

УДК 538.91:539.90

## ВЛИЯНИЕ ЧАСТОТЫ ИМПУЛЬСНОГО МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА СТАРЕНИЕ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Al–Si–Cu–Fe

© 2021 г. Ю. В. Осинская<sup>1</sup>, А. В. Покоев<sup>1</sup>, С. Г. Магамедова<sup>1, \*</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования  
“Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева”, Самара, Россия

\*E-mail: ShakhbanovaSel@mail.ru

Поступила в редакцию 25.01.2021 г.

После доработки 25.02.2021 г.

Принята к публикации 29.03.2021 г.

Приведены данные по металлографии, микротвердости, параметрам решетки, параметрам тонкой структуры и фазовому составу алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe, отожженного при температуре 175°C, времени отжига 4 ч, в импульсном магнитном поле амплитудой напряженности 557.0 кА/м и частотой от 1 до 7 Гц и в его отсутствии. Сформулированы основные наблюдаемые закономерности изменения структуры и свойств материала в процессе отжига.

DOI: 10.31857/S0367676521070176

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время достоверно установлено, что на процесс твердения и упрочнения стареющих закаленных сплавов существенным образом влияют внешние воздействия – пластическая деформация, статическое и динамическое давление, ультразвуковое воздействие, корпускулярное облучение, малые добавки примесей и т.д. В последние годы наблюдается интерес к изучению влияния слабых магнитных полей на характеристики и свойства различных материалов. Под слабыми магнитными полями понимаются поля с магнитной энергией порядка  $E_m \approx \mu_B V \ll kT$  ( $\mu_B$  – магнетон Бора,  $V$  – индукция магнитного поля  $\sim 1$  Тл,  $k$  – постоянная Больцмана,  $T$  – абсолютная температура). Слабые магнитные поля могут влиять на микро- и макроскопические свойства различных диамагнитных материалов, и это получило название магнитоэластического эффекта (МПЭ). Под действием магнитных полей изменяются микротвердость, внутреннее трение, предел прочности и другие макроскопические свойства [1–3] в ионных кристаллах, полупроводниках, металлах, молекулярных кристаллах, полимерах и т.д.

В [4] установлено, что при искусственном старении закаленного технического сплава бериллиевой бронзы БрБ-2 в постоянном магнитном поле (МП) увеличение микротвердости может достигать  $\sim 30\%$ . Поскольку пластические свойства сплава при этом уменьшаются, наблюдаемый эффект можно определить как “отрицательный” МПЭ [1–3]. Интересно, что в импульсном магнитном поле (ИМП) с амплитудой 557.2 кА/м и

частоте импульсов от 1 до 7 Гц старение сплава бериллиевой бронзы БрБ-2 при идентичных условиях приводит к “положительному” МПЭ, величина которого достигает  $\sim 20\%$  [5]. Представляет интерес выяснение степени общности эффекта влияния наложения ИМП на свойства других металлических сплавов, в частности, на алюминиевый сплав Al–Si–Cu–Fe.

В связи с этим, целью данной работы является комплексное экспериментальное исследование влияния частоты ИМП на микроструктуру, микротвердость, параметры тонкой структуры и фазовый состав состаренного закаленного алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe.

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В табл. 1 представлены режимы термомагнитной обработки для алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe. Отжиг образцов проводился в ИМП и без него в вакуумной камере при давлении остаточных паров  $10^{-3}$  Па.

Ниже приводятся основные результаты, полученные комплексом следующих методов исследования: металлографического, рентгеноструктурного и рентгенофазового анализов и измерения микротвердости с компьютерной обработкой результатов измерений.

Металлографические измерения выполнены на оптическом металлографическом микроскопе МИМ–8М. Размер зерна определяли с помощью программы “ВидеоТестРазмер-5.0”. В табл. 2 представлены результаты расчета доли площади темных

**Таблица 1.** Режимы термической и термомагнитной обработок алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe

Температура закалки, °С	Время выдержки, ч	Температура старения, °С	Время старения, ч	Напряженность ИМП, кА/м	Частота ИМП, Гц
535	2	175	4	557.2	1–7

**Таблица 2.** Доля площади в %, приходящейся на темные участки, от общей площади металлографического шлифа

Время отжига $t$ , ч	Амплитуда напряженности $H$ , кА/м	Частота ИМП $\nu$ , Гц	Доля площади, %
Исходное состояние	–	–	48
Закалка 535°С (2 ч) → 20°С	–	–	51
4	0	0	16
Частотная зависимость			
4	557.2	1	45
		2	47
		3	52
		4	51
		5	49
		6	48
		7	42

участков от общей площади металлографического шлифа, а на рис. 1 представлены типичные фотографии, снятые с поверхности образцов.

