

МАТЕРИАЛЫ КОНФЕРЕНЦИИ

II МЕЖДУНАРОДНАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
КОНФЕРЕНЦИЯ

Физико-технический институт
НАН Беларуси

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ И ТЕХНОЛОГИИ СОЗДАНИЯ И ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ



3-5 октября 2007 г.
г. Минск

УДК 539.2:(669.5+669.04)

О.Н. Белая¹, В. В. Лозенко², В. Г. Шепелевич²**ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МИКРОТВЕРДОСТЬ БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШИХ ФОЛЫГ ПРИПОЕВ НА ОСНОВЕ СВИНЦА И ЦИНКА**¹Физико-технический институт, НАН Беларуси

г. Минск, Беларусь

²Белорусский государственный университет

г. Минск, Беларусь

The results of stability research of lead and zinc solders structure processed by rapid solidification presented. The obtained stages of processes proceeding in solder at annealing enable to determine optimum behaviors of a heat treatment of threefold zinc- and lead-based alloys.

При изготовлении приборов электронной техники, когда требуется особо низкая температура плавления припоя, для спаивания металлов с собственной низкой температурой плавления применяется пайка легкоплавкими припоями. Сплавы припоев на основе свинца пригодны для пайки многих металлов, так как они слабо с ними взаимодействуют. Цинковые припои с алюминием и медью применяют чаще всего для пайки алюминиевых изделий. Важнейшее их преимущество – относительная легкоплавкость и хорошая коррозионная стойкость паянных ими соединений [1]. Однако данные сплавы в литом состоянии практически непластичны и, следовательно, затруднена их деформация для производства более тонких видов продукции традиционными методами обработки давлением. Перспективным методом получения материалов в этом направлении является сверхбыстрая закалка из расплава, с помощью которой получают припои в виде фольги для закладных элементов толщиной 25–60 мкм.

Качество и долговечность паяных соединений в значительной мере зависят от физико-механических характеристик припоя. В фольгах припоев на основе свинца и цинка, полученных сверхбыстрой закалкой из расплава, удается получить не только мелкодисперсную структуру, но и сделать ее более однородной по сравнению со стандартными припоями. Однако следует отметить, что создаваемые таким образом структуры в металлах, как правило, являются термодинамически неравновесными [2, 3]. Поэтому важно не только уметь создавать требуемую структуру в металле, но и иметь четкие представления о ее стабильности. В связи с этим представляется актуальным проведение исследований влияния отжига на структуру и микротвердость быстрозатвердевших фольг припоев на основе свинца и цинка. Объектами исследования в данной работе были выбраны тройные сплавы: № 1 – Pb – 37,5 мас.% Bi – 12,5 мас. % Sn; № 2 – Pb – 17 мас. % Sn – 2 мас. % Sb; № 3 – Zn – 4,7 мас. % Al – 2 мас. % Cu и № 4 – Zn – 7 мас. % Al – 3 мас. % [1].

Фольги используемых материалов получены при затвердевании капли расплава (~ 0,2 г), инжектированной на внутреннюю поверхность вращающегося медного цилиндра с частотой 25 об/с. Толщина исследуемых фольг изменялась от 30 до 80 мкм. Скорость охлаждения расплава, как показал расчет [4], была не менее 10^6 град/с. Изучение поверхностной структуры образцов проводилось с помощью растрового электронного микроскопа LEO 1445 VP. Для анализа распределения анализируемых элементов в приповерхностных слоях фольги записывалось распределение интенсивности линий K_{α} , Al, Cu, Ge, Mg, In и L_{α} , Sb, Sn при сканировании электронного пучка вдоль заданной линии по поверхности образца. Рентгеноструктурные исследования выполнялись на дифрактометре ДРОН-3 в медном излучении. Металлографический анализ фольг припоев на основе цинка был проведен с помощью инверсионного микроскопа OLYMPUS IX70. Составы используемых травителей: № 1 – 10 г хромового ангидрида, 1 мл соляной кислоты, 100 мл воды; № 2 – 15 мл серной кислоты, 1 мл плавиковой кислоты, 100 мл воды. Микротвердость H_v по Виккерсу измерялась с помощью прибора ПМТ-3 с относительной погрешностью измерения не более 5 %. Исследования проводились при нагрузке 10 г для фольг свинца и 20 г для фольг цинка, время выдержки нагрузки 15 с. Изохронный отжиг быстрозатвердевших фольг припоев на основе свинца проводился от комнатной температуры до 180 °С, изотермический отжиг осуществлялся в течение нескольких часов. Изохронный отжиг фольг припоев на основе цинка проводился последовательно от комнатной температуры до 360 °С с интервалом в 20 °С и выдержкой 20 мин для каждой температуры.

