

УДК 538.9:532.78

**А. П. ЗОЗУЛЯ**

ГОУ ВПО «Донбасская национальная академия строительства и архитектуры»

**ВЛИЯНИЕ ПЕРЕГРЕВА РАСПЛАВА НА МИКРОТВЁРДОСТЬ ВИСМУТА И ОЛОВА ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ**

**Аннотация.** Изучено влияние перегрева расплава выше критической температуры на микротвёрдость и микроструктуру висмута и олова. Установлено, что при взрывной кристаллизации висмута и олова со значительными переохлаждениями их структура более мелкозернистая, а микротвёрдость более высокая, чем при равновесной кристаллизации.

**Ключевые слова:** висмут, олово, расплав, критический перегрев, переохлаждение, микротвёрдость, микроструктура.

**ВВЕДЕНИЕ**

В последнее время наметился рост исследований, посвящённых разработке и исследованию новых, экологически безопасных припоев, в основу которых входят олово, висмут, индий, серебро и др. [1, 2]. Свойства этих припоев во многом зависят от особенностей плавления и кристаллизации [3–5], влияющих на структуру и свойства отдельных компонентов, в частности висмута и олова. В связи с этим является актуальным исследование влияния перегрева расплава и условий кристаллизации на механические свойства и структуру металла.

**ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Изучение влияния перегрева расплава и условий кристаллизации на микроструктуру и микротвёрдость висмута и олова.

**МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА**

Испытывали висмут и олово (марки ОСЧ) массами по 5 г. Температуру измеряли хромель-копелевой термопарой толщиной 0,2 мм с помощью цифрового термометра UNI-T-325 с выводом на персональный компьютер, погрешность измерения температуры составляла 0,3. Образцы Вi и Sn делили на две группы А и Б. Группа А – это условно недогретые образцы, расплавы которых прогревали до некоторой критической температуры  $T_K^+$ , после которой при охлаждении происходит скачкообразный переход от равновесной кристаллизации (РК) без переохлаждений к неравновесно-взрывной (НРВК), с переохлаждениями относительно соответствующей температуры плавления  $T_L$  (232 °С для Sn, 271,4 °С для Вi); группа Б – образцы, нагретые выше критической температуры на 100 °С. Для висмута критический перегрев  $\Delta T_K^+$  составляет ~20 °С ( $T_K^+ \approx 291 \div 292$  °С), для олова –  $\Delta T_K^+ \approx 6$  °С ( $T_K^+ \approx 277 \div 278$  °С) [6–8]. Скорости нагревания и охлаждения поддерживали в пределах  $0,36 \pm 0,02$  °С/с.

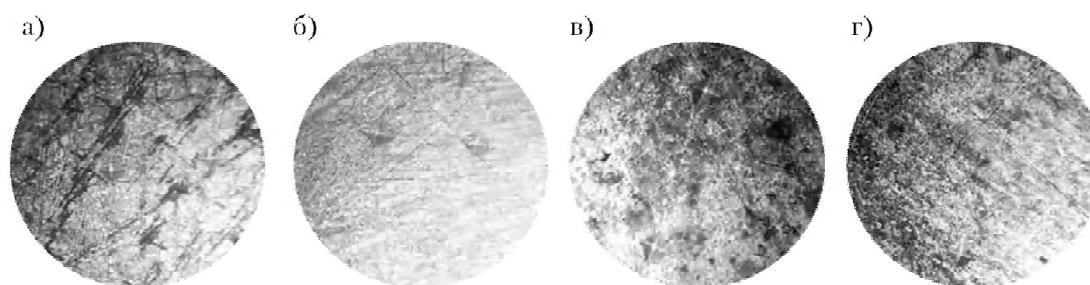
Для изучения микроструктуры (МС) изготавливали шлифы по стандартной технологии. Для химического травления применялись реактивы следующих составов [9]: 1) Реактив 1. Молочная кислота – 50 г; азотная кислота – 20 г; перекись водорода – 10 г; 2) Реактив 2. Йодистый калий – 10 г; вода – 50 мл; 3) Реактив 3. Полисульфат аммония – 10 г; вода – 50 мл.