Микротвердость измеряли с помощью микротвердомера HAUSER при нагрузке 100 г и времени нагружения – 7 с. Каждое значение микротвердости получали усреднением по 30 измерениям. Относительная ошибка среднего значения микротвердости составила 1–3%.

Рентгеновский анализ проводили в  $CoK_{\alpha}$ -излучении на дифрактометре ДРОН-2, оснащенный аппаратно-программным комплексом управления, регистрации и обработки результатов измерений. Режимы рентгено съемки: анодный ток – 20 мА; напряжение на рентгеновской трубке – 30 кВ; скорость движения счетчика – 0.2 и 0.4°/мин; щели: 0.5–4–0.5. Относительная ошибка отдельного измерения параметра решетки составила 0.03%.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

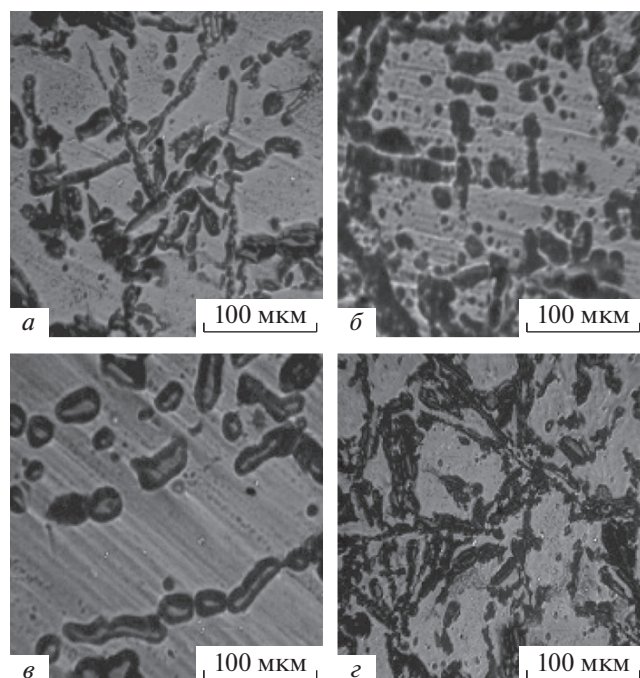
Металлографические исследования проводились на образцах алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe в исходном состоянии (состояние поставки), после закалки и отжига. На рис. 1 представлены типичные фотографии, снятые с поверхности образцов, а в табл. 2 – доля площади в %, приходящейся на темные участки, от общей площади металлографического шлифа.

В исходном состоянии (рис. 1а) на поверхности металлографического шлифа наблюдаются светлые и темные участки, которые идентифицируются как фазы  $\alpha$ -твердого раствора на основе алюминия и кремния с элементами эвтектики (Al + Si). Согласно табл. 2 площадь, соответствующая темным участкам, составляет 48% общей площади. Структурные составляющие ярко выражены и имеют различную ориентировку по отношению к поверхности шлифа.

После закалки сплава (рис. 1б) структурные составляющие стали более округлой формы и равномерно распределились по поверхности шлифа. Площадь темных участков практически не изменилась и равна 51%.

Старение сплава без наложения поля длительностью 4 ч (рис. 1в) приводит к существенным изменениям микроструктуры сплава, темные участки на поверхности шлифа приобретают вытянутую форму, а их площадь значительно уменьшается по сравнению с закаленным состоянием и составляет 16% от общей площади.

