

## Практическая работа 1

# Определение температур фазовых превращений и проведение термического анализа двойных сплавов (на примере сплавов системы Pb-Sn)

### 1. Цель работы

Изучить основные понятия о термическом анализе двойных сплавов и получить навыки определения температур кристаллизации и построения диаграмм состояния на примере сплава системы Pb-Sn.

### 2. Основные сведения о термическом анализе

Для изучения превращений, происходящих при плавлении и кристаллизации, а также в твердом состоянии, определяют изменение теплофизических свойств – теплосодержания (энтальпия), температуры и теплоемкости (термический и калориметрический анализы) и тепловое расширение (дилатометрический анализ).

Известно, что любое изменение состояния металлов и сплавов (фазовое, внутрифазовое или структурное превращения) вызывает изменение энтальпии, а потому сопровождается тепловым эффектом – выделением или поглощением тепла. Таким образом, если при нагреве или охлаждении удастся зафиксировать тепловой эффект, то можно выявить вид превращения и определить условия способствующие или тормозящие превращение.

Регистрация теплового эффекта превращения может быть осуществлена различными способами. В практике металловедения наибольшее применение получил термический анализ, экспериментальная техника проведения которого является менее сложной. В случае термического анализа изменение теплосодержания характеризуется изменением температуры, обычно фиксируемой в функции времени нагрева или охлаждения металла.

При термическом анализе автоматически записывается или строится по экспериментальным данным графическая зависимость – изменение температуры во времени в процессе нагрева (или охлаждения) с постоянной скоростью. Появление теплового эффекта вызывает при соответствующей температуре появление различного вида аномалий (ступенек, перегибов), поэтому он может быть зарегистрирован, а тем самым выявлено соответствующее превращение. Использование различных схем термического анализа в сочетании с высокочувствительной измерительной аппаратурой позволяет достаточно надежно определять температуры превращений при изменении агрегатного состояния (например, при плавлении или кристаллизации), при полиморфном, эвтектидном и др. превращениях.

Плавление и затвердевание являются фазовыми превращениями первого рода и поэтому они сопровождаются резкими изменениями энтальпии и соответственно значительными тепловыми эффектами. Об этих изменениях свидетельствует характер зависимостей температуры во времени, изображаемых в виде кривых нагрева или охлаждения (т. е. термограмм). Вид таких кривых (термограмм) позволяет характеризовать специфические особенности протекания таких превращений.

По методу простого термического анализа испытуемый материал помещают в нагревательное устройство. Если определяют температуры плавления или кристаллизации, то этот металл помещают в тигель и доводят до плавления. Для

термического анализа используют термоэлектрические пирометры, состоящие из термопары и регистрирующего измерительного прибора (милливольтметра, потенциометра). В тигель вводят горячий спай термопары, соответствующим образом изолированный от непосредственного контакта с этим металлом. Холодный спай термопары выводят к измерительному прибору. По показаниям этих приборов – по отдельным замерам температуры через определенные интервалы времени или путем автоматической записи получают графики –  $T=f(\tau)$ . По появлению аномалий – перегибов или остановок (площадок) определяют критические точки, т.е. температуры превращений.

Результаты термического анализа, полученные для систем с разным соотношением компонентов могут быть использованы для построения диаграмм состояния. Диаграммы состояния определяют в условиях равновесия фазовый состав сплава в зависимости от температуры и концентрации компонентов и позволяют качественно характеризовать многие физико-химические, механические и технологические свойства сплавов. Существенно, что анализ диаграмм состояния позволяет, кроме того, решать важные инженерные задачи; на основании диаграмм возможно определить, какие именно сплавы и в каком направлении изменяют свою структуру, и многие свойства при переходе к неравновесному состоянию, зависящему от реальных условий пайки, литья, обработки давлением и др.

### Характеристики диаграмм состояния двойных сплавов.

Соответствующий равновесию фазовый состав сплавов недостаточен для того, чтобы судить о превращениях и свойствах сплава. В качестве примера на рис. 1 дана диаграмма состояния сплавов с одинаковым фазовым составом (рис. 1, а) в областях а, б, в и г и состоящих из смеси двух твердых растворов  $\alpha$  и  $\beta$ , где  $\alpha$  – твердый раствор на основе компонента А и  $\beta$  – твердый раствор на основе компонента В. Структурный же состав (рис. 1, б) для каждой области диаграммы различен. В области а сплавы состоят из кристаллов  $\alpha$ -твердого раствора и некоторого количества  $\beta_{II}$  (вторичных кристаллов  $\beta$ ), выделившихся в виде мелких частиц из  $\alpha$ -твердого раствора. Структурный состав в области б (доэвтектические сплавы):  $\alpha$ -твердый раствор + эвтектика +  $\beta$ -твердый раствор (вторичные кристаллы). Структурный состав в области в (заэвтектические сплавы):  $\beta$ -твердый раствор + эвтектика +  $\alpha$ -твердый раствор (вторичные кристаллы).

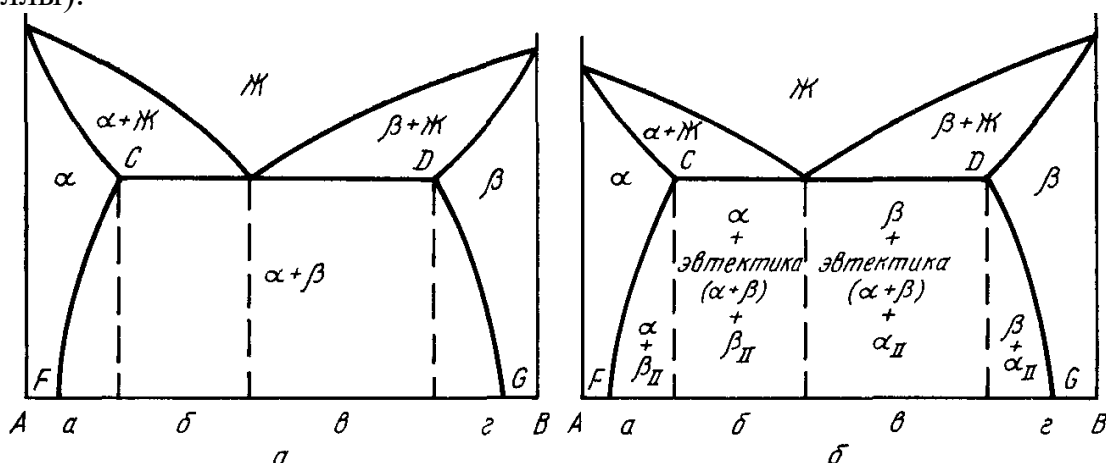


Рис 1. Диаграмма состояния сплавов с ограниченной растворимостью компонентов в твердом состоянии: а – фазовая, б – структурная диаграмма.

Диаграммы состояний характеризуют превращения, протекающие при медленном охлаждении (нагреве). Они в зависимости от состава сплава могут протекать различно, а следовательно, сплавы могут иметь разные по характеру температурные кривые охлаждения (нагрева). Первичная кристаллизация, т.е. кристаллизация из жидкого состояния, протекает для чистых металлов при постоянной температуре с определенным тепловым эффектом, вследствие чего на кривых охлаждения при температуре затвердевания (и на кривых нагрева при температуре плавления) обнаруживается остановка (горизонтальный участок).

В сплавах из двух компонентов первичная кристаллизация протекает указанным образом, т.е. при постоянной температуре, только в сплавах эвтектического состава (рис. 2, I, кривая II), в сплавах – химических соединениях и в тех твердых растворах, состав которых отвечает на диаграмме положению минимума или максимума.

