### ГУ МЕЖДУНАРОДНАЯ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ НАН БЕЛАРУСИ



# СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ И ТЕХНОЛОГИИ СОЗДАНИЯ И ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ

Многофункциональные материалы в современной технике и методы их получения. Материалы для микро- и наноэлектроники



19–21 октября 2009 г. Минск

## НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ И ТЕХНОЛОГИИ СОЗДАНИЯ И ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ

IV МЕЖДУНАРОДНАЯ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

(Минск, 19–21 октября 2009 г.) Сборник материалов В 3 книгах Книга 1

Многофункциональные материалы в современной технике и методы их получения. Материалы для микро- и наноэлектроники

Минск ФТИ НАН Беларуси 2009 УДК [621.7+621.9](082) ББК 30.61я.43 С56

C 56

Редакционная коллегия: С.А. Астапчик (гл. ред.), А.И. Гордиенко (зам. гл. ред.), А.П. Ласковнёв (зам. гл. ред.), В.М. Гришанович, Н.В. Райчёнок, Е.А. Маковец

Рецензенты: акад., д-р техн. наук П.А. Витязь чл.-корр., д-р техн. наук В.Л. Драгун

Современные методы и технологии создания и обработки материалов: IV Междунар. науч.-техн. конф. (Минск, 19–21 октября 2009 г.): сб. материалов. В 3 кн. Кн. 1. Многофункциональные материалы в современной технике и методы их получения. Материалы для микро- и наноэлектроники / ред. коллегия: С.А. Астапчик (гл.ред.) [и др.]. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2009. – 295 с.: ил.

ISBN 978-985-6441-08-3

В сборнике представлены материалы по кинетике кристаллизации кубического питрида бора в системе BN-NaN<sub>3</sub>-Ni, трибологическим свойствам алмазоподобных углеродных покрытий, нанокомпозиционные аморфные алмазоподобные углеродные пленки, комбинированные покрытия на основе Сг, упрочняющие градиентные покрытия на основе карбонитридов циркония, термостабильность и свойства на основе (Ti, Cr) на сплавах WC-TiC-Co, Золь-гель синтез гибридных люминисцирующих нанокомпозитов на основе кварцевого стекла. Теплоизоляционные силикатные высокопористые материалы, оптически прозрачные керамические материалы на основе оксида иттрия. Синтез иттрий алюминиевого граната Золь-гель-методом. Слоистый композиционный наноматериал на основе стекла, получение керамических огнеупорных материалов на основе доломита, керамических материалов в системе алюминий-диоксид кремния-доломит методом СВС; адгезионные полимерные покрытия алмазных порошков; керамика в системе Аl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>, алюмоматричные композиционные материалы с карбидными и оксидными наполнителями. Концептуальные положения создания метастабильных сплавов нового поколения, самоорганизующихся при эксплуатации и др.

УДК [621.7+621.9](082) ББК 30.61я.43

ISBN 978-985-6441-08-3 (кн. 1) ISBN 978-985-6441-11-3 УДК 538.9:669.45

О.Н. Белая<sup>1</sup>, В.Г. Шепелевич<sup>2</sup>

### ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОСКОРОСТНОГО ЗАТВЕРДЕВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШИХ ФОЛЬГ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ СВИНЕЦ – МАГНИЙ

1УО «БГПУ им. М. Танка», <sup>2</sup>БГУ г. Минск, Беларусь

The research results of structure of rapidly solidified foils of Pb and its alloys with Mg are presented. Development of a cellular structure on the foil surface contacting with an atmosphere during crystallization in rapidly solidified foils of Pb-Mg alloys. The regularity of foils structure and properties changing, depending on the annealing temperature and duration is established.

Высокая плотность, мягкость, легкая обрабатываемость, сравнительно малая проводимость, коррозионная устойчивость и способность реагировать с органическими веществами придают свинцу особую практическую ценность. Улучшение механических свойств свинца, в частности твердости, возможно путем рационального легирования, при введении легирующих добавок происходят структурные изменения, которые определяют его физико-механические свойства. Кроме того, одним из наиболее перспективных направлений современного материаловедения является использование метода высокоскоростного затвердевания [1, 2]. Материалы, полученные методами высокоскоростного затвердевания расплава, обладают рядом свойств, которые обуславливают возможность их широкого применения в науке и технике. При этом разработка и использование методов прогнозирования свойств таких материалов и выявление влияния технологических параметров на их структуру и физические характеристики может существенно снизить затраты на разработку технологий получения новых материалов с заданными

свойствами. Однако следует отметить, что создаваемые таким-образом структуры в металлах, как правило, являются термодинамически неравновесными. Поэтому важно не только уметь создавать требуемую структуру, но и иметь четкие представления о ее стабильности. В связи с этим представляется актуальным проведение исследований быстрозатвердевших фольг сплавов на основе свинца, в частности сплавов системы свинец—магний.

