

МИКРОСТРУКТУРА БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШЕЙ ФОЛЬГИ СПЛАВА Sn – 30 мас. % Bi

Results of investigation of rapidly solidified Sn – 30 mas. % Bi microstructure are presented. The foils consist from homogeneous distributed tin and bismuth phases. There are texture of tin and bismuth solutions in the foils.

Ограничения на использование легкоплавких сплавов, содержащих экологически вредные компоненты (ртуть, свинец, кадмий и др.), вызвали рост исследований, связанных с разработкой новых материалов, в составе которых опасные компоненты заменены безопасными. К числу таких заменителей относятся висмут, индий, серебро и др. [1–3], но в связи с их более высокой по сравнению со свинцом стоимостью целесообразно для получения новых легкоплавких сплавов использовать энерго- и ресурсосберегающие технологии, к которым относится и высокоскоростное затвердевание [4–5]. Однако при скоростях охлаждения жидкой фазы выше 10^5 К/с формируется структура, существенно отличающаяся от структуры материалов, получаемых при малых и средних скоростях охлаждения [4–6]. В связи с этим в данной работе приведены результаты исследования микроструктуры быстрозатвердевшей фольги сплава Sn – 30 мас. % Bi.

Методика эксперимента

Сплав Sn – 30 мас. % Bi получен сплавлением компонентов олова и висмута, чистота которых не хуже 99,99 %, в кварцевых ампулах. Затем из него были получены фольга при скорости охлаждения расплава $5 \cdot 10^5$ К/с, а также массивные образцы при скоростях охлаждения расплава $2 \cdot 10^{-2}$ и $5 \cdot 10^2$ К/с. Для получения фольги использовался быстровращающийся медный цилиндр, на внутреннюю полированную поверхность которого инжестировалась капля расплава, затвердевающая в виде ленты длиной до 10 см и шириной до 10 мм. Толщина фольги составляла от 20 до 100 мкм. Для исследования использовали ее кусочки толщиной $40 \div 70$ мкм.

Исследование микроструктуры осуществлялось с использованием растрового микроскопа LEO 1455 VP. Определение параметров микроструктуры проводили с помощью метода случайных секущих [7]. Погрешность измерения объемной доли висмута и удельной поверхности межфазной границы составляла 10 %. Рентгеноструктурные исследования выполнены на дифрактометре ДРОН-3 в медном излучении. Текстура изучалась методом обратных полюсных фигур. Полюсная плотность рассчитывалась по методу Харриса [8].

Результаты и их обсуждение

Изображения микроструктуры массивных образцов, полученных при скоростях охлаждения расплава $2 \cdot 10^{-2}$ и $5 \cdot 10^2$ К/с, и поперечного сечения фольги (скорость охлаждения жидкости $5 \cdot 10^5$ К/с) сплава Sn – 30 мас. % Bi представлены на рис. 1. Структура сплава состоит из твердого раствора олова (темные области) и твердого раствора висмута (светлые области). В массивных образцах формируется неоднородная структура. В сплаве, полученном при малой скорости охлаждения жидкой фазы ($2 \cdot 10^{-2}$ К/с), наблюдаются скелетообразные, пластинчатые и стержневидные выделения висмута. Структура сплава, полученного при скорости охлаждения жидкости $5 \cdot 10^2$ К/с, также разнообразна: наблюдаются равноосные и вытянутые выделения висмута, а некоторые из них отделены от матрицы вогнутыми границами. Структура сечения фольги более однородная: в ней отсутствуют скелетообразные и сильно вытянутые выделения висмута, многие из которых имеют четкую огранку.

