

СТРУКТУРА БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШЕЙ β -ФАЗЫ СИСТЕМЫ In – Sn

The structure of the In – Sn alloy foils obtained by rapid solidification was studied. In – Sn alloys contained 14÷28 at. % Sn are β -phase. Crystalline parameters of β -phase are monotonously depend on tin concentration. Size of In – 22 at. % Sn grain is determined. A (101) texture are formed in foils.

Ограничение использования легкоплавких сплавов, содержащих опасные для человека компоненты (свинец, ртуть и др.), вызвало в последнее десятилетие значительный рост числа публикаций, посвященных исследованию структуры и свойств материалов, в составе которых указанные компоненты заменены менее токсичными, например оловом, индием, цинком [1–3]. При этом значительное внимание уделено сплавам бинарной системы индий – олово. В ней наблюдаются два перитектических превращения, приводящие к образованию β - и γ -фаз переменного состава, существующих в достаточно широком интервале изменения концентраций компонентов [4, 5]. Более высокая стоимость индия и олова указывает на целесообразность получения на их основе легкоплавких сплавов по ресурсосберегающим технологиям, к которым относится, например, высокоскоростное затвердевание [6, 7]. Увеличение скорости охлаждения приводит к значительному переохлаждению расплава, в результате чего возможно измельчение зеренной структуры, формирование текстуры, образование метастабильных фаз, вырождение перитектической реакции [6–11]. В связи с этим проведены исследования фазового состава, определены параметры кристаллической решетки и микроструктуры сплавов системы индий – олово, содержащих от 12 до 32 ат. % Sn.

Методика эксперимента

Сплавы системы индий – олово получены сплавлением в стеклянных ампулах компонентов, чистота которых не хуже 99,999 %. Затем из них путем кристаллизации капли расплава на внутренней полированной поверхности быстровращающегося медного цилиндра диаметром 20 см была получена фольга. Скорость охлаждения расплава, как показал расчет [11], находится в пределах 10^5 – 10^6 K/с. Линейная скорость поверхности цилиндра 15 м/с. Для определения фазового состава, параметров кристаллической решетки фаз и текстуры применялся рентгеноструктурный анализ. Исследования выполнялись на дифрактометре ДРОН-3 с использованием медного излучения. Параметры кристаллической решетки β -фазы определялись по положению дифракционных отражений 301 и 104. Текстура фольги изучалась методом обратных полюсных фигур. Полюсные плотности дифракционных отражений рассчитывались по методу Харисса [12]. Исследование зеренной структуры фольги проведено с помощью растрового электронного микроскопа LEO 1455 VP, оснащенного приставкой фазового анализа HKL Channel 5L. Для определения максимальных хорд сечений зерен и среднего размера зерен использовался метод секущих [13]. Изохронный отжиг фольги проводился от комнатной температуры до 110 °C через 20÷25 °C с выдержкой 20 мин при каждой температуре.

Результаты и их обсуждение

Фазовый состав быстрозатвердевшей фольги сплавов системы индий – олово и параметры кристаллической решетки β -фазы приведены в табл. 1. Фольга сплава In – 12 ат. % Sn состоит из двух фаз: α -фазы – твердого раствора на основе индия и β -фазы. Быстрозатвердевшие сплавы, содержащие от 14 до 28 ат. % Sn, имеют только β -фазу. Отсутствие первичной твердой фазы в данных сплавах указывает на вырождение перитектической реакции при сверхвысоких скоростях охлаждения, приводящих к значительным переохлаждениям, что ранее наблюдалось в исследовании сплавов других систем, получаемых при аналогичных условиях [14, 15]. Иначе говоря, при высокоскоростном затвердевании β -фаза выделяется не в результате перитектической реакции, а непосредственно из жидкости. При увеличении концентрации олова в β -фазе происходит монотонное изменение параметров кристаллической решетки: параметр a увеличивается, параметр c уменьшается. Кроме того, рост содержания олова в β -фазе вызывает уменьшение отношения c/a и увеличение объема элементарной ячейки V , поскольку атомный объем олова больше атомного объема индия [16]. В быстрозатвердевшей фольге сплавов, содержащих не менее 32 ат. % Sn, кроме β -фазы, выделяется γ -фаза, что соответствует равновесной диаграмме состояния [4].

**Фазовый состав быстрозатвердевших сплавов системы индий – олово
и параметры кристаллической решетки β -фазы**

Концентрация олова, ат. %	Фазовый состав	Параметры кристаллической решетки β -фазы			
		a , нм	c , нм	c/a	$V \cdot 10^3$, нм ³
12	$\alpha + \beta$	0,3423	0,4489	1,311	5260
14	β	0,3429	0,4487	1,303	5276
17	β	0,3443	0,4477	1,300	5307
22	β	0,3460	0,4472	1,292	5360
28	β	0,3464	0,4466	1,289	5366
32	$\beta + \gamma$	0,3464	0,4466	1,289	5359

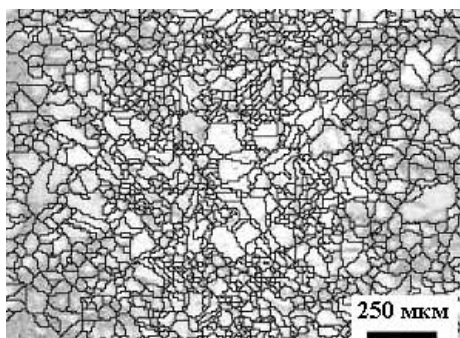


Рис. 1. Зеренная структура фольги β -фазы, содержащей 22 ат. % Sn

Быстрозатвердевшая фольга β -фазы имеет поликристаллическую структуру. На рис. 1 приведена фотография зеренной структуры на поверхности А, контактирующей с кристаллизатором, фольги β -фазы состава In – 22 ат. % Sn. Распределение максимальных хорд сечения зерен фольги представлено на рис. 2. Средние размеры зерен в слоях, прилегающих к поверхностям А и В, равны $d_A = 36$ мкм и $d_B = 31$ мкм, удельные поверхности границ зерен в указанных слоях $S_A = 53$ мм⁻¹ и $S_B = 79$ мм⁻¹ соответственно.

