

МИКРОСТРУКТУРА И МИКРОТВЕРДОСТЬ БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШЕЙ ФОЛЬГИ СПЛАВА In – 21 ат. % Bi ПРИ СТАРЕНИИ

В. Г. ШЕПЕЛЕВИЧ¹⁾, Л. П. ЩЕРБАЧЕНКО²⁾

¹⁾Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Республика Беларусь

²⁾Брестский государственный технический университет, ул. Московская, 267, 224017, г. Брест, Республика Беларусь

Отмечается, что быстрозатвердевший сплав In – 21 ат. % Bi получен кристаллизацией капли расплава на внутренней полированной поверхности медного цилиндра, вращающегося с линейной скоростью 15 м/с. Расчетная скорость охлаждения жидкой фазы составляет 10^5 К/с. Сплав состоит из In и соединения In_2Bi и имеет микрокристаллическую структуру. Толщина фольги – 30–70 мкм. Представлены результаты исследования микроструктуры и микротвердости быстрозатвердевшей фольги. Установлено, что микроструктура быстрозатвердевшего сплава изменяется в результате старения при комнатной температуре: происходит укрупнение выделений фаз, удельная поверхность межфазных границ уменьшается, но объемные доли фаз сохраняются. Микротвердость быстрозатвердевшей фольги монотонно увеличивается более чем в два раза при старении сплава.

Ключевые слова: микроструктура; эвтектический сплав; микротвердость; высокоскоростная кристаллизация; удельная поверхность межфазной границы.

MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF THE RAPIDLY SOLIDIFIED FOILS OF In – 21 at. % Bi ALLOY AS A RESULT OF AGING

V. G. SHEPELEVICH^a, L. P. SHCHERBACHENKO^b

^aBelarusian State University, Nezavisimosti avenue, 4, 220030, Minsk, Republic of Belarus

^bBrest State Technical University, Moskovskaya street, 267, 224017, Brest, Republic of Belarus

Rapidly solidified alloy In – 21 at. % Bi was prepared with crystallization of melt drop on inner surface of quickly revolving copper cylinder. Linear speed of the crystallizer 15 m/s. Results of investigation of the rapidly solidified foils are presented. The alloy consists from In and compound In_2Bi and has microcrystalline structure. It's established microstructure of rapidly solidified alloy In – 21 at. % Bi changes during aging at room temperature. Size of the phases increases, the specific surface of the interphase boundary decreases during aging but volume parts of the phase are conserved. Microhardness of the rapidly solidified foils increases more than twice.

Key words: microstructure; eutectic alloy; microhardness; high-speed crystallization; specific surface of the interphase.

В рамках исследований, направленных на разработку новых бессвинцовых припоев, большой интерес вызывают сплавы систем Bi – Sn, In – Bi, In – Sn [1–3], на основе которых могут быть созданы припой с низкой температурой плавления. Одним из таких легкоплавких сплавов является эвтектический сплав In – 21 ат. % Bi. Однако высокая стоимость индия и олова, а также тенденция уменьшения

Образец цитирования:

Шепелевич В. Г., Щербаченко Л. П. Микроструктура и микротвердость быстрозатвердевшей фольги сплава In – 21 ат. % Bi при старении // Вестн. БГУ. Сер. 1, Физика. Математика. Информатика. 2016. № 2. С. 17–20.

For citation:

Shepelevich V. G., Shcherbachenko L. P. Microstructure and microhardness of the rapidly solidified foils of In – 21 at. % Bi alloy as a result of aging. *Vestnik BGU. Ser. 1, Fiz. Mat. Inform.* 2016. No. 2. P. 17–20 (in Russ.).

Авторы:

Василий Григорьевич Шепелевич – доктор физико-математических наук; профессор кафедры физики твердого тела физического факультета.

Лилия Павловна Щербаченко – аспирантка кафедры физики твердого тела физического факультета. Научный руководитель – В. Г. Шепелевич.