При наложении ИМП на старение сплава длительностью 4 ч (рис. 1г) форма темных участков микроструктуры сплава по-прежнему остается вытянутой и приобретает игольчатую форму, а их площадь увеличивается и занимает от 37 до 49% поверхности шлифа. Таким образом, наложение ИМП на старение сплава приводит к увеличению



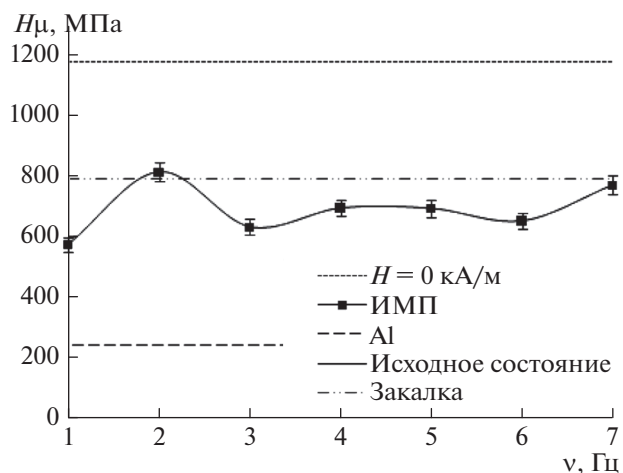
**Рис. 1.** Типичные фотографии, снятые с поверхности образцов алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe (*a* – исходное состояние; *б* – закалка 535°C (2 ч) в воду 20°C; *в* – отжиг 4 ч, 0 кА/м; *г* – отжиг 4 ч, 557.2 кА/м, 6 Гц).

площади темных структурных составляющих от 1.1 до 2.5 раз.

Результаты измерений влияния частоты ИМП на микротвердость алюминиевых сплавов представлены на рис. 2, из которого видно, что в закаленном состоянии среднее значение микротвердости составляет 610 МПа. После закалки значение микротвердости увеличилось и достигло своего значения 790 МПа. Полученное значение микротвердости согласуется с литературными данными [6], что свидетельствует о достоверности результатов настоящей работы.

Старение при температуре 175°C и времени 4 ч приводит к увеличению микротвердости исследуемого сплава. Это объясняется тем, что при старении металлического сплава выделяются фазы (в частности, Mg<sub>2</sub>Si), которые тормозят движение дислокаций и тем самым, приводят к возрастанию прочностных свойств сплава [7].

Наложение ИМП амплитудой напряженности 557.2 кА/м и частотой от 1 до 7 Гц длительностью 4 ч приводит к уменьшению микротвердости до 51%, при этом пластические свойства сплава возрастают. Наблюдается, так называемый, положительный магнитоэластический эффект (МПЭ) [2–4]. Кроме этого, при частоте 2 и 7 Гц наблюдается максимальные значения микротвердости. Уменьшение микротвердости можно связать с тем,



**Рис. 2.** Зависимость микротвердости алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe от частоты ИМП при времени старения 4 ч.

что при наложении ИМП структура сплава испытывает значительные изменения и становится более совершенной, однородной и менее искаженной, как показали результаты рентгенофазового анализа, приведенные ниже. Вследствие этого, движущие дислокации встречают на своем пути меньшее количество препятствий (фазы, границ зерен и т.д.), и сплав становится более пластичным.

В совокупности с данными металлографического анализа уменьшение микротвердости в ИМП можно объяснить следующим образом: при старении атомы кремния частично покидают α-твердый раствор на основе алюминия (светлые участки), при чем этот процесс идет более интенсивно при наложении ИМП, так как площадь темных участков поверхности шлифа в ИМП больше, чем без него. В следствии чего, обедненные кремнием светлые участки металлографического шлифа становятся более мягкими, чем темные, в результате этого микротвердость сплава уменьшается.

Большую информацию о структуре исследуемого материала несут сведения о параметре решетки. В связи с этим, проведен рентгенографический анализ (РГА) образцов, отожженных в ИМП при частоте от 1 до 7 Гц и без него. На рис. 3 представлена частотная зависимость параметра решетки при температуре отжига 175°C и времени отжига 4 ч, построенная по результатам расчета по линии (311). Данные, полученные методом РГА, дают представление о полной картине изменения параметра решетки исследуемого материала.

