

Влияние внешних условий на механизмы кристаллизации расплава Sn–Pb эвтектического состава

© А.П. Беляев, В.П. Рубец

Санкт-Петербургский государственный технологический институт (Технический университет),
198013 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: Belyaev@tu.spb.ru

(Поступила в Редакцию 27 февраля 2004 г.
В окончательной редакции 26 апреля 2004 г.)

Сообщается о результатах исследования кристаллизации расплава Sn–Pb эвтектического состава в резко неравновесных и равновесных условиях, в переменном электрическом поле, прикладываемом к образцу от генератора прямоугольных импульсов с частотой более 150 kHz. Приводятся данные о кривых охлаждения и микрофотографии поверхности разных сечений объема образца.

Выявлено, что под действием поля уменьшается время кристаллизации и изменяется масштаб эвтектических зерен.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 02-03-40432).

В [1] сообщалось о влиянии неоднородных условий на механизмы кристаллизации расплава Sn–Pb эвтектического состава. Там же демонстрировалась возможность непротиворечивого описания выявленных особенностей на основе последних теоретических достижений [2]. Однако в работе [1] остались за пределами рассмотрения особенности кристаллизации в резко неравновесных условиях, а также в электрическом поле. Вместе с тем реализация этих условий в настоящее время рассматривается как одна из перспективных методик получения материалов с новыми свойствами. В связи с этим далее предлагаются результаты исследования кристаллизации расплава Sn–Pb эвтектического состава в резко неравновесных условиях и результаты исследований кристаллизации в энергетически слабом (с точки зрения определения основных термодинамических параметров) переменном однополярном электрическом поле.

1. Методика эксперимента

Исследование процесса кристаллизации эвтектического расплава Sn–Pb проводилось в вакууме $\sim 10^{-3}$ Pa на установке, схема которой показана на рис. 1. Эвтектика помещалась в кварцевую ампулу, снабженную платиновыми электродами, разогревалась в специальной цилиндрической печи до однородного расплава, затем ампула выводилась из печи и снималась кривая охлаждения. После снятия кривой охлаждения ампула с эвтектикой опять помещалась в печь, расплавлялась, включался генератор положительных прямоугольных импульсов, ампула выводилась из печи и вновь снималась кривая охлаждения. Клеммы генератора подключались к образцу таким образом, чтобы электрическое поле было направлено от холодной части образца к горячей. Для контроля воспроизводимости результатов

опыт повторялся несколько раз. Амплитуда импульсов тока контролировалась на измерительном сопротивлении R с помощью осциллографа. Основные результаты получены при амплитуде тока 5 A и частоте следования импульсов 170 kHz со скважностью, равной 10. Напряженность электрического поля внутри образца не превышала десятых долей V/cm.

Кристаллизация в резко неравновесных условиях моделировалась путем помещения расплава эвтектического состава в жидкий азот.

Образцы эвтектик имели форму цилиндров диаметром 1.0 cm и длиной 5.0 cm. Для морфологических исследований в образцах делались сечения, проходящие через точки, обозначенные на рис. 1 буквами. Подготовка образцов осуществлялась по методике, описанной в [1]. Морфологические исследования проводились на сканирующем электронном микроскопе JSM-35. Все микрофотографии делались в z -контрасте.

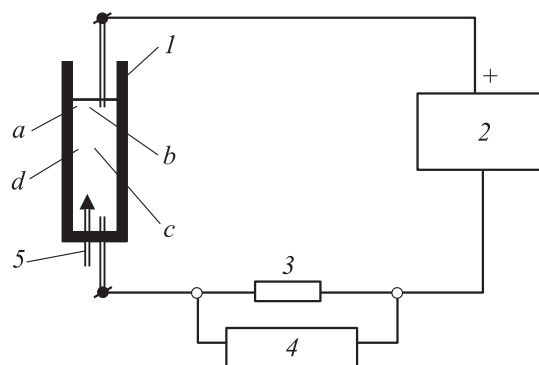


Рис. 1. Схема установки для кристаллизации расплава: 1 — кварцевая ампула, 2 — генератор прямоугольных импульсов, 3 — измерительное сопротивление, 4 — осциллограф, 5 — термодиполь. Буквами обозначены места сечений, с поверхности которых делались микрофотографии.

2. Результаты эксперимента

Исследовалась морфология сечений эвтектик, синтезированных при кристаллизации расплава эвтектического состава в условиях, близких к равновесным, и в резко неравновесных условиях. Исследовались эвтектики, полученные как при кристаллизации без действия электрического поля, так и при кристаллизации в электрическом поле. При кристаллизации расплава в условиях, близких к равновесным, дополнительно снимались кривые охлаждения. Кривые охлаждения имели вид, характерный для кристаллизации расплава эвтектического состава [1]. Продолжительность области кристаллизации расплава (область температурной остановки) зависела от того, проводилась кристаллизация во внешнем поле или без него. При кристаллизации во внешнем поле эта область сокращалась на $\sim 14\%$ (186 s по сравнению с 216 s).

Основные результаты исследования морфологии сечений эвтектик представлены на рис. 2–4. Морфология сечений образцов, синтезированных в резко неравновесных условиях, имела вид аномальной эвтектики, в которой трудно было выделить области, обогащенные

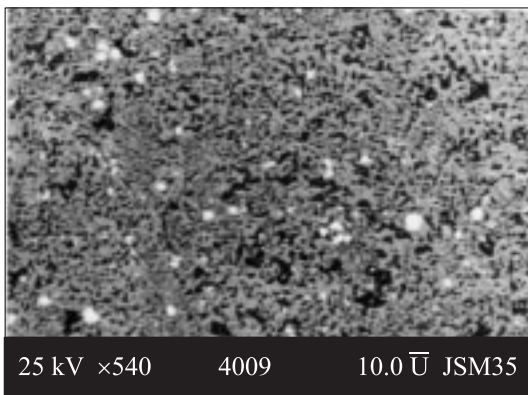


Рис. 2. Микрофотография поверхности сечения эвтектики, полученной при кристаллизации расплава в резко неравновесных условиях.