Authors:

Vasili Shepelevich, doctor of science (physics and mathematics); professor at the department of solid state physics, faculty of physics.

shepelevich@bsu.by

Liliya Shcherbachenko, postgraduate student at the department of solid state physics, faculty of physics.

sch_liliya@mai.ru

размера паяных соединений указывают на целесообразность получения легкоплавких сплавов с помощью ресурсосберегающих технологий [4, 5], к которым относится высокоскоростное затвердевание, позволяющее получать пленки в сильнонеравновесных условиях кристаллизации, что вызывает нестабильность их структуры и свойств уже при комнатной температуре [1, 6–8]. В связи с этим исследование микроструктуры и микротвердости быстрозатвердевшего сплава In – 21 ат. % Bi, близкого к эвтектическому, в зависимости от времени выдержки его при комнатной температуре (старении) имеет научное и практическое значение.

Сплав In – 21 ат. % Bi получен сплавлением компонентов чистотой не хуже 99,999 9 % в кварцевой ампуле. Быстрозатвердевшая фольга сплава была изготовлена путем кристаллизации капли расплава (~0,2 г) на внутренней полированной поверхности вращающегося медного цилиндра диаметром 20 см. Линейная скорость поверхности цилиндра составляла 15 м/с, скорость охлаждения расплава, согласно расчетам [9], достигает $\approx 10^5$ K/с. Методом высокоскоростной кристаллизации была получена фольга длиной до 10 см и шириной до 1 см. Исследование структуры и свойств проводилось на фольге толщиной 30–70 мкм.

Микроструктура фольги изучалась с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) LEO-1455 VP (Carl Zeiss, Германия), оснащенного приставкой фазового анализа HKL Channel 5. Металлографические исследования проводились методом случайных секущих [10] с относительной погрешностью не более 10 %.

Согласно результатам рентгенографии быстрозатвердевшая фольга сплава In – 21 ат. % Bi является двухфазной, о чем свидетельствует появление на дифрактограмме сплава дифракционных линий твердого раствора Bi в In (002, 110, 112, 200, 103, 211, 202, 213) и соединения In_2Bi (0002, $11\bar{2}0$, $10\bar{1}2$, $11\bar{2}2$, $20\bar{2}2$, $22\bar{4}2$) [11]. Изображение микроструктуры поперечного сечения быстрозатвердевшей фольги сплава In – 21 ат. % Bi представлено на рис. 1. На снимке наблюдаются светлые и темные области, обогащенные In и Bi, что свидетельствует о выделениях различных фаз. Методом рентгеноспектрального микроанализа установлено, что белая область соответствует соединению In_2Bi , темная – In.

