

ширения в интервале температур образца  $\alpha$ ,  $K^{-1}$  производится по формуле:

$$\alpha = \frac{nk}{(t_2 - t_1) \cdot L} + \alpha_{кв} \quad (1).$$

где  $n$  – показание индикатора, дел;  $k$  – цена деления индикатора, мм;  $(t_2 - t_1)$  – разность температур (комнатной и конечной) для выбранного интервала при расчёте,  $^{\circ}C$ ;  $L$  – длина образца, мм;  $\alpha_{кв}$  – поправка на расширение кварцевого стекла,  $K^{-1}$ .

Показания прибора фиксировались индикатором часового типа с ценой деления 1 мкм.

Для керамических материалов, на которые наносятся покрытия с последующей термической обработкой, большое значение имеет показатель термического расширения, а именно ТКЛР, так как при несовпадении его значений для материала и покрытия могут наблюдаться нежелательные явления: отскок, коробление, нарушение целостности покрытия.

Графическая зависимость линейного расширения опытных образцов серии N от температуры обжига представлена на рисунке 4.

Данные, приведенные на рисунке 4, свидетельствуют о том, что линейное расширение полученных образцов имеет линейную зависимость от температуры в измеряемом интервале, следовательно термический коэффициент линейного расширения, равный тангенсу угла наклона к оси

температур, постоянный и изменяется в интервале, а для серии N  $(9,013-9,739) \cdot 10^{-6} K^{-1}$ .

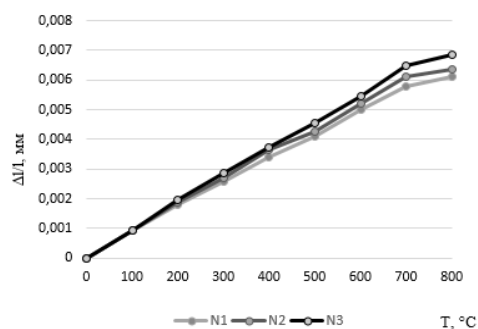


Рисунок 4 – Графическая зависимость линейного расширения опытных образцов серии N от температуры обжига

Такая зависимость указывает на отсутствие полиморфных превращений, связанных с изменением объема и равномерность возникающих напряжений, а значит не приводит к нарушению целостности материала и его деформации, что является благоприятным для технической керамики и позволяет использовать ее в относительно широком интервале температур.

По результатам исследований установлено влияние модификатора на процесс спекания, а также на тепловые свойства синтезированных образцов.

УДК 539.2:669.(6-8)

### ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, ТЕКСТУРА И МИКРОТВЕРДОСТЬ БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШИХ ФОЛЬГ СПЛАВА $Bi_{20}In_{28}Sn_{52}$ Шепелевич В.Г.<sup>1</sup>, Гусакова С.В.<sup>1</sup>, Гусакова О.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Белорусский государственный университет  
Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup>Международный государственный экологический институт имени А.Д. Сахарова БГУ  
Минск, Республика Беларусь,

Тройные сплавы системы Bi-In-Sn находят применение в качестве припоев в стоматологии. Они также рассматриваются как заменители многочисленных тройных сплавов Bi-Sn-Pb, содержащих свинец, являющийся опасным компонентом для здоровья человека и состояния окружающей среды. В связи с высокой стоимостью индия для получения сплав системы Bi-In-Sn целесообразно использовать ресурсо- и энергосберегающие технологии, к которым относится охлаждение расплавов со сверхвысокими скоростями [1]. Однако структура и свойства сплавов, полученных высокоскоростным охлаждением расплава, значительно отличаются от структуры и свойств сплавов, изготовленных при малых и средних скоростях охлаждения [2, 3]. В связи с этим исследовано влияние сверхвысоких скоростей охлаждения расплава на фазовый состав,

зеренную структуру и механические свойства тройного сплава Bi-In-Sn.