Кристаллизация остальных сплавов происходит в интервале температур. Так как образование кристаллов из жидкости идет с выделением тепла, то этому процессу соответствует замедление охлаждения сплава, что изменяет наклон кривой охлаждения. Поэтому начало процесса кристаллизации этих сплавов характеризуется перегибом на кривой охлаждения. Окончание процесса кристаллизации может в зависимости от числа фаз характеризоваться на кривой охлаждения перегибом или горизонтальным участком.

Если сплав по окончании затвердевания однофазный (твердый раствор), то в течение всего процесса кристаллизации в равновесии находятся две фазы: жидкость и кристаллы твердого раствора. Окончание затвердевания характеризуется перегибом (изменяется наклон кривой) на кривой охлаждения. На диаграмме состояния этому случаю соответствует наклонный ход линии солидуса и изменение температуры кристаллизации при изменении концентрации сплава (рис. 2, IIa, IIб).

В сплавах – механических смесях (гетерогенные системы), образующих эвтектику, в момент окончания затвердевания на линии солидуса находятся в равновесии три фазы: кристаллы обоих компонентов (или их растворов и соединений) и жидкость. Согласно правилу фаз ( $C=K+1-\Phi$ ), это равновесие инвариантное:  $C=2+1-3=0$ . Поэтому окончание первичной кристаллизации происходит при постоянной температуре и характеризуется остановкой (горизонтальным участком) на кривой охлаждения (рис. 2, I). На диаграмме состояния этому случаю соответствует горизонтальный ход линии солидуса (прямая линия).

Кривая охлаждения показывает не только характер превращения, но, кроме того, и относительное количество сплава, превращающегося при постоянной температуре – температурная остановка зависит от теплового эффекта превышения и при одинаковой массе и скорости охлаждения сплава пропорциональна количеству образующейся эвтектики.

Часто в сплавах одной системы в зависимости от концентрации и числа образующихся фаз происходят оба вида превращения. Например, в сплавах системы, приведенной на рис. 2, IIIa, кристаллизация  $\alpha$ -фазы (а также  $\beta$ -фазы) протекает при переменной температуре, а затвердевание эвтектики — при постоянной.

В сплавах с перитектическим превращением (рис. 2, IIIб) кривая охлаждения I обнаруживает: перегиб, указывающий начало кристаллизации (в

равновесии находятся две фазы: жидкость и выделяющиеся первичные кристаллы фазы, богатой более тугоплавким компонентом); горизонтальный участок (остановка), отвечающий перитектической реакции, при которой в условиях равновесия находятся три фазы: первичные кристаллы фазы, богатой тугоплавким компонентом, жидкость и образующиеся кристаллы фазы, богатой более легкоплавким компонентом. Кривая охлаждения сплавов, сохраняющих после этих превращений жидкую фазу (кривая II, рис. 2, IIб), имеет кроме того, перегиб, указывающий окончание процесса затвердевания сплава. Остановка на кривой охлаждения соответствует горизонтальной линии на диаграмме состояния.

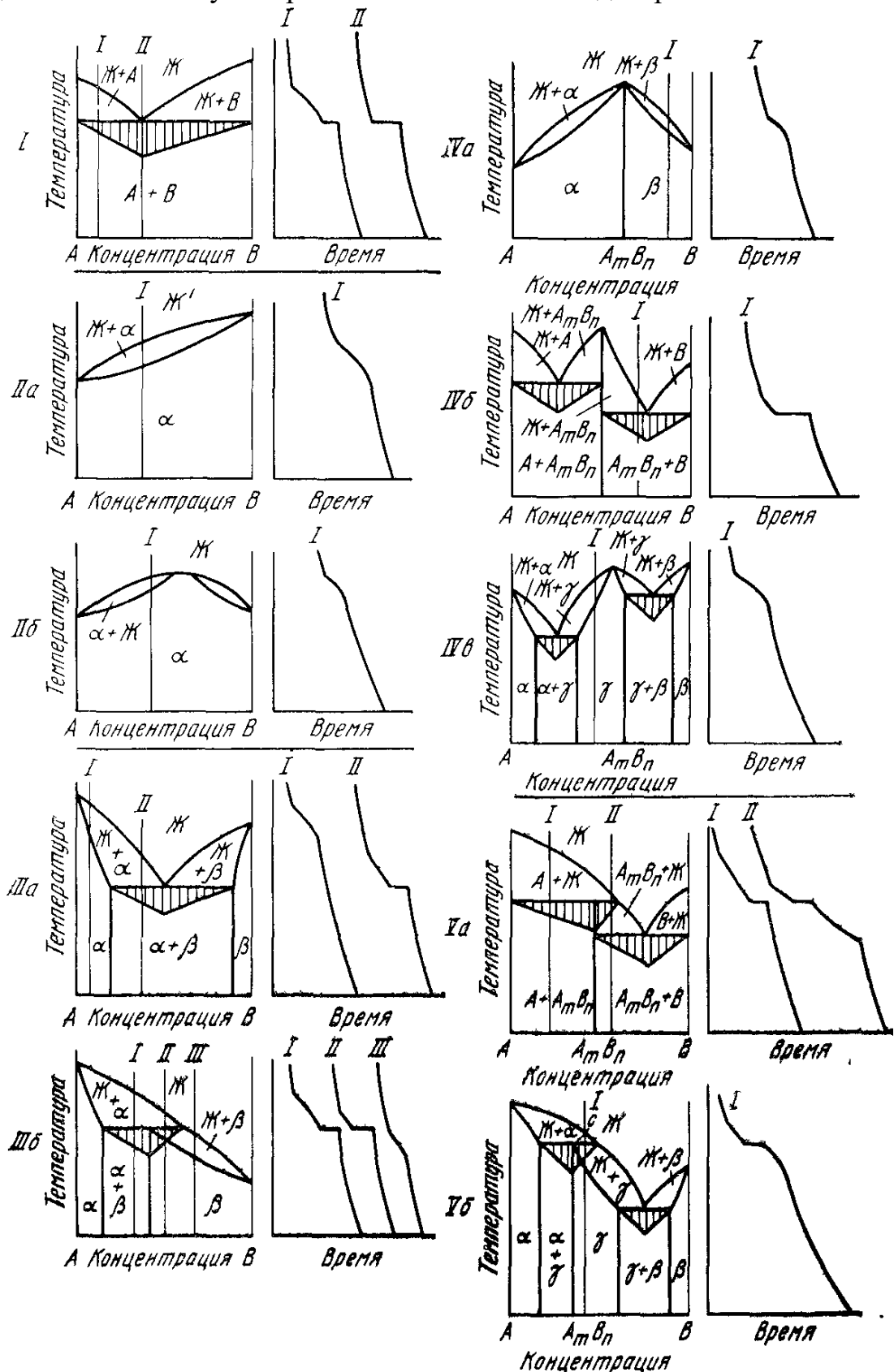


Рис. 2. Основные типы диаграмм состояния и кривые охлаждения двойных сплавов (не имеющих превращений в твердом состоянии):

*I* — отсутствие растворимости; *II* — полная растворимость; *III* — ограниченная растворимость (а — с образованием эвтектики; б — с образованием перитектики); *IV* — образование химического соединения (а — при полной растворимости с компонентами; б — при отсутствии растворимости; в — при ограниченной растворимости), *V* — образование химического соединения, неустойчивого при высоких температурах (а — при отсутствии растворимости с компонентами, б — при ограниченной растворимости).

Несколько отличается процесс кристаллизации в сплавах, образующих химическое соединение, неустойчивое при высоких температурах (при отсутствии растворимости между химическим соединением и компонентами). На кривой охлаждения ряда сплавов наблюдается сначала перегиб (начало кристаллизации), затем горизонтальный участок, соответствующий реакции образования химического соединения, и, наконец, второй горизонтальный участок, соответствующий образованию эвтектики. Этим двум остановкам на кривой охлаждения соответствуют две горизонтальные линии на диаграмме состояния (рис. 2, *Va*, кривая *II*). Если неустойчивое химическое соединение при высоких температурах обладает растворимостью с образующими его компонентами, то диаграмма и кривая охлаждения имеет вид, представленный на рис. 2, *Vб*.

