

УДК (620.17+620.18+539.26):669.76

## ЗЁРЕННАЯ СТРУКТУРА И МИКРОТВЕРДОСТЬ ФОЛЬГ СПЛАВОВ ВЦ8... 12) ат. % Sb, ПОЛУЧЕННЫХ СПИННИНГОВАНИЕМ

А.В. ДЕМИДЧИК, В.Г. ШЕПЕЛЕВИЧ  
(Белорусский государственный университет, Минск)

Представлены результаты металлографических исследований по измерению среднего размера зерна быстрозатвердевших фольг. Показано, что при легировании висмута сурьмой средний размер зерна уменьшается, а термическая обработка фольг приводит к его увеличению; микротвердость фольг увеличивается с ростом концентрации сурьмы в сплаве; отжиг фольг уменьшает микротвердость.

**Введение.** Сплавы висмут-сурьма с содержанием от 8 до 12 ат. % Sb являются полупроводниковыми материалами л-типа в области температур 77...200 К, в связи с чем нашли применение в каскадах твердотельных охладителей и при изготовлении различных термоэлектрических устройств (датчиков, преобразователей Холла и т.п.) [1 - 4]. Применяемые в указанных устройствах материалы подвержены различного рода температурным градиентам и возникающим вследствие этого механическим напряжениям, способным привести к изменению физико-механических свойств и даже разрушению материала. Поэтому представляют интерес исследования зеренной структуры и микротвердости быстрозатвердевших фольг сплавов Bi-Sb, а также изменение их в процессе термической обработки.

**Методика проведения эксперимента.** Быстрозатвердевшие фольги получались инжестированием капли расплава на внешнюю поверхность вращающегося (линейная скорость вращения = 14 м/с) отполированного медного цилиндра. Толщина фольг при этом составляла 20...60 мкм. Скорость охлаждения жидкой фазы, как показал расчет [5], составляет  $\sim 10^6$  К/с. Средний размер зерна  $d$  рассчитывался методом секущих [6], полюсные плотности дифракционных линий  $10\bar{1}2$ ,  $10\bar{1}4$ ,  $11\bar{2}0$ ,  $10\bar{1}5$ ,  $20\bar{2}0$ ,  $20\bar{2}2$ ,  $10\bar{1}7$ ,  $20\bar{2}5$ ,  $21\bar{3}0$ ,  $12\bar{3}2$  и  $0009$  – методом Харриса [7].

Металлографический анализ был проведен с использованием оптической системы ПМТ-3. Травление шлифов осуществлялось раствором азотной кислоты в этиловом спирте. Измерение микротвердости  $H_\mu$  проводилось на микротвердомере ПМТ-3 с использованием нагрузки 10 г. Погрешность измерения  $H_\mu$  составляла не более 4 %. Изохронный отжиг быстрозатвердевших фольг проводился в интервале температур 20...270 °С с выдержкой по 10 минут через каждые 20 °С. Изотермический отжиг проводился при различных температурах в течение нескольких часов. Рентгеноструктурный анализ был проведен на дифрактометре ДРОН-3 в медном излучении.

**Результаты работы и их обсуждение.** Металлографический анализ выявил образование микрокристаллической структуры. Средний размер зерна с ростом концентрации сурьмы в висмуте, как видно из табл. 1, уменьшается. Уменьшение среднего размера зерна при легировании обусловлено увеличением количества центров зарождения твердой фазы при кристаллизации сплава и уменьшением скорости перемещения межфазных границ. Необходимо отметить, что средний размер зерна получаемых спиннингованием фольг несколько превышает  $d$  фольг, получаемых прокаткой [8] или кристаллизацией капли расплава на внутренней поверхности вращающегося медного цилиндра [9].

Зеренная структура фольг сплава Bi-10 ат. % Sb представлена на рис. 1.

Таблица 1

Средний размер зерна и микротвердость быстрозатвердевших фольг сплава Bi-Sb

Содержание Sb в сплаве, ат. %	0	8	10	12
$d$ , мкм	18	15	12	11
$H_\mu$ , МПа	130	315	335	350

Быстрозатвердевшие фольги имеют четко выраженную текстуру  $(10\bar{1}2) + (20\bar{2}0)$  (табл. 2). Компонент  $(10\bar{1}2)$  текстуры по мере увеличения концентрации сурьмы в сплаве усиливается, а компонент  $(20\bar{2}0)$  ослабевает.