Исследования показали, что фольги припоев на основе свинца имеют двухфазную структуру. В фольгах припоя № 1 основной фазой является ϵ -фаза, стехиометрический состав которой соответствует формуле Pb_2Bi . В исследуемых фольгах присутствуют частицы выделения β -Sn, средний размер которых составляет 0,8 мкм [5]. Фольги припоя № 2 также характеризуются наличием выделений фазы β -Sn. Основной фазой является твердый раствор на основе свинца. Сурьма распределена в основном в частицах β -Sn, что целесообразно объяснить практически равными по значению атомными радиусами сурьмы и олова. Средний размер частиц β -Sn составляет 0,7 мкм [6].

Рентгеноструктурные исследования фольг припоев на основе цинка № 3 и № 4 показали, что основной фазой в них является твердый раствор на основе цинка. На дифрактограммах фольг присутствуют дополнительные дифракционные отражения, которые принадлежат твердому раствору на основе алюминия и соединению $CuZn_3$ [7].

Следует отметить, что все исследуемые в работе фольги припоев на основе цинка и свинца имеют однородное распределение фаз (рис. 1).

При сверхбыстром затвердевании в сплавах припоев формируется микрокристаллическая структура и четко выраженная текстура (111) и (001) в фольгах сплавов на основе свинца и цинка, соответственно [5–7]. В фольгах сплавов на основе цинка, например, средний размер зерна составляет около 3 мкм, что в 10 раз превышает его значение у аналогичных сплавов в литом состоянии.

Таким образом, наличие в быстрозатвердевших фольгах припоев

микрокристаллической структуры, образование пересыщенного твердого раствора и дисперсных частиц второй фазы указывает на формирование в них метастабильной структуры, которая должна измениться в процессе термической обработки. Для исследования стабильности исследуемых фольг, они были подвержены изохронному и изотермическому отжигам.

Кривые изменения микротвердости фольг бинарных сплавов при изохронном отжиге представлены на рисунке 2. Микротвердость фольг припоев № 1 уменьшается в интервале температур от 120 до 140 °С, последующий отжиг при температуре 140 °С и выше H_n не изменяет. Микротвердость

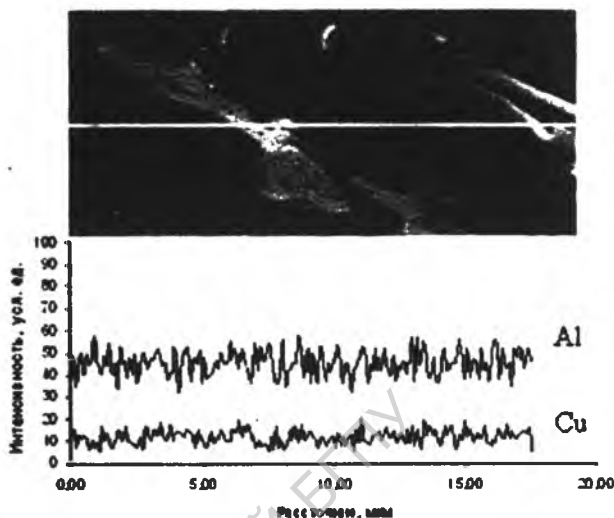


Рис. 1. Распределение интенсивностей линий K_{α} алюминия и меди при сканировании вдоль линии по поверхности образца в фольгах припоя № 4.

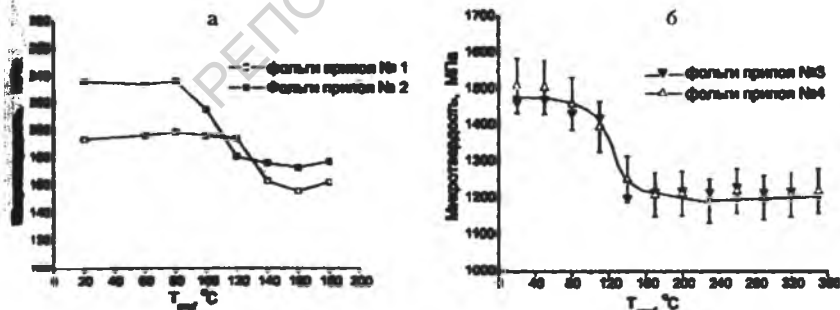


Рис. 2. Изменение микротвердости быстрозатвердевших фольг припоев на основе свинца (а) и цинка (б) при изохронном отжиге.