В практической работе необходимо провести термический анализ двойной системы Pb-Sn (рис. 3), на основании исходных данных провести ее фазовый и структурный анализ данной системы и построить кривые охлаждения заданных сплавов.

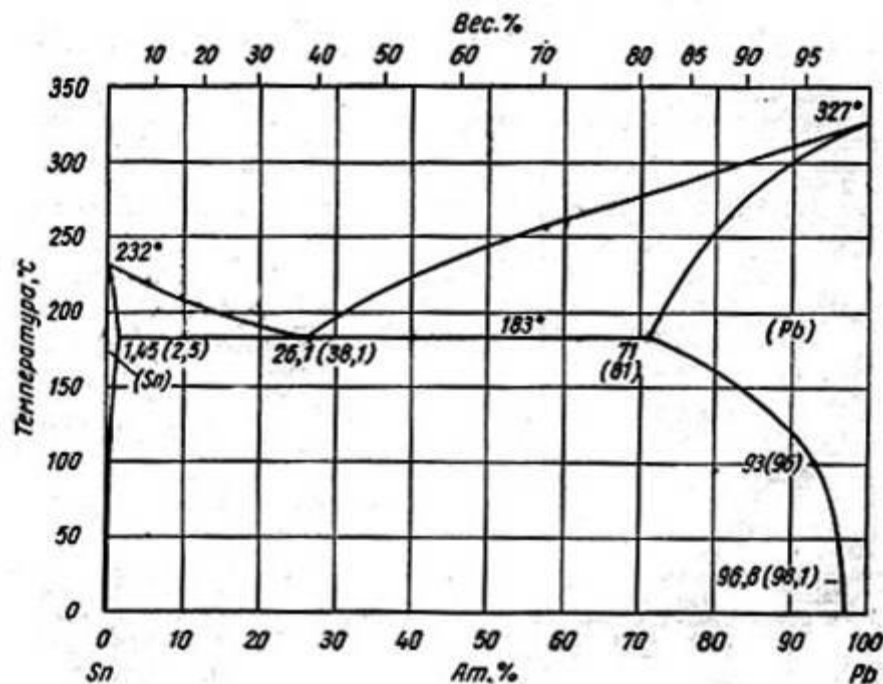


Рис. 3. Диаграмма состояния сплава Pb-Sn (по данным М. Хансена и К. Андерко)

## 6. Содержание отчета.

1. Титульный лист.
2. Цель работы.
3. Теоретические сведения о диаграммах состояния их фазовом и структурном анализе.
4. Провести анализ диаграммы состояния сплава Pb-Sn, в том числе:

- Указать во всех областях диаграммы фазовый состав;
  - Указать во всех областях диаграммы структурный состав;
  - Для сплавов с содержанием Sn 10, 38,1 и 90 % (вес.) построить кривые охлаждения для каждого сплава и указать происходящие при охлаждении превращения во всем температурном интервале охлаждения от температуры плавления до комнатной; определить состав фаз в сплаве для любой точки между ликвидусом и солидусом; определить количество каждой из фаз для той же точки;
  - Написать, что происходит по линии ликвидус и солидус при нагреве или охлаждении;
  - Указать самый тугоплавкий и легкоплавкий сплав или компонент.
5. Выводы по работе.
  6. Ответы на контрольные вопросы

### **7. Вопросы для самоконтроля**

1. На чем основан термический анализ сплавов?
2. Каким образом может быть осуществлена регистрация теплового эффекта превращений при плавлении и кристаллизации металлов и сплавов?
3. Что такое диаграмма состояния сплава? Где и для чего она может быть применена?
4. В чем отличие структурной и фазовой диаграмм состояния сплавов?
5. Особенности кристаллизации и вид термограммы для чистых металлов?
6. Особенности кристаллизации и вид термограммы для систем с отсутствием растворимости?
7. Особенности кристаллизации и вид термограммы для систем с полной растворимостью?
8. Особенности кристаллизации и вид термограммы для систем с ограниченной растворимостью?
9. Особенности кристаллизации и вид термограммы для систем, образующих химические соединения?

### **8. Рекомендуемая литература**

1. Геллер Ю.А., Рахштадт Г.М. Материаловедение. – М: Металлургия, 1983. – 384 с.
2. Гуляев А.П. Металловедение. – М.: Металлургия, 1978 – 480 с.
3. Лахтин Ю.М., Леонтьева В.П. Материаловедение. – М.: Машиностроение, 1980 – 494 с.

## **Практическая работа 2**

### **«Изучение микроструктуры соединений, выполненных диффузионной пайкой»**

#### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Изучить методику проведения анализа микроструктуры паяных соединений; выявить особенности структуры паяного шва, полученного при изотермической кристаллизации на примере диффузионной пайки титана.

#### **2. Изотермическая кристаллизация паяного шва и диффузионная пайка.**

Специфические условия, в которых происходит кристаллизация паяного шва – малый объем жидкой фазы, располагающийся в виде тонкого слоя между твердыми материалами большой массы, и активно протекающие процессы диффузионного взаимодействия между жидким припоем и паяемыми материалами, позволяют в некоторых случаях осуществить кристаллизацию паяного шва в процессе выдержки при температуре пайки. Такую кристаллизацию паяного шва называют изотермической, а способ пайки, при котором осуществляется изотермическая кристаллизация, получил название диффузионной пайки.

При диффузионной пайке можно управлять процессом кристаллизации и химическим составом паяного шва, что позволяет получать наиболее равновесную структуру шва; повышать температуру его распайки, а, следовательно, и рабочую температуру изделия; предупреждать образование хрупких структур, повышая прочность и пластичность паяных соединений. Изотермическая кристаллизация паяного шва является результатом удаления из жидкого припоя компонентов-депрессантов (снижающих температуру его плавления), которое может происходить в результате:

- а) диффузионного взаимодействия жидкого припоя с паяемым металлом;
- б) испарения;
- в) связывания их в тугоплавкие соединения.

Наиболее исследована и нашла практическое применение диффузионная пайка с осуществлением изотермической кристаллизации путем диффузионного взаимодействия припоя с паяемым металлом. Изотермическая кристаллизация в этом случае происходит в результате развития в системе основной металл–прослойка жидкого припоя диффузионных процессов и фазовых превращений, направленных к установлению такого фазового состава, при котором уровень свободной энергии системы становится минимальным. Рассмотрим эти процессы на наиболее простом примере.

Пусть припой и основной металл представляют собой чистые металлы А и В, диаграмма состояния которых показана на рис.1. При температуре  $T_n$  равновесный состав фаз в такой системе, соответствующий минимуму свободной энергии, определяется точками пересечения каноны для  $T=T_n$  с линиями ликвидус и солидус: это твердый раствор состава  $C_0^m$  и жидкая фаза состава  $C_0^ж$ .

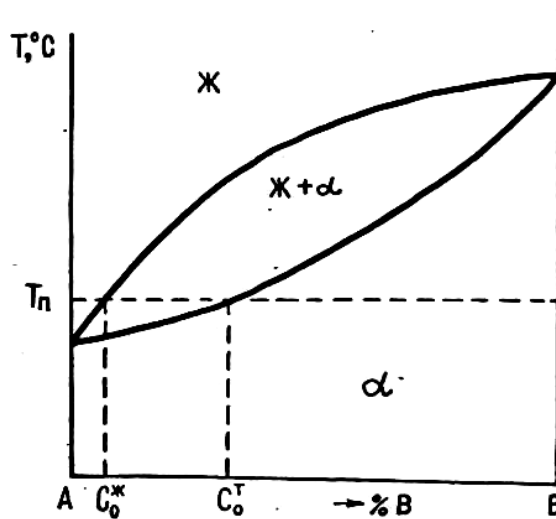


Рис.1. Диаграмма состояния сплава металлов А и Б, обладающих полной растворимостью.