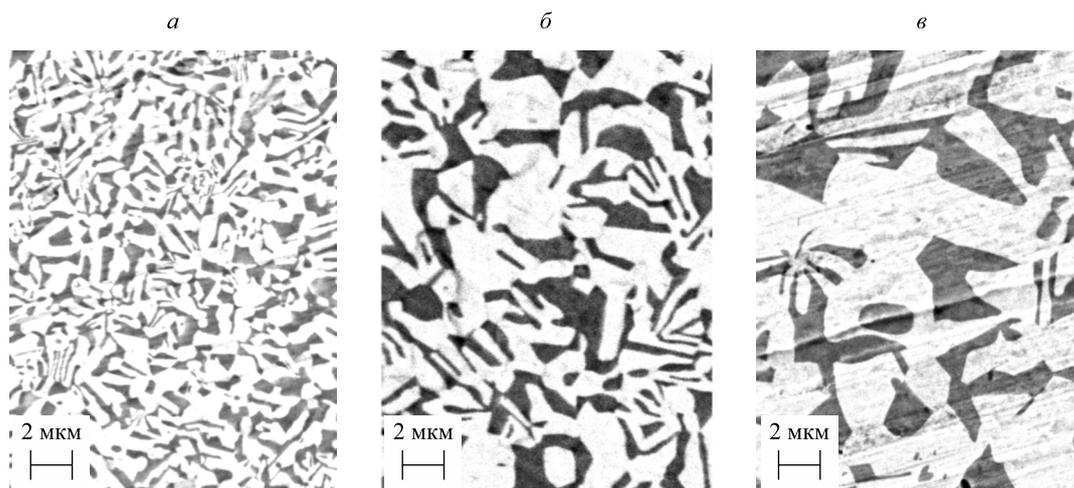


Рис. 1. Изображение микроструктуры фольги сплава In – 21 ат. % Bi при различном времени (ч) выдержки при комнатной температуре: а – 1,5; б – 29; в – 122

В процессе старения быстрозатвердевшей фольги сплава In – 21 ат. % Bi у ее микроструктуры меняются параметры, характер этих изменений демонстрирует рис. 1. В результате исследования было установлено, что объемная доля обеих фаз в процессе старения фольги сплава In – 21 ат. % Bi изменяется в пределах погрешности и для соединения In_2Bi составляет ~0,67, а для In – ~0,33.

Распределение хорд случайных секущих, расположенных на сечении In, по размерным группам приведено на рис. 2. Его максимум для фазы In в фольге, для которой время старения составляет 1,5 ч, приходится на размерную группу 0,0–0,4 мкм. Затем при увеличении времени выдержки происходит перераспределение частиц по размерным группам и распределение становится более растянутым. В результате для фольги, время выдержки которой составляет 29 и 122 ч, максимум распределения приходится на размерные группы 0,4–0,8 и 0,8–1,2 мкм соответственно. Аналогичное распределение хорд случайных секущих на сечениях и его изменение при старении наблюдаются и для фазы In_2Bi .

Средние размеры хорд (d) случайных секущих для фольги, время выдержки которой составляет 1,5 ч, равны: $d_{In_2Bi} = 1,5$ мкм, $d_{In} = 0,6$ мкм. По истечении времени выдержки 122 ч происходит укрупнение выделений обеих фаз, в результате чего средний размер хорд случайных секущих достигает значения