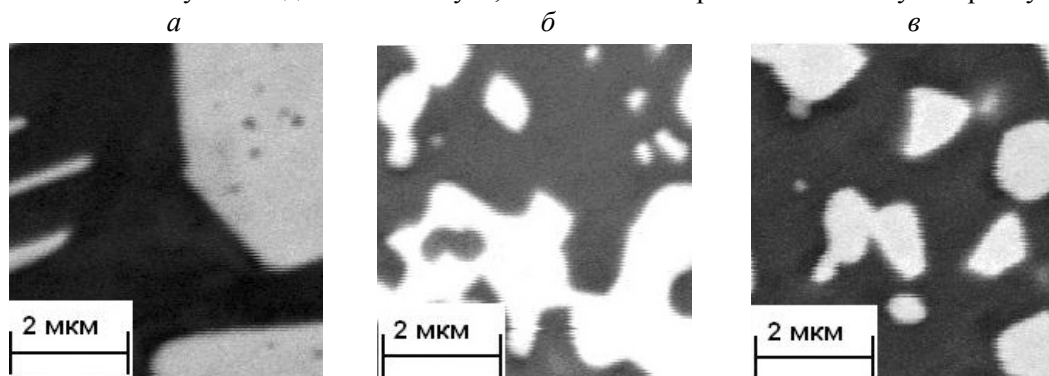


Рис. 1. Микроструктура сплава Sn – 30 мас. % Bi, полученного при скорости охлаждения жидкой фазы:
а – $2 \cdot 10^{-2}$, б – $5 \cdot 10^2$ и в – $5 \cdot 10^5$ К/с

Объемная доля висмута в фольге составляет $V_{Bi} = 0,27 \pm 0,03$ и в пределах погрешности совпадает с ее значением для массивных образцов. Удельная поверхность межфазной границы в фольге равна $S = 1,06 \pm 0,10 \text{ мкм}^{-1}$. Снижение скорости охлаждения сплава приводит к уменьшению удельной поверхности. Так, для исследуемых массивных образцов, полученных при скоростях охлаждения жидкости $2 \cdot 10^{-2}$ и $5 \cdot 10^2 \text{ К/с}$, ее значения равны $0,64$ и $0,84 \text{ мкм}^{-1}$ соответственно.

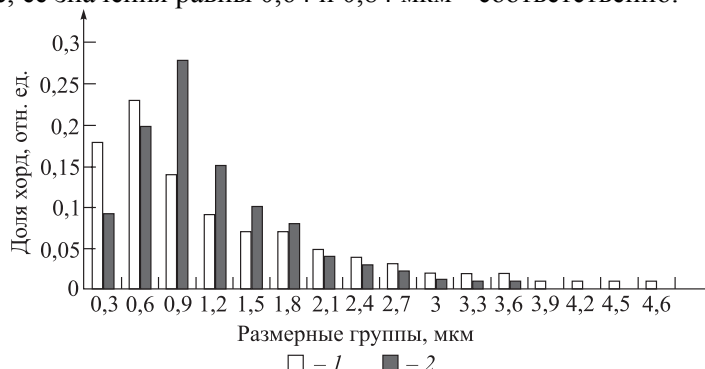


Рис. 2. Распределение хорд случайных секущих на выделениях твердого раствора висмута сплава Sn – 30 мас. % Bi, полученного при скоростях охлаждения жидкой фазы: 1 – $5 \cdot 10^2$, 2 – $5 \cdot 10^5 \text{ К/с}$