При контакте твердого металла В с жидким металлом – припоем А при температуре  $T_n$  будут происходить диффузионные процессы, приближающие жидкую и твердую фазы к равновесным составам. Так как скорость диффузии в жидких металлах на два-три порядка выше, чем в твердых, то на начальном этапе будет преобладать растворение твердого металла В в жидком металле А. При этом толщина жидкой прослойки будет увеличиваться, то есть, межфазная граница будет перемещаться в сторону основного металла. Растворение закончится, когда состав жидкой фазы станет близким к равновесному ( $C_0^{жс}$ ) во всем ее объеме. В дальнейшем, при неизменном в среднем составе жидкой фазы, преобладающим процессом в рассматриваемой системе станет диффузия металла-припоя А в основной металл В. Из-за малой скорости диффузии в твердых металлах и из-за сравнительно больших значений паяемых деталей равновесная концентрация твердой фазы  $C_0^m$  достигается лишь на межфазной границе. Но поскольку равновесным является состояние, при котором концентрация твердой фазы соответствует  $C_0^m$  во всем ее объеме, происходит постоянная диффузия металла А от межфазной границы в глубь металла В, при этом концентрация твердого раствора на межфазной границе будет становиться меньше равновесной  $C_0^m$ . Восстановление равновесной концентрации твердого раствора на межфазной границе будет происходить за счет растворения в поверхностном слое основного металла В дополнительных количеств металла-припоя А. Это приводит к тому, что пограничный слой жидкости становится перенасыщенным металлом В. Результатом этого является его кристаллизация, причем состав кристаллизующейся фазы соответствует твердому раствору равновесной концентрации  $C_0^m$ . Процесс такой последовательной послойной кристаллизации протекает до полного исчезновения жидкости, что соответствует завершению диффузионной пайки. Распределение металла-припоя по ширине шва и в диффузионном слое паяного соединения в различные моменты изотермической выдержки при диффузионной пайке схематически показано на рис. 2.

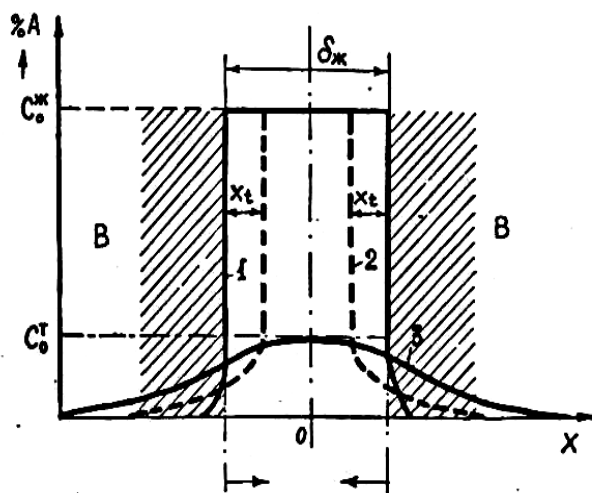


Рис.2  
Распределение концентрации металла  
А в зоне паяного шва

- 1-в начальный момент диффузионной пайки,  $t=0$ ;  
2-в процессе диффузионной выдержки;  
3-в момент завершения диффузионной пайки,  $t=t_{н.к.}$

Процесс изотермической кристаллизации контролируется диффузией атомов металла–припоя в основном металле и может быть количественно описан с помощью известного уравнения диффузии (2-ое уравнение Фика):

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (1),$$

где:  $C$  – концентрация диффундирующего элемента,  $t$  – время диффузии,  $D$  – коэффициент диффузии.

Для случая двухкомпонентной системы, в которой при температуре пайки интерметаллиды не образуются, без учета влияния перемещения межфазной границы навстречу диффузионному потоку толщина закристаллизовавшегося слоя может быть определена по формуле:

$$x_t = \frac{2c_0^m}{c_0^{жс} - c_0^m} \cdot \sqrt{\frac{D \cdot t}{\pi}} \quad (2)$$

где:  $x_t$  – толщина закристаллизовавшегося слоя за время  $t$ , см;  $C_0^{жс}$  и  $C_0^m$  – равновесные концентрации жидкой и твердой фаз при температуре пайки  $T_n$ , в объемных долях;  $D$  – коэффициент диффузии металла-припоя А в основном металле В при  $T_n$ , см<sup>2</sup>/с;  $t$  – время изотермической выдержки, с. Отсюда время, необходимое для изотермической кристаллизации паяного шва:

$$t = \frac{\pi}{16} \left( \frac{C_0^{жс} - C_0^m}{C_0^m} \right) \cdot \frac{\partial_{жс}^2}{D} \quad (3)$$

где:  $\delta_{ж}$  – исходная толщина слоя жидкости концентрации  $C_0^{жс}$ , см (см. рис.2).

Имеется более точное выражение для определения времени изотермической кристаллизации, учитывающее перемещение межфазных границ:

$$t_{н.к.} = \beta \frac{\partial_{жс}^2}{D} \quad (4)$$

где:  $\beta$  может быть рассчитано для конкретной системы основной металл – металл-припой и конкретной температуры по значениям  $C_0^{жс}$ ,  $C_0^m$  и  $D$ .

## 2.2. Контактнo-реактивная диффузионная пайка титана.

Являясь одним из наиболее химически активных металлов, титан при пайке образует в паяном шве хрупкие интерметаллиды почти со всеми элементами, которые могут быть использованы в качестве компонентов припоев. Это обуславливает невысокие значения прочности его паяных соединений,

получаемых обычными способами пайки. Значительное повышение механических свойств паяных соединений титана и его сплавов может быть достигнуто применением диффузионной пайки.

Титан отличается аномально высокими коэффициентами диффузии, что значительно облегчает использование способа диффузионной пайки. Наибольшее практическое применение диффузионная пайка титана получила в сочетании с контактно-реактивной пайкой через промежуточные прослойки из меди или никеля, образующих с ним сравнительно легкоплавкие эвтектики. Преимуществом такого сочетания является возможность осуществления пайки с весьма малыми толщинами жидкой прослойки (обычно в пределах от 30 до 200 мкм), которые легко обеспечить при контактно-реактивной пайке, точно задавая толщину промежуточной прослойки, а это является одним из основных факторов, определяющих длительность диффузионной пайки. Минимальная температура контактно-реактивной диффузионной пайки титана через медную прослойку определяется температурой плавления наиболее легкоплавкой эвтектики (рис.3). Эта эвтектика (а так же и другие, с более высокой температурой плавления) содержит интерметаллиды. Поэтому при обычной кристаллизации в структуре паяного шва будут присутствовать интерметаллидные прослойки снижающие его пластичность и прочность. Повышение температуры пайки (в целесообразных пределах), приводящее к обогащению жидкой фазы титаном, не позволяет избавиться от интерметаллидных прослоек. Их можно устранить, осуществляя изотермическую кристаллизацию паяного шва. Состав и тип фазы, кристаллизующейся в процессе изотермической выдержки, зависит от температуры пайки. В процессе изотермической кристаллизации при температуре плавления наиболее легкоплавкой эвтектики (минимальная температура контактно-реактивной пайки) так же кристаллизуется интерметаллид. Если же изотермическую кристаллизацию осуществить при температуре, выше температуры плавления наиболее тугоплавкого интерметаллида, то кристаллизующейся фазой будет  $\beta$ -твердый раствор на основе титана. В этом случае, если выдержка будет достаточна для завершения изотермической кристаллизации, интерметаллидных прослоек в шве не будет. Минимальная температура диффузионной пайки, обеспечивающая отсутствие интерметаллидных прослоек в шве, определяется по диаграмме состояния Ti-Cu (рис.3) и должна быть равной температуре плавления наиболее тугоплавкого интерметаллида.