Из рис. 3 видно, что после закалки от 535°C (2 ч) в воду, параметр решетки сплава больше параметра решетки чистого алюминия и составляет

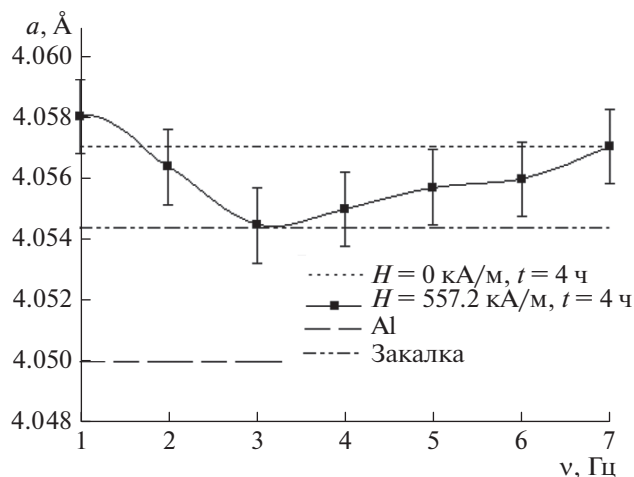


Рис. 3. Зависимость параметра решетки алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe от частоты ИМП.

4.054 Å; это связано с наличием в твердом растворе алюминия атомов кремния и магния, которые являются примесью внедрения и замещения, соответственно.

В процессе старения сплава происходит перераспределение атомов кремния между  $\alpha$ -твердым раствором на основе алюминия и фазой кремния, в результате чего значения параметра решетки сплава увеличиваются по сравнению с закаленным состоянием, что наглядно видно на рис. 3.

Параметр решетки сплава, состаренного в ИМП, имеет тенденцию к уменьшению своего значения по сравнению с параметром решетки сплава, состаренного без поля. Однако анализ результатов позволил сделать вывод, что с изменением частоты ИМП в интервале от 1 до 7 Гц параметр решетки практически не изменяется.

Методом аппроксимации (рис. 4) было установлено, что значения средних размеров блоков когерентного рассеяния при наложении ИМП всегда больше, чем в его отсутствие, а значения величин относительных микродеформаций и плотности дислокаций при наложении поля ниже, чем значения, полученные без него. Это свидетельствует о том, что структура сплава при наложении ИМП становится менее искаженной, чем в его отсутствие.

Кроме этого, из рис. 2 и 4 видно, что наблюдается корреляция между частотными зависимостями микротвердости и частотными зависимостями параметров тонкой структуры, а именно: максимальным значениям микротвердости соответствуют минимальные размеры блоков когерентного рассеяния и максимальные значения плотности дислокаций и величин относительных микродеформаций.

Стоит отметить, что при старении сплава в течение 4 ч без наложения ИМП значения средних размеров блоков когерентного рассеяния составляют порядка 74 нм, данный факт имеет большое научное и практическое значение для получения наноматериалов с заданными свойствами.

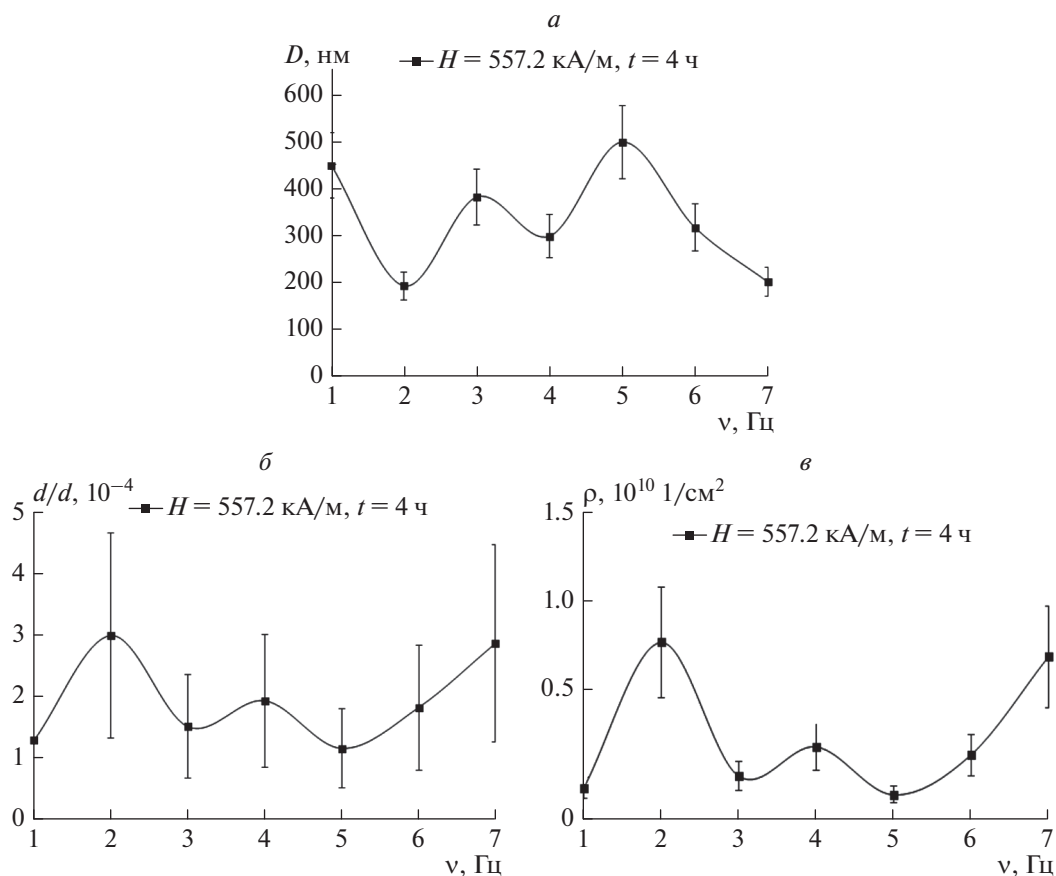
Относительная ошибка отдельного измерения среднего блока когерентного рассеяния, плотности дислокаций и величины относительной микродеформации составляет 15, 50 и 30% соответственно.