Распределение хорд случайных секущих, находящихся на сечении выделений висмута, по размерным группам для фольги и массивного образца, полученного при скорости охлаждения расплава $5 \cdot 10^2 \text{ К/с}$, приведено на рис. 2. Максимум распределения хорд для фольги приходится на размерную группу $0,6 \div 0,9 \text{ мкм}$. Средняя величина хорды равна $l_{\phi} = 1,0 \text{ мкм}$. Аналогичное распределение для массивного образца также имеет один максимум, соответствующий размерной группе $0,3 \div 0,6 \text{ мкм}$, но оно более растянуто, и среднее значение хорды составляет $l_m = 1,1 \text{ мкм}$, т. е. в пределах погрешности совпадает с l_{ϕ} . Такое совпадение обусловлено тем, что в массивном образце доля малых (до $0,6 \text{ мкм}$) и доля крупных (более $1,8 \text{ мкм}$) хорд больше, чем в быстрозатвердевшей фольге. Иначе говоря, средний размер хорд случайных секущих, попадающих на сечения висмута, не дает полного представления о структуре сплава. Однако для описания микроструктуры используются другие параметры, которые рассчитываются по тем же исходным данным, которые берутся при расчете средней арифметической величины [7]. Для оценки степени однородности параметра структуры используются его среднеквадратичное отклонение, дисперсия и коэффициент вариации. Статистическая обработка данных показала: для фольги среднее квадратичное отклонение хорды $\sigma_{\phi} = 0,48 \text{ мкм}$, дисперсия $D_{\phi} = 0,22 \text{ мкм}$ и коэффициент вариации $\delta_{\phi} = 0,48$, что в 2–4 раза меньше аналогичных параметров для массивного образца, полученного при скорости охлаждения $5 \cdot 10^2 \text{ К/с}$: $\sigma_m = 0,98 \text{ мкм}$, $D_m = 0,96 \text{ мкм}$ и $\delta_m = 0,89$. Приведенные значения параметров свидетельствуют о том, что структура фольг является более однородной, чем структура массивных образцов.

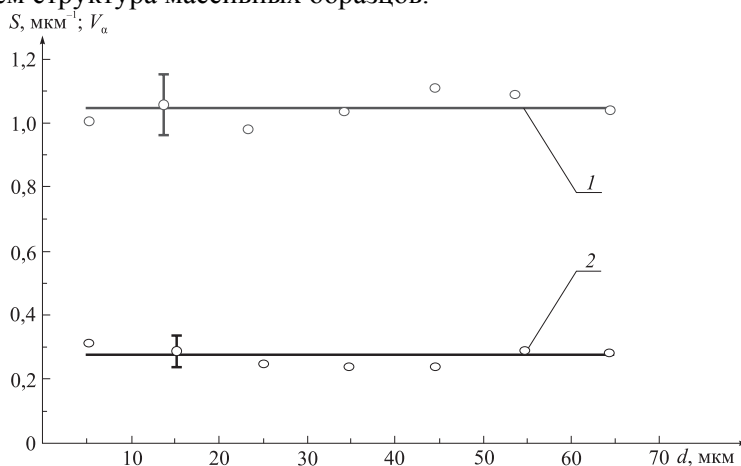


Рис. 3. Зависимость V_{Bi} (1) и S (2) от расстояния до поверхности фольги

В быстрозатвердевшей фольге наблюдается также однородное пространственное распределение фаз. Так, согласно измерениям в пределах погрешности параметры V_{Bi} и S не зависят от расстояния до поверхности фольги, как видно из рис. 3. Наблюдаемое однородное распределение фаз в фольге является важным положительным фактором при их использовании, например, в качестве припоев [9].

Влияние скорости охлаждения на кристаллизацию сплавов с эвтектическим превращением проанализировано в работах [10–12]. В них установлено, что при увеличении скорости охлаждения расплава изменяется механизм кристаллизации и при сверхвысоких скоростях охлаждения колониальная эвтектическая кристаллизация становится невозможной. В исследуемом сплаве при скорости охлаждения $5 \cdot 10^5$ К/с происходит значительное переохлаждение фазы, достигающее 120 °С, что наблюдалось в чистом олове [5]. Образуется переохлажденный жидкий раствор, в котором возникают энергетические и концентрационные флуктуации, вызывающие образование зародышей твердых растворов олова и висмута. Образование и рост зародышей на начальном этапе кристаллизации происходит независимо друг от друга, что способствует формированию однородной дисперсной двухфазной смеси.

