

Структура быстрозатвердевших фольг сплавов системы алюминий-свинец

В. Г. Шепелевич, Л. В. Жилко

Исследованы зеренная структура и влияние отжига на текстуру фольг сплавов Al – 0,5 – 3,0 масс.% Pb. В быстрозатвердевших фольгах сплавов системы Al – Pb, содержащих до 3,0 масс. % свинца, формируется текстура (111) и образуются дисперсные выделения свинца. Отжиг фольг до 600°C не вызывает изменение текстуры, но приводит к укрупнению выделений свинца.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, быстрозатвердевшие фольги, текстура, кристаллизация.

Researches structures of grain and influences of annealing on a structure of foil alloys Al – 0,5 – 3,0 wt. % Pb are presented. In rapidly solidified foil alloys of Al – Pb system, containing to 3,0 wt.%. Pb, the structure (111) is formed and disperse particles of lead are formed. Annealing to 600°C foil doesn't cause to structure change, while leads to integration of the lead particles.

Key words: aluminum alloys, rapidly solidified foil, a texture, crystallization.

Введение

Сплавы системы алюминий – свинец, в которых имеют место монотектическое превращение при 659°C и эвтектическое превращение при 327°C [1], находят применение в качестве антифрикционных и демпфирующих материалов [2, 3]. Их механические свойства и эксплуатационные характеристики определяются не только химическим составом, но и размером, морфологией и распределением фаз. Структура металла существенно зависит от условий получения [4 – 6]. В последние десятилетия активно развиваются методы синтеза материалов в сильно неравновесных условиях, например, высокоскоростная кристаллизация, при которой скорость охлаждения расплава достигает 10^5 К/с и выше [7, 8]. В связи с этим исследование структуры быстрозатвердевших фольг сплавов системы алюминий-свинец является актуальным, имеет научное и практическое значение.

Цель данной работы — исследование структуры быстрозатвердевших фольг сплавов системы Al – 0,5 – 3,0 масс. % Pb и ее изменения при отжиге до 600°C.

Методика эксперимента

Исследуемые сплавы, Al – 0,5 – 3,0 масс.% Pb, получены сплавлением компонентов в кварцевой ампуле. Чистота алюминия и свинца не хуже 99,99%. Фольги сплавов получены при затвердевании капли расплава массой 0,2 – 0,3 г, помещенной на внутреннюю полированную поверхность медного барабана диаметром 20 см вращающего с частотой 25 об./с. Линейная скорость поверхности барабана составляла 15 м/с. Для исследований использовали фольги толщиной 40 – 80 мкм. Скорость охлаждения расплава, как показал расчет [8], достигла 10^6 К/с. Для изучения структуры быстрозатвердевших фольг использовали растровую электронную микроскопию (микроскоп LEO 1455 VP), рентгеноструктурный анализ (дифрактометр ДРОН-3). Текстуру фольг исследовали с помощью обратных полюсных фигур. Полюсные плотности дифракционных линий рассчитывали по методу Харриса [9]. Исследование зеренной структуры фольг также осуществляли и методом дифракции электронов с помощью специальной приставки “HLK CHANNEL 5” (Oxford

Instruments) к растровому микроскопу LEO 1455 VP. Рентгеноструктурный микроанализ проводили на энергодисперсном SiLi полупроводниковом детекторе.

Результаты и их обсуждение

Исследование зеренной структуры

Размер быстрозатвердевших фольг исследуемых сплавов составлял: $10 \times 1 \text{ см}^2$. Зеркальная поверхность фольги, прилегающая к кристаллизатору (в дальнейшем поверхность *A*) содержала впадины микронных размеров. Противоположная поверхность фольги (поверхность *B*) имела бугристую структуру. На поверхности *B* и во впадинах поверхности *A* сформировалась ячеистая структура с размером ячеек 1 – 5 мкм. На границах ячеек обнаружены дисперсные выделения свинца. Аналогичная структура наблюдается в сплавах алюминия с другими элементами, и др. сплавах [10, 11]. Ее образование может быть связано с возникновением конвекционных потоков в расплаве, обусловленных концентрационно-капиллярным и термокапиллярным эффектами [12].

