si в результате коалесценции. Обнаружено, что некоторые крупные включения, размер которых достигает 2-3 мкм, представляют собой конгломераты наноразмерных, что демонстрируется микроструктурой участка на выноске рисунка 3е. Очевидно, наличие подобных конгломератов не может быть результатом диффузии наноразмерных включений Si при отжиге. Можно предположить, что конгломераты могли образовываться при кристаллизации в результате неоднородной структуры расплава. В используемом методе наблюдения на исходной фольге они не выявляются, поскольку окружены наноразмерными включениями Si. Присутствие конгломератов становится заметным после растворения окружающих включений. При более длительной выдержке возможна коагуляция включений кремния, образующих конгломераты.

На рисунке 4 представлены изменения микроструктуры и карты распределения кремния после изохронного отжига при 400 и 500 °С в течение 1 часа в слое *В*, прилегающем к свободно затвердевающей поверхности фольги.

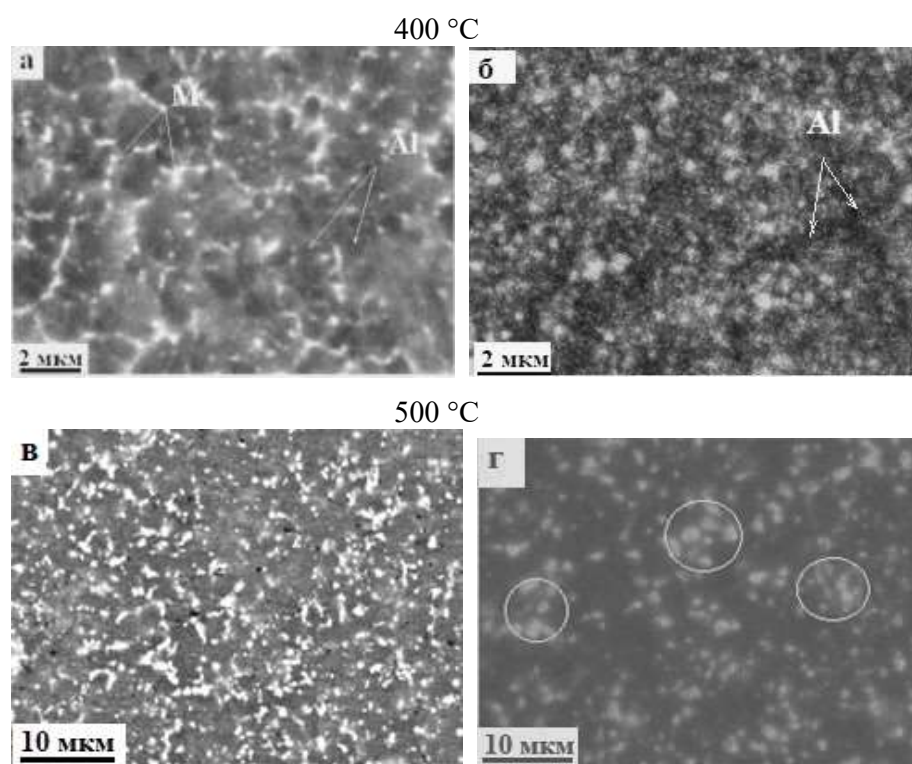


Рис. 4. СЭМ изображения микроструктуры (а, в) и карты распределения кремния (б, г) в слое *В* после изохронного отжига при 400 (а, б) и 500 °С (в, г) в течение 1 часа.

Fig. 4. SEM images of the microstructure (a, c) and silicon distribution maps (b, d) in layer *B* after isochronous annealing at 400 (a, b) and 500 °С (c, d) for 1 hour.

В слое *В* отжиг при 400 °С обеспечивает фрагментацию тонких пластин эвтектического кремния, что обусловлено стремлением системы к уменьшению поверхностной энергии. Изохронный отжиг при 500 °С в течение 1 часа приводит к формированию равноосных включений Si, средний размер которых оценивается равным 1,5 мкм. Выявленное

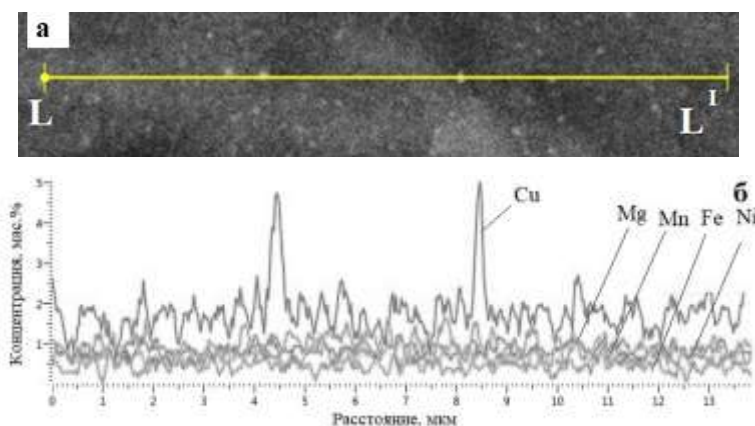
расположение включений группами (выделено окружностями) после отжига, является результатом фрагментации и сфероидизации пластин эвтектического Si, находящегося в исходной фольге между ветвями дендритов  $\alpha$ -Al. Можно отметить, что отжиг при 400 °С не приводит к уходу интерметаллических соединений с поверхности дендритов  $\alpha$ -Al, как указано стрелкой у буквы М.