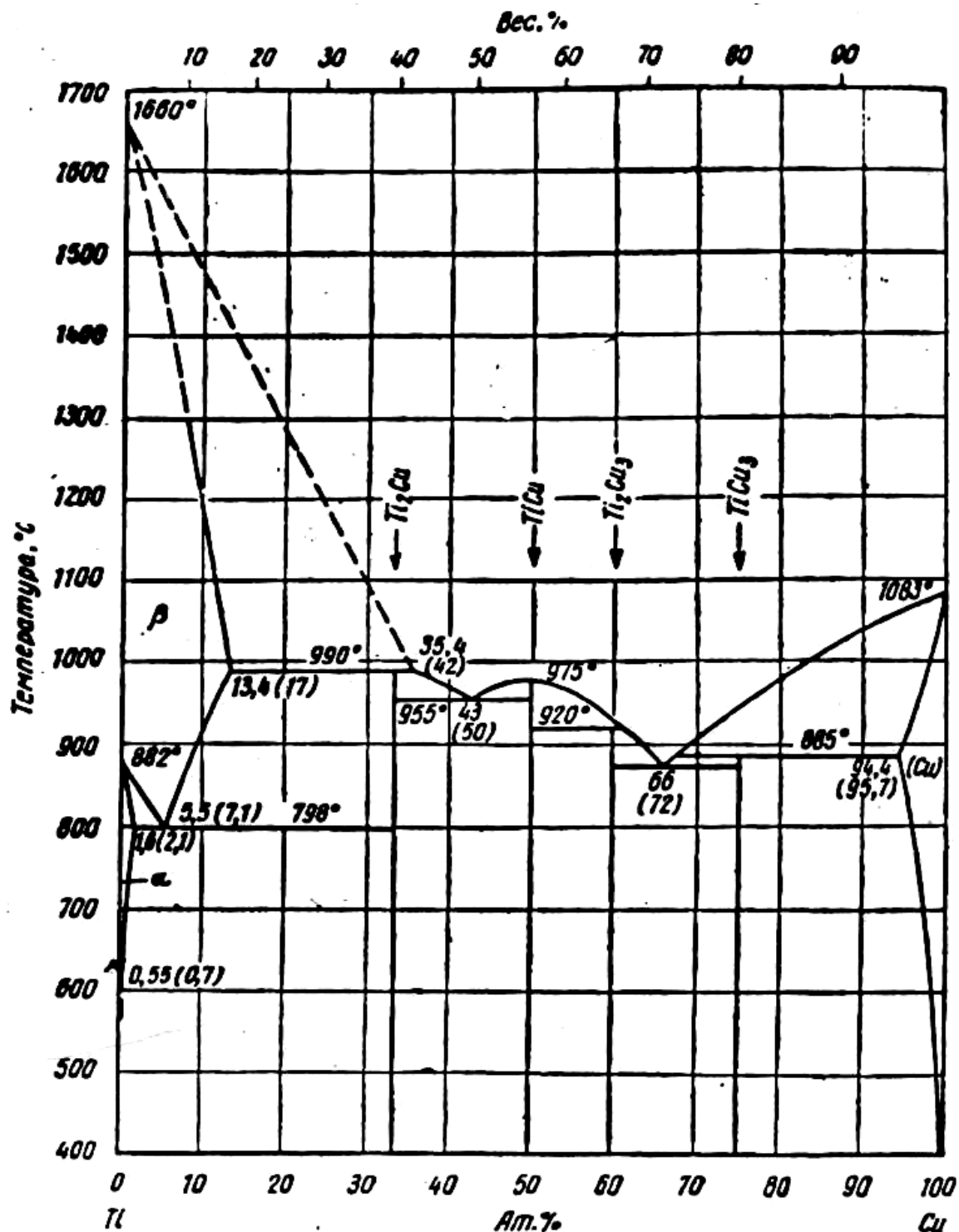


Рис. 3. Диаграмма состояния сплава системы Ti-Al.

#### 4. ПРОГРАММА РАБОТЫ

1. Провести анализ диаграммы состояния системы титан-медь, при этом определить:

- тип диаграммы, превращения и фазы, образующиеся при их взаимодействии
- минимальную температуру диффузионной контактно-реактивной пайки, а также температуру, при которой исключается кристаллизация интерметаллидов, состав жидкой фазы и фаз, кристаллизующихся в процессе охлаждения и изотермической выдержки при этой температуре.

При анализе диаграммы особое внимание обратить на превращение в твердом состоянии при охлаждении сплавов, богатых титаном – эвтектоидное

превращение, обусловленное наличием у титана полиморфного превращения. До температуры 886°С титан имеет гексагональную решетку ( $\alpha$ -титан), а выше этой температуры – кубическую объемноцентрированную ( $\beta$ -титан). Растворимость меди в последней значительно выше, поэтому при охлаждении сплавов с содержанием меди в пределах растворимости в  $\beta$ -титане они претерпевают эвтектоидное превращение, при котором избыточная медь выделяется в виде дисперсных частиц интерметаллида  $Ti_2Cu$ . Присутствие в структуре интерметаллидной фазы в виде равномерно распределенных дисперсных частиц повышает прочность и не вызывает такого охрупчивания, как сплошные интерметаллидные прослойки. При сравнительно небольшом количестве интерметаллидной фазы в дисперсном виде она может оказывать на механические свойства положительное влияние: повышать прочность при незначительном снижении пластичности.

При определении состава равновесных фаз, которые будут кристаллизоваться при изотермической выдержке для определенных выше температур, необходимо учесть, что к началу изотермической выдержки меди в чистом виде уже нет – она вся израсходовалась на образование жидкой фазы при контактно-реактивном плавлении. Поэтому равновесный состав твердой фазы будет определяться точкой пересечения соответствующей изотермической каноды с линией солидус со стороны сплавов, более богатых титаном.

2. Построить графики распределения концентрации меди в зоне паяного соединения после завершения контактно-реактивного плавления (перед началом изотермической кристаллизации) и после завершения диффузионной пайки (после завершения изотермической кристаллизации) для определенных ранее температур. Значение равновесных концентраций определить по диаграмме состояния в весовых процентах. Толщину жидкой прослойки взять произвольную. Распределение концентрации меди по глубине диффузионной зоны показать схематически, учитывая, что зависимость  $c=f(x)$  для твердых растворов имеет параболический характер, а площадь, ограниченная кривой  $c=f(x)$  определяется количеством меди.

3. Провести анализ микроструктуры трех образцов из технического титана ВТІ-0, паяных по одинаковому режиму: 1000°С, время выдержки 20 мин, но с промежуточными прослойками из меди разной толщины: 40, 60 и 80 мкм (рис. 5).

Определить наличие или отсутствие в шве интерметаллидных прослоек (они имеют вид светлых нетравящихся выделений). По их наличию или отсутствию определить степень завершения диффузионной пайки.

С помощью изображения объект-микрометра (рис. 6) определить толщину интерметаллидных прослоек в микроструктуре паянных соединений, изображенных на рис. 5 (для образцов, где она имеется).

4. Пользуясь формулой (4), рассчитать время, необходимое для завершения изотермической кристаллизации для всех трех образцов.