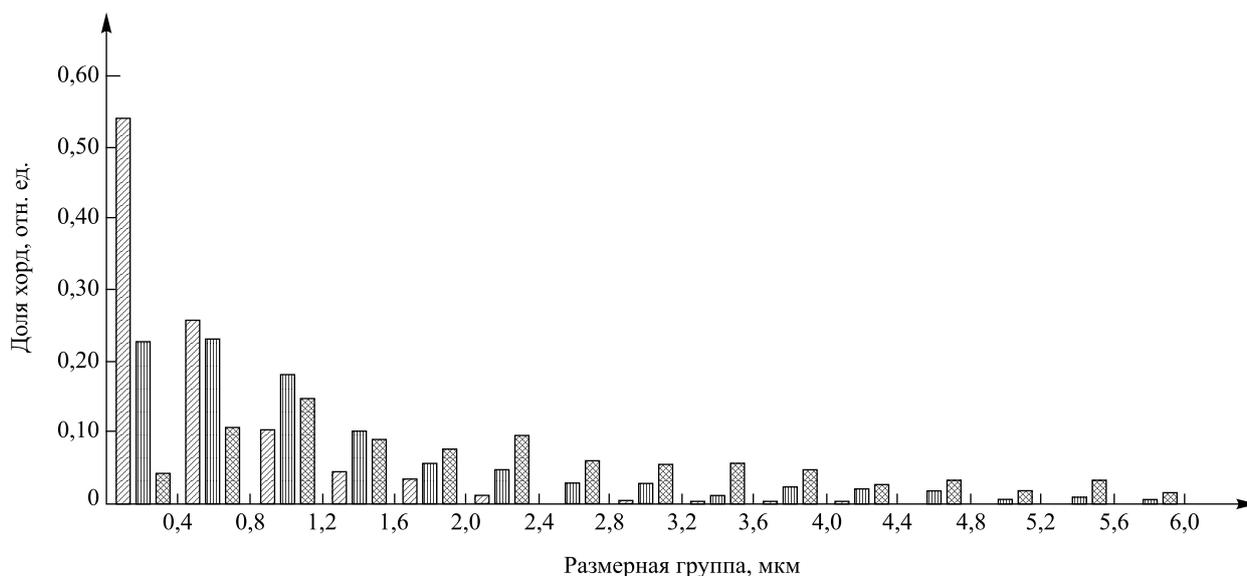


Рис. 2. Распределение хорд случайных секущих на сечениях In фольги сплава In – 21 ат. % Bi в случае выдержки их при комнатной температуре: ▨ – 1,5 ч; ▩ – 29 ч; ▮ – 122 ч

$d_{In,Bi} = 3,1$ мкм, $d_{In} = 1,7$ мкм. Удельная поверхность (S) в течение 40 ч после изготовления фольги уменьшается от значения $1,8 \text{ мкм}^{-1}$ примерно в 2 раза и достигает $0,9 \text{ мкм}^{-1}$, а затем наступает насыщение. Зависимости среднего размера хорд случайных секущих и удельной поверхности от времени выдержки фольги при комнатной температуре приведены на рис. 3, а и б, соответственно. Наблюдаемое изменение микроструктуры можно объяснить тем, что из-за низкой температуры плавления сплава In – 21 ат. % Bi в нем при комнатной температуре активно протекают диффузионные процессы, вызывающие миграцию границ зерен и фаз, и, как следствие, происходит укрупнение (огрубление) структуры.

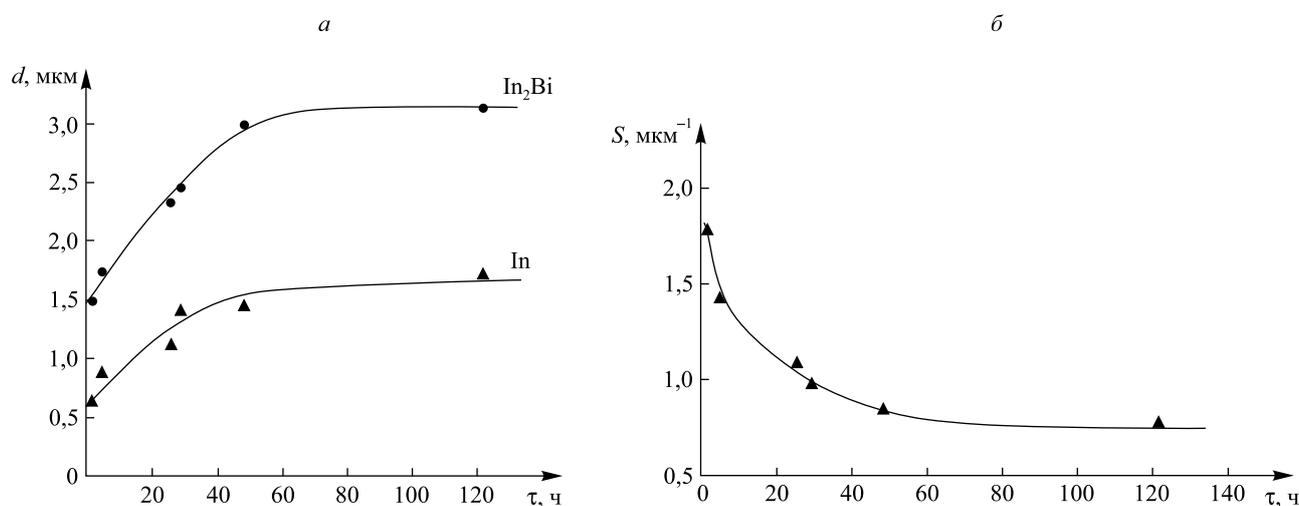


Рис. 3. Зависимости среднего размера (d) хорд случайных секущих (а) и удельной поверхности (S) (б) от времени выдержки фольги при комнатной температуре