### ***Изменение микроструктуры и фазового состава интерметаллических соединений при отжиге***

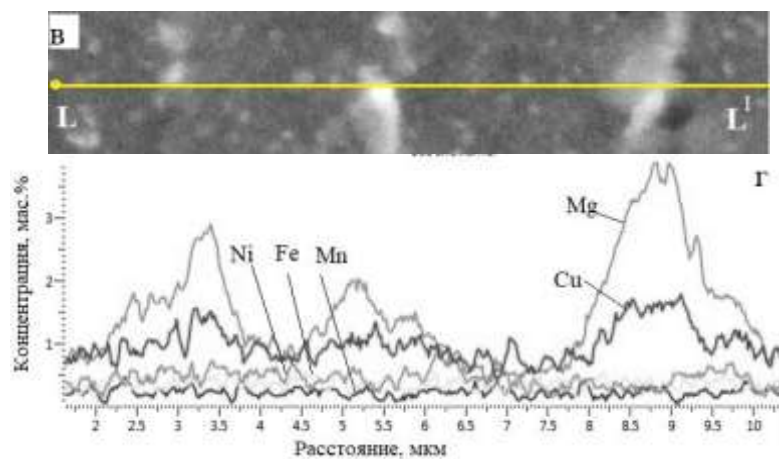
Согласно результатам, приведенным на рисунках 3 и 4, кроме укрупнения включений кремния, при изохронном отжиге наблюдаются изменения в распределении и размерах фаз, содержащих легирующие элементы. Ранее показано, что при высокоскоростном затвердевании силумина, легированного металлами, в слое *A* легирующие металлы выделяются в виде равномерно распределенных нанокластеров. Тогда как в слое *B* они образуют дисперсные включения интерметаллических соединений  $Al_{17}(FeMn)Si_2$ ,  $Mg_5Si_6$ ,  $Al_3(CuNi)_2$ , локализованные по границам дендритов  $\alpha$ -Al [25-26]. На рисунке 5 приведены микроструктура поверхности фольги, прилегающей к кристаллизатору, слоев *A* и *B* и распределения легирующих элементов вдоль линии сканирования L-L<sup>I</sup> после отжигов при 300, 400 и 500 °С в течение 1 часа.

Примечание [u1]: I

300 °С



400 °C



500 °C

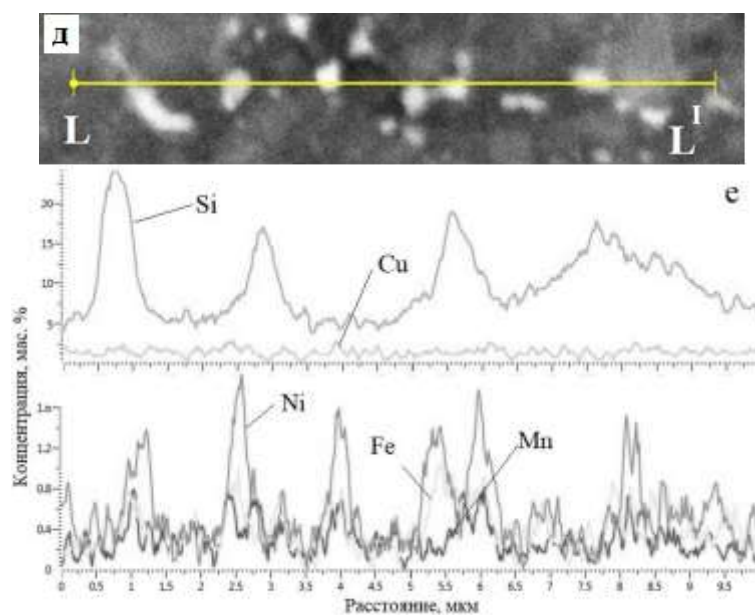


Рис. 5 СЭМ изображения микроструктуры (а, в, д) и распределение элементов вдоль линии сканирования L-L<sup>1</sup> (б, г, е) при температуре отжига 300 °C (а, б), 400 °C (в, г) и 500 °C (д, е): а, б, в, г – слой А; д, е – слой В.