Величину  $\delta_{ж}$  определить по формуле:

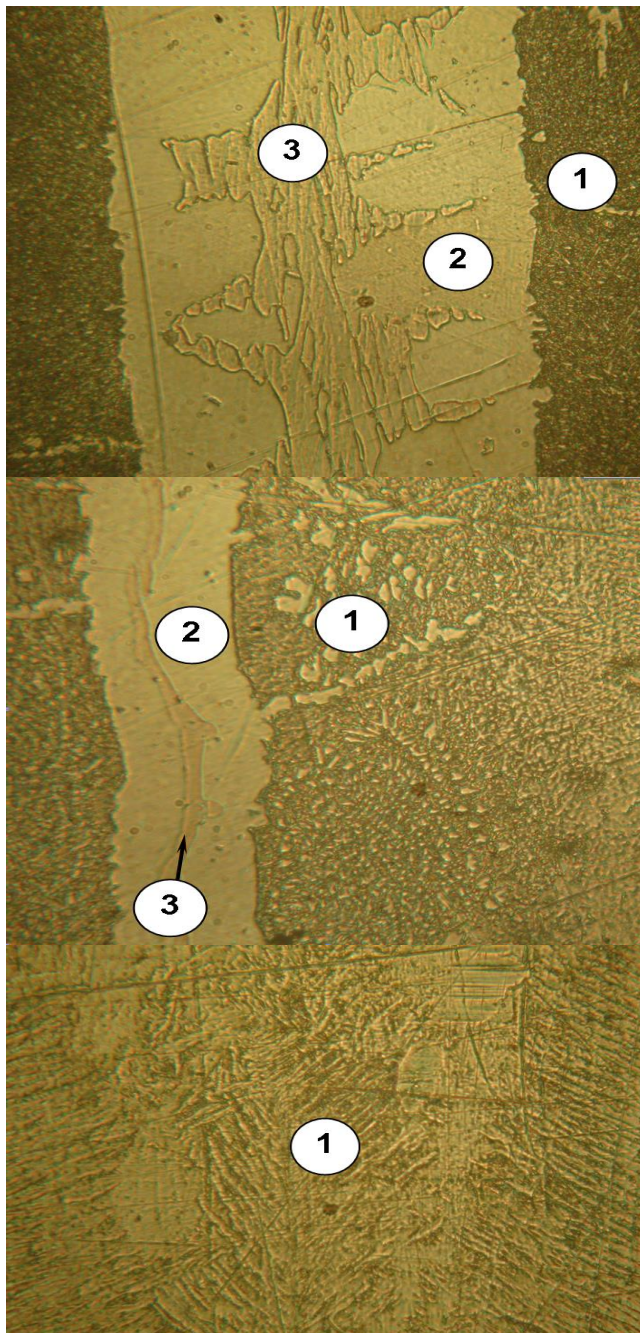
$$\delta_{ж} = \frac{\partial_{cu}}{C_0^{ж}} \quad (5),$$

где:  $\delta_{cu}$  – толщина промежуточной прослойки меди ( $\delta_{cu} = 40, 60$  и  $80$  мкм);

$C_0^{ж}$  – равновесная концентрация меди в жидкой фазе, в объемных долях, для 1000°:  $C_0^{ж} = 0,27$ .

Коэффициент диффузии меди в титане при 1000°:

$$D_{Cu в Ti}^{1000^0} = 7,3 \cdot 10^{-8} \text{ см}^2/\text{с},$$
$$\beta = 0,25$$



а) толщина медной  
прослойки 80 мкм

б) толщина медной  
прослойки 60 мкм

в) толщина медной  
прослойки 40 мкм

Рис.5. Характерные зоны микроструктуры паяного соединения технического титана ВТ1-0 с прослойкой из меди ( $T_{\text{п}}=1000^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{\text{п}}=20$  мин).

- 1 – диффузионная зона;
- 2 – зона изотермической кристаллизации;
- 3 – прослойка интерметаллида.

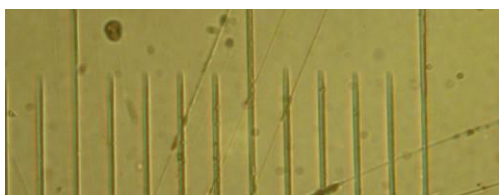


Рис. 6. Объект-микрометр  
(цена деления  $\approx 10$  мкм)

6. Оформить отчет по работе.

## **5. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА**

1. Титульный лист.
2. Цель работы.
3. Программа работы.
4. Анализ диаграммы состояния системы титан-медь.
5. Графики распределения концентрации меди в зоне паяного соединения после завершения контактно-реактивного плавления и после завершения диффузионной пайки.
6. Анализ микроструктуры паяных образцов из технического титана (эскизы или фотографии с указанием характерных зон, их размеры с указанием степени завершенности изотермической кристаллизации).
7. Расчет времени, необходимого для завершения изотермической кристаллизации для всех трех образцов.
8. Выводы по работе.
9. Ответы на контрольные вопросы.

## **6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Дать определение диффузионной пайке.
2. Назвать возможные пути осуществления изотермической кристаллизации.
3. Перечислить основные достоинства диффузионной пайки.
4. Почему диффузионную пайку целесообразно использовать в сочетании с контактно-реактивной?
5. Как связаны структура и свойства паяных соединений из титана, полученных способом контактно-реактивной диффузионной пайки, и как получить паяные соединения с наиболее высокими механическими свойствами?

### **Рекомендуемая литература.**

1. Н.Ф. Лашко, С.В. Лашко «Вопросы теории и технологии пайки». Саратов. Издательство Саратовского университета, 1974 г.
2. С.В. Лашко, Н.Ф. Лашко «Пайка металлов». М.Машиностроение, 1988 г.
3. Справочник по пайке. Под редакцией И.Е.Петрунина. М. Машиностроение, 2004 г.

## **Практическая работа 3**

### **«Исследование микротвердости паяных соединений»**

#### **1. Цель работы**

Получить знания и умения исследования микротвердости паяных соединений, и использования полученных значений для выявления структурного состава паяных соединений.

#### **2. Измерение микротвердости**

Цель измерения микротвердости состоит в определении твердости отдельных зерен, фаз и структурных составляющих сплава, кроме того, микротвердость измеряют для характеристики свойств очень малых по размерам элементов, например различных зон паяного шва. Для изучения свойств и превращений в сплавах необходимо уметь определять твердость отдельных фаз и структур сплава.

При изучении свойств паяных соединений неотъемлемой частью исследований является определение микротвердости, так как микротвердость в микрообъемах позволяет выявлять и изучать свойства отдельных структурных составляющих или сложных соединений, влияющих на свойства паяного соединения в целом, которые трудно или не всегда целесообразно получать в больших количествах. При этом можно определить влияние отдельных составляющих сплава при нагреве, отжиге, деформации или других изменениях состояния структуры сплава.

Процесс пайки характеризуется интенсивными процессами взаимодействия жидкого сплава-припоя и основного металла. Во многих случаях при пайке результатом физико-химического взаимодействия могут быть химические соединения (интерметаллиды). Их количество, форма и расположение в структуре паяного соединения оказывают существенное влияние на свойства паяных соединений.

Отдельные выделения интерметаллидных фаз в матрице припоя, не соединенные между собой, не оказывают существенного влияния на свойства паяных соединений, а в некоторых случаях повышает их прочность.

Наиболее неблагоприятны сплошные прослойки химических соединений на границе припоя и паяемого металла. Высокая твердость химических соединений, своя кристаллическая решетка, различие физических свойств (линейный коэффициент термического расширения) приводят к тому, что эти прослойки являются слабыми местами в паяных соединениях и определяют их прочность. Известно много случаев когда прочность литых припоев значительно превосходит прочность паяных ими соединений. Так, при пайке меди свинцовым припоем ПсрЗКд (прочность литого припоя составляет 11,5 кг/мм<sup>2</sup>), прочность паяного соединения на разрыв лежит в пределах 2,7...3,5 кг/мм<sup>2</sup>; при пайке титанового сплава ОТ-4 серебряными припоем Пср-72 (прочность литого припоя составляет 28...31 кг/мм<sup>2</sup>) прочность паяного соединения на разрыв составляет 12...18 кг/мм<sup>2</sup>.