В процессе выдержки фольги при комнатной температуре в течение 25 сут микротвердость (H_{μ}) монотонно повышается, а затем наступает ее насыщение (рис. 4). При этом микротвердость фольги возрастает от 15 до 34 МПа. Поведение микротвердости при увеличении времени выдержки при комнатной температуре находится в корреляционной зависимости от изменения среднего размера хорд. Аналогичное изменение микротвердости наблюдалось для фольги сплавов In – 56 ат. % Bi и In – 47 ат. % Sn [1, 8]. При измерении микротвердости происходит пластическая деформация сплава In – 21 ат. % Bi, которой способствуют внутризеренные сдвиги и зернограничное проскальзывание, так как комнатная температура выше $0,5 T_m$ ($T_m = 245 \text{ К}$ – температура начала плавления сплава) [12–14]. Границы зерен, сформированные при кристаллизации в сильнонеравновесных условиях, несовершенны, имеют

рыхлую структуру, что является одной из причин зернограничного проскальзывания [15]. При комнатной температуре в исследуемом сплаве активно протекают диффузионные процессы, которые улучшают структуру и стабильность границ зерен. Происходит также уменьшение удельной поверхности границ зерен и межфазных границ. Вследствие этого вклад зернограничного проскальзывания в общую величину деформации уменьшается, что и обуславливает увеличение микротвердости.

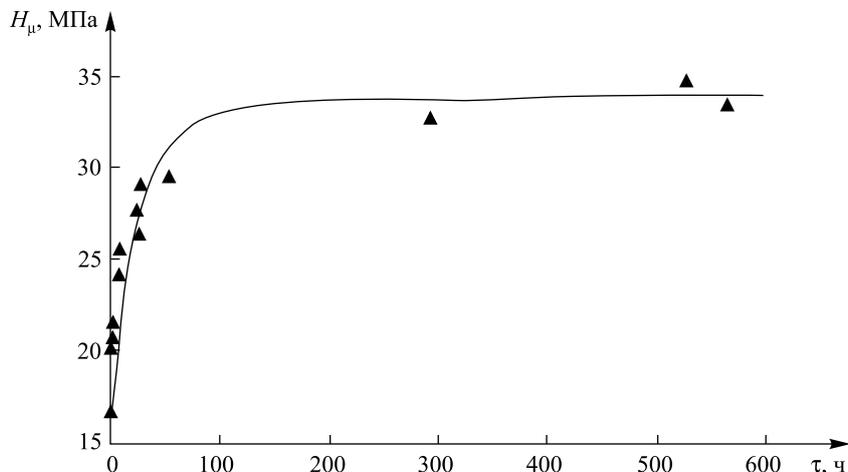


Рис. 4. Зависимость микротвердости от времени выдержки фольги сплава In – 21 ат. % Вi при комнатной температуре

Таким образом, при сверхбыстрой закалке образуется дисперсная структура фольги сплава In – 21 ат. % Вi, состоящая из In и промежуточной фазы In_2Bi . При старении фольги наблюдаются укрупнение выделений обеих фаз и, как следствие, уменьшение удельной поверхности межфазной границы. Объемная доля обеих фаз в процессе старения фольги сплава In – 21 ат. % Вi изменяется в пределах погрешности и для фазы In_2Bi составляет $\sim 0,67$, а для фазы In – $\sim 0,33$. Повышение микротвердости фольги в 2 раза происходит в течение 40 сут.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК (REFERENCES)