Fig. 5 SEM images of the microstructure (a, c, e) and the distribution of elements along the L-L<sup>1</sup> scanning line (b, d, f) at an annealing temperature of 300 °C (a, b), 400 °C (c, d) and 500 °C (e, f): a, b, c, d – layer A; e, f – layer B.

На рисунке 5а представлена микроструктура поверхности фольги, прилегающей к кристаллизатору, после отжига при 300 °С. Показано, что отжиг при 300 °С приводит к образованию в слое *A* дисперсных светлых включений, размер и количество которых с температурой увеличивается (рис.3д). Установлено, что описываемые включения содержат повышенную концентрацию меди (рис. 5б). Как показано на рисунке 3д, включения с высоким содержанием Cu локализуются по границам зерен. При повышении температуры отжига до 400 °С на границах зерен в слое *A* отмечается также увеличение содержания магния, что подтверждается распределением элементов вдоль линии сканирования (рис. 5г) в поперечном сечении фольги. Изменения размеров и элементного состава включений выделений, содержащих металлы, наблюдается также в слое *B*. Сравнение изображений микроструктуры слоя *B*, приведенных на рисунке 4 а и в, после отжига при 400 и 500 °С, соответственно, демонстрирует увеличение размеров включений, содержащих легирующие элементы (светлые частицы). На рисунках 5д и е представлена микроструктура пограничного участка в поперечном сечении слоя *B*. Распределение элементов вдоль линии сканирования L-L<sup>I</sup> (рис. 5е) демонстрирует образование включений размером до 0,5 мкм, содержащих Ni, Fe, Mn. При этом медь не входит в состав включений. Укрупнение размеров включений осуществляется за счет растворения мелких и присоединения атомов к более крупным включениям, что обеспечивает понижение внутренней энергии системы в целом.

Для установления фазового состава фольги после отжига были проведены рентгеноструктурные исследования. Результаты рентгеноструктурного анализа приведены на рисунке 6. Идентификация пиков на дифрактограммах осуществлялась согласно данным JCPDS, карточка № 00-004-0787 (Al), карточка № 00-005-0565 (Si), карточка № 01-071-5716 (Al<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub>), карточка № 01-080-5811 (Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>), карточка № 01-088-1207 (Mg<sub>5</sub>Si<sub>6</sub>), карточка № 01-071-4015 (Al<sub>17</sub>(FeMn)Si<sub>2</sub> ).

Отжиг при температуре 300 °С не приводит к появлению новых фаз на дифрактограммах, полученных как со стороны поверхности фольги, прилегающей к кристаллизатору, так и со свободно затвердевающей поверхности.

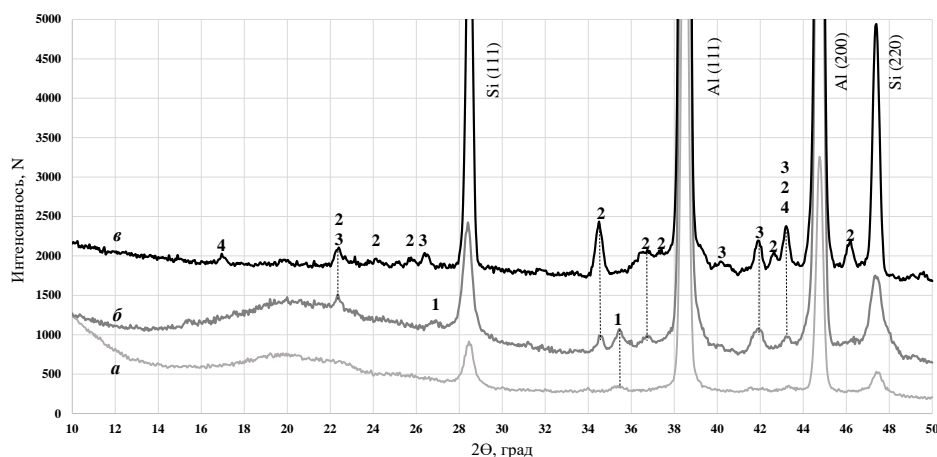


Рис. 6 Дифрактограмма фольги сплава Al-12,5-0,8Mg-0,4Mn-0,7Fe-0,9Ni-1,8Cu (мас. %): 1 –  $\text{Al}_3(\text{CuNi})_2$ ; 2 –  $\text{Mg}_5\text{Si}_6$ , 3 –  $\text{Al}_{17}(\text{FeNiMn})\text{Si}_2$ , 4 –  $\text{Al}_3\text{Cu}_2$   
*a* – исходная фольга, *б* – отжиг при 400 °С, *в* – отжиг при 500 °С.

