

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

К. А. ОСИПОВ и С. Г. ФЕДОТОВ

**МИКРОРЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ  
РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЕГИРУЮЩИХ КОМПОНЕНТОВ В НИКЕЛЕВОМ  
ТВЕРДОМ РАСТВОРЕ**

*(Представлено академиком А. А. Бочваром 21 II 1951)*

Метод микрорентгенографии и некоторые результаты, полученные с его помощью при изучении сплавов, изложены в ряде работ ((<sup>1-3</sup>) и др.).

В данном сообщении приводятся результаты нашего исследования методом микрорентгенографии распределения ряда компонентов в никелевом твердом растворе.

Были изготовлены двойные сплавы никеля с вольфрамом, молибденом, ниобием, титаном и танталом, относящиеся в равновесном состоянии к однофазной области твердого никелевого раствора и содержащие по 5 ат. % легирующего компонента. Все эти сплавы, исключая сплав с титаном, по своему составу значительно отстоят от границы предельной растворимости как при высоких, так и при низких температурах. Сплавы готовились из электролитического никеля и технически чистых металлических компонентов. Расплавление производилось в корундизовых тиглях в высокочастотной печи. Вес слитков был 100 г.

Крупные зерна в сплавах получались как за счет сравнительно медленного охлаждения при их кристаллизации, так и за счет длительного отжига при высоких температурах (950 и 1100°).

Просвечиванию подвергались пластинки толщиной 0,05—0,025 мм, изготовленные из недеформированных сплавов. Для отожженных сплавов эта толщина была близка к толщине отдельных зерен. Применялось железное излучение, 24 кв.

Сплав Ni—W. Рис. 1а и 2а представляют микрорентгенограммы литого никель-вольфрамового сплава после отжига, соответственно, в течение 96 час. при 950° и 96 час. при 950° + 50 час. при 1100°.

Элементарные объемы зерен, обогащенные вольфрамом, отражены на этих микрорентгенограммах более светлыми зонами. Из рисунков видно, что примененный длительный отжиг при высоких температурах не устранил большой неоднородности в распределении вольфрама по объему отдельных зерен. Вольфрам сосредоточен, главным образом, внутри зерен, по осям дендритов. Кристаллизация сплава начиналась с образования твердого раствора, обогащенного вольфрамом, что находится в соответствии с равновесной диаграммой состояния системы никель—вольфрам. Границы зерен обозначались в виде темного пунктира, залегающего между осями дендритов (рис. 1а). Малая поглощаемость рентгеновских лучей в этих отдельных местах может быть

обусловлена наличием легкоплавких загрязнений, наличием усадочной рыхлости или наличием малонасыщенного вольфрамом никеля. Во всяком случае ясно, что границы зерен исследованного сплава значительно ослаблены. Слабые места занимают немногим меньше 50% от всей поверхности зерен.

Сплав Ni—Mo. Микрорентгенограммы этого сплава после отжига при 950° в течение 96 час. представлены на рис. 1б и 2б. Объемы зерен, обогащенные молибденом, обозначались более светлыми зонами, темные извилистые полосы соответствуют трещинам, имевшимся в образце сплава.

Наблюдается два типа распределения молибдена в зернах исследованного сплава: хлопьевидное и игольчатое. Иглы особенно контрастно выявлены на микрорентгенограмме рис. 2б.

Микроскопическое исследование показало, что иглы представляют собой самостоятельную фазу. Так как исследованная пластинка сплава была вырезана перпендикулярно оси слитка, то ясно, что игольчатая составляющая направлена поперек слитка. Ее происхождение неясно. Вероятнее всего, что это химическое соединение молибдена с азотом, образовавшееся при затвердевании сплава. Возможно также, что это соединение молибдена с никелем, которое могло возникнуть при кристаллизации частей расплава, сильно обогащенных молибденом. Хлопьевидное распределение молибдена микроскопическим анализом установить не удалось. Из рис. 1б ясно, что внутри зерен твердого раствора после отжига сохранилась большая неоднородность в распределении молибдена. Объемы, близко расположенные к поверхности зерен, остались значительно обогащенными молибденом. В соответствии с диаграммой состояния системы никель — молибден при кристаллизации твердого раствора поверхность его зерен должна быть обогащена молибденом.

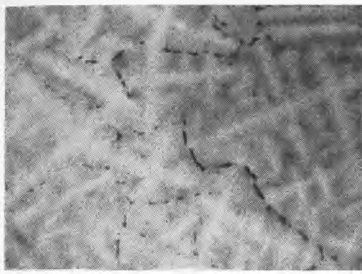
Сплав Ni—Nb. Микрорентгенограмма этого сплава в литом состоянии показана на рис. 1в. Основная площадь на рисунке занята дендритами твердого раствора ниобия в никеле. Оси дендритов обеднены ниобием и выглядят темными. Выявилась также неравномерно распределенная мало поглощающая рентгеновские лучи фаза. В результате отжига в течение 50 час. при 1100° основная масса этой фазы исчезает и изменяется характер ее залегания, о чем можно судить по рис. 2в. В равновесных химически чистых сплавах системы никель — ниобий при 5 ат. % ниобия второй фазы не должно существовать.

Из рис. 2в можно видеть, что после проведенного отжига поверхности зерен остались обогащенными ниобием, который обозначился здесь в виде светлых полос. Несмотря на это, стыки зерен остаются, повидимому, ослабленными из-за наличия там малопоглощающей рентгеновские лучи фазы или других выявляемых там дефектов.