Сильное переохлаждение жидкой фазы при высокоскоростной кристаллизации сплавов Al – 0,5 – 3,0 масс. % Pb приводит к измельчению зеренной структуры. На рис. 1 приведена фотография поверхности *A* фольги сплава Al – 1,5 масс. % Pb. Распределение максимальных хорд сечений зерен на поверхности *A* и *B* по размерным группам характеризуется одним максимумом. Средние размеры зерен, определенным методом секущих [13], на поверхностях фольги *A* и *B* равны 27 и 29 мкм, соответственно.

В быстрозатвердевших фольгах исследуемых сплавов образуется преимущественная ориент-

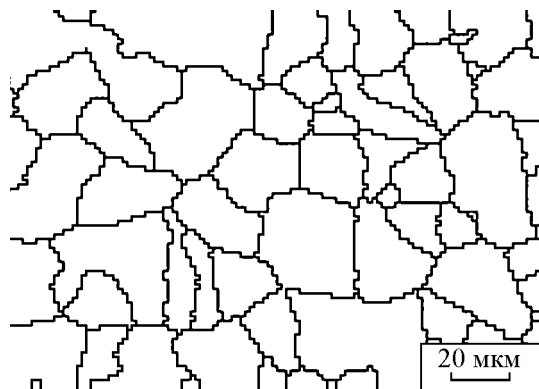


Рис. 1. Зеренная структура поверхности *A* быстрозатвердевшей фольги сплава Al – 1,5 масс. % Pb.

ровка зерен. На рис. 2 приведена прямая полюсная фигура плоскостей {111} сплава Al – 1,5 масс. % Pb. Центр проекций круга совпадает со стереометрической проекцией нормали фольги. Гномостереометрические проекции плоскостей {111} различных зерен расположены преимущественно в центре круга проекций или незначительно смещены от него. Это указывает на формирование аксиальной текстуры (111) в быстрозатвердевших фольгах.

При использовании обратных полюсных фигур для описания преимущественной ориентации зерен проведен расчет полюсных плотностей дифракционных линий. Их значения для фольг сплавов, содержащих 0,5 – 3,0 масс. % Pb, приведены в табл. 1. Наибольшим значением полюсной плотности характеризуется дифракционная линия 222, что подтверждает формирование текстуры (111) в быстрозатвердевших фольгах сплавов Al – (0,5 – 3,0 масс. %) Pb. Доля объема зерен, у которых плоскости {111} параллельны поверхности фольги *A*, достигает 90 %. В слое фольги, прилегающей к поверхности *B*, текстура (111) менее четкая, чем в слое, прилегающей поверхности *A*. Следует отметить, что в алюминии и его сплавах, получаемых традиционными методами с небольшой скоростью охлаждения формируется

Таблица 1

Полюсные плотности дифракционных линий для быстрозатвердевших фольг сплавов системы алюминий – свинец

Концентрация свинца, масс. %	Полюсные плотности дифракционных линий					
	200	220	311	222	331	420
0,5	0,2	0,2	0,1	5,3	0,1	0,1
1,5	0,2	0,5	0,3	4,7	0,2	0,1
3,0	0,2	0,4	0,3	4,6	0,2	0,2

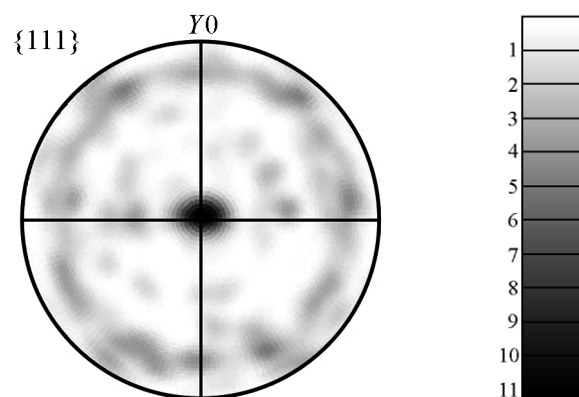


Рис. 2. Прямая полюсная фигура гномостереографических проекций плоскостей {111} для фольги сплава Al – 1,5 масс. % Pb.