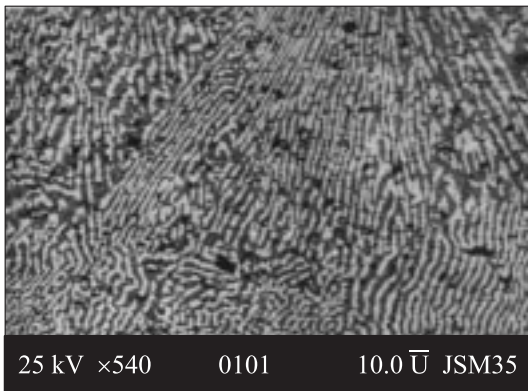


Рис. 3. Микрофотография поверхности сечения эвтектики, полученной при кристаллизации расплава в равновесных условиях без действия внешнего поля.

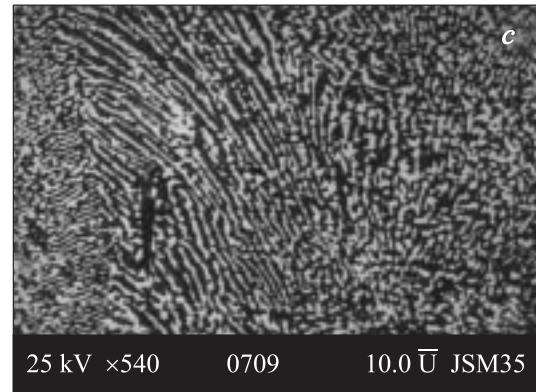
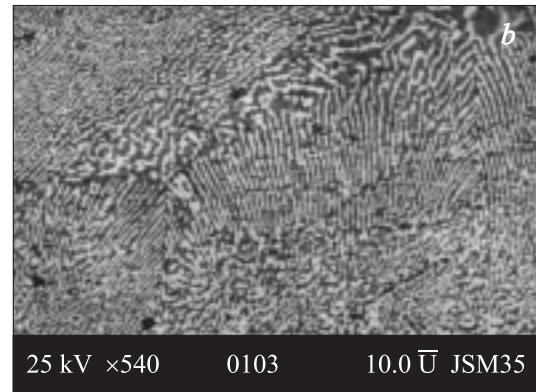
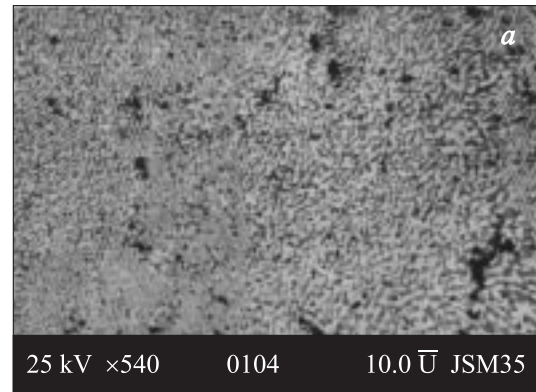


Рис. 4. Микрофотографии поверхностей сечения эвтектики, полученной при кристаллизации расплава в равновесных условиях во внешнем электрическом поле. *a, b* — поверхность сечения эвтектики в точках *a* и *b* соответственно (рис. 1), *c* — поверхность сечения эвтектики в точках *c* и *d* (рис. 1).

свинцом или оловом (рис. 2; белые включения на фотографии соответствуют следам пасты, использованной при подготовке образца).

Морфология всех сечений всех образцов, полученных при кристаллизации в равновесных условиях, имела вид, близкий к нормальным эвтектикам. Эвтектики, полученные при кристаллизации без поля, характеризовались однородностью размера эвтектических зерен по объему ($\sim 2.5 \mu\text{m}$). Типичная морфология такого образца демонстрируется рис. 3. Образцы, синтезированные в электрическом поле, отличались неоднородностью раз-

мера эвтектических зерен в разных областях эвтектики. Вблизи поверхности (точки *a* и *b* на рис. 1) размер эвтектических зерен уменьшался (рис. 4, *a, b*). Для периферии (точка *a*) уменьшение по сравнению с образцом, синтезированным без поля, составляло примерно 2 раза (рис. 4, *a*), а для центральной области — примерно 1.5. В объеме образца (точки *c, d*) размер зерен оставался практически неизменным (рис. 4, *c*).

Описанные выше эффекты влияния поля на кристаллизацию имели место только при переменном внешнем поле с частотой более 150 кГц, направленном от холодной части образца к горячей. При изменении направления электрического поля влияния поля на кристаллизацию выявлено не было.

Полностью аргументированного, непротиворечивого объяснения всей совокупности выявленных фактов авторам найти не удалось.

3. Выводы

1) Переменное однополярное электрическое поле, направленное от холодной части образца к горячей, уменьшает время кристаллизации расплава Sn–Pb эвтектического состава и изменяет в сторону уменьшения размер эвтектических зерен.

2) Эффективность действия электрического поля на кристаллизацию зависит от его частоты. Заметное влияние электрического поля проявляется при частотах более 150 кГц.

Авторы выражают благодарность С.А. Кукушкину за участие в обсуждении результатов.

Список литературы

- [1] А.П. Беляев, С.А. Кукушкин, В.П. Рубец. ФТТ **43**, 4, 577 (2001).
- [2] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. ФТТ **39**, 8, 1464 (1997).