

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

Академик Н. Т. ГУДЦОВ и М. Г. ЛОЗИНСКИЙ

**К ВОПРОСУ ОБ ИЗУЧЕНИИ НАЧАЛЬНЫХ СТАДИЙ РАСПЛАВЛЕНИЯ СЛОЖНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СИСТЕМ**

Изучение кинетики процесса расплавления сложных металлических систем, представляющее большой научный и практический интерес, сопряжено с рядом технических трудностей. К числу последних следует отнести невозможность наблюдения протекающих при нагреве до температур, близких к расплавлению, изменений структуры исследуемого сплава вследствие неизбежного окисления поверхности, взаимодействующей с кислородом воздуха. Помещение изучаемых образцов в атмосферу защитных газов также вызывает искажение характера протекания процесса перехода от солидуса до ликвидуса вследствие диффузии газов в поверхностные слои нагреваемого сплава и изменения его состава.

Одним из способов, позволяющих изучить кинетику образования жидкой фазы в сложных металлических системах, а также последующую кристаллизацию, является применение методики нагрева образцов в вакууме.

Возможность выявления структуры металлов и сплавов при высокой температуре в защитной газовой среде была установлена А. А. Байковым еще в 1909 г. (1). В последующие годы А. А. Байковым совместно с Н. Т. Гудцовым впервые были проведены исследования, позволившие зафиксировать изменения структуры, совершающиеся в диапазоне температур от 600 до 1100° в железе и в углеродистой эвтектоидной и заэвтектоидной стали (2).

Способом нагрева шлифов в вакууме и последующим травлением хлором для выявления структуры сплавов пользовались Н. Чижевский и Н. Шульгин в своей работе (3), результаты которой были опубликованы в 1915 г. Л. И. Шушпанов (4), а также К. Л. Малышев и И. Б. Трубин (5) применяли высокотемпературный нагрев в вакууме (до 1100°) для выявления размеров аустенитного зерна различных марок стали.

Во всех названных выше работах нагрев образцов производился в кварцевых трубчатых печах со сравнительно малыми скоростями нарастания температуры (порядка единиц или десятков °С/мин.). Предельное значение температуры при этом составляло 1100—1200° и лимитировалось снижением прочности кварца при высоких температурах.

Разработанная авторами и примененная в Институте металлургии АН СССР методика и аппаратура для скоростного электронагрева образцов в вакууме (6) позволяют производить повышение температуры образцов со скоростью от долей °С/мин. до сотен и тысяч °С/мин. Пределом увеличения температуры является расплавление образцов.

На рис. 1 приведена принципиальная схема модернизированной в 1950 г. экспериментальной вакуумной установки. Подлежащий нагреву образец 1 (длиной 60 мм, шириной 10—12 мм и толщиной 3 мм) укрепляется к водоохлаждаемому электроду 2 и гибкой токоподводящейшине 3, в свою очередь приключенной к электроду 4. Нагрев образца производится за счет теплового действия электрического тока, пропускаемого через образец и подводимого от низковольтного трансформатора 5. Регулирование интенсивности и скорости нагрева производится при помощи автотрансформатора 6.

Контроль температуры нагрева образца в диапазоне от комнатной до  $1500^{\circ}$  осуществляется платино-платинородиевыми термопарами 7, термоспай которых прикрепляется к исследуемому образцу при помощи точечной электросварки. Выводы термопар присоединяются к регистрирующему потенциометру 8 или к гальванометрам на 17 мв.

В рабочей камере описываемой установки, образуемой плитой 9 и колпаком 10, создается низкое остаточное давление (около  $10^{-5}$ — $10^{-6}$  мм рт. ст.). Для откачки воздуха и газов из рабочей камеры используются диффузионный паромасляный насос 11 типа ЦВЛ-100 и ротационный насос 12 типа ВН-461. Контроль степени разрежения в зоне нагрева образца производится по вакуумметру 13.

При указанных выше остаточных давлениях на поверхности шлифованных и полированных образцов из стали и сложных сплавов, подвергнутых высокотемпературному нагреву, выявляются границы аустенитных зерен, а также, при нагреве в интервале температур

Рис. 1. Принципиальная схема вакуумной установки для высокотемпературного нагрева образцов

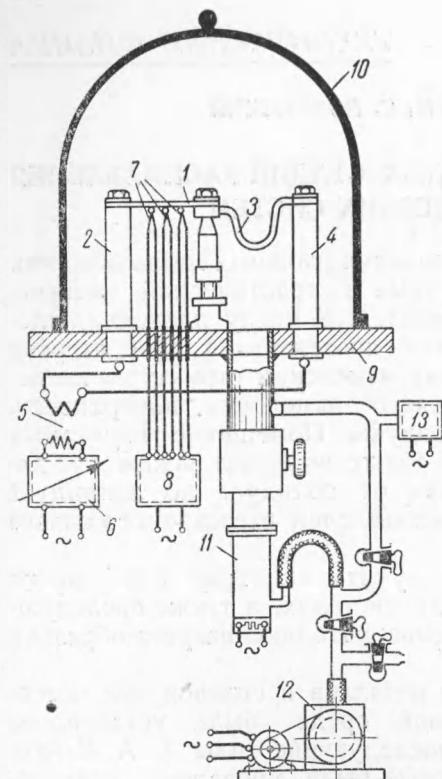
солидус — ликвидус отдельные очаги расплавления. Последние представляют особый интерес для изучения кинетики расплавления сложных металлических систем, так как позволяют проследить за процессом образования жидкой фазы и ее кристаллизацией путем наблюдения в микроскопе охлажденных шлифов.