Fig. 6 Diffraction pattern of Al-12,5-0,8Mg-0,4Mn-0,7Fe-0,9Ni-1,8Cu alloy foil (wt.%): 1 –  $\text{Al}_3(\text{CuNi})_2$ ; 2 –  $\text{Mg}_5\text{Si}_6$ , 3 –  $\text{Al}_{17}(\text{FeNiMn})\text{Si}_2$ , 4 –  $\text{Al}_3\text{Cu}_2$   
*a* – initial foil, *b* – annealing at 400 °С, *c* – annealing at 500 °С.

Комплексный анализ данных рентгеноспектрального микроанализа и рентгеноструктурных исследований показывает, что перестройка включений интерметаллических фаз начинается при температуре 400 °С. Кроме появления включений с высоким содержанием меди, при 400 °С повышается интенсивность дифракционных максимумов, принадлежащих фазе  $\text{Al}_3(\text{CuNi})_2$ , имеющего кристаллическую решетку соединения  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ . Известно, что соединение  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  относится к метастабильным, существует в области концентраций Ni от 36 до 42 ат. % и его кристаллическая решетка содержит большое число вакансий в узлах Ni [28-29]. В исходной фольге вакансии могут быть заняты атомами меди, медь также может замещать Ni в



его подрешетке. Отжиг при температуре 400 °С приводит к распаду дисперсных и увеличению размеров более крупных включений соединения  $\text{Al}_3(\text{CuNi})_2$  и повышению интенсивности его дифракционных максимумов. Такой процесс обеспечивается диффузией атомов Ni и Cu в матрице Al. Однако после отжига при 500 °С дифракционные максимумы соединения  $\text{Al}_3(\text{CuNi})_2$  исчезают. Можно предположить, что при высоких температурах интенсивный распад дисперсных включений соединения  $\text{Al}_3(\text{CuNi})_2$  продолжается. Поскольку в исходном сплаве включения интерметаллических соединений находятся на границе зерна  $\alpha\text{-Al}$ , то освободившиеся атомы никеля могут с высокой скоростью диффундировать по границам зерен на небольшие расстояния до включений фазы  $\text{Al}_{17}(\text{FeMn})\text{Si}_2$  и встраиваться в их кристаллическую решетку [30]. Это подтверждается результатами исследования распределения элементов вдоль линии сканирования L-L<sup>I</sup> в образовавшихся после отжига включениях  $\text{Al}_{17}(\text{FeNiMn})\text{Si}_2$  (рис. 5е), размеры которых достигают 0,7 мкм.

В исследованном участке (рис. 5е), распределение меди однородно, что может быть связано с уходом части меди в твердый раствор на основе Al. С другой стороны, наличие меди в  $\alpha\text{-Al}$  должно способствовать росту размеров дисперсных медь содержащих частиц, образующихся при 300 и 400 °С. Рентгеноспектральный анализ показывает, что после отжига при 500 °С в фольге присутствуют частицы соединения  $\text{Al}_3\text{Cu}_2$ .

При отжиге включения соединения  $\text{Mg}_5\text{Si}_6$ , присутствующие в исходной фольге, также увеличиваются в размерах в результате коалесценции. Особенностью поведения магния при температурном воздействии является выход магния из твердого раствора на границы зерен и на поверхность фольги, что характерно для сплавов Al-Si-Mg [24]. Выход магния на поверхность фольги может приводить к его окислению и уменьшению концентрации магния в объеме.

## Выводы



Представленные в работе результаты позволяют сделать следующие выводы о термической стабильности сплава Al-12,5Si-0,8Mg-0,4Mn-0,7Fe-0,9Ni-1,8Cu (в мас. %), полученного методом сверхбыстрой закалки из расплава при скорости охлаждения расплава  $10^5 - 10^6$  K/с.

1. При отжиге до 300 °C в течение 1 ч микроструктура и фазовый состав фольги не претерпевают существенных изменений. В слое фольги, прилегающем к кристаллизатору по границам зерен образуются медь содержащие наноразмерные включения.
2. Повышение температуры отжига до 400 °C вызывает укрупнение глобулярных частиц кремния, а также фрагментацию тонкопластинчатых частиц Si и их сфероидизацию при 500 °C.
3. Изохронный отжиг при температурах 400 в течение 1 ч обеспечивает укрупнение включений интерметаллических соединений в результате коалесценции после распада наиболее дисперсных включений.
4. Обнаружено изменение фазового состава интерметаллических соединений при 500 °C: распад интерметаллического соединения  $Al_3(CuNi)_2$  и образование соединений  $Al_{17}(FeNiMn)Si_2$  и  $Al_3Cu_2$ , что стимулировано высокой скоростью пограничной диффузии никеля.
5. Повышение температуры сопровождается выходом Mg на поверхности зерен и фольги, укрупнением включений интерметаллических соединений  $Mg_5Si_6$  и окислением Mg на поверхности.

