

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ Mg_2Si И α , β –
ЖЕЛЕЗОСОДЕРЖАЩИХ ФАЗ В СТРУКТУРЕ СЛИТКОВ СПЛАВОВ 6063/6060 С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ С
МИКРО РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫМ АНАЛИЗОМ.**

Горюнов З. Н.

Научный руководитель канд. техн. наук Таскин В. Ю.

Сибирский федеральный университет

Институт цветных металлов и материаловедения

На поведение сплавов 6060/6063 при деформации и формирование механических свойств значительное влияние оказывают растворимая фаза Mg_2Si и нерастворимые $AlFeSi$ - фазы

В настоящее время существуют 2 опубликованных методики определения основных фаз в сплавах 6060/6063 с помощью световой микроскопии:

- методика Макарова основана на определении цветовых оттенков фаз на шлифах, получаемых после травления. Однако, в связи со схожей окраской частиц и их сильным дроблением после гомогенизации выявить искомые частицы практически невозможно (Таблица 1);

- методика Брянцева, согласно которой железосодержащие фазы определяются по показателю сферичности. Однако железосодержащие фазы после гомогенизации имеют почти схожую морфологию при исследовании в электронном микроскопе, что сильно затрудняет процесс их определения.

Таблица 1-Идентификация основных фаз в сплавах системы Al-Mg-Si с помощью световой микроскопии

Фаза	Характеристика фазы, наблюдаемая на шлифах.		
	Полированный без травления	После травления погружением шлифа на 15 секунд в реактив Келлера	После травления погружением шлифа на 15 секунд в 0,5 мл HF 99,5 мл H ₂ O
Mg_2Si	Серо-голубая. Быстро тускнеет на воздухе, покрываясь радужной пленкой	Меняет цвет от голубого до коричневого	Голубая
$\alpha(Al_8Fe_2Si)$	Серая с фиолетовым оттенком.	Темнеет и становится темно-серой	Грязно-коричневая
$\beta(Al_5FeSi)$	Светло-серая. Обычно имеет иглообразную форму.	Светло-серая	Меняет цвет от красно-коричневого до черного

Учитывая тот факт, что при металлографическом анализе с помощью световой микроскопии представляет большую трудность различить фазы Mg_2Si , $\alpha(Al_8Fe_2Si)$ и $\beta(Al_5FeSi)$, т. к. они имеют одинаковую окраску и почти одинаковую морфологию, была

поставлена задача разработать методику определения фаз Mg_2Si , $\alpha(Al_8Fe_2Si)$ и $\beta(Al_5FeSi)$ методом растровой электронной микроскопии с микрорентгеноспектральным анализом.

Подготовка образцов для исследования в световом и растровом электронном микроскопах.

Для выявления микроструктуры в световом микроскопе один образец был протравлен в 0,5% растворе HF согласно методике, описанной Макаровым Г.С., в течение 15 секунд, а другой - в реактиве Келлера ($H_2O=95$ мл; $HNO_3=2,5$ мл; $HCl=1,5$ мл; $HF=1$ мл) в течение 15 секунд. А также дополнительно травил в течение 30 секунд в 0,5% растворе HF, и 2-х минут - в реактиве Келлера.

Для исследования на электронном микроскопе травление производилось в 2% растворе HF в течение 5 секунд и в течение 2-х минут в реактиве Келлера.