Быстрозатвердевшие фольги получались методом центробежного охлаждения, при котором кристаллизация капли расплава массой 0,2 г осуществлялась на внутренней поверхности медного полого цилиндра. Частота вращения цилиндра составляла 25 об/с. Для исследования использовались фольги толщиной 30-80 мкм. Скорость охлаждения расплава составляла порядка 106 К/с [3]. Наблюдение топографии фольг проводилось на растровом электронном микроскопе LEO 1445 VP. Для анализа распределения анализируемых элементов осуществлялось сканирование по заданной линии. Рентгеноструктурные исследования выполнялись на дифрактометре ДРОН-3М в медном излучении. Текстура фольги исследована методом обратных полюсных фигур, полюсная плотность  $p_{\scriptscriptstyle \rm hd}$  дифракционных линий 111, 200, 220, 311, 331 и 420 рассчитана по методу Харриса [4]. При этом рентгеновское излучение падало либо на поверхность фольги, которая имела контакт с кристаллизатором (тип A), либо на противоположную сторону, контактирующую с атмосферой (тип Б). Измерения параметра элементарной ячейки кристаллической решетки а проведены по положению дифракционной линии 333, для этой же линии рассчитано физическое уширение. Относительная погрешность определения а около 0,01 %. Микротвердость измерялась с помощью прибора ПМТ-3. Относительная ошибка измерения микротвердости составляет 5 %.

Исследования морфологии поверхности быстрозатвердевших фольг системы Pb – Mg показали, что сторона фольги, прилегающая к кристаллизатору в процессе кристаллизации, характеризуется гладкой поверхностью, в то время как на стороне фольги, контактирующей с атмосферой, присутствуют бугорки, на которых в некоторых местах наблюдается ячеистая структура. Рентгеноспектральный микроанализ выявил однородность в распределении компонентов.

Результаты расчета параметра элементарной ячейки показали (рис. 1), что данная величина меньше, чем для фольг чистого свинца. Наблюдаемое уменьшение связано с образованием при легировании магнием пересыщенного твердого раствора замещения.

Величина физического уширения имеет небольшое значение вследствие небольших значений микродеформаций, возникающих при внедрении атомов легирующих элементов в решетку матрицы. Как показал расчет [5], величина микродеформаций для фольг чистого свинца совпадает с минимальным значением микродеформаций, определяемых рентгеноструктурным анализом [6]. При легировании фольг свинца магнием значение физического уширения уве-

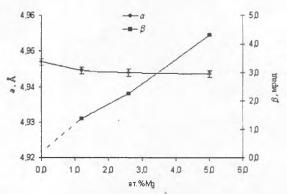


Рис. 1. Зависимость параметра элементарной ячейки (*a*) и физического уширения (β) от концентрации магния в сплавах системы Pb – Mg

личивается (рис. 1), что подтверждает наблюдаемое уменьшение параметра элементарной ячейки. При этом величина  $\beta$  становится равной 4,3 мрад для фольг Pb – 5,0 ат.% Mg.

Среди факторов, определяющих свойства материалов, большое значение имеет текстура. Наличие текстуры влияет на многие структурно-чувствительные свойства материалов: на прочность и твердость, анизотропию упругих, электрических, магнитных и других свойств. Распределение полюсных плотностей дифракционных отражений, принадлежащих твердому раствору на основе свинца, указывает на формирование текстуры (111) на стороне фольги типа

A (рис. 2), на долю данной ориентировки приходится до 95 % объема фольги. Сторона фольги типа B не характеризуется некоторой определенной ориентировкой зерен. Следует отметить, что текстура (111) характерна и для других сплавов на основе свинца, полученных методом высокоскоростного затвердевания [7]. Однако в них четко выраженной текстурой характеризуются и сторона фольги типа A, и сторона фольги типа B, хотя сторона фольги типа B текстурирована в меньшей степени.

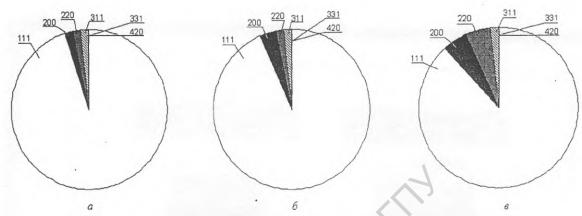


Рис. 2. Полюсные плотности дифракционных линий быстрозатвердевших фольг сплава Pb-5.0 ат. % Mg: a — исходные,  $\delta$  — отжиг 120 °C. 1 час;  $\epsilon$  — отжиг 200 °C, 1 час

Известно, что из плоскостей {100} и {111} наиболее плотноупакованными являются плоскости {111}, а наименьшей поверхностной энергией характеризуются плоскости {100}. При затвердевании в сильно неравновесных условиях текстура определяется зернами, у которых при плоском фронте кристаллизации межфазная граница «кристалл – жидкость» совпадает с плоскостями, перемещающимися с наибольшей скоростью. Такими плоскостями являются плоскости {111} [8]. Вследствие этого при быстром затвердевании предпочтителен рост тех зерен, у которых плоскости {111} перпендикулярны направлению теплооотвода, формируя тем самым текстуру (111).