В результате проведенного РФА по дифрактограммам исследуемых образцов получены данные об интенсивностях дифракционных линий, межплоскостных расстояниях и полуширине линий каждого образца. По полученным данным были идентифицированы фазы, выделившиеся в процессе старения в ИМП и без него.

На дифрактограммах исходного и закаленного образцов наблюдаются линии  $\alpha$ -твердого раствора на основе алюминия, которые смещены в сторону меньших углов относительно линий чистого алюминия. Данное смещение линий обусловлено наличием в твердом растворе алюминия атомов кремния, которые являются примесью внедрения. Атомы кремния располагаются в междоузлиях кристаллической решетки алюминия, что приводит к увеличению параметра решетки сплава и, как следствие, к смещению линий на дифрактограммах. Так же обнаруживаются линии, соответствующие фазе  $Mg_2Si$  и чистому кремнию. Кроме этого, интенсивность всех линий уменьшается, а их полуширина увеличивается, что свидетельствует о искаженности кристаллической решетки сплава в связи с наличием примесей.

Отжиг 4 ч без наложения поля приводит к уменьшению интенсивности всех наблюдаемых линий до 2 раз и их уширению. Данный факт указывает о большей искаженности кристаллической решетки, связанной с процессами старения и перестройки структуры. Кроме этого, во всем интервале времен старения наблюдается наличие фазы  $Mg_2Si$  и чистого кремния. Также, во всем исследованном временном интервале наблюдается смещение линий  $\alpha$ -твердого раствора на основе алюминия в сторону меньших углов, что связано с увеличением параметра решетки сплава.

Наложение ИМП амплитудой напряженности 557.2 кА/м и частотой от 1 до 7 Гц длительностью 4 ч приводит практически всегда к увеличению интенсивности всех наблюдаемых линий до 4 раз (линий  $\alpha$ -твердого раствора на основе алюминия, кремния и  $Mg_2Si$ ) и уменьшению их полуширины, что свидетельствует о формировании более совершенной и однородной структуры сплава. Также, во всем исследованном частотном интервале наблюдается смещение линий  $\alpha$ -твердого раствора на основе алюминия, кремния и  $Mg_2Si$  в



**Рис. 4.** Параметры тонкой структуры алюминиевого сплава Al–Si–Cu–Fe (*a* – частотная зависимость среднего размера когерентно-рассеивающего блока; *б* – частотная зависимость величины относительной микродеформации; *в* – частотная зависимость плотности дислокаций).

сторону больших углов, что связано с уменьшением параметра решетки сплава.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Впервые выполнено комплексное экспериментальное исследование влияния ИМП амплитудой напряженности 557.2 кА/м в интервале частот от 1 до 7 Гц, времени старения 4 ч, температуре отжига 175°C на микроструктуру, микротвердость, параметра решетки, параметра тонкой структуры и фазообразования в алюминиевом сплаве Al–Si–Cu–Fe.

