#### УДК 548.735:669.872

### ВАН ЦЗИНЦЗЕ (КНР), В.Г. ШЕПЕЛЕВИЧ

# ЗЕРЕННАЯ СТРУКТУРА БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШЕЙ ФОЛЬГИ ИНДИЯ

Average size of grains is equaled 75 µm and texture (101) is formed in rapidly solidified indium foil. Annealing of indium foils causes increase of average size of grains and appear of light new texture (001) due to normal grain growth.

Ограничения на использование в ряде отраслей промышленности легкоплавких сплавов, содер-жащих вредные для человека и окружающей среды металлы (например, ртуть, свинец), вызвали в по-следние годы рост числа научных проектов и публикаций, связанных с исследованием материалов, в составе которых указанные компоненты заменены менее токсичными. К числу таких заменителей от-

носятся серебро, олово и индий [1–3], однако в связи с их высокой стоимостью по сравнению со стоимостью свинца целесообразно использовать легкоплавкие сплавы, полученные по энерго- и ресурсосберегающим технологиям, к которым относится, например, высокоскоростное затвердевание [4, 5]. Но при сверхвысоких скоростях охлаждения жидкой фазы формируется структура, которую сложно создать при использовании традиционных методов синтеза и обработки. В связи с этим в данной работе представлены результаты исследования структуры и микротвердости быстрозатвердевшей фольги индия.

## Методика эксперимента

Быстрозатвердевшая фольга индия является результатом кристаллизации капли расплава на внутренней полированной поверхности вращающегося медного цилиндра диаметром 20 см. Частота вращения цилиндра изменялась от 10 до 70 об/с. Охлаждение расплава [6], как показал расчет, проходило со скоростью 10<sup>5</sup>÷10<sup>6</sup> К/с. Рентгенографические исследования выполнены на дифрактометре ДРОН-3 в медном излучении. Текстура фольги изучалась методом обратных полюсных фигур. Полюсные плотности рассчитывались по методу Харисса [7]. Зеренная структура фольги исследовалась с помощью растрового электронного микроскопа LEO 1455VP, оснащенного приставкой фазового анализа HKL Channel 5. Для определения максимальных хорд сечений зерен и среднего размера зерна использовался метод секущих [8].

## Результаты и их обсуждение

Длина быстрозатвердевшей фольги индия составляла 10 см, ширина – 1 см. Для исследования структуры использовалась фольга толщиной 30÷80 мкм. На зеркальной поверхности фольги (*A*), прилегающей к кристаллизатору, наблюдаются раковины микронных размеров. Противоположная поверхность фольги (*B*) имеет бугристую структуру. Быстрозатвердевшая фольга индия является поли-



Рис. 1. Зеренная структура поверхности А фольги индия

кристаллической. На ее поверхности, контактирующей с кристаллизатором, образуются неравноосные зерна (рис. 1). Распределение максимальных хорд сечений зерен, выходящих на поверхность фольги, приведено на рис. 2. Из гистограммы видно, что около 50 % всех зерен относятся к наименьшей размерной группе – до 50 мкм. Оставшуюся часть составляют другие размерные группы. Средний размер зерен равен 75 мкм.



Рис. 2. Распределение максимальных хорд сечений зерен на поверхности *А* фольги индия по размерным группам (состояние: *1* – исходное, *2*, *3* – отожженное при 100 °С в течение 20 и 120 мин)

Таблица 1

Состояние фольги и ее поверхность	Дифракционные линии								
	002	110	112	200	103	211	202	213	
Исходное, А	0,7	0,6	0,7	0,8	0,4	0,7	3,5	0,6	
Исходное, В	2,0	0,7	0,6	0,5	0,3	0,5	3,2	0,2	
Отжиг при 140 °С (20 мин), А	1,6	1,3	1,3	0,7	0,7	0,7	1,1	0,6	
Отжиг при 140 °С (15 ч), А	2,0	1,3	0,9	0,9	0,8	0,8	1,0	0,5	
Отжиг при 140 °С (15 ч), В	2,5	1,3	0,8	0,6	0,5	0,8	1,1	0,4	

Полюсные плотности дифракционных линий индия

На дифрактограмме фольги индия наблюдаются дифракционные отражения 101, 002, 110, 112, 200, 103, 211, 004, 202 и 213. В табл. 1 приведены значения полюсных плотностей дифракционных отражений при падении рентгеновского излучения на поверхности *A* и *B*. Максимальное значение полюсной плотности принадлежит дифракционному отражению 202, что указывает на формирование текстуры (101). При этом текстура более четко выражена в слое, прилегающем к поверхности A, чем в слое, прилегающем к поверхности B. На долю данной текстуры приходится около 40 % объема фольги. Исследования показали, что с увеличением частоты вращения цилиндра до 70 об/с текстура не изменяется (табл. 2).