быстрозатвердевших фольг припоя № 2 после отжига при температуре 90 °С начинает снижаться, но при достижении температуры 120 °С остается постоянной. Данное уменьшение микротвердости подтверждается результатами проведения изотермического отжига.

Отжиг фольг припоев на основе цинка № 3 и № 4 до температуры 100 °С практически не изменяет их микротвердость (рис. 2 б). При нагреве выше указанной температуры происходит уменьшение микротвердости вплоть до температуры 160 °С.

Для выявления причин, вызывающих изменение микротвердости, были проведены исследования влияния отжига на структуру фольг припоев.

Отжиг фольг припоев на основе цинка выше 80 °С вызывает увеличение значения параметра элементарной ячейки с кристаллической решетки твердого раствора на основе цинка (рис. 3). Такое поведение

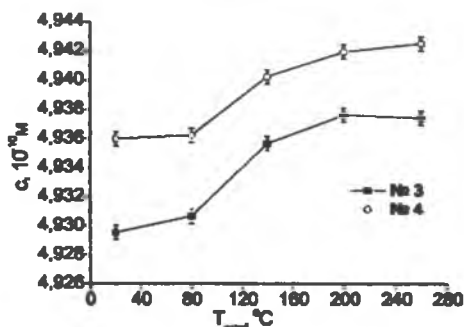


Рис. 3. Изменение параметра элементарной ячейки с кристаллической решетки $\alpha\text{-Zn}$ в фольгах тройных сплавов.

параметра элементарной ячейки при отжиге свидетельствуют о распаде пересыщенного твердого раствора в фольгах.

Металлографические исследования фольг припоев на основе цинка после отжига выявили наличие в них частиц выделений второй фазы, располагающихся преимущественно в стыке зерен и имеющих форму близкую к равноосной (рис. 4).

Гистограммы распределения частиц второй фазы по размерным группам в отожженных фольгах припоя № 3

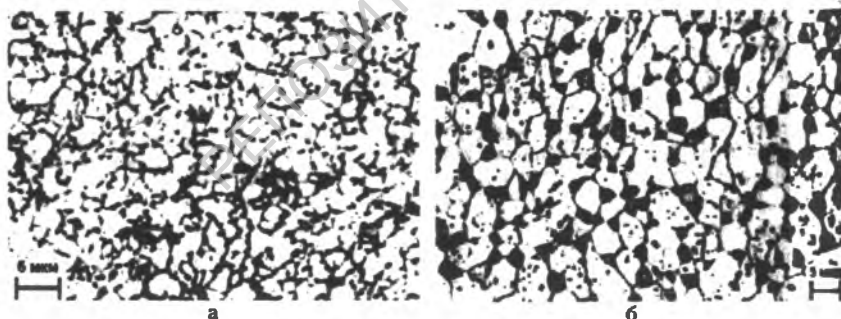


Рис. 4. Микроструктура отожженных быстрозатвердевших фольг припоя № 3. а — 120 °С, 40 мин; б — 260 °С, 40 мин.

представлены на рисунке 5. Как видно, в отожженных при температуре 160 °С в течение 40 мин фольгах припоя № 3 наибольшее число частиц имеют размеры, не превышающие 0,5 мкм. В фольгах, подверженных отжигу при температуре 200 и 260 °С, максимальная доля включений принадлежит уже размерным группам 1,0–1,5 мкм и 1,5–2,0 мкм, соответственно. Средний размер частиц при этом возрастает от 0,5 до 2 мкм. Наблюдаемые изменение размеров и количества выделений в фольгах

при отжиге свидетельствует о протекании в них коалесценции [8].

Увеличение среднего размера зерна происходит при температурах отжига выше 160 °С (рис. 4). При этом средний размер зерна увеличивается менее чем в 2 раза. Такое небольшое изменение связано с наличием мелкодисперсных выделений частиц твердого раствора на основе алюминия и соединения CuZn_3 , располагающихся преимущественно по границам зерен и препятствующим протеканию собирательной рекристаллизации.

Таким образом, при нагреве фольг припоев на основе цинка выше температуры 80 °С происходит распад пересыщенного раствора (рис. 3). Разупрочнение фольг тройных сплавов, вызванное распадом пересыщенного твердого раствора, компенсируется дисперсионным упрочнением фольг вследствие образования мелкодисперсных включений фаз CuZn_3 и твердого раствора на основе алюминия. Дальнейшее повышение температуры отжига приводит к коалесценции включений. Частицы этих фаз, укрупняясь, перестают оказывать упрочняющее действие, что приводит к уменьшению значения микротвердости (рис. 2 б). Сохранение значения микротвердости фольг при отжиге выше 160 °С связано с незначительным изменением среднего размера зерна в результате собирательной рекристаллизации.