В табл. 2 приведены значения полюсных плотностей дифракционных отражений β -фазы. Наибольшим значением полюсной плотности характеризуется отражение 202, т. е. в фольге формируется текстура (101). На долю данной ориентировки приходится около 80 % объема фольги. Образование текстуры обусловлено тем, что межплоскостное расстояние d_{101} в β -фазе является наибольшим, что и определяет преимущественный рост зерен, у которых плоскость (101) перпендикулярна направлению теплоотвода и параллельна поверхности фольги. Следует отметить, что текстура (101) формируется в быстрозатвердевшей фольге индия и его твердых растворов, имеющих также объемную тетрагональную кристаллическую решетку [17, 18].

Таблица 2

Полюсные плотности дифракционных отражений β -фазы быстрозатвердевшей фольги

Дифракционные отражения	Полюсные плотности					
	Концентрация олова, ат. %					
	12	14	17	22	28	32
002	0,4	0,1	0,4	0,2	0,0	0,1
102	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
200	0,9	0,3	0,7	0,3	0,4	0,1
201	0,8	0,3	0,2	0,7	0,1	0,7
202	3,7	5,3	4,6	4,7	5,5	5,1
220	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0

Таблица 3

Полюсные плотности дифракционных отражений β -фазы, содержащей 22 ат. % Sn, от температуры отжига

Дифракционные отражения	Полюсные плотности				
	Температура отжига, °С				
	20	45	70	95	115
002	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
102	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1
200	0,3	0,2	0,4	0,3	0,2
201	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3
202	5,0	4,8	4,9	4,6	4,2
220	0,3	0,6	0,2	0,5	1,0

При изохронном отжиге фольги сплава In – 22 ат. % Sn, как видно из табл. 3, наблюдается сохранение текстуры (101) и только при температуре отжига 115 °С – некоторое ее ослабление.

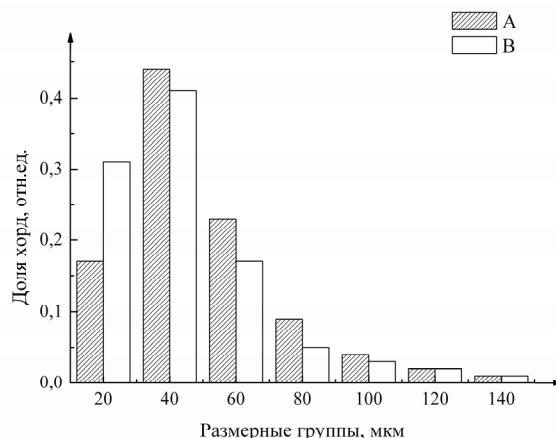


Рис. 2. Распределение максимальных хорд сечений зерен в слоях, прилегающих к поверхности А и В фольги, β -фазы состава In – 22 ат. % Sn

Таким образом, при высокоскоростном затвердевании сплавов системы индий – олово, содержащих 14÷28 ат. % Sn, образуется только β -фаза, в которой происходит монотонное изменение параметров кристаллической решетки и объема элементарной ячейки с увеличением концентрации олова. Средний размер зерен фольги сплава In – 22 ат. % Sn составляет 36 и 31 мкм в слоях, прилегающих к ее поверхностям А и В. В фольге формируется текстура (101), сохраняющаяся при изохронном отжиге до 115 °С.

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. Андриященко М. // Электроника: Наука, техника, бизнес. 2004. № 5. С. 47.
4. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справ. в 3 т. / Под общ. ред. Н.П. Лякишева. М., 2001. Т. 3.
5. Шанк Ф.А. Структуры двойных сплавов: Справ. М., 1973.
6. 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.
7. Калининченко А.С., Бергман Г.В. Управляемое направленное затвердевание и лазерная обработка: теория и практика. Мн., 2001.
8. Физическое металловедение: в 3 т. / Под ред. Р.У. Канна, П. Хаазена. М., 1987. Т. 2.
9. Шепелевич В.Г. Структурно-фазовые превращения в металлах. Мн., 2007.
10. Гречной Я.В., Ипатова В.Н. // Докл. АН СССР. 1969. Т. 185. № 5. С. 1079.
11. Мирошниченко И.С. Закалка из жидкого состояния. М., 1982.
12. Вассерман Г., Гревен И. Текстуры металлических материалов. М., 1969.
13. Чернявский К.С. Стереология в металловедении. М., 1977.
14. Шепелевич В.Г. // Неорганические материалы. 1993. Т. 29. № 7. С. 1011.
15. Прокошин В.И., Шепелевич В.Г. // Докл. АН БССР. 1993. Т. 37. № 5. С. 111.
16. Пирсон У. Кристаллохимия и физика металлов и сплавов: в 2 ч. М., 1977. Ч. 1.
17. Шепелевич В.Г., Ван Цзинцзе // ФХОМ. 2009. № 5. С. 69.
18. Шепелевич В.Г., Ван Цзинцзе // Неорганические материалы. 2010. Т. 46. № 4. С. 393.

Поступила в редакцию 31.05.10.

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

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