Сплав  $Bi_{20}In_{28}Sn_{52}$  изготовлен сплавлением компонентов в кварцевой ампуле (индексы у символов химических элементов указывают их содержание в атомных процентах, массовые концентрации соответствующих компонентов равны 31, 29 и 45 мас. %). Расплав заливался в графитовую изложницу, в которой охлаждался со скоростью  $10^2 K/c$ . Затем кусочек сплава массой  $\approx 0,2$  г расплавлялся и капля расплава инжигировалась на внутреннюю полированную поверхность быстровращающегося медного цилиндра. Капля растекалась по поверхности кристаллизатора и затвердевала в виде фольги толщиной 30–120 мкм. Скорость охлаждения расплава составляла порядка  $10^5 K/c$ . Структура фольги исследовалась с помощью растрового электронного мик-

роскопа и LEO 1455VP, оснащенного рентгено-спектральным микроанализатором, дифрактометра Rigaku Ultima IV. Микротвердость измерялась на ПМТ 3.

На дифрактограмме фольги сплава  $\text{Bi}_{20}\text{In}_{28}\text{Sn}_{52}$  наблюдаются дифракционные линии (101, 111, 200, 220 и др соединения  $\text{BiIn}$  ( $\epsilon$ -фаза) а также дифракционные линии (0001, 1011, 1120 и др.), принадлежащие соединению  $\text{Sn}_4\text{In}$  ( $\gamma$ -фаза). Полученные данные позволяют утверждать, что быстрозатвердевшая фольга соединения  $\text{Bi}_{20}\text{In}_{28}\text{Sn}_{52}$  двухфазна.

Изображение микроструктуры фольги, полученное на РЭМ в отраженных электронах, и распределение элементов вдоль линии сканирования представлено на рисунке 1. В микроструктуре фольги наблюдаются светлые и темные участки. Светлые участки, для которых отношение концентрации  $\text{Bi}$  и  $\text{In}$  близко к единице соответствует сечениям  $\epsilon$ -фазы. В темных участках концентрации висмута, индия и олова равны 6, 22 и 72 ат. %, соответственно. Это позволяет считать, что темные участки являются сечениями выделений  $\gamma$ -фазы, в которой часть атомов олова замещена атомами висмута.

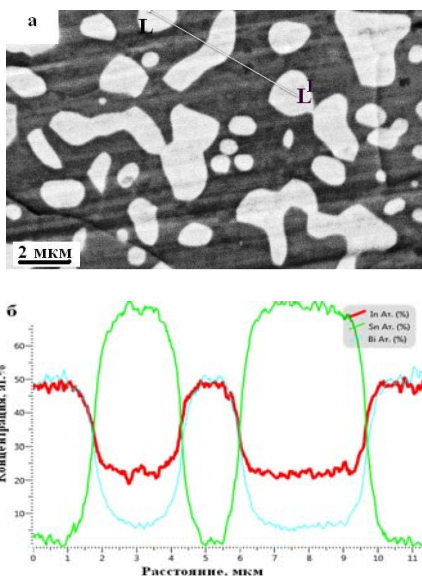


Рисунок 1 – Микроструктура (а) и распределение элементов вдоль линии сканирования L-L<sup>1</sup> (б) быстрозатвердевшей фольги сплава  $\text{Bi}_{20}\text{In}_{28}\text{Sn}_{52}$

Металлографический анализ слоя фольги, прилегающего к кристаллизатору показал, что объемная доля  $\epsilon$ -фазы равна 0,38, а  $\gamma$ -фазы – 0,62.

Распределение хорд случайных секущих  $\epsilon$ -фазы и  $\gamma$ -фазы приведено на рисунке 2. Наибольшая доля хорд сечений приходится на размерную группу от 1 до 2 мкм. Наибольшие хорды сечений  $\epsilon$ -фазы и  $\gamma$ -фазы не превышают 6 и 9 мкм, соответственно. Средние сечения длин хорд для сечений  $\epsilon$ - и  $\gamma$ -фаз составляют 1,7 мкм и

2,6 мкм, соответственно. Удельная поверхность межфазных границ, рассчитанная из стереографического соотношения [3] равна 0,86 мкм<sup>-1</sup>.

