

ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЕГИРУЮЩЕГО ЭЛЕМЕНТА В БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШИХ СПЛАВАХ Al-Sb С ПРИМЕНЕНИЕМ УСКОРЕННЫХ ИОНОВ ГЕЛИЯ

И.И.Ташлыкова-Бушкевич

Белорусский государственный университет, пр. Ф.Скорины 4, 220080 г. Минск, Беларусь

Распределение легирующего элемента в быстрозатвердевших сплавах Al-Sb исследовалось с применением ускоренных ионов ^4He . Найдено, что в тонком (0.04-0.06 мкм) слое на обеих поверхностях быстрозатвердевших фольг сплавов Al-Sb содержание Sb превышает эвтектическую концентрацию. При этом концентрация Sb на свободной поверхности быстрозатвердевших фольг выше, чем на контактирующей с барабаном поверхности. Обнаружены дополнительные осцилляции концентрации Sb по всей толщине исследуемых слоев быстрозатвердевших сплавов Al-Sb. Характер осцилляций в слоях у обеих поверхностей фольг, как и в сплавах с разной концентрацией Sb различен.

I. Введение

Возможность получения с помощью процесса сверхбыстрой закалки из расплава (СБЗР) (скорости охлаждения при затвердевании из расплава превышают 10^5 К/с) новых микроструктур и улучшения свойств многих металлических сплавов привлекает существенный научный и технологический интерес к его использованию [1,2]. В настоящее время имеется значительное количество публикаций по методам СБЗР металлов и сплавов, однако только в сравнительно небольшом количестве работ исследуется распределение легирующих элементов после процесса затвердевания в объеме быстрозатвердевших сплавов. В известных экспериментальных исследованиях для качественного анализа состава сплава применены просвечивающая электронная микроскопия, электронный микроскопический микроанализ, ОЖЭ- спектроскопия, рентгеновский дифракционный анализ [3-8]. Целью настоящей работы было проведение количественного послойного анализа состава быстрозатвердевших фольг сплава Al-Sb, который является простой бинарной системой [8]. Распределение сурьмы в быстрозатвердевших фольгах изучалось используя взаимодействие ускоренных ионов ^4He с образцами сплавов Al-Sb. Известно, что метод резерфордовского обратного рассеяния (POP) ионов ^4He позволяет профилировать примеси без разрушения мишени в приповерхностном слое образцов [9].

II. Методы исследования

Сплавы Al-Sb с расчетным содержанием от 0.2 до 3.2 ат. % сурьмы готовили в кварцевых ампулах, наполненных азотом, при нагревании смеси компонентов до 700°C . Быстрозатвердевшие фольги (скорость охлаждения расплава не ниже 10^5 К/с) получались путем выплескивания на внутреннюю поверхность вращающегося медного цилиндра. Толщина фольг была 30-60 мкм, ширина - 5-10 мм. Размер зерен у стороны, контактирующей с барабаном, поверхности (нижняя поверхность) фольг не превышал 10-12 мкм, а у стороны свободной поверхности (верхняя поверхность) - 6-8 мкм. Распределение сурьмы у обеих поверхностей исследовалось методом POP ионов ^4He с $E=2.0$ МэВ, что позволило детектировать сурьму в приповерхностном слое толщиной до 1.2 мкм. Энергетическое разрешение детектирующей сис-

темы составляло 15 кэВ и обеспечило послойный анализ сплава с точностью 0.03 мкм. Так как диаметр пучка ускоренных ионов был 1 мм, то спектры ОР содержат информацию, полученную от более, чем 8000 зерен, выходящих на поверхность. Спектры ОР обрабатывались с помощью моделирующей программы RUMP [10].

III. Основная часть

Об эффекте неравномерного распределения сурьмы в детектируемом методом POP слое, а также отклонении экспериментально измеренной концентрации сурьмы от расчетных значений в быстрозатвердевших сплавах сообщалось ранее в [11]. В данной работе представлены новые результаты, полученные при продолжении исследований сплавов Al-Sb. Использование компьютерного моделирования в сравнении с предварительной обработкой спектров ОР, проведенной в [11] по известной методике [9, 12], позволило, во-первых, уточнить содержание сурьмы на поверхности фольг и среднюю концентрацию сурьмы в приповерхностном слое и, во-вторых, предоставило возможность проведения послойного анализа распределения содержания сурьмы в детектируемом методом POP объеме сплавов.