Измерение микротвердости различных зон паяных соединений позволяет выявлять интерметаллидные прослойки и другие зоны, резко отличающиеся по механическим свойствам от свойств припоя и паяемого металла. На основании полученных данных можно предлагать мероприятия по предотвращению образования или торможения роста прослоек химических соединений.

Для исследования микротвердости прибегают к способу вдавливания (вдавливанием наконечника) который характеризует сопротивление пластической деформации. Твердость может быть измерена двумя методами. Первый метод основан на измерении размеров восстановленного отпечатка после снятия нагрузки с индентора, второй – по методу невосстановленного отпечатка, когда фиксируется нагрузка и глубина вдавливания индентора в поверхность образца.

В практике исследований микротвердости чаще всего применяют прибор ПМТ-3 как наиболее совершенный (рис. 1). Его используют для испытания материалов на твердость вдавливанием индентора под нагрузкой от 1 до 500 г. Величина прикладываемой нагрузки определяется свойствами материала, необходимой точностью измерения и качеством подготовки поверхности образца. В качестве индентора применена алмазная пирамида с квадратным основанием и углом при вершине между противоположащими гранями  $136^\circ$  (ГОСТ 9450), то есть, такой же как и в пирамиде для измерения твердости по Виккерсу, что облегчает пересчет показаний твердости.

Прибор снабжен двумя объективами для просмотра микрошлифа при увеличении в 478 и 135 раз. Окуляр увеличивает в 15 раз. Измерение окулярным микрометром на приборе ПМТ-3 можно вести с точностью до 0,15 мкм.

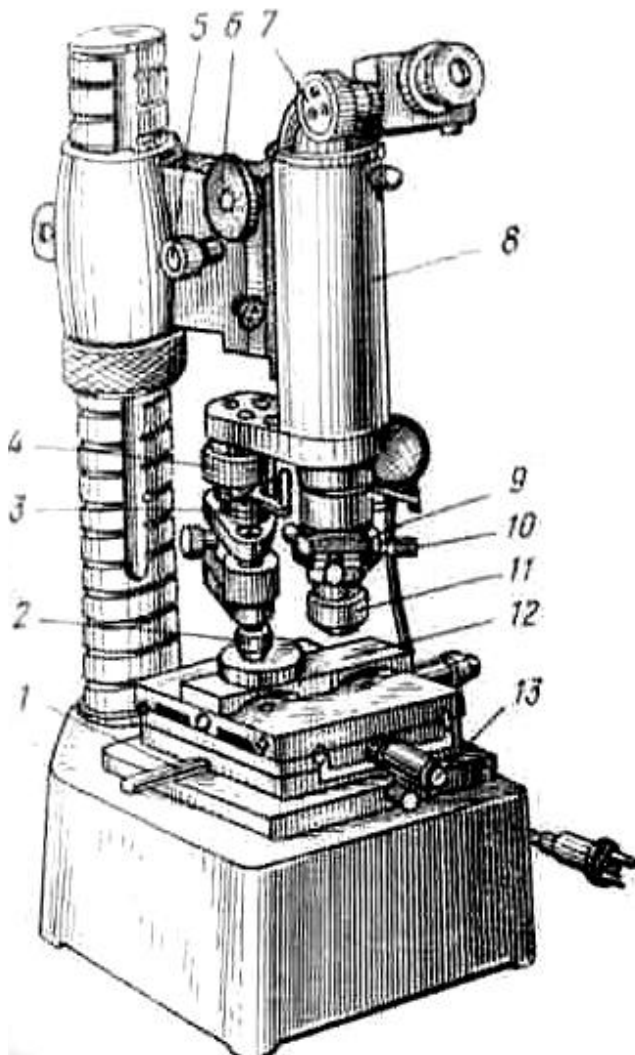


Рис. 1. Схема прибора ПМТ-3 для измерения микротвердости

- 1 – ручка для перемещения предметного столика;
- 2 – шток с алмазной пирамидкой; 3 – груз штока с алмазной пирамидкой;
- 4 – ручка для приложения нагрузки;
- 5 – микрометрический винт;
- 6 – макрометрический винт;
- 7 – окулярный микрометр;
- 8 – штатив вертикального микроскопа с тубусом;
- 9 – опаклиuminатор;
- 10 – юстировочные винты;
- 11 – объектив; 12 – предметный столик; 13 – винты для перемещения предметного столика.

На результаты исследования микротвердости значительное влияние оказывает состояние измеряемой поверхности материала: чем меньше нагрузка

для вдавливания, тем более тщательно должна быть подготовлена исследуемая поверхность – она должна представлять собой полированную горизонтальную площадку. В ряде случаев поверхность образца подвергают травлению.

### **3. Материалы, оборудование и приспособления.**

- прибор для измерения микротвердости ПМТ-3;
- 3 подготовленных образца для измерения микротвердости: паяный образец, где припой и основной металл образуют систему с неограниченной растворимостью; образец паянный припоем эвтектического типа; образец паяного соединения в сочетании припой-паяемый металл, обеспечивающем образование в паяном шве химических соединений (интерметаллидов).
- набор грузов;
- пинцет;
- ручной пресс для выравнивания положения образцов.

### **4. Порядок измерения микротвердости на приборе ПМТ-3.**

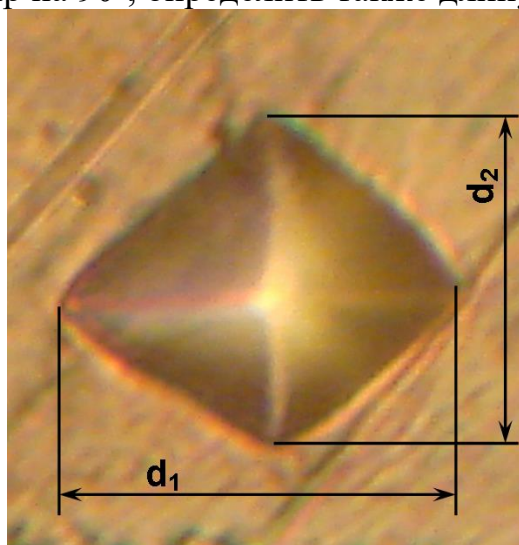
1. Для работы будут использоваться три подготовленных (шлифованных и полированных, при необходимости подвергнутых травлению) образца:
  - паяный образец, где припой и основной металл образуют систему с неограниченной растворимостью;
  - образец паянный припоем эвтектического типа;
  - образец паяного соединения в сочетании припой-паяемый металл, обеспечивающем образование в паяном шве химических соединений (интерметаллидов).
2. Подготовленный образец (микрошлиф) установить на столе 12 (рис.1) таким образом, чтобы исследуемая поверхность была параллельна плоскости столика и обращена вверх. Для обеспечения необходимой параллельности необходимо использовать специальный ручной пресс, входящих в комплектацию твердомера.
3. Установленный микрошлиф (образец) просматривают через окуляр 7 (рис.1), для перемещения микрошлифа и выбора на нем участка необходимого для измерения твердости используются два винта 13 (рис.1), с помощью которых предметный столик перемещается в двух перпендикулярных направлениях.
4. Выбранный для измерения участок разместить в середине поля зрения микроскопа, т.е. точно в вершине угла неподвижной сетки.
5. Установить грузы 3 (рис.1).
6. Поворачивая с помощью ручки 1 столик 12 (рис.1) на  $180^0$  (от одного упора до другого) подвести выбранный участок образца под алмазную пирамиду 2 (рис.1).
7. Медленным поворотом ручки 4 (в течение 10-15 с.) приблизительно на  $180^0$  опустить шток с алмазной пирамидой так, чтобы алмаз коснулся образца.
8. В таком положении выдержать образец под нагрузкой в течении 5-10 с.
9. После чего, поворачивая ручку 4 (рис.1) в исходное положение, поднять шток с алмазом.
10. Поворачивая столик 12 (рис.1) на  $180^0$  вернуть образец в исходное положение под объектив микроскопа
11. Измерить диагонали отпечатка:

- вращением юстировочных винтов 10 (рис.1) подвести отпечаток к угольнику неподвижной сетки таким образом, чтобы вершина треугольника совпала с левым углом отпечатка, а пунктирные линии угольника совпали с гранями левой части отпечатка (рис 2, а);
- вращая микрометрический барабан окуляра подвести вершину треугольника подвижной сетки к противоположному углу отпечатка, тогда пунктирные линии подвижной сетки совместятся с гранями правой части отпечатка (рис. 2, б);



Рис. 2. Измерение диагонали отпечатка алмазной пирамидки.

- при таком положении сеток деления микроскопического барабанчика 7 указывают длину диагонали отпечатка ( $d_1$ );
- поворачивая окуляр на  $90^\circ$ , определить также длину второй диагонали ( $d_2$ );



- вычислить среднюю длину диагонали по формуле:

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

- Полученную величину перевести по таблице (Приложение 1, ГОСТ 9450-76) на число микротвердости. Числа твердости по Виккерсу в таблице вычислены по формуле:

$$H = \frac{P}{S} = \frac{2 \cdot \sin \alpha/2}{d^2} \approx 1,854 \cdot \frac{P}{d^2}$$

где:  $d$  – средняя диагональ отпечатка, в м или мм;  $\alpha$  – пространственный угол в вершине;  $P$  – нормальная нагрузка, приложенная к алмазному наконечнику, в Н или кг.

13. Указанные измерения полученного отпечатка провести не менее 2-3 раз при работе с каждым образцом.
14. Провести измерения твердости различных зон паяного шва, диффузионной зоны, имеющих прослоек и отдельных фаз. **Расстояние между соседними точками измерения твердости должно быть не менее трех диаметров ближайшего отпечатка.**
15. Зарисовать структуру паяного шва с указанием мест измерения микротвердости (рис. 3).

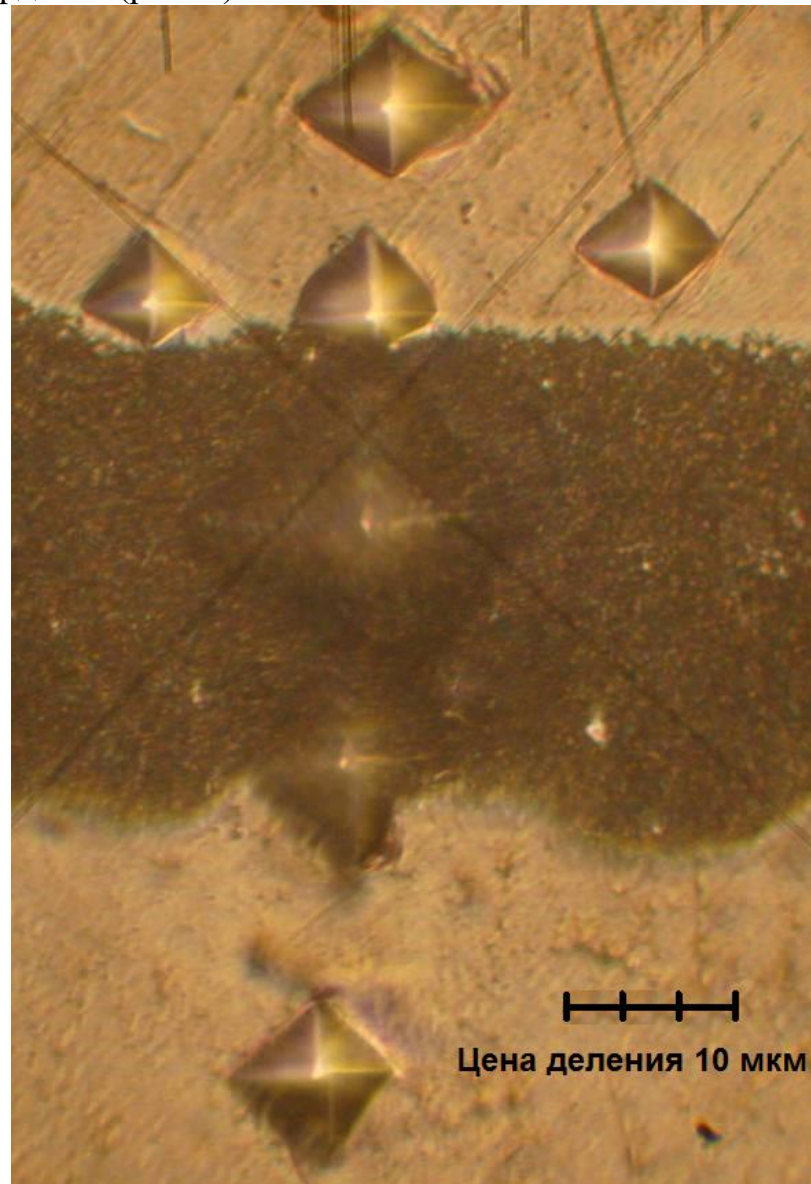


Рис. 3. Схема измерения твердости паяного шва (точки измерения условно приближены друг к другу)

16. На основании полученных данных построить кривую распределения микротвердости по сечению паяного шва; выделить характерные зоны с повышенной или пониженной твердостью; провести сравнительный анализ данных и сделать выводы по выполненной работе.
17. Оформить отчет по практической работе.

## **5. Содержание отчета.**

1. Титульный лист.
2. Цель работы.
3. Порядок измерения микротвердости с использованием прибора ПМТ-3.
4. Расчет микротвердости для разных зон паяного соединения на основании данных, приведенных на рисунке 3. Для определения реальных размеров отпечатков использовать указанный масштаб изображения. Нагрузка при измерении – 50 гр.
5. Результаты расчетов (оформляются в виде таблицы, в которой указывается результаты измерения твердости в каждой точке: номер точки, диаметры отпечатков, средний диаметр, значение микротвердости).
6. Кривая распределения микротвердости по сечению паяного шва с выделенными характерные зоны с повышенной или пониженной твердостью.
7. Выводы по работе.
8. Ответы на контрольные вопросы.

## **6. Контрольные вопросы.**

1. С какой целью проводится измерение микротвердости?
2. Чем методика измерения микротвердости алюминия будет отличаться от измерения микротвердости титана?
3. Какой принцип положен в основу измерения микротвердости?
4. Какие существуют методы измерения микротвердости?
5. Что используется чаще всего в качестве индентора при измерении микротвердости?
6. Из каких основных частей состоит прибор для измерения микротвердости ПМТ-3?
7. В какой последовательности производится измерение микротвердости?
8. Что используется в качестве показателя твердости при измерениях?

## **7. Рекомендуемая литература.**

1. Геллер Ю.А., Рахштадт Г.М. Материаловедение. – М: Металлургия, 1983. – 384 с.
2. Гуляев А.П. Металловедение. – М.: Металлургия, 1978 – 480 с.
3. Лахтин Ю.М., Леонтьева В.П. Материаловедение. – М.: Машиностроение, 1980 – 494 с.
4. Справочник по пайке. Под редакцией И.Е.Петрунина. М. Машиностроение, 2004 г.