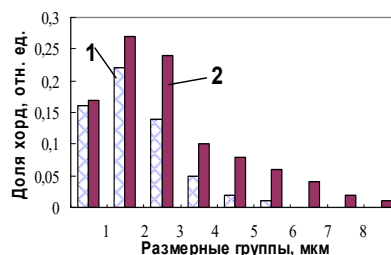


Рисунок 2 – Распределение хорд случайных секущих  $\epsilon$ -фазы (1) и  $\gamma$ -фазы (2)

Текстура фольги исследована методом обратных полюсных фигур. Значения полюсных плотностей дифракционных линий, рассчитанная по методу Харриса [4] для  $\epsilon$ -фазы и  $\gamma$ -фазы, снятых на стороне фольги, прилегающей к кристаллизатору, приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Полюсные плотности дифракционных линий  $\epsilon$ - и  $\gamma$ -фаз фольги сплава  $\text{Bi}_{20}\text{In}_{28}\text{Sn}_{52}$

BiIn ( $\epsilon$ -фаза)		Sn <sub>4</sub> In ( $\gamma$ -фаза)	
Дифракционная линия	Полюсная плотность	Дифракционная линия	Полюсная плотность
101	1,5	0001	4,5
111	0,9	1010	1,5
200	0,5	1011	0,5
220	1,4	1120	0,4
102	0,9	1121	0,4
201	1,3	1012	0,3
212	1,3	2021	0,3
113	0,2	1122	0,2

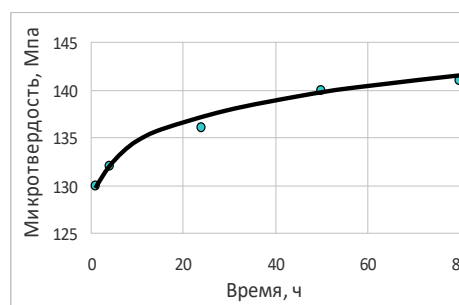


Рисунок 3 – Микротвердость быстрозатвердевшей фольги сплава  $\text{Bi}_{20}\text{In}_{28}\text{Sn}_{52}$

Наибольшее значение полюсной плотности  $\gamma$ -фазы принадлежит дифракционной линии 0001, т.е. наблюдается текстура (0001), при которой более 50 % площади зерен данной фазы ориентированно плоскостью (0001) параллельно поверхности фольги. Образование такой текстуры обусловлено тем, что плоскость (0001) является наиболее плотноупакованной [5]. В  $\epsilon$ -фазе не наблюдается преимущественной ориентировки зерен.

Микротвердость быстрозатвердевшей фольги исследуемого сплава с ростом времени выдержки при комнатной температуре монотонно увеличивается. Причина увеличения микротвердости быстрозатвердевшей фольги сплава  $\text{Bi}_{20}\text{In}_{28}\text{Sn}_{52}$  заключается в улучшении структуры границ зерен и фаз благодаря диффузионным процессам, активно протекающим при комнатной температуре.

Таким образом, фольга сплава  $\text{Bi}_{20}\text{In}_{28}\text{Sn}_{52}$ , полученная сверхбыстрым охлаждением из расплава, состоит из  $\varepsilon$ - и  $\gamma$ -фаз. Дисперсные частицы  $\varepsilon$ -фазы вкраплены в  $\gamma$ -фазе. Средние длины хорд случайных секущих на сечениях выделений  $\varepsilon$ - и  $\gamma$ -фаз равны 1,7 и 2,6 мкм, соответственно, а удельные поверхности межфазной границы –  $0,86 \text{ мкм}^{-1}$ . Фаза  $\text{In}_4\text{Sn}$  ( $\gamma$ -фаза) затвердеванием с образованием текстуры (0001). Стабилизация

границ зерен и фаз приводит к росту микротвердости фольги при комнатной температуре.

#### Литература

1. Шепелевич В.Г. Быстрозатвердевшие легкоплавкие сплавы / В.Г. Шепелевич. – Минск: БГУ, 2015. – 192 с.
2. Shepelevich V.G. The microstructure and microhardness of rapidly solidified foils of eutectic alloy In – 47 at. % Sn / V.G. Shepelevich, L.P. Scherbachenko // British Journal of Science. Education and Culture. – 2015. – Vol. 111 – № 1(7) – Pp. 863–869.
3. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1976. – 270 с.
4. Русаков А.А. Рентгенография металлов / А.А. Русаков. – М.: Металлургия, 1977. – 329 с.
5. Вассерман Г. Текстуры металлических материалов / Г. Вассерманн, И. Гревен. М.: Металлургия, 1969. – 655 с.