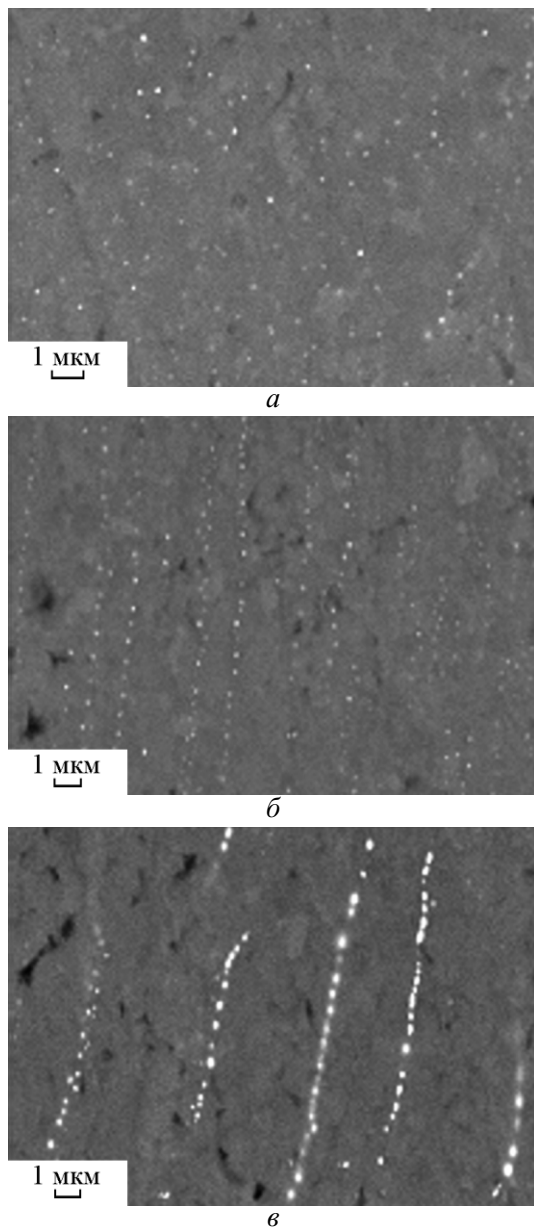


Рис. 3. Микроструктура слоев фольги сплава Al – 1,5 масс. % Pb, прилегающих к поверхности А (а), В (б) и середине фольги (в).

текстура {100} [9]. В [14] приведены результаты расчета величины энергетического барьера при перемещении межфазной границы “кристалл – жидкость” для различных кристаллографических плоскостей. Ее величина минимальна для межфазной границы, совпадающей с плоскостями {111}. Поэтому в направлении теплоотвода растут преимущественно те зерна, у которых плоскости {111} совпадают с межфазной границей и параллельны поверхности фольги, формируя тем самым текстуру (111).

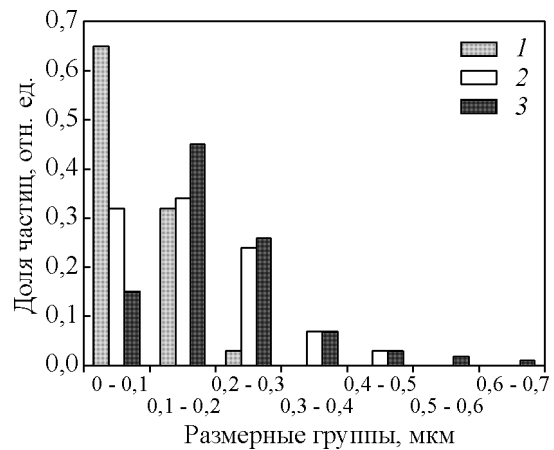


Рис. 4. Гистограмма распределения выделений свинца в быстрозатвердевшей фольге сплава Al – 1,5 масс. % Pb после получения (1), отжига в течении 3 ч при: 2 – 430 °С, 3 – 570 °С.

Микроструктура поперечного сечения фольги сплава Al – 1,5 масс. % Pb представлена на рис. 3. Светлые пятна на фотографии соответствуют свинцу. Видны дисперсные выделения свинца, расположенные в объеме зерен матрицы, а также более крупные выделения, расположенные на границах зерен. Средние размеры выделений свинца, находящиеся в объеме и на границах зерен, равны 0,11 и 0,29 мкм, соответственно. При высокоскоростном затвердевании из-за значительного переохлаждения расплава образуются зерна пересыщенного твердого раствора на основе алюминия, между которыми располагаются дисперсные выделения свинца в виде капель (если температура твердеющего сплава выше 327°С) или в виде дисперсных твердых частиц (если эта температура ниже 327°С). Капли свинца при дальнейшем охлаждении испытывают эвтектическое превращение, при котором также образуются дисперсные выделения свинца, расположенные на границах зерен. В пересыщенном твердом растворе происходит образование дисперсионных выделений свинца, которые располагаются внутри зерен матрицы и на границах зерен.