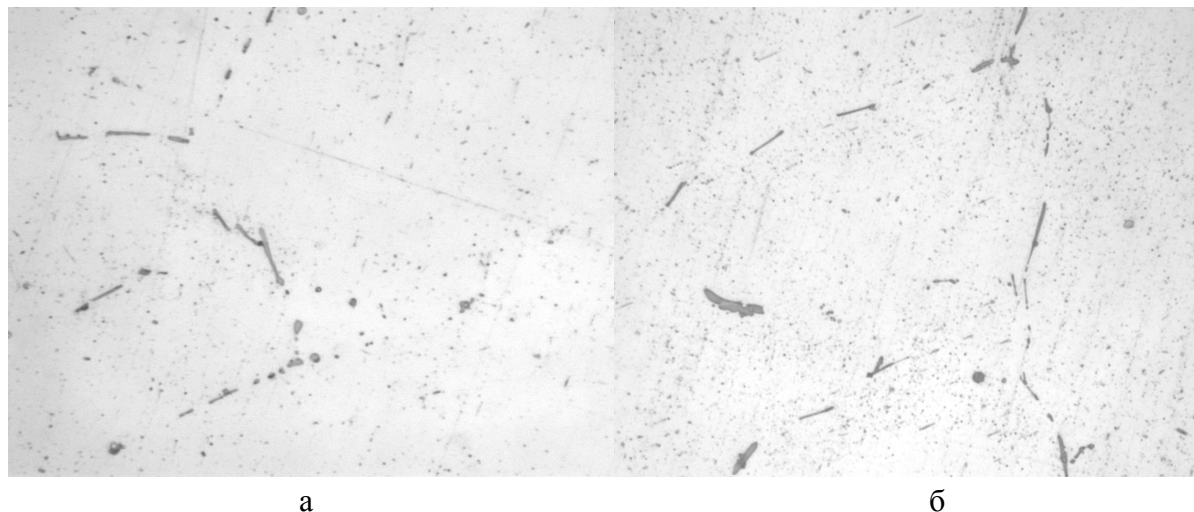
Результаты исследования

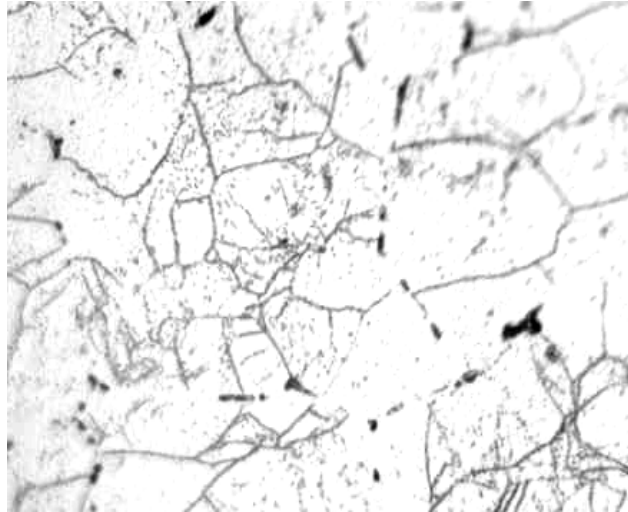
Результаты исследования микроструктуры на световом микроскопе:

В результате травления в 0,5% растворе HF в течение 15 и 30 секунд голубой Mg_2Si -фазы, грязно-коричневой $\alpha(Al_8Fe_2Si)$ и красно-коричневой $\beta(Al_5FeSi)$ -фаз обнаружить не удалось даже при 1000-кратном увеличении (Рисунок 1а).

Травление в реактиве Келлера в течение 15 секунд позволило выявить светло-серые и темно-серые фазы, которые идентифицировать как Mg_2Si и $\alpha(Al_8Fe_2Si)$, $\beta(Al_5FeSi)$ – фазы не представилось возможным (Рисунок 1б). Травление в течение 2 минут позволило выявить новые тонкие диспергированные границы фазы Mg_2Si в теле дендритных ячеек, которые образовались в результате оптимальной скорости охлаждения при гомогенизационном отжиге. Однако различить $\alpha(Al_8Fe_2Si)$ и $\beta(Al_5FeSi)$ -фазы и избыточный Mg_2Si по границам дендритных ячеек не удалось (Рисунок 1в).

Морфология частиц при малом времени травления (15-30 секунд) в обоих травителях представляет собой иглообразные, прерывистые и сферические частицы. Идентифицировать обнаруженные частицы невозможно ввиду их формы, которая не относится ни к глобулярной, ни к пластинчатой.





В

Рисунок 1- Микроструктура шлифов, протравленный в течение 15 секунд в 0,5% растворе HF (а), в реактиве Келлера в течение 15 секунд (б) и в течение 2х минут (в)

Результаты исследования образцов на растровом электронном микроскопе:

В структуре образца (Рисунок 2а) обнаружен светлый участок, что свидетельствует о большом атомном номере химических элементов в данной зоне. Более детальный анализ показал, что он содержит в себе железо (Таблица 2а, спектр 2). Так как табличное соотношение содержания железа к кремнию у фазы α ($\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$) равно 2, в большем приближении можно установить, что в спектре 3 находится именно фаза α ($\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$) (соотношение $\text{Fe}/\text{Si} > 1$). Фаза остальных исследуемых спектров, кроме спектра 5, - Mg_2Si . Таким образом, установлено, что тонкие границы в теле дендритных ячеек, представленных на слайде 7, являются фазой Mg_2Si , размер которых можно определить, используя программное обеспечение, прилагаемое к электрон. микроскопу.