На основании полученных результатов можно предположить, что в фольге, находящейся при температуре 500 °C, твердый раствор на основе  $\alpha$ -Al содержит повышенную концентрацию легирующих элементов. Последующей закалкой возможно получить дисперсионное упрочнение фазы Al за счет образования наноразмерных частиц: зон Гинье-Престона меди [31] и игольчатой  $\beta''$ - $Mg_5Si_6$ , что требует дальнейших исследований.

Полученные результаты позволяют определить температурные режимы работы (до 250-300 °С) и термической обработки под закалку (500-520 °С) силуминов, полученных при высокоскоростном затвердевании.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Попова М.В. Прудников А.Н., Долгова С.В., Малюх М.А. Перспективные алюминиевые сплавы для авиационной и космической техники. Вестник Сибирского государственного индустриального университета, 2017, № 3 (21), с. 18 – 23.
2. Ye Haizhi An Overview of the Development of Al-Si-Alloy Based Material for Engine Applications. JMEPEG. 2003, v. 12, pp. 288 – 297.
3. Марукович Е. И., Стеценко В. Ю. Технологические проблемы модифицирования структуры отливок из силуминов. Пути решения. Литье и металлургия. 2019, № 2, с. 14 – 15.
4. Liu Wenyi, Wenlong Xiao, Cong Xu, Maowen Liu, Chaoli Ma Synergistic effects of Gd and Zr on grain refinement and eutectic Si modification of Al-Si cast alloy. Materials Science and Engineering: A, 2017, v. 693, pp. 93 – 100.
5. Hu Kaiqi, Ma Xia, Gao Tong, Xu Qingfei, Qian Zhao, Wu Yuying, Liu Xiangfa Morphological transformation mechanism of eutectic Si phases in Al-Si alloys by nano-AlN. Journal of Alloys and Compounds, 2018, v. 765, pp. 113 – 120.
6. Barrirero Jenifer Eutectic Modification of Al-Si casting alloys. 2019, , Sweden LiU-Tryck, Linköping, 82 p.
7. Kayaa Hasan, Aker Aynur. Effect of alloying elements and growth rates on microstructure and mechanical properties in the directionally solidified Al-Si-X alloys. Journal of Alloys and Compounds, 2017, v. 694, pp. 145 – 154. doi:10.1016/j.jallcom.2016.09.19.
8. Darlapudi A., McDonald S.D., Terzi S., Prasad A., Felberbaum M., StJohn D.H.. The influence of ternary alloying elements on the Al-Si eutectic microstructure and the Si morphology. Journal of Crystal Growth, 2016, v. 433, pp. 63 – 73.

9. Стеценко В.Ю., Радько С.Л., Харьков С.А., Джонг Хун Ли, Ки Йонг Чой  
Повышение эффективности охлаждения отливок из силуминов при литье  
закалочным затвердеванием. *Литье и металлургия*, 2016, № 2 (38), с. 128 –  
129.
10. Nikanorov S.P., Volkov M.P., Gurin V.N., Burenkov Yu.A., Derkachenko L.I.,  
Kardashev B.K., Regel L.L., Wilcox W.R. Structural and mechanical properties  
of Al–Si alloys obtained by fast cooling of a levitated melt. *Materials Science  
and Engineering A*, 2005, v. 390, pp. 63 – 69. doi:10.1016/j.msea.2004.07.037
11. Zagulyaev Dmitry, Konovalov Sergey, Gromov Victor, Glezer Alexander,  
Ivanov Yurii, Sundeev Roman. Structure and properties changes of Al-Si alloy  
treated by pulsed electron beam. *Materials Letters*, 2018, v. 229, pp. 377 – 380.
12. Takata Naoki, Mulin Liu, Hirohisa Kodaira, Asuka Suzuki, Makoto Kobashi.  
Anomalous strengthening by supersaturated solid solutions of selectively laser  
melted Al–Si-based alloys. *Additive Manufacturing*, 2020, V. 33, art. 101152,  
11 p.
13. Klopotov A. A., Petrikova E. A., Ivanov Yu. F., Teresov A. D., Cherenda N.  
N., Uglov V. V. and Tsvetkov N. A. Structural and Phase Changes in the  
System Al-Si-Ti-B, Synthesized Using the Electron-Ion-Plasma Treatment  
Method. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 2017, v. 189 art.  
012031, 6 p.
14. Apaydin N. and Smith R. W. Microstructural Characterization of Rapidly  
Solidified Al-Si Alloys. *Materials Science and Engineering*, 1988, v. 98,  
pp. 149 – 152.
15. Gaidarova V. Structure modification of rapidly solidified Al–11 wt% Si alloy  
by the addition of 2 wt% Fe. 2007, *Vacuum*, v. 81, pp. 1082 – 1087.
16. Гусакова О. В., Шепелевич В. Г., Александров Д. В., Стародумов И. О.  
Особенности формирования структуры сплавов Al–12.2Si–0.2Fe при  
сверхбыстрой закалке из расплава. *Расплавы*, 2020, № 2, с. 138 – 148.
17. Qing Liu, Maowen Liu, Cong Xu, Wenlong Xiao, Hiroshi Yamagata, Shenghui  
Xie, Chaoli Ma. Effects of Sr, Ce and P on the microstructure and mechanical