Висмут травили в реактиве 1 методом окунания с промежуточным переполированием и контролем структуры. Затем проводилась промывка под сильной струёй воды и протирка спиртом. Олово предварительно протравливали в реактиве 2, а на следующем этапе – в реактиве 3. Исследование структуры проводили на микроскопе МИМ-7. Для всех образцов измеряли микротвёрдость (МТ)

на приборе ПМТ-3 при нагрузке 0,05 Н. Среднее количество замеров – 45...50. Число образцов каждого металла составило по 3 шт. Каждый образец сначала нагревали до  $T_K^+$  и кристаллизовали, затем проводили металлографические исследования. После этого эти же образцы вновь плавил, перегревали выше  $T_K^+$ , кристаллизовали и повторно изучали их МС и измеряли МТ.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

На рисунке и в таблице приведены данные по изучению микроструктуры и микротвёрдости соответственно.



**Рисунок** – Микроструктура исследуемых образцов, с отпечатками индентора микротвердомера,  $\times 160$ : а) висмут группы А; б) висмут группы Б; в) олово группы А; г) олово группы Б.

**Таблица** – Средняя микротвёрдость исследуемых образцов

	$H_\mu$ (Bi), Н/мм <sup>2</sup>	$H_\mu$ (Sn), Н/мм <sup>2</sup>
Группа А	140 ± 24	113 ± 13
Группа Б	215 ± 35	153 ± 33

Как следует из рисунка, микроструктура висмута после равновесной кристаллизации имеет вид относительно крупных столбчатых кристаллов с чётким разделением границ; а после НРВК видно, что границы зёрен размыты, а их размер меньше, но всё же имеют столбчатый вид. Олово в обоих случаях имеет мелкозернистую структуру с размытыми межзёренными границами, хотя зёрна Sn группы Б несколько овального вида, по сравнению с зёрнами Sn группы А. Установлено, микротвёрдость образцов группы Б выше образцов группы А для висмута на 35 %, а для олова на 26 %.

### ВЫВОДЫ

Таким образом, при неравновесно-взрывной кристаллизации висмута и олова образуется более мелкозернистая структура, чем при равновесной кристаллизации. Аналогично микротвёрдость висмута и олова после НРВК также более высокая, чем при РК. Следует отметить, что эффект измельчения микроструктуры после значительного перегрева расплава и при его кристаллизации из метастабильного состояния характерен не только для чистых олова и висмута, а также для некоторых легкоплавких сплавов [8, 10, 11]. Как видим, наблюдается своеобразная корреляция между структурой и свойствами изученных металлов.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Shunfeng, Cheng. A review of lead-free solders for electronics applications [Текст] / Shunfeng Cheng, Chien-Ming Huang, Michael Pecht // *Microelectronics Reliability*. – V. 75. – 2017. – P. 77–95.
2. Пивненко, В. Актуальность перехода к сплавам, используемым в бессвинцовых припоях [Текст] / В. Пивненко // *Радиокомпоненты*. – 2006. – № 3(9). – С. 8–35.
3. Ochoa, F. Effect of Cooling Rate on the Microstructure and Mechanical behavior of Sn – 3.5 Ag Solder [Текст] / F. Ochoa, J.J. Williams, N. Chawla // *JOM*. – 2003. – V. 55. № 6. – P. 56–60.
4. Miao, Hui-Wei. Thermal Cycling Test in Sn-Bi and Sn-Bi-Cu Solder Joints [Текст] / Hui-Wei Miao, Jenq-Gong Duh // *J. Mater. Sci. Mater. Electron*. – 2000. – V. 11. – P. 609–618.
5. Yong, Ma Reinforcement of graphene nanosheets on the microstructure and properties of Sn58Bi lead-free solder [Текст] / Yong Ma, Xuezheng Li, Wei Zhou, Lizhuang Yang, Ping Wu // *Materials & Design*. – V. 113. – 2017. – P. 264–272.