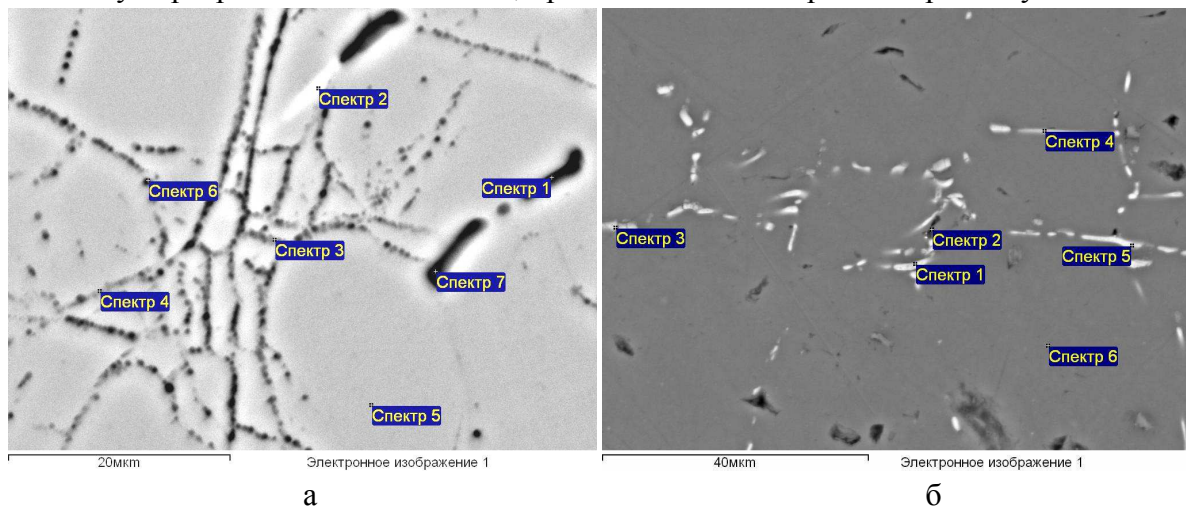


Рисунок 2 – Электронно-микроскопическая структура образца, протравленного в реактиве Келлера в течение 2 минут (а), и в 2% растворе HF в течение 5 секунд

Таблица 2 – Поэлементный состав фаз образца, протравленного в реактиве Келлера в течение 2 минут, %_{ат} (слева) и в 2% растворе HF в течение 5 секунд (справа)

Спектр	O	Mg	Al	Si	Fe
1		0,58	99,42		
2			92,18	3,27	4,55
3		0,41	99,59		
4		0,64	98,68	0,68	
5		0,6	98,56	0,68	
6	2,47	0,59	96,67		
7	3,9	0,62	94,85	0,63	

Спектр	O	Mg	Al	Si	Fe
1			87.87	6.30	5.83
2	8.27	0.42	86.80	4.15	0.36
3	6.73	0.47	81.91	5.52	5.37
4		0.52	96.66	1.67	1.15
5	8.93	0.42	80.25	5.37	5.03
6		0.68	98.17	1.15	

Травление в водном растворе HF 2% в течение 5 секунд позволило выявить только железосодержащие фазы (Рисунок 2б). Для различения α и β -фаз необходимо произвести расчет соотношения Fe/Si (Таблица 2б). Необходимо отметить, что даже при использовании электронномикроскопического анализа невозможно различить α и β -фазы по морфологическим признакам.

Выводы

1. Результаты проведенной работы показали, что оптическая микроскопия не позволяет идентифицировать основные фазы: Mg_2Si , $\alpha(Al_3Fe_2Si)$ и $\beta(Al_5FeSi)$ в гомогенизированных слитках алюминиевого сплава 6060/6063, т. к. они имеют схожую морфологию и близкую окраску. Следовательно, невозможно провести качественный анализ основных фаз при оценке степени гомогенизации слитков.

2. Показано, что оптическая микроскопия не дает определить размер Mg_2Si -фазы, которая может быть менее 1-2 мкм. Определение размера Mg_2Si -фазы является также важной задачей при оценке степени гомогенизации слитков.

3. Метод электронной микроскопии с микрорентгеноспектральным анализом позволяет:
- четко выявить и различить железосодержащие фазы $\alpha(Al_3Fe_2Si)$ и $\beta(Al_5FeSi)$ по светлой тону и их стехиометрическим коэффициентам при травлении в 2% растворе HF в течение 5 секунд.

- определить избыточные фазы Mg_2Si , оставшиеся на границах дендритных ячеек, по темной окраске и присутствию магния и кремния после травления в реактиве Келлера в течение 2 минут. Кроме того, установить размер частиц на границах, декорированных Mg_2Si -фазами, с помощью прилагаемого к электронному микроскопу программного обеспечения.