properties of rapidly solidified Al - 7Si alloys. *Materials Characterization*, 2018, v. 140, pp. 290 – 298.

18. Gusakova Olga, Shepelevich Vasiliy, Alexandrov Dmitri V., and Starodumov Ilya O. Formation of the microstructure of rapidly solidified hypoeutectic Al-Si alloy. *Eur. Phys. J. Special Topics*, 2020, v. 229, pp. 417 – 425.
19. Tong X. C. and Fang H. S. Microstructure Characteristics of a Rapidly Solidified Al-Si-Ti-Pb Alloy. *Materials Characterization*, 1996, v. 37, pp. 95 – 104.
20. Johansen I. Mechanical properties of a rapidly solidified Al-Si-Ni-Mn alloy. *Materials Science and Engineering*, 1994, v. A179/A180, pp. 605 – 608.
21. Matsuura K., Kudoh M., Kinoshita H., Takahashi H. Precipitation of Si particles in a super-rapidly solidified Al-Si hypereutectic alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 2003, V. 81, pp. 393 – 395.
22. Liao Hengcheng, Tang Yunyi, Suo Xiaojing, Li Guangjin, Hu Yiyun, Dixit Uday S., Petrov Pavel Dispersoid articles precipitated during the solutionizing course of Al-12wt%Si-4wt%Cu-1.2wt%Mn alloy and their influence on high temperature strength. *Materials Science and Engineering A*, 2017, v. 699, pp. 201 – 209. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.091>
23. Lin, G., Zhang, Z., Wang, H., Zhou, K., & Wei, Y. Enhanced strength and electrical conductivity of Al-Mg-Si alloy by thermo-mechanical treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, v. 650, pp. 210 – 217, doi:10.1016/j.msea.2015.10.050.
24. Long H.C., Chen J.H., Liu C.H., Li D.Z., Li Y.Y. The negative effect of solution treatment on the age hardening of A356 alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, v. 566, pp. 112 – 118.
25. Шепелевич В. Г., Гусакова О.В., Гусакова С.В. Влияние скорости охлаждения на структурно-фазовое состояние сплава Al – Si, легированного металлами. *ФИЗХОМ*, 2023, №2, с. 63 – 72, DOI: 10.30791/0015-3214-2023-3-63-71.

26. Gusakova, O. Chemically partitionless crystallization in near-eutectic rapidly solidified Al–12, 6Si–0, 8Mg–0, 4Mn–0, 7Fe–0, 9Ni–1, 8Cu alloy. *European Physical Journal: Special Topics*, 2023, v. 232, Is. 8, pp. 1281–1291.
- 27.. Qian Xiaoming, Wang Zhaodong, Li Yong, Wang Yunfeng, Yan Peng Formation mechanism of  $\beta''$ -Mg<sub>5</sub>Si<sub>6</sub> and its PFZ in an Al-Mg-Si-Mn alloy: Experiment and first-principles calculations. *Materials Characterization*, 2023, v. 197, art. 112617.
28. Grushko B., Urban K. and Freiburg Ch. An Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>-type Phase in the Al-Cu-Co system. *Scripta Metallurgica*, 1991, v. 25, pp. 2533 – 2536.
29. Rzyman K., Moser Z. Calorimetric studies of the enthalpies of formation of Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>, AlNi and AlNi<sub>3</sub>. *Progress in Materials Science*, 2004, v. 49, pp. 581 – 606.
30. Du Yong, Chang Y.A., Huang Baiyun, Gong Weiping, Jin Zhanpeng, Xu Honghui, Yuan Zhaohui, Liu Yong, He Yuehui, Xie F.-Y. Diffusion coefficients of some solutes in fcc and liquid Al: critical evaluation and correlation. *Materials Science and Engineering*, 2003, v. A363, pp. 140 – 151.
31. Parrini, L., & Schaller, R. Cu precipitation in AlCu–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> metal matrix composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, v. 43(6), pp. 2149 – 2156. doi:10.1016/0956-7151(94)00443.