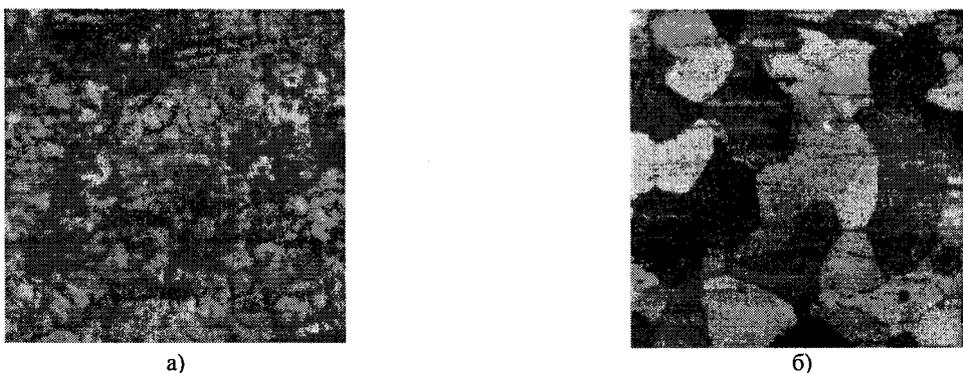


Рис. 1. Зеренная структура фольг сплава Bi - 10 ат. % Sb:  
а - до отжига (x660); в - отжиг при 220 °С в течение 1,5 ч (x440)

Таблица 2

Полюсные плотности дифракционных линий быстрозатвердевших фольг сплава Bi-Sb

ат. % Sb	Дифракционные линии										
	10 $\bar{1}2$	10 $\bar{1}4$	11 $\bar{2}0$	10 $\bar{1}5$	20 $\bar{2}0$	20 $\bar{2}2$	10 $\bar{1}7$	20 $\bar{2}5$	21 $\bar{3}0$	21 $\bar{3}2$	0009
8	3,0	0,1	0,1	0,1	6,8	0,7	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0
10	3,2	0,1	0,1	0,1	6,4	1,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0
12	6,9	0,0	0,0	0,2	3,5	0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Микротвердость  $H_\mu$  фольг с увеличением концентрации сурьмы в висмуте увеличивается (см. табл. 1). Это обусловлено тем, что при легировании висмута сурьмой происходит усиление ковалентных сил связи между атомами [4] и измельчение зеренной структуры в фольгах сплава висмут-сурьма.

Быстрозатвердевшие фольги находятся в неустойчивом состоянии. Термическая обработка фольг (30-минутный отжиг при температурах выше 160 °С) приводит к увеличению среднего размера зерна (табл. 3), ослаблению компоненты (1012) текстуры и усилению компоненты (2020) (табл. 4).

Таблица 3

Зависимость среднего размера зерна для фольг сплава Bi-10 ат. % Sb от температуры 30-ти минутного отжига

Температура отжига, °С	Исходная фольга	130	160	220
$d$ , мкм	12	12	16	30

Таблица 4

Полюсные плотности дифракционных линий отожженных фольг сплава Bi-10 ат. % Sb

Состояние фольги	Дифракционные линии										
	10 $\bar{1}2$	10 $\bar{1}4$	11 $\bar{2}0$	10 $\bar{1}5$	20 $\bar{2}0$	20 $\bar{2}2$	10 $\bar{1}7$	20 $\bar{2}5$	21 $\bar{3}0$	21 $\bar{3}2$	0009
Исходное	6,9	0,0	0,0	0,2	3,5	0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Отжиг 160 °С	6,8	0,1	0,0	0,0	3,6	0,4	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0
Отжиг 220 °С	1,1	0,1	0,2	0,7	5,9	0,6	0,0	0,0	0,2	1,4	0,9

Изохронный отжиг фольг до температуры 150 °С (рис. 2) не оказывает влияния на микротвердость. Начиная со 160 °С,  $H_\mu$  уменьшается. Уменьшение микротвердости на данном температурном интервале необходимо связать с протеканием собирательной рекристаллизации [10], при которой, как показано выше, происходит увеличение среднего размера зерна и уменьшение удельной поверхности межзеренных границ [8]. Заметим, что для быстрозатвердевших фольг, полученных, например, прокаткой [11], температурный участок, на котором происходит уменьшение  $H_\mu$ , приходится на 160...220 °С. При температуре выше 220 °С микротвердость не изменялась.

Изотермический отжиг фольг при 160 °С (и последующий отжиг этих же фольг при 220 °С) также приводит к уменьшению микротвердости (рис. 3).