На рис 1 а,б приведены энергетический спектр ОР и соответствующий график распределения сурьмы в зависимости от глубины в приповерхностном слое нижней поверхности фольги сплава Al-2.4 ат. % Sb, построенный с помощью компьютерного моделирования. Получено, что средние измеренные концентрации сурьмы в изучаемом объеме за исключением поверхностного слоя ниже расчетных значений в 2.9-15.2 раз (табл.1). Причем отметим, что разница между измеренным экспериментально и расчетным значением сурьмы в сплаве тем больше, чем выше расчетное значение. Предварительно можно предположить, что обеднение приповерхностного слоя быстрозатвердевших фольг сплавов сурьмой вызвано ее испарением при СБЗР, так как известно [13], что сурьма летуча при повышенных температурах. Действительно, в сплавах алюминия с нелетучими элементами (Fe, Cu) отклонение средних экспериментально измеренных концентраций легирующих элементов от расчетных в детектируемом методом POP слое не столь значительно [11]. В тонком (0.04-0.06 мкм) слое на поверхности образцов содержание сурьмы превышает

эвтектическую концентрацию (~0.25 ат.% [14]) в 2.1- 5.0 раз и выше экспериментально измерен-

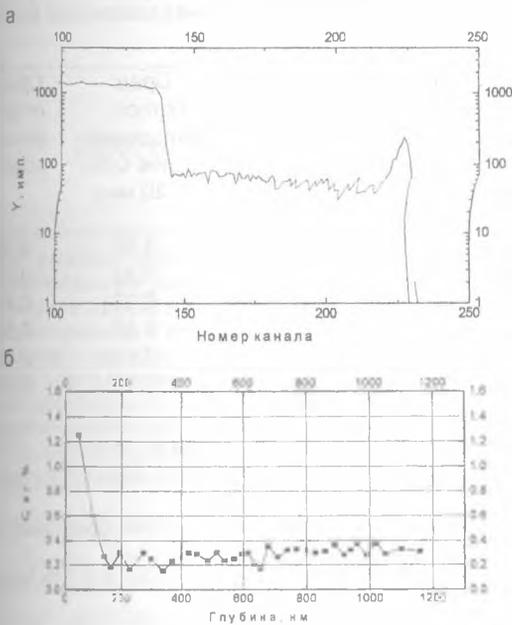


Рис.1. (а) Энергетический спектр ОР ионов ${}^4\text{He}^+$ с $E=2.0$ МэВ от фольги сплава Al-2.4 ат. % Sb; (б) распределение Sb в сплаве по глубине.

ной в объеме концентрации в 2.8- 7.4 раз. При этом четкой связи между экспериментально измеренной концентрацией в объеме и у поверхности не наблюдается (табл.1). Однако замечена тенденция уменьшения толщины поверхностного слоя по мере увеличения в изученном диапазоне расчетного содержания сурьмы.

Средняя концентрация сурьмы в исследуемом объеме (за исключением поверхностного слоя), измеренная у верхней поверхности фольги сплава Al-3.2 ат.% Sb, имеет то же значение, что и со стороны нижней поверхности (табл.1). Однако выход сурьмы на верхней поверхности фольги превышает концентрацию сурьмы на нижней поверхности более, чем в 2 раза. Толщина тонкого слоя, в котором содержание сурьмы повышено, у верхней поверхности меньше, чем у нижней.

Обнаруженное превышение концентрации сурьмы на обеих поверхностях быстрозатвердевших фольг ее содержания в изученном слое, толщина которого меньше размера радиуса зерен у обеих поверхностей, качественно свидетельствует о повышенной концентрации легирующего элемента у границ зерен, выходящих на поверхности. О подобной сегрегации примесей на границах ячеек быстрозатвердевших сплавов сообщается в [3,5,7,16]. В работах [5,7,16] кроме этого сообщается, что на границах ячеек или дендритов быстрозатвердевших сплавов концентрация легирующего элемента выше, чем в области ядра. Результаты, полученные с помощью метода POP, для быстрозатвердевших сплавов Al-Sb (табл.1) качественно согласуются с моделью, предложенной авторами [7] для быстрозатвердевших сплавов Al-Ge, в которой отмеченное возрастание концентрации легирующего элемен-

та на границе зерен объясняется переходным эффектом, связанным с окончанием роста кристалла. Однако факт монотонного увеличения содержания сурьмы с глубиной в приповерхностном слое после пика концентрации сурьмы на поверхности (рис. 16) противоречит модели, изложенной в работе [16].