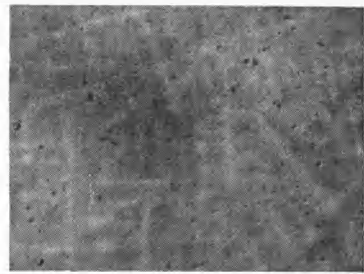
Сплав Ni—Ti. По синтезу этот сплав содержит 1,8 ат. % титана и принадлежит однофазной области твердого раствора. Он был изготовлен из никель-титановой лигатуры, содержащей 4 вес. % титана. Из рис. 1г видна большая неоднородность литого неотожженного сплава. В нем имеется большое количество малопоглощающей рентгеновские лучи фазы (темное).

Имеется также значительная часть сплава, где эта фаза отсутствует и где неравномерное распределение титана обнаруживается на микрорентгенограмме в виде светлых зон. Характерно, что неравномерного распределения титана внутри твердого раствора, окруженного малопоглощающей фазой, четко выявить нам не удалось.

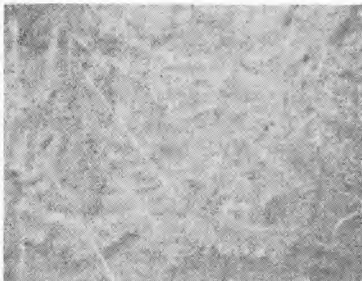
В результате отжига (1100°, 50 час.) малопоглощающая фаза не обнаружена ни под микроскопом, ни методом микрорентгенографии. Однако неоднородность в распределении титана внутри зерен твер-



*a*



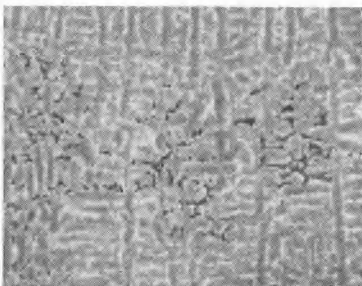
*a*



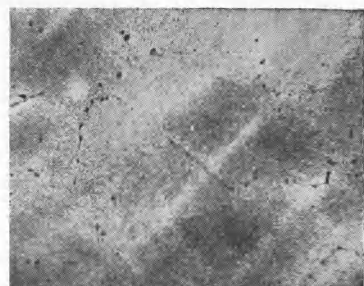
*б*



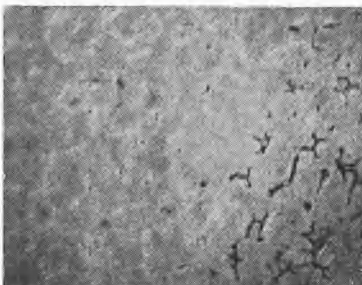
*б*



*в*



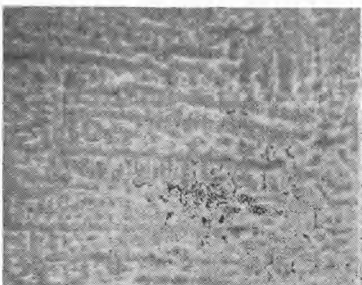
*в*



*г*



*г*



*д*



*д*

*×50*

Рис. 1

*×50*

Рис. 2

дого раствора четко выявлена и после отжига, о чем можно судить по микрорентгенограмме рис. 2г.

Сплав Ni—Ta. Для литого состояния этого сплава микрорентгенограмма представлена на рис. 1д и для отожженного — на рис. 2д. Можно отметить, что, в отличие от вышерассмотренных сплавов, отжиг никель-танталового сплава резко ослабил неоднородность в распределении тантала. Слегка повышенное содержание тантала у поверхности зерен почти не обнаруживается в нашем случае.

О большой неоднородности зерен твердого раствора исследованных сплавов в литом неотожженном состоянии можно было судить и на основании исследования под микроскопом полированных и протравленных образцов. Однако в образцах отожженных сплавов с помощью микроскопа и макроанализа нам не удавалось обнаружить какую-либо неоднородность в распределении легирующих компонентов по зерну.

Изложенные результаты позволяют считать доказанным следующее заключение. После длительного отжига при высоких температурах в объеме зерен однофазного твердого раствора может сохраняться значительная неоднородность в распределении компонентов. Характер этого распределения находится в соответствии с диаграммой состояния изучаемой системы и может быть заранее предсказан. Легирующие элементы, повышающие температурный интервал кристаллизации твердого раствора, могут сохраняться, главным образом, в центральных частях зерен, тогда как элементы, понижающие этот интервал, могут сохраняться у поверхности зерен. Несомненно, что различные свойства зерен будут зависеть как от общего содержания, так и от распределения в них легирующих компонентов. Установленная большая неоднородность химического состава зерен может играть не менее важную роль в определении механических свойств сплава, чем возможное присутствие между ветвями дендритного скелета отдельных зерен мельчайших прослоек второй фазы или эвтектик.

Здесь следует отметить, что уже в 1945 г., на основании изучения микротвердости внутри первичных кристаллов ряда сплавов, школой акад. А. А. Бочвара (4) было высказано предположение о наличии в микроскопически однородных первичных кристаллах сложной внутренней структуры, образующейся вследствие дендритового характера роста первичных кристаллов. В дальнейших работах по изучению микротвердости сплавов это положение развивалось и уточнялось.

Авторы выражают благодарность проф. Б. М. Ровинскому за ценные консультации по методике микрорентгенографии.

Институт машиноведения  
Академии наук СССР

Поступило  
14 II 1951

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

<sup>1</sup> К. А. Иванов, ЖТФ, 19, в. 11 (1949). <sup>2</sup> К. А. Иванов, Тр. Всес. совещ. по примен. рентген. лучей к исследов. матер., кн. 15, 1949. <sup>3</sup> Б. М. Ровинский и Н. Д. Гамбашидзе, ДАН, 76, № 3 (1951). <sup>4</sup> А. А. Бочвар и О. С. Жадаева, Изв. АН СССР, ОТН, № 10—11 (1945).