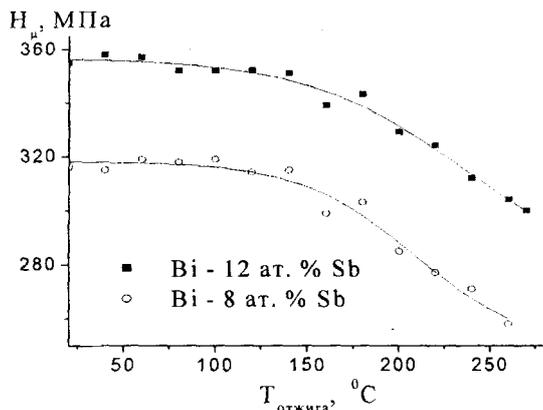


Рис. 2. Зависимость микротвердости  $H_{\mu}$  от температуры изохронного отжига

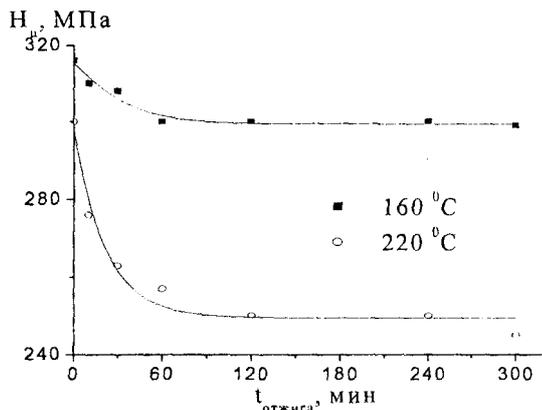


Рис. 3. Зависимость микротвердости  $H_{\mu}$  фольг сплава Bi-8 ат. % Sb от времени изотермического отжига

**Выводы.** В результате сверхбыстрой закалки из расплава получены фольги сплавов висмут-сурьма с неустойчивой микрокристаллической структурой. Легирование висмута сурьмой приводит к уменьшению среднего размера зерна. Отжиг фольг влечет за собой увеличение среднего размера зерна. Быстрозатвердевшие фольги имеют четко выраженную текстуру  $(10\bar{1}2) + (20\bar{2}0)$ . Компонент  $(10\bar{1}2)$  текстуры по мере увеличения концентрации сурьмы в сплаве усиливается, а компонент  $(20\bar{2}0)$  ослабевает. Отжиг приводит к ослаблению компоненты  $(10\bar{1}2)$  текстуры и усилению компоненты  $(20\bar{2}0)$ . Микротвердость фольг с увеличением концентрации сурьмы в висмуте увеличивается. Отжиг приводит к уменьшению микротвердости.

#### ЛИТЕРАТУРА

- Осипов Э.В. Твердотельная криогеника. - Киев: Наукова думка, 1977. - 234 с.
- Иорданишвили Е.К. Термоэлектрические источники питания. - М.: Сов. радио, 1968. - 183 с.
- Прокошин В.И., Шепелевич В.Г., Ярмолович В.А. Исследование миниатюрных измерительных структур на основе пленок полуметаллов // Вестник БГУ. Сер. 1. - 1983. - № 2. - С. 24 - 27.
- Явления переноса в висмуте и его сплавах / Д.В. Гицу, И.М. Голбан, В.Г. Канцер и др. - Кишинев: Штиинца, 1983. - 237 с.
- Мирошниченко И.С. Закалка из жидкого состояния. - М.: Металлургия, 1982. - 168 с.
- Чернявский К.С. Стереология в металловедении. - М.: Металлургия, 1977. - 280 с.
- Вассерман Г., Гревен И. Текстуры металлических материалов. - М.: Металлургия, 1969. - 654 с.
- Демидчик А.В. Структура фольг сплавов Bi-(8...12) ат. % Sb, полученных сверхбыстрой закалкой из расплава // Сб. материалов IV межвузовской науч.-метод. конф. молодых ученых. - Брест, 2002. - С. 9-10.
- Шепелевич В.Г., Демидчик А.В. Зеренная структура фольг сплавов Bi-(8...12) ат. % Sb, полученных сверхбыстрой закалкой из расплава // Физика полупроводников и полуметаллов (ФПП-2002): Тез. докл. всерос. науч. конф. - СПб.: РГПУ им. А.И. Герцена, 2002. - С. 143 - 144.
- Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. - М.: Металлургия, 1978. - 392 с.
- Демидчик А.В., Шепелевич В.Г. Микротвердость быстрозатвердевших фольг сплавов Bi-(8..12) ат. % Sb // Наука - образованию, производству, экономике: Рефераты докл. междунар. науч.-техн. конф. Т. 1. - Мн.: Технопринт, 2003. - С. 38.