В фольгах типа E текстура (111) отсутствует. Это обусловлено тем, что в процессе кристаллизации слоев фольги, прилегающих к кристаллизатору, происходит выделение теплоты, которая уменьшает скорость охлаждения последующих слоев фольги. Изменение условий кристаллизации для последующих слоев фольги способствует росту зерен с другой ориентировкой, что вызывает уменьшение доли зерен с ориентировкой (111).

Микротвердость быстрозатвердевших фольг сплавов системы Pb — Mg превышает микротвердость фольг чистого свинца. Так, микротвердость фольг свинца, легированных 2,5 и 5,0 ат. % Mg превышает микротвердость фольг чистого свинца в 2 и 3 раза соответственно.

Исследовано влияние отжига на структуру и свойства фольг сплавов системы Pb-Mg. Отжиг исследуемых фольг при температуре  $120\,^{\circ}C$  в течение  $1\,^{\circ}$  приводит к выделению частиц второй фазы (рис. 3), а именно соединения  $Mg_2Pb$  по данным [10]. При этом выделения второй фазы располагаются преимущественно на границах зерен, их размер не превышает  $0.3\,^{\circ}$  мкм.

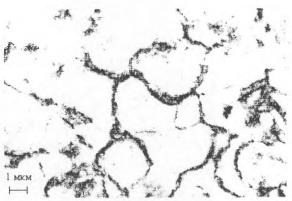


Рис. 3. Микроструктура быстрозатвердевших фольг Pb – 5 ат.% Mg, отожженных при температуре 120 °C в течение 1 часа

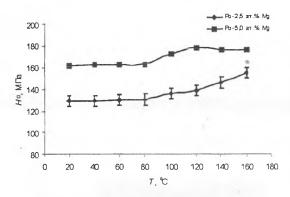


Рис. 4. Зависимость микротвердости быстрозатвердевших фольг Pb – Mg от температуры отжига

Отжиг в этом же температурном режиме приводит к увеличению параметра элементарной ячейки, что подтверждает протекание процесса распада пересыщенного твердого раствора. Перераспределение полюсных плотностей при различных температурных режимах (рис. 2) указывает на то, что в процессе отжига происходит незначительное изменение текстуры. Процессы рекристаллизации притекают не так интенсивно в связи с выделением на границах зерен частиц второй фазы. Перечисленные выше факторы объясняют увеличение величины микротвердости в процессе изохронного отжига (рис. 4).

### Список использованных источников

- 1. Высокоскоростное затвердевание расплава (теория, технология и материалы) / В.А. Васильев [и др.]; под общ. ред. Б.С. Митина. М.: «СП ИНТЕРМЕТ ИНЖИНИРИНГ», 1998. 400 с.
- 2. Mehrabian, R. Rapid Solidification / R. Mehrabian // Int. Metals Reviews. 1982. Vol. 27, № 4. P. 185–208.
- 3. Мирошниченко, И.С. Закалка из жидкого состояния / И.С. Мирошниченко. М.: Металлургия, 1982. 168 с.
- 4. Вассерман, Г. Текстуры металлических материалов / Г. Вассерман, И. Гревен. М.: Металлургия, 1969. 654 с.
- 5. Горелик, С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализы / С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.С. Скаков. М.: ГНТИЛЧЦМ, 1963. 256 с.
  - б. Русаков, А.А. Рентгенография металлов / А.А. Русаков. М.: Атомиздат, 1977. 480 с.
- 7. Шахрай, О.Н. Текстура быстрозатвердевших фольг свинца и его сплавов / О.Н. Шахрай, В.Г. Шепелевич // Весці Нацыянальнай Акадэміі навук Беларусі. Серия физико-технических наук. — 2004. — № 3. — С. 32–34.
- 8. Li, D.Y. A possible role for surface paking density in the formation of {111} texture in solidified FCC metals / D.Y. Li, J.A. Szpunar / J. of Mater. Sci. Lett. 1994. Vol. 13. P. 1521–1523.
- 9. Хансен, М. Структуры двойных сплавов / М. Хансен, К. Андерко. М.: Металлургиздат, 1962. 1488 с.