1. Шепелевич В. Г., Щербаченко Л. П. Микроструктура и микротвердость быстрозатвердевшего сплава In – 56 ат. % Вi // Физика и химия обработки материалов. 2014. № 4. С. 52–57 [Shepelevich V. G., Shcherbachenko L. P. Microstructure and microhardness of rapidly solidified alloy In – 56 at. % Bi. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*. 2014. No. 4. P. 52–57 (in Russ.)].
2. Milosavljevic A., Zivkovic D., Kamberovic Z. Structural characteristics of some ternary Ag – In – Sn alloys // *Assoc. Metall. Eng. Serbia*. 2008. Vol. 14, № 3. P. 161–167 [Milosavljevic A., Zivkovic D., Kamberovic Z. Structural characteristics of some ternary Ag – In – Sn alloys. *Assoc. Metall. Eng. Serbia*. 2008. Vol. 14, No. 3. P. 161–167 (in Engl.)].
3. Abd El-Salam F., Abd El-Khalek A. M., Nada R. H., Fawzy A. Effect of silver addition on the creep parameters of Sn – 7 wt % Bi alloy during transformation // *Mater. Charact.* 2008. Vol. 59, № 1. P. 9–17 [Abd El-Salam F., Abd El-Khalek A. M., Nada R. H., Fawzy A. Effect of silver addition on the creep parameters of Sn – 7 wt % Bi alloy during transformation. *Mater. Charact.* 2008. Vol. 59, No. 1. P. 9–17 (in Engl.)].
4. Васильев В. А., Митин Б. С., Пашков И. Н., Серов М. М., Скуридин А. А., Лукин А. А., Яковлев В. Б. Высокоскоростное затвердевание расплавов (теория, технология и материалы) / под ред. Б. С. Митина. М., 1998.
5. Гусакова О. В., Шепелевич В. Г. Быстрозатвердевшие сплавы олова. Минск, 2012.
6. Гусакова О. В., Шепелевич В. Г. Структура и свойства быстрозатвердевших фольг сплавов Sn – Bi // *Изв. РАН. Сер. физ.* 2008. Т. 72, № 11. С. 1588–1590 [Gusakova O. V., Shepelevich V. G. Structure and properties of ultrafast-quenched Sn – Bi foils. *Izvest. RAN. Ser. Fizicheskaya = Bull. Russ. Acad. Sci.: Phys.* 2008. Vol. 72, No. 11. P. 1588–1590 (in Russ.)].
7. Шепелевич В. Г., Гусакова О. В. Распад пересыщенных твердых растворов тонких фольг сплавов системы Sn – Bi // *Физика металлов и металловедение*. 2009. Т. 108, № 3. С. 306–312 [Shepelevich V. G., Gusakova O. V. The collapse of the supersaturated solid solution of thin foils of alloys Sn – Bi. *Fizika met. i metalloved. = Phys. Met. Metallogr.* 2009. Vol. 108, No. 3. P. 306–312 (in Russ.)].
8. Shepelevich V. G., Shcherbachenko L. P. The microstructure and microhardness of rapidly solidified foils of eutectic alloy In – 47 at. % Sn // *Br. J. Sci., Educ. and Cult.* 2015. Vol. 3, № 1 (7). P. 863–871 [Shepelevich V. G., Shcherbachenko L. P. The microstructure and microhardness of rapidly solidified foils of eutectic alloy In – 47 at. % Sn. *Br. J. Sci., Educ. and Cult.* 2015. Vol. 3, No. 1 (7). P. 863–871 (in Engl.)].
9. Мирошниченко И. С. Закалка из жидкого состояния. М., 1982.
10. Чернявский К. С. Стереология в металловедении. М., 1977.
11. Горелик С. С., Расторгуев Л. Н., Скаков Ю. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализы. М., 1963.
12. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М., 1972.
13. Грабский М. В. Структура границ зерен в металлах. М., 1972.
14. Кайбышев О. А., Валиев Р. З. Границы зерен и свойства металлов. М., 1987.
15. Бокштейн Б. С., Капецкий Ч. В., Швиндермен Л. С. Термодинамика и кинетика зерен в металлах. М., 1986.

Статья поступила в редакцию 21.12.2015.
Received by editorial board 21.12.2015.