Металлографический анализ показал, что при наложении ИМП частотой от 1 до 7 Гц площадь темных структурных составляющих, соответствующих чистому кремнию с элементами эвтектики, увеличилась до 3 раз.

Наблюдается положительный МПЭ, приводящий к уменьшению микротвердости до 51%, при этом пластические свойства сплава возрастают.

Метод рентгенографического анализа показал, что наложение ИМП на старение алюминиевого

сплава Al–Si–Cu–Fe не приводит к существенным изменениям параметра решетки, но наблюдается тенденция к его уменьшению по сравнению с параметром решетки сплава, состаренного без наложения магнитного поля.

Старение сплава в течение 4 ч без наложения ИМП значения средних размеров блоков когерентного рассеяния составляют порядка 74 нм, данный факт имеет большое научное и практическое значение для получения наноматериалов с заданными свойствами.

Обнаружено, что значения средних размеров блоков когерентного рассеяния при наложении ИМП всегда больше, чем в его отсутствие, а значения величин относительных микродеформаций и плотности дислокаций при наложении поля ниже, чем значения, полученные без него. Это свидетельствует о том, что структура сплава при наложении ИМП становится менее искаженной, чем в его отсутствии.

Наблюдается корреляция между частотными зависимостями микротвердости и частотными зависимостями параметров тонкой структуры, а

именно: максимальным значениям микротвердости соответствуют минимальные размеры блоков когерентного рассеяния и максимальные значения плотности дислокаций и величин относительных микродеформаций.

Старение сплава без наложения ИМП приводит к уменьшению интенсивности до 2 раз и уширению всех линий ( $\alpha$ -твердого раствора на основе алюминия, фазы  $Mg_2Si$  и чистого кремния), наблюдаемых на дифрактограммах. Это указывает о искаженности решетки, связанной с процессами старения и перестройкой структуры.

Наложение ИМП амплитудой напряженности 557.2 кА/м и частотой от 1 до 7 Гц длительностью 4 ч приводит практически всегда к увеличению интенсивности всех наблюдаемых линий до 4 раз (линий  $\alpha$ -твердого раствора на основе алюминия, кремния и  $Mg_2Si$ ) и уменьшению их полушири-

ны, что свидетельствует о формировании более совершенной и однородной структуры.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Альшиц В.И., Даринская Е.В., Колдаева М.В. и др. // Кристаллография. 2003. Т. 48. С. 838.
2. Головин Ю.И. // ФТТ. 2004. Т. 46. №. 5. С. 769; Golovin Yu.I. // Phys. Sol. St. 2004. V. 46. No. 5. P. 789.
3. Моргунов Р.Б. // УФН. 2004. Т. 174. № 2. С. 131; Morgunov R.B. // Phys. Usp. 2004. V. 47. P. 125.
4. Post R., Osinskaya J.V., Divinski S.V. et al. // Defect Diffus. Forum. 2018. V. 383. P. 173.
5. Осинская Ю.В., Петров С.С., Покоев А.В. // Изв. СамНЦ РАН. 2009. Т. 11. № 5. С. 56.
6. Белов Н.А., Савченко С.В., Хван А.В. Фазовый состав и структура силуминов: Справочное издание. М.: МИСиС, 2008.
7. Бунин К.П., Баранов А.А. Металлография. М.: Металлургия, 1970.

### Influence of the pulsed magnetic field frequency on the aging of Al–Si–Cu–Fe aluminum alloy

J. V. Osinskaya<sup>a</sup>, A. V. Pokoev<sup>a</sup>, S. G. Magamedova<sup>a, \*</sup>

<sup>a</sup>Samara National Research University, Samara, 443086 Russia

\*e-mail: ShakhbanovaSel@mail.ru

We present data on metallography, microhardness, lattice parameters, fine structure parameters and phase composition of Al–Si–Cu–Fe aluminum alloy annealed at a temperature of 175°C, annealing time of 4 hours, in a pulsed magnetic field with a strength amplitude of 557.0 kA/m and a frequency of 1 to 7 Hz and in its absence. The main observed patterns of changes in the structure and properties of the material during annealing are formulated.