## References

1. Popova M.V. Prudnikov A.N., Dolgova S.V., Malyukh M.A. Perspektivnyye alyuminiyevyye splavy dlya aviatsionnoy i kosmicheskoy tekhniki. [Promising aluminum alloys for aviation and space technology.] *Vestnik Sibirskogo gosudarstvennogo industrial'nogo universiteta* [Bulletin of the Siberian State Industrial University], 2017, no. 21, pp. 18 – 23. (In Russ)
2. Ye Haizhi An Overview of the Development of Al-Si-Alloy Based Material for Engine Applications. *JMEPEG*, 2003, v. 12, pp. 288 – 297.
3. Marukovich Ye I., Stetsenko V. YU. Tekhnologicheskiye problemy modifitsirovaniya struktury otlivok iz siluminov. Puti resheniya [Technological

problems of modifying the structure of silumin castings. Ways to solve]. Lit'ye i metallurgiya [Foundry Production and Metallurgy], 2019, no 2, pp. 14 – 15. (In Russ)

4. Liu Wenyi, Wenlong Xiao , Cong Xu, Maowen Liu, Chaoli Ma Synergistic effects of Gd and Zr on grain refinement and eutectic Si modification of Al-Si cast alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, v. 693, pp. 93 – 100.

5. Hu Kaiqi, Ma Xia, Gao Tong, Xu Qingfei, Qian Zhao, Wu Yuying, Liu Xiangfa Morphological transformation mechanism of eutectic Si phases in Al-Si alloys by nano-AlN. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, v. 765, pp. 113 – 120.

6. Barrirero Jenifer Eutectic Modification of Al-Si casting alloys, 2019, , Sweden LiU-Tryck, Linköping, 82 p.

7. Kayaa Hasan, Aker Aynur. Effect of alloying elements and growth rates on microstructure and mechanical properties in the directionally solidified Al-Si-X alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, v. 694, pp. 145 – 154. doi:10.1016/j.jallcom.2016.09.19.

8. Darlapudi A., McDonald S.D., Terzi S., Prasad A., Felberbaum M., StJohn D.H.. The influence of ternary alloying elements on the Al-Si eutectic microstructure and the Si morphology. *Journal of Crystal Growth*, 2016, v. 433, pp. 63 – 73.

9. Stetsenko V.YU., Rad'ko S.L., Khar'kov S.A., Dzhong Khun Li, Ki Yong Choy Povysheniye effektivnosti okhlazhdeniya otlivok iz siluminov pri lit'ye zakalochnym zatverdevaniyem [Increasing the cooling efficiency of silumin castings when casting by quenching solidification]. Lit'ye i metallurgiya [Foundry Production and Metallurgy], 2016, no. 2 (38), pp. 128 – 129. (In Russ)

10. Nikanorov S.P., Volkov M.P., Gurin V.N., Burenkov Yu.A, Derkachenko L.I., Kardashev B.K., Regel L.L., Wilcox W.R. Structural and mechanical properties of Al-Si alloys obtained by fast cooling of a levitated melt. *Materials Science and Engineering A*, 2005, v. 390, pp. 63 – 69. doi:10.1016/j.msea.2004.07.037

11. Zagulyaev Dmitry, Konovalov Sergey, Gromov Victor, Glezer Alexander, Ivanov Yurii, Sundeev Roman. Structure and properties changes of Al-Si alloy treated by pulsed electron beam. *Materials Letters*, 2018, v. 229, pp. 377 – 380.
12. Takata Naoki, Mulin Liu, Hirohisa Kodaira, Asuka Suzuki, Makoto Kobashi. Anomalous strengthening by supersaturated solid solutions of selectively laser melted Al–Si-based alloys. *Additive Manufacturing*, 2020, V. 33, art. 101152, 11 p.
13. Klopotov A. A., Petrikova E. A., Ivanov Yu. F., Teresov A. D., Cherenda N. N., Uglov V. V., and Tsvetkov N. A. Structural and Phase Changes in the System Al-Si-Ti-B, Synthesized Using the Electron-Ion-Plasma Treatment Method. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 2017, v. 189 art. 012031, 6 p.
14. Apaydin N. and Smith R. W. Microstructural Characterization of Rapidly Solidified Al-Si Alloys. *Materials Science and Engineering*, 1988, v. 98, pp. 149 – 152.
15. Gaidarova V. Structure modification of rapidly solidified Al–11 wt% Si alloy by the addition of 2 wt% Fe, 2007, *Vacuum*, v. 81, pp. 1082 – 1087.
16. Gusakova O. V., Shepelevich V. G., Aleksandrov D. V., Starodumov I. O. Osobennosti formirovaniya struktury splavov Al–12.2Si–0.2Fe pri sverkhbystroy zakalke iz rasplava.[ Features of the formation of the structure of Al–12.2Si–0.2Fe alloys during ultra-fast quenching from the melt] *Rasplavy [Journal Melts]*, 2020, no. 2, pp. 138 – 148. (In Russ)
17. Qing Liu, Maowen Liu, Cong Xu, Wenlong Xiao, Hiroshi Yamagata, Shenghui Xie, Chaoli Ma. Effects of Sr, Ce and P on the microstructure and mechanical properties of rapidly solidified Al - 7Si alloys. *Materials Characterization*, 2018, v. 140, pp. 290 – 298.
18. Gusakova Olga, Shepelevich Vasiliy, Alexandrov Dmitri V., and Starodumov Ilya O. Formation of the microstructure of rapidly solidified hypoeutectic Al-Si alloy. *Eur. Phys. J. Special Topics*, 2020, v. 229, pp. 417 – 425.