На рис. 4. приведена гистограмма распределения выделений свинца по размерным группам. В исходном состоянии полученных быстрозатвердевших фольг преобладают выделения, относящиеся к первой размерной группе (до 0,1 мкм). Средний размер выделений свинца в фольге по мере перемещения фронта кристаллизации увеличивается. Различие средних размеров выделений свинца, находящихся вблизи поверхностей А и В, достигает 50%. По мере перемещения фронта кристаллизации происходит уменьшение скорости охлаждения

Зависимость полюсной плотности P_{222} от температуры нагрева при изохронном отжиге фольг сплавов системы алюминий – свинец

Концентрация свинца, масс. %	Полюсная плотность P_{222}												
	Температура отжига, °С												
	20	60	90	125	165	200	250	300	350	420	470	530	600
1,0	4,8	4,7	4,8	4,7	4,7	4,8	4,7	4,8	4,8	4,8	4,7	4,9	5,1
1,5	4,7	4,8	4,7	4,6	4,6	4,7	4,7	4,7	4,6	4,7	4,4	4,7	4,6
3,0	4,6	4,5	4,6	4,6	4,7	4,5	4,5	4,6	4,5	4,7	4,7	4,6	4,6

жидкости и степени ее переохлаждения. Наблюдается столбчатый рост зерен, при котором происходит оттеснение атомов свинца от межфазной границы к границам зерен, где они образуют дисперсные выделения, формируя строчечную структуру в средней части фольги. При проведении сравнительного анализа микроструктуры фольг и массивных образцов сплава Al–1,5 масс. % Pb, полученных при скоростях охлаждения $\sim 10^{-2}$ и $\sim 10^2$ К/с обнаружено, что средние размеры выделений свинца в них равны 15 и 1,2 мкм, соответственно. Зависимость среднего размера выделений свинца d от скорости охлаждения жидкой фазы u аппроксимируется выражением

$$d = 4,5 u^{-0,26}$$

(d — измеряется в мкм, а u — в К/с).

Исследование влияния отжига на микроструктуру фольг

Исследовано влияние отжига на микроструктуру фольг исследуемых сплавов. В табл. 2 представлены значения полюсных плотностей дифракционных линий P_{222} при изохронном отжиге фольг сплавов алюминия, содержащих 1,0, 1,5 и 3,0 масс. % свинца.

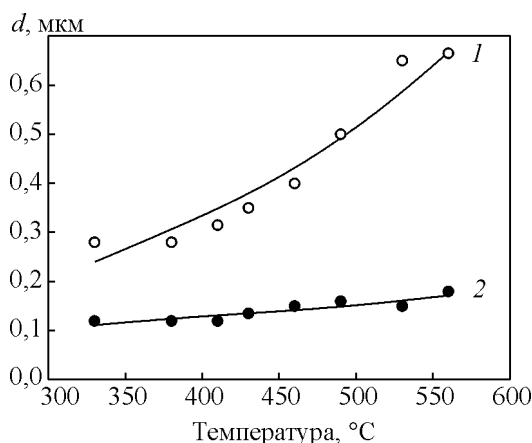


Рис. 5. Зависимость среднего размера выделений свинца, локализованных: 1 — на границах, 2 — в объеме зерен, от температуры отжига фольг сплава Al – 1,5 масс. % Pb.

Значительных изменений P_{222} в сплавах с разным составом не наблюдаются, что свидетельствует о сохранении текстуры (111).

При нагреве быстрозатвердевших фольг сплавов происходит изменение распределения дисперсных выделений свинца и их размеров. На рис. 4 представлено их перераспределение по размерным группам. Отжиг фольг сплава Al – 1,5 масс. % Pb при 430 и 570 °С в течение 3 ч при каждой температуре вызывает уменьшение доли выделений свинца в минимальной размерной группе и ее увеличение в больших размерных группах. Зависимость среднего размера частиц от температуры отжига приведена на рис. 5. С увеличением температуры отжига растет средний размер выделений свинца, находящихся в объеме зерен и на их границах. При этом более интенсивно растут выделения свинца на границах зерен, чем в их объеме, что обусловлено развитием процессов диффузии и активацией переходов атомов через межфазную границу.