6. Александров, В. Д. О влиянии постоянного магнитного поля на переохлаждение висмута при кристаллизации [Текст] / В. Д. Александров, А. А. Баранников // *Металлы*. – 2000. – № 5. – С. 47–50.
7. Александров, В. Д. Исследование влияния термической предыстории капель олова и свинца на их кристаллизацию методом циклического термического анализа [Текст] / В. Д. Александров, А. А. Баранников // *Химическая физика*. – 1998. – Т. 17, № 10. – С. 140–147.
8. Александров, В. Д. Влияние термовременной обработки жидкой фазы на кристаллизацию сплавов в системе Sn-Bi [Текст] / В. Д. Александров, С. А. Фролова // *Расплавы*. – 2003. – Т. 3. – С. 14–21.
9. Панченко, Е. В. Лаборатория металлографии. [Текст] / Е. В. Панченко, Ю. А. Скаков, К. В. Попов, Б. И. Кример [и др.] / Под ред. Б. Г. Лившица. – М.: Гос. науч.-техн. изд-во лит-ры по черной и цв. мет., 1957. – 695 с.
10. Li, Xiaoyun. Effects of the melt state on the microstructure of a Sn-3.5%Ag solder at different cooling rates [Текст] / Xiaoyun Li, Fangqiu Zu, Wenlong Gao, Xiao Cui, Lifang Wang, Guohua Ding // *Applied Surface Science*. – 2012. – V. 258, № 15. – P. 5677–5682.
11. Yuan, Yu. Influence of melt overheating treatment on solidification behavior of BiTe-based alloys at different cooling rates [Текст] / Yu Yuan, Lv Long, Xiao-yu Wang, Bin Zhu, Zhong-yue Huang, Fang-qiu Zu // *Materials & Design*. – 2015. – V. 88. – P. 743–750.

Получено 02.04.2018

А. П. ЗОЗУЛЯ

### ВПЛИВ ПЕРЕГРІВУ РОЗПЛАВУ НА МІКРОТВЕРДІСТЬ ВІСМУТУ Й ОЛОВА ПРИ КРИСТАЛІЗАЦІЇ

ДОУ ВПО «Донбаська національна академія будівництва і архітектури»

**Анотація.** Вивчено вплив перегріву розплаву вище критичної температури на микротвердість і мікроструктуру висмуту й олова. Встановлено, що при вибуховій кристалізації висмуту й олова зі значними переохолодженнями їх структура більш дрібнозерниста, а микротвердість вища, ніж при рівноважній кристалізації.

**Ключові слова:** висмут, олово, розплав, критичний перегрів, переохолодження, микротвердість, мікроструктура.

ANASTASIA ZOZULIA

### EFFECT OF MELT OVERHEATING ON THE MICRO-HARDNESS OF BISMUTH AND TIN UPON CRYSTALLIZATION

Donbas National Academy of Civil Engineering and Architecture

**Abstract.** The effect of melt overheating above the critical temperature on the micro-hardness and microstructure of bismuth and tin is studied. It has been established that in the explosive crystallization of bismuth and tin with significant undercooling, their structure is finer-grained, and the micro-hardness is higher than in the case of equilibrium crystallization.

**Key words:** bismuth, tin, melt, critical overheating, undercooling, micro-hardness, microstructure.

**Зозуля Анастасія Петровна** – аспірант, асистент кафедри фізики, математики і матеріалознавства ГОУ ВПО «Донбасская национальная академия строительства и архитектуры». Научные интересы: кинетика зародышеобразования и массовой кристаллизации переохлаждённых жидкостей и аморфных сред.

**Зозуля Анастасія Петрівна** – аспірант, асистент кафедри фізики, математики і матеріалознавства ДОУ ВПО «Донбаська національна академія будівництва і архітектури». Наукові інтереси: кінетика зародкоутворення і масової кристалізації переохолоджених рідин і аморфних середовищ.

**Zozulia Anastasia** – Post-graduate student, assistant, Physics, Mathematics and Physical Materials Science Department, Donbas National Academy of Civil Engineering and Architecture. Scientific interests: kinetics of nucleation and mass crystallization of undercooled liquids and amorphous media.