Использование метода высокоскоростного затвердевания позволяет получить однородную мелкодисперсную структуру с минимальными энергетическими затратами. Улучшение качества припоев получается в основном за счет формирования в продуктах закалки метастабильной структуры. Поэтому результаты работы имеют практическое значение, так как выделенные этапы протекания процессов в фольгах при изохронном отжиге дают возможность определить оптимальные режимы термической обработки быстрозатвердевших сплавов на основе исследованных тройных сплавов.

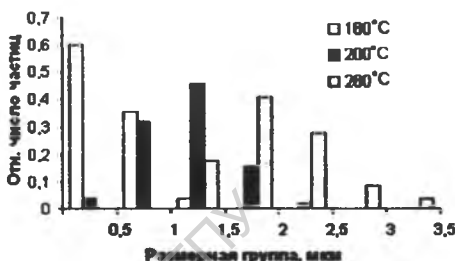


Рис. 5. Распределение выделений второй фазы по размерным группам в фольгах тройного сплава № 3 на основе цинка после отжига.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лашко С.В. Пайка металлов / С.В. Лашко, Н.Ф. Лашко. — 4-е изд. М.: Машиностроение, 1988. — 376 с.
2. Калининченко А.С. Управляемое направленное затвердевание и лазерная обработка: теория и практика / А.С. Калининченко, Г.В. Бергманн. — Мн.: Технопринт, 2001. — 367 с.
3. Высокоскоростное затвердевание расплава (теория, технология и материалы) / В.А. Васильев [и др.]; под общ. ред. Б.С. Митина. — М.: СП Ин-термет инжиниринг, 1998. — 400 с.
4. Мирошнинченко И.С. Закалка из жидкого состояния / И.С. Мирошнинченко. — М.: Металлургия, 1982. — 168 с.

5. Белая О.Н. Быстрозатвердевшие фольги припоев на основе свинца / О.Н. Белая, В.Г. Шепелевич // Быстрозакаленные материалы и покрытия: труды 3-ой Всероссийской с международным участием науч.-техн. конф., Москва, 22-23 ноября 2004 г. / МАТИ, РГТУ им. К.Э. Циолковского; редкол.: А.П. Петров [и др.]. – Москва, 2004. – С. 18(22).

6. Белая О.Н., Структура и свойства припоев на основе свинца, полученных сверхбыстрой закалкой из расплава / О.Н. Белая, В.Г. Шепелевич // Весті Нацыянальнай Акадэміі навук Беларусі, сер. физ.-техн. наук. – 2006. – № 1. – С. 40-43.

7. Лозенко В.В. Быстрозатвердевшие фольги припоев на основе цинка / В.В. Лозенко, В.Г. Шепелевич // Современные научные проблемы и вопросы преподавания теоретической и математической физики, физики конденсированных сред и астрономии: материалы Респ. науч.-метод. конф., Брест, 19-20 апреля 2007 г. // Брест. гос. ун-т им. А.С. Пушкина; редкол.: В.А. Плетюхов [и др.]. – Брест, 2007. – С. 101-104.

8. Мартин Дж. Стабильность микроструктуры металлических систем / Дж. Мартин, Р. Доэрти. – М.: Атомиздат, 1978. – 208 с.

УДК 681.518.5

В.М. Артемьев, А.О. Наумов

ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДВИЖУЩИХСЯ ЧАСТИЦ С ЦЕЛЬЮ ИЗУЧЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК ИХ ДВИЖЕНИЯ ПРИ МИКРОЭЛЕМЕНТНОМ АНАЛИЗЕ МАТЕРИАЛОВ

ГНУ «Институт прикладной физики НАН Беларуси»
Минск, Республика Беларусь

Presented investigation is dedicated to the technique, algorithms and software development for tracking the moving microparticles consisting of microstructures of materials and objects. The results allow estimating the parameters of motion behavior and particles interaction for new materials development.

ВВЕДЕНИЕ

Для работы с микроразмерными объектами и структурами необходима разработка специальных измерительных систем и технологий обработки данных. Среди них особый интерес представляют задачи измерения характеристик движения отдельных частиц в составе микроструктур. В настоящее время в качестве измерительных устройств здесь могут использоваться микроскопы с высоким разрешением в сочетании со светонизлучающими зондами, в частности флуоресцентными квантовыми точками, или другими типами маркеров. Использование таких технологий особенно эффективно в области материаловедения, что способствует разработке новейших материалов и препаратов. Визуализация и манипу-