УДК 535.37

### ВХОЖДЕНИЕ ИОНОВ ТУЛИЯ В КРИСТАЛЛИЧЕСКУЮ И СТЕКЛЯННУЮ ФАЗЫ В ОКСИФТОРИДНОЙ СТЕКЛОКЕРАМИКЕ

Ясюкевич А.С.<sup>1</sup>, Кулешов Н.В.<sup>1</sup>, Рачковская Г.Е.<sup>2</sup>, Захаревич Г.Б.<sup>2</sup>, Трусова Е.Е.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>НИЦ Оптических материалов и технологий БНТУ

Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup>Белорусский государственный технологический институт

Минск, Республика Беларусь

Оксифторидные стекла, активированные ионами редкоземельных элементов (РЗЭ) представляют значительный интерес как прекурсоры для получения нанокерамических материалов, которые сочетают в себе низкую энергию фононов фторидов ( $\text{CaF}_2$ ,  $\text{SrF}_2$ ,  $\text{PbF}_2$ , и др.) с химической и механической стабильностью оксидных матриц. В таких материалах редкоземельные ионы частично входят как в стеклянную, так и в керамическую фазы и есть возможность в некоторой степени формировать спектроскопические характеристики наностеклокерамики.

Для получения лазерной генерации в области спектра  $\approx 1800$ – $1900$  нм привлекательными являются материалы, активированные ионами тулия. В данной работе мы изучали оксифторидные стекла состава  $30 \text{ SiO}_2 + 10 \text{ GeO}_2 + 20 \text{ PbO} + 30 \text{ PbF}_2 + 10 \text{ CdF}_2 + x \text{ Tm}_2\text{O}_3$  ( $x = 0,1; 0,5; 1,0; 2,0$ ) и стеклокерамики, полученные на основе этих стекол при вторичной термообработке при температуре  $400$  °С. Гидростатическим методом были определены плотности стекол и по их молярному составу были рассчитаны концентрации ионов тулия в исходных стеклах. В работе [1], где исследовались стекломатериалы близкого состава, было показано, что в результате вторичной термообработки при температуре  $400$ – $420$  °С из исходного стекла образуется стеклокерамика с кристаллической фазой  $\beta$ - $\text{PbF}_2$ .

При изучении оксифторидных стекол основное внимание нами уделялось разработке спек-

троскопического метода определения относительного содержания ионов тулия в стеклянной и кристаллической фазах в оксифторидной стеклокерамике. Наш метод исследования основан на сравнении спектров поглощения стекол и стеклокерамик, полученных в результате термообработки. Спектры поглощения образцов в виде пластинок толщиной  $\approx 1$  мм регистрировались на спектрофотометре Cary 5 000 при комнатной температуре. Распределение кристаллической фазы в наших материалах после термообработки было неоднородным, что приводило к появлению непрозрачных областей в объеме образцов. В работе [2] были представлены спектры сечений поглощения  $\text{Tm}:\text{PbF}_2$ . Спектры сечений поглощения исходных стекол и коэффициенты поглощения полученных стеклокерамик были определены нами. Спектр коэффициента поглощения стеклокерамики  $k_{abs}(\lambda)$  может быть представлен в виде

$$k_{abs}(\lambda) = \sigma_{abs}^{gl}(\lambda) N_{Tm} x_1 + \sigma_{abs}^{cr}(\lambda) N_{Tm} x_2, \quad (1)$$

где  $\sigma_{abs}^{gl}(\lambda)$ ,  $\sigma_{abs}^{cr}(\lambda)$  – сечения поглощения ионов тулия в стеклянной и кристаллической фазах, соответственно,  $N_{Tm}$  концентрация тулия в исходном образце стекла,  $x_1$  и  $x_2$  – параметры, которые характеризуют относительное содержание ионов тулия в стеклянной и кристаллической фазах в прозрачной области