#### Таблица 2

			Дифракционные линии							
_	частота вращения цилиндра, об/с	002	110	112	200	103	211	202	213	
	10	1,5	0,8	0,8	0,7	0,5	0,4	2,8	0,4	
	30	0,8	1,0	0,4	0,2	0,3	0,4	3,9	0,3	
	40	0,8	0,9	0,7	0,5	0,5	0,6	3,7	0,3	
	60	0,9	0,5	0,9	0,9	0,4	0,3	3,5	0,5	
	70	0,6	0,6	0,8	0,6	0,5	0,6	3,6	0,5	

Полюсные плотности дифракционных линий индия

Формирование текстуры в быстрозатвердевшей фольге объясняется теорией необратимых процессов. Из-за значительного переохлаждения расплав находится в состоянии избыточной энтальпии. Согласно принципу максимальной скорости работы сил диссипации [9] переход расплава в равновесное состояние идет таким путем, при котором скорость понижения энтальпии сплава в процессе кристаллизации будет максимальной. Поэтому направление кристаллизации, совпадающее с направлением теплоотвода, должно быть перпендикулярно наиболее плотноупакованным плоскостям, перемещающимся с наибольшей скоростью. Действительно, формирование текстуры в быстрозатвердевшей фольге алюминия, свинца, цинка и олова, полученной в аналогичных условиях высокоскоростного затвердевания, наблюдалось ранее [10–12]. Для всех этих металлов с различной кристаллической структурой текстура также определяется самыми плотноупакованными плоскостями, имеющими наибольшее межплоскостное расстояние. В работе [13] рассчитаны энергетические барьеры перемещения межфазной границы «кристалл – жидкость» для различных кристаллографических плоскостей в металлах с гранецентрированной кубической структурой. Согласно выполненным расчетам, наименьшее значение энергетического барьера наблюдается в случае совпадения межфазной границы и кристаллографических плоскостей {111} с наибольшими межплоскостными расстояниями. В индии межплоскостное расстояние  $d_{101}$ является наибольшим, что и определяет рост зерен, у которых плоскость (101) перпендикулярна направлению теплоотвода при высокоскоростном затвердевании, т. е. параллельна поверхности фольги.

Большие скорости охлаждения жидкой и твердой фаз приводят к нестабильности структуры фольги индия, обусловленной дисперсностью зерен и неуравновешенностью их границ [14]. Выдержка фольги при комнатной температуре в течение 3 сут способствует незначительному изменению текстуры: например, изменение полюсной плотности дифракционной линии 202 составляет до 15 %. Отжиг фольги индия при температуре 140 °C в течение 20 мин приводит к исчезновению текстуры (101) и появлению слабовыраженной новой текстуры (001) (см. табл. 1). Более длительная выдержка фольги (до 900 мин) при той же температуре не вызывает дальнейшего изменения текстуры. Отжиг при 100 °С в течение 20 и 120 мин зерен среднего размера приводит к его увеличению до 95 и 160 мкм соответственно. Распределение максимальных хорд сечений зерен по размерным группам характеризуется одним максимумом, положение которого смещается в область больших размерных групп с увеличением длительности отжига. Такие изменения в зеренной структуре фольги указывают на протекание в ней собирательной рекристаллизации [14, 15].

Таким образом, в быстрозатвердевшей фольге образуется поликристаллическая структура со средним размером зерен 75 мкм и текстурой (101). При отжиге средний размер зерен увеличивается, исчезает текстура (101) и появляется слабовыраженная новая текстура (001), что обусловлено протеканием собирательной рекристаллизации.

1. Ochoa E., Williams J.J., Chawla N. // JOM. 2003. Vol. 55. № 6. P. 56. 2. Yong-Sun Kim, Keun-Soo Kim, Chi-Won Hwang, Katsuaki Suganuma // J. of alloys and compounds. 2003. Vol. 352. P. 237.

3. Андрющенко М. // Электроника: Наука, техника, бизнес. 2004. № 5. С. 47.

4. Васильев В.А., Митин Б.С., Пашков И.И. и др. Высокоскоростное затвердевание расплавов (теория, технология и материалы) / Под ред. Б.С. Митина. М., 1998.

5. Калиниченко А.С., Бергман Г.В. Управляемое направленное затвердевание и лазерная обработка: теория и практика. Мн., 2001.

6. Мирошниченко И.С. Закалка из жидкого состояния. М., 1982.

7. Вассерман Г., Гревен И. Текстуры металлических материалов. М., 1969. 8. Чернявский К.С. Стереология в металловедении. М., 1977.

9. Циглер Г. Экстремальные принципы термодинамики необратимых процессов и механики сплошной среды. М., 1966.

10. Лозенко В.В., Шепелевич В.Г. // Неорган. материалы. 2007. Т. 43. № 3. С. 22. 11. Сивцова П.А., Шепелевич В.Г. // ФММ. 2006. Т. 101. № 6. С. 612. 12. Белая О.Н., Шепелевич В.Г. // ФХОМ. 2005. № 6. С. 67.

13. Li D.Y., Szpunar J.A. // J. Mater. Scince. Lett. 1994. Vol. 13. P. 1521.

14. Мартин Дж., Доэрти Р. Стабильность микроструктуры металлических систем. М., 1978.

15. Шепелевич В.Г. Структурно-фазовые превращения в металлах. Мн., 2007.

Поступила в редакцию 05.02.10.

Ван Цзинизе – аспирант кафедры физики твердого тела. Научный руководитель – В.Г. Шепелевич.

Василий Григорьевич Шепелевич – доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики твердого тела.