При высокоскоростном затвердевании многих металлов наблюдается преимущественный рост кристаллитов, обусловленный направленным теплоотводом при охлаждении [6]. Текстура фольги изучалась как со стороны поверхности (А), контактирующей с кристаллизатором, так и с противоположной (В), контактирующей с атмосферой. В табл. 1, 2 представлены полюсные плотности дифракционных линий твердых растворов висмута и олова для быстрозатвердевшей фольги сплава Sn – 30 мас. % Bi. Максимальное значение полюсной плотности для твердого раствора висмута принадлежит дифракционной линии $10\bar{1}2$, а для твердого раствора олова – дифракционной линии 200, т. е. параллельно поверхности фольги располагаются преимущественно плоскости $(10\bar{1}2)$ твердого раствора висмута и плоскости (100) твердого раствора олова. Следует отметить, что аналогичные текстуры наблюдались в быстрозатвердевших фольгах висмута [13] и олова [14], что обусловлено преимущественным ростом кристаллов в направлении теплоотвода.

Таблица 1

Полюсные плотности дифракционных линий твердого раствора висмута

Поверхность фольги	Дифракционные линии							
	$10\bar{1}2$	$10\bar{1}4$	$11\bar{2}0$	$20\bar{2}0$	$20\bar{2}2$	$11\bar{3}0$	$12\bar{3}2$	0009
А	5,6	0,6	0,6	0,3	0,3	0,3	0,2	0,1
В	3,6	0,8	1,3	0,5	0,6	0,5	0,5	0,3

Таблица 2

Полюсные плотности дифракционных линий твердого раствора олова

Поверхность фольги	Дифракционные линии					
	200	101	220	211	301	112
А	5,6	0,2	0,1	0,0	0,1	0,0
В	3,8	1,5	0,3	0,0	0,2	0,2

Таким образом, в быстрозатвердевшей фольге сплава Sn – 30 мас. % Bi при кристаллизации наблюдается однородное распределение частиц твердого раствора висмута, а также формируются текстуры $(10\bar{1}2)$ и (100) твердых растворов висмута и олова соответственно.

1. Ochoa F., Williams J. J., Chawla N. // JOM. 2003. Vol. 55. № 6. P. 56.
2. Khalifa B. A., Nagy M. R., Afify R. // Physica status solidi (a). 2007. Vol. 202. № 1. P. 55.
3. Андрющенко М. // Электроника. Наука, техника, бизнес. 2004. № 5. С. 47.
4. Высокоскоростное затвердевание расплавов (теория, технология и материалы) / В. А. Васильев и др.; под ред. Б. С. Митина. М., 1998.
5. Мирошниченко И. С. Закалка из жидкого состояния. М., 1982.
6. Ван Цзинцзе, Шепелевич В. Г. Быстрозатвердевшие фольги индия. Минск, 2011.
7. Салтыков С. Л. Стереометрическая металлография. М., 1977.
8. Вассерман Г., Гревен И. Текстуры металлических материалов. М., 1969.
9. Петрунин И. Е., Маркова И. Ю., Екатова А. С. Металловедение пайки. М., 1976.
10. Таран Ю. М. Структура эвтектических сплавов. М., 1978.
11. Кучеренко Е. С., Хлынцев В. П. // Изв. АН СССР. Металлы. 1989. № 3. С. 68.
12. Архаров В. И., Даровских Е. Г., Пушенко Е. И., Скатков Л. И. // Расплавы. 1990. № 1. С. 119.
13. Шепелевич В. Г. // Кристаллография. 1991. Т. 36. № 4. С. 238.
14. Гусакова О. В., Шепелевич В. Г. // Материалы, технологии, инструменты. 2010. Т. 15. № 2. С. 54.

Поступила в редакцию 11.06.12.

Василий Григорьевич Шепелевич – доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики твердого тела.
Лилия Павловна Щербаченко – ассистент кафедры физики Брестского государственного технического университета.