Определена зависимость среднего размера дисперсных выделений от времени выдержки при постоянной температуре отжига. Установлено, что наблюдаемые изменения среднего размера зерен от времени можно аппроксимировать выражением $d = d_0 + at$. Для выделений свинца, локализованных на границах зерен, $d_0 = 0,29$ мкм, $a = 20$ нм/ч, а для выделений находящихся в объеме зерен — $d_0 = 0,11$ мкм, $a = 9$ нм/ч.

Выводы

В быстрозатвердевших фольгах сплавов системы Al – Pb, содержащих 0,5 – 3,0 масс. % свинца, формируется текстура алюминия (111). Дисперсные выделения свинца имеют равноосную форму и их средний размер с увеличением скорости охлаждения уменьшается до десятых долей микрометра. При отжиге фольг до 600°С текстура в сплавах сохраняется, а средний размер выделений свинца в зависимости от времени выдержки при изотермическом отжиге увеличивается по линейному закону.

Литература

1. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Под ред. Н.П.Лякишев. В 3-х т. Т.2. М.: Машиностроение, 1997, 1026 с.
2. Промышленные деформированные, спеченные и литейные сплавы. Отв. ред. Ф.И. Квасов, И.Н. Фридляндер. М.: Metallurgia, 1972, 438 с.
3. Троицкий О.А., Баранов Ю.В., Аврамов Ю.Д., Шляпин А.Д. Физические основы и технология обработки современных материалов. В 2-х т. Т. 1. Москва – Ижевск: Институт компьютерных технологий, 2004, 468 с.
4. Физическое металловедение: Под ред. Р.У. Кана и П.Т. Хаазена. В 3-х т. Т.2. М.: Metallurgia, 1987, 624 с.
5. Мартин Дж., Доэрти Р. Стабильность микроструктуры металлических систем. М.: Атомиздат, 1978, 248 с.
6. Калачев Б.А., Габидуллин Р.М., Пигузов Ю.В. Технология термической обработки цветных металлов и сплавов. М.: Metallurgia, 1980, 280 с.
7. Васильев В.А., Митин Б.С., Пашков И.Н. и др. Высокоскоростное затвердевание расплава (теория, технология и материалы). М.: СП ИНТЕРМЕТ ИНЖИНИРИНГ, 1998, 400 с.
8. Мирошниченко И.С. Закалка из Жидкого состояния. М.: Metallurgia, 1982, 168 с.
9. Вассерман Г., Грнев И. Текстуры металлических материалов. М.: Metallurgia, 1969, 654 с.
10. Сивцова П.А., Сивцов И.А., Шепелевич В.Г. Структура поверхности быстрозатвердевших фольг алюминиевых сплавов, полученных центробежной закалкой из расплава, Ж. функциональных материалов, 2007, т. 1, № 4, с. 134 – 140.
11. Шепелевич В.Г., Гутько Е.С., Ташлыкова – Бушкевич И.И. Структура и свойства быстрозатвердевших сплавов Al–Zn. Физика и химия обработки материалов, 2008, № 4, с. 18 – 25.
12. Астапчик С.А., Береза Н.А. Конвективный теплоперенос на фронте кристаллизации бинарных сплавов в условиях лазерного воздействия. Физика металлов и металловедение, 2007, т. 103, № 1, с. 3 – 14.
13. Чернявский К.С. Стереология в металловедении. М.: Metallurgia, 1977, 231 с.
14. Li D.Y., Szpunar I.A. A possible role for surface packing density in the formation of (111) texture in solidified FCC metals. J. Mater. Sci. Lett., 1994, v. 13, p. 1521 – 1523.

Статья поступила в редакцию 07.11.2011 г.

***Шепелевич Василий Григорьевич** — Белорусский государственный университет (г. Минск, Республика Беларусь), доктор физико-математических наук, профессор. Специалист в области физики конденсированного состояния, процессов кристаллизации, структуры сплавов, механических и физических свойств сплавов. E-mail: shepelevich@bsu.by.*

***Жилко Любовь Владимировна** — Белорусский государственный университет (г. Минск, Республика Беларусь), аспирантка. Специализируется в области физики конденсированного состояния, процессов кристаллизации, структуры сплавов, механических и физических свойств сплавов. E-mail: lyubov_zhilko@mail.ru.*