По результатам проведенных нами исследований концентрация сурьмы на верхней поверхности быстрозатвердевших фольг сплавов Al-Sb выше, чем на нижней. Данный эффект, по-видимому, связан с изменением микроморфологии по глубине фольг из-за уменьшения переохлаждения расплава и скорости его затвердевания [6, 16-18]. Более подробно данные об изменении микроструктуры по толщине фольг сплавов Al-Sb от более крупных столбчатых зерен к более мелким практически равноосным зернам обсуждается нами в [19]. Таким образом, обнаруженное поведение сурьмы вероятно связано с повышенной плотностью границ зерен на верхней поверхности фольг, при этом границы зерен действуют как стоки для сегрегаций. Тот факт, что в [6] и [20] сообщается о повышенном содержании легирующих элементов у нижней поверхности быстрозатвердевших алюминиевых фольг в сравнении с верхней поверхностью, подтверждает выше изложенное предположение о связи между распределением растворенного элемента в объеме фольг и микроструктурой поперечного сечения по их толщине.

При компьютерном моделировании спектров ОР были обнаружены дополнительные осцилляции содержания сурьмы по всей толщине исследуемых слоев быстрозатвердевших фольг сплавов Al-Sb. Установлено, что шаг (расстояние между соседними максимумами) и величина осцилляций изменяется по глубине (табл.1). Относительная величина осцилляций рассчитывалась как $(C_{\max} - C_{\min})/C_{\min}$, где C_{\max} и C_{\min} - концентрации сурьмы в рядом расположенных максимуме и минимуме на глубинной зависимости распределения сурьмы в сплаве, рис. 16. С целью исследования изменения осцилляций по глубине изучаемый слой был условно разделен на два слоя почти одинаковой толщины. Получено, что для всех исследованных нижних поверхностей фольг относительная величина осцилляций уменьшается с глубиной. При этом найдено, что когда расчетное содержание сурьмы меньше 1 ат. %, шаг осцилляций уменьшается с ростом концентрации сурьмы и увеличивается с глубиной. При расчетных концентрациях сурьмы, изменяющихся от 1.6 до 3.2 ат. %, значения шага осцилляций тем выше, чем больше расчетная концентрация сурьмы. С глубиной шаг осцилляций уменьшается.

При изучении верхней поверхности быстрозатвердевшей фольги сплава Al- 3.2 ат.% Sb результаты отличаются от полученных для нижней поверхности (табл.1). Например, с глубиной шаг осцилляций увеличивается. Среднее значение шага осцилляций на ~44% меньше, чем у нижней поверхности. Относительная величина осцилляций с глубиной увеличивается. Средняя относительная величина осцилляций превышает значение средней относительной величины осцилля-

Расчетные и экспериментально измеренные концентрации сурьмы, шаг и относительная величина осцилляций у обеих поверхностей быстрозатвердевших сплавов Al-Sb (по умолчанию приводятся данные для нижней поверхности фольг)

Расчет. конц. Sb, ат. %	Сред. изм. конц. Sb, ат. %	Конц. Sb на по-верх. ат. %	Сред. шаг осцил. в слое 0.01-0.60 мкм, нм	Сред. шаг осцил. в слое 0.60-1.20 мкм, нм	Сред. шаг осцил., нм	Сред. относ. вел. осцил. в слое 0.01-0.60 мкм	Сред. относ. вел. осцил. в слое 0.60-1.20 мкм	Сред. относ. велич. осцил.
0.2	0.07	0.52	72	97	85	5.13	1.25	3.36
0.8	0.19	0.53	68	91	80	1.01	0.53	0.79
1.6	0.3	0.90	82	77	79	0.65	0.27	0.42
2.4	0.31	1.25	97	81	86	0.70	0.40	0.54
3.2	0.21	0.71	170	113	129	0.67	0.20	0.40
3.2	0.21	1.50	81	101	90	0.45	0.65	0.54

(верх пов.)

ций у нижней поверхности на ~35%. Возможно обнаруженный эффект вызван влиянием процесса рекалесценции на межфазной границе на продвижение фронта кристаллизации. Различие же характеров осцилляций у обеих поверхностей фольг, по-видимому, связано с установленным изменением микроструктуры по толщине фольг сплавов Al-Sb.

Автор благодарна В.С.Куликаускасу за помощь при проведении эксперимента с использованием метода POP, а также своему научному руководителю В.Г.Шепелевичу за предложенную тему исследований. Данная работа частично поддержана БРФФПИ.