19. Tong X. C. and Fang H. S. Microstructure Characteristics of a Rapidly Solidified Al-Si-Ti-Pb Alloy Materials Characterization, 1996, v. 37, pp. 95 – 104.
20. Johansen I. Mechanical properties of a rapidly solidified Al-Si-Ni-Mn alloy. Materials Science and Engineering, 1994, v. A179/A180, pp. 605 – 608.
21. Matsuura K., Kudoh M., Kinoshita H., Takahashi H. Precipitation of Si particles in a super-rapidly solidified Al-Si hypereutectic alloy. Materials Chemistry and Physics, 2003, V. 81, pp. 393 – 395.
22. Liao Hengcheng, Tang Yunyi, Suo Xiaojing, Li Guangjin, Hu Yiyun, Dixit Uday S., Petrov Pavel Dispersoid articles precipitated during the solutionizing course of Al-12wt%Si-4wt%Cu-1.2wt%Mn alloy and their influence on high temperature strength, Materials Science and Engineering A, 2017, v. 699, pp. 201 – 209. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.091>
23. Lin, G., Zhang, Z., Wang, H., Zhou, K., & Wei, Y. (2016). Enhanced strength and electrical conductivity of Al-Mg-Si alloy by thermo-mechanical treatment. Materials Science and Engineering: A, 2016, v. 650, pp. 210 – 217, doi:10.1016/j.msea.2015.10.050.
24. Long H.C., Chen J.H., Liu C.H., Li D.Z., Li Y.Y. The negative effect of solution treatment on the age hardening of A356 alloy. Materials Science and Engineering: A, 2013, v. 566, pp. 112 – 118.
25. Shepelevich V. G., Gusakova O.V., Gusakova S.V. Vliyaniye skorosti okhlazhdeniya na strukturno-fazovoye sostoyaniye splava Al – Si, legirovannogo metallami, [Influence of cooling rate on the structural-phase state of the Al – Si alloy alloyed with metals]. Fizika i khimiya obrabotki materialov [Physics and Chemistry of Materials Treatment], 2023, no. 2, pp. 63 – 72, DOI: 10.30791/0015-3214-2023-3-63-71. (In Russ)
26. Gusakova, O. Chemically partitionless crystallization in near-eutectic rapidly solidified Al-12, 6Si-0, 8Mg-0, 4Mn-0, 7Fe-0, 9Ni-1, 8Cu alloy. European Physical Journal: Special Topics, 2023, v. 232, Is. 8, pp. 1281-1291.
27. . Qian Xiaoming, Wang Zhaodong, Li Yong, Wang Yunfeng, Yan Peng Formation mechanism of  $\beta''$ -Mg<sub>5</sub>Si<sub>6</sub> and its PFZ in an Al-Mg-Si-Mn alloy:



Experiment and first-principles calculations. *Materials Characterization*, 2023, v. 197, art. 112617.

28. Grushko B., Urban K. and Freiburg Ch. An  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ -type Phase in the Al-Cu-Co system *Scripta Metallurgica*, 1991, v. 25, pp. 2533 – 2536.

29. Rzyman K., Moser Z. Calorimetric studies of the enthalpies of formation of  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ ,  $\text{AlNi}$  and  $\text{AlNi}_3$ . *Progress in Materials Science*, 2004, v. 49, pp. 581 – 606.

30. Du Yong, Chang Y.A., Huang Baiyun, Gong Weiping, Jin Zhanpeng, Xu Honghui, Yuan Zhaohui, Liu Yong, He Yuehui, Xie F.-Y. Diffusion coefficients of some solutes in fcc and liquid Al: critical evaluation and correlation *Materials Science and Engineering*, 2003, v. A363, pp. 140 – 151.

31. Parrini, L., & Schaller, R. Cu precipitation in  $\text{AlCu-Al}_2\text{O}_3$  metal matrix composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, v. 43(6), pp. 2149 – 2156. doi:10.1016/0956-7151(94)00443.