На приводимых микрофотографиях показаны отдельные участки поверхности образцов, нагретых до температур, близких к расплавлению\*. Исследованные образцы выполнены из сплава следующего состава: С 0,12%, Mo 1%, Cr 2,5%, Nb 1,2%, Mn 0,7%, Si 0,8%.

Скорость нарастания температуры при проведении опытов составляла около  $100^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$ , а выдержка при заданной температуре ( $1300$ — $1350^{\circ}$ ) равнялась 5 мин.

На рис. 2а приведена при увеличении в 400 раз микроструктура образца, нагретого до  $1300^{\circ}$ ; видны границы аустенитных зерен. Внутри

\* В проведении опытных работ по нагреву принимали участие Н. А. Богданов и М. П. Матвеева, а съемки микрофотографий производились Е. Н. Никитиной.



отдельных зерен заметны очаги начавшегося расплавления. Один из таких очагов (обведенный на рис. 2 а окружностью) приведен на рис. 2 б при увеличении в 1000 раз. Из рассмотрения рис. 2 б можно сделать вывод о наличии жидкой фазы в пределах отдельных участков, подвергнувшихся кристаллизации в процессе охлаждения шлифа. Буквой С обозначен центр кристаллизации, от которого отходят оси образующихся кристаллов. Размеры очагов расплавления зависят от длительности выдержки при данной температуре. При указанных выше режимах отдельные расплавленные участки на поверхности образца имели в поперечнике около 0,01—0,1 мм.

В зависимости от количества жидкого металла, образовавшегося на поверхности шлифа, изменяется характер и форма фигур кристаллизации. На рис. 3 показаны снимки участков образца (при увеличении 1000), на которых фигуры кристаллизации имеют лучисто-радиальное строение. На этих фотографиях четко видны центры кристаллизации и характер сочетания зерен, обладающих лучисто-радиальным строением. Границы зерен выражены ясно, имеют массивное строение и частично характер дендритного строения.

Граница сопряжения трех аустенитных зерен показана на рис. 4 (при увеличении 1000). Температура нагрева была 1350°. На границе зерен произошло оплавление, и часть металла, а возможно, и неметаллических включений, имевшихся на границе, испарились. Следует напомнить, что при температурах выше 1000° с поверхности металлических шлифов, находящихся в вакууме, начинается интенсивное испарение \*. Граница зерен, изображенная на рис. 4, значительно углублена по сравнению с плоскостью шлифа \*\*. Это обстоятельство позволяет считать справедливым предположение о более интенсивном процессе испарения с границ зерен, нежели с их поверхности. Представляет интерес тонкая структура ветвистого строения, достаточно четко видная в участке возле границы одного из зерен.

С целью установления различия значений твердости между участками расплавления (фигуры кристаллизации) и соседними участками проводилось измерение микротвердости образцов после их охлаждения. Проведенные исследования показали, что значения твердости в расплавленных участках на 10—15% больше, чем в рядом расположенных участках. Самый процесс начала расплавления отдельных мест в пределах одного зерна может быть объяснен химической неоднородностью сложных сплавов, а также мозаичной структурой зерна. Поэтому различие значений твердости по отпечаткам алмазной пирамиды прибора для измерения микротвердости, отличающихся на 10—15% от твердости соседних участков, следует признать вполне реальным.

### Выводы

Приведенные в вакууме (при остаточном давлении  $10^{-5}$  мм рт. ст.) на разработанной авторами установке опыты по нагреву образцов сложных сплавов до 1300—1350° со скоростью около 100°С/мин. с последующей выдержкой при этой температуре в течение 3—5 мин. впер-

\* Скорость испарения металлов в вакууме  $m$  подчиняется следующей зависимости

$$m = P \sqrt{\frac{M}{2\pi RT}} \text{ г/сек,}$$

где  $P$  — давление в дин/см<sup>2</sup>,  $M$  — атомный вес металла,  $R$  — газовая постоянная и  $T$  — абсолютная температура.

\*\* Для фотографирования границ поверхность зерен была умышленно выведена из фокуса.

вые позволили выявить в пределах аустенитных зерен отдельные очаги расплавления\*. Характер образования последних представляет интерес при изучении кинетики процесса расплавления сложных металлических систем. Использование метода скоростного высокотемпературного нагрева в вакууме позволит в дальнейшем углубить исследования процесса расплавления сплавов, а также начальных стадий кристаллизации малых порций расплавленного металла.

Институт metallurgии им. А. А. Байкова  
Академии наук СССР

Поступило  
9 IV 1950

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> А. А. Байков, Собр. тр., 2, Изд. АН СССР, 1948, стр. 62. <sup>2</sup> Н. Т. Гудцов, Сборн., посвящен. 30-летию Великой Октябрьской революции, Изд. АН СССР, 1947, стр. 620. <sup>3</sup> Н. Чижевский и Н. Шульгин, Журн. Русск. металлург. о-ва, № 4 (1915). <sup>4</sup> Л. И. Шушпанов, Металлург, № 6 (1937). <sup>5</sup> К. Л. Малышев и И. Б. Трубин, Тр. Уральск. фил. АН СССР, 10, 39 (1947). <sup>6</sup> Н. Т. Гудцов, М. Г. Лозинский, И. Ф. Зудин, Н. А. Богданов и М. П. Матвеева, Изв. АН СССР, ОТН, № 1, 108 (1950).

\* Высокотемпературный нагрев в вакууме образцов из различных сплавов (например, стали марки ЭЯ1Т и других), проведенный по описанной выше методике, позволяет выявлять на полированной поверхности образцов в пределах границ отдельных аустенитных зерен участки расплавления (аналогичные по форме показанным на микрографиях, приведенных в данной статье).