III. Заключение

Найдено, что в тонком (0.04-0.06 мкм) слое на обеих поверхностях быстрозатвердевших фольг сплавов Al-Sb содержание сурьмы превышает эвтектическую концентрацию. При этом концентрация сурьмы на свободной поверхности быстрозатвердевших фольг выше, чем на контактирующей с барабаном поверхности. Полученные результаты о повышенной концентрации сурьмы на поверхности и ее монотонном увеличении по глубине качественно согласуются с существующей моделью [7]. Обнаружены дополнительные осцилляции концентрации сурьмы по всей толщине исследуемых слоев быстрозатвердевших сплавов Al-Sb. Характер осцилляций в слоях у обеих поверхностей фольг, как и в сплавах с разной концентрацией сурьмы различен.

Список литературы.

1. Lavernia E.J., Ayers J.D., Srivatsan T.S. // Intern. Mater. Rev. - 1992. - Vol. 37. - P. 1.
2. Davis L.A., Das S.K., Li J.C.M., Zedalis M.S. // Intern.

- J. of Rapid. Solidificat. - 1994. - Vol. 8. - P. 73.
3. Ioannis E.K., Scheppard T. // J. Mater. Sci. - 1990. - Vol. 25. - P. 3965
4. Estrada J.L., Duszczyk J. // J. Mater. Sci. - 1990. - Vol. 25. - P. 886.
5. Hayzelden C., Rayment J.J., Cantor B. // Acta Metall. - 1983. - Vol. 31. - P. 379.
6. Ruder A., Eliezer D. // J. Mater. Sci. - 1990. - Vol. 25. - P. 3541.
7. Ramachandrarao P., Scott M.G., Chadwick G.A. // Phil. Mag. - 1972. - Vol. 25. - P. 961.
8. Zajackowski A., Botor J. // Z. Metallkd. - 1995. - Vol. 86. - P. 590.
9. Комаров Ф.Ф., Кумахов М.А., Ташлыков И.С. Не разрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. - Мн.: Универсетское, 1987. - 256 с.
10. Doolittle L.N. // Nucl. Instr. and Meth. - 1985. - Vol. B9. - P. 344.
11. Shepelevich V., Tashlykova-Bushkevich I. // Mater. Sci. Forum. - 1997. - Vols. 248-249. - P. 385.
12. Chu W.K., Mayer J.W., Nicolet M.A. Backscattering spectroscopy. - N. Y.: Academic Press, 1978. - 377 p.
13. Химическая энциклопедия: В 5 т.: т. 4. Полимерные- Трипсин / Ред.кол.: Зефиоров Н. С. (гл. ред.) и др. - М.: Большая Российская энциклопедия, 1995. - С. 942-945.
14. Wang G.-X., Prasad V., Matthys E.F. // J. Cryst. Growth. - 1997. - Vol. 174. - P. 35.
15. Хансен М., Андерко К. Диаграммы состояния двойных сплавов. - М.: ГИТИЛЧИМЦ, 1962. - Т.1. - С. 113.
16. Greer A.L. // Mater. Sci. and Eng. A. - 1991. - Vol. 133. - P. 16.
17. Ковнеристый Ю.К., Болотина Н.П., Раваев А.А., Осипов Э.К., Трофимова Е.А. // Металлы. - 1983. - № 4. - С. 76.
18. Flood S.C., Hunt J.D. // J. Cryst. Growth. - 1987. - Vol. 82. - P. 552.
19. Шепелевич В.Г., Ташлыкова-Бушкевич И.И., Анисович А.Г. // Литейное производство. - 1999. - В печати.
20. Taha M.A., El-Mahallawy N.A., Abedel-Gaffar M.F., Klaar J. // Mater. Sci. and Eng. A. - 1991. - Vol.133. - P. 758.

INVESTIGATION OF THE DOPE DISTRIBUTION IN THE RAPIDLY SOLIDIFIED Al-Sb ALLOYS BY ACCELERATED HELIUM IONS

I.I. Tashlykova-Bushkevich

Belorussian State University, Scoryna Ave. 4, 220080 Minsk, Belarus, email: yakutovich@phys.bsu.unibel.by

The distribution of the dope in the rapidly solidified (RS) foils of the Al-Sb alloys (cooling rate was of the order of 10^6 K/s) have been examined using Rutherford backscattering spectroscopy technique. The chilled surface in contact with the copper drum and the unchilled surface in contact with the atmosphere have been studied. It was found that the Sb concentration in a thin (0.04-0.06 μm) surface region of both surfaces exceeds the eutectic concentration. In particular, the Sb concentration at the unchilled surface of the RS foils larger than at the chilled surface. Additional oscillations of the Sb concentration through the thickness of the investigated RS Al-Sb alloys layers. The oscillation character in studied