

УДК 543.422.8 : 536.7

Г. Н. РОНАМИ, С. М. КУЗНЕЦОВА, Е. М. СОКОЛОВСКАЯ, М. В. РАЕВСКАЯ

## ИССЛЕДОВАНИЕ СИСТЕМЫ Zr—Nb—V МЕТОДОМ ЛОКАЛЬНОГО РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Применен метод рентгеновского микроанализа для исследования термообработанных сплавов системы Zr—Nb—V. Построены изотермические сечения для  $T=1000, 700$  и  $500^{\circ}\text{C}$ . Интерметаллическое соединение  $\lambda_1$  впервые идентифицировано.

Из существующих методов микрохимического анализа наиболее эффективным следует считать рентгеноспектральный микроанализ, который позволяет определить состав вещества в объеме  $10^{-11}$ — $10^{-12}$  см<sup>3</sup> непосредственно на микрошлифе, не разрушая исследуемого объекта. Область анализируемых элементов от 5-го бора до 92-го элемента урана. Метод получил широкое распространение не только как метод диагностики фаз в природных и искусственных образцах, но и как метод определения концентрационных границ диаграмм состояний [1—2]. Благодаря высокой локальности, т. е. благодаря малому диаметру электронного зонда (порядка  $1\ \mu$ ), можно проводить анализ очень малых по величине включений, чего не дает ни один из других методов микрохимического анализа.

Систематическое изучение диаграмм состояний, нахождение общих закономерностей их строения является важной и актуальной задачей для получения современных сплавов с особыми физическими свойствами. В настоящей работе методом рентгеновского микроанализа на приборе MS—46 определялись границы фазовых равновесий в системе Zr—Nb—V, которая исключительно интересна с практической точки зрения, так как все три компонента Zr, Nb и V являются сверхпроводниками.

Для получения точных количественных данных в отношении  $J_{об}/J_0$ , где  $J_{об}$  — интенсивность анализируемой линии на образце,  $J_0$  — интенсивность линии на чистом эталоне, вводились поправки, связанные с различным поглощением рентгеновского излучения данной длины волны в чистом элементе и исследуемом объекте, и на атомный номер [3]. Точность для каждой из поправок при средних значениях концентраций ( $\geq 10\%$ )  $\sim 1$ — $2$  отн. % и снижается до  $3$ — $5$  отн. % при малых значениях концентрации ( $\leq 1\%$ ).

Анализировались сплавы, предварительно прошедшие термообработку (закалку с  $t=1000, 700$  и  $500^{\circ}\text{C}$ ), с целью определения количества фаз и их состава.

Составы фаз, находящихся в равновесии при  $t=1000, 700, 500^{\circ}\text{C}$

$t^{\circ}\text{C}$	Шихта, ат. %		Фазы	Состав фаз, ат. %		
	Zr	Nb		Zr	Nb	V
1000	20	10	1	3	9	88
			2	48	8	44
			3	31	13	55
	20	20	1	3	24	73
			2	27	20	53
	50	20	1	89	9	2
			2	37	11	52
	20	60	1	16	68	16
			2	39	45	15
	40	50	1	36	55	9
	30	20	1	53	12	35
			2	31	23	46
	20	40	1	7	62	30
			2	30	25	44
700	80	10	1	88	10	3
			2	37	15	48
	60	20	1	37	25	39
			2	80	18	3
	70	20	1	33	25	42
			2	77	19	4
	20	10	1	31	10	58
			2	94	2	4
			3	1	7	92
	50	20	1	93	5	2
			2	35	14	51
	10	20	1	4	21	75
			2	34	13	53
	40	20	1	35	21	44
			2	86	11	4
	30	10	1	34	9	57
			2	94	2	4
			3	1	7	91
	10	10	1	67	8	25
			2	32	13	53
	15	70	3	1	9	90
			1	15	71	14
	30	40	1	19	69	12
			2	29	34	38
	50	30	1	65	31	4
			2	30	33	37
	40	10	1	88	10	3
			2	33	15	52
	70	10	1	88	10	3
			2	33	15	52
	50	10	1	88	10	3
			2	33	15	52
30	30	1	88	10	3	
		2	33	15	52	
500	30	30	1	32	19	50
			2	97	1	2
	40	10	1	33	11	51
			2	96	1	3
	30	20	1	32	23	46
			2	32	14	55
			3	83	17	—
	60	10	1	34	15	51
2			96	1	3	

t°C	Шихта, ат. %		Фазы	Состав фаз, ат. %		
	Zr	Nb		Zr	Nb	V
500	20	10	1	29	11	60
			2	2	8	90
			3	мелкодисперсные		
	80	10	1	33	15	52
			2	94	1	4
			3	82	13	5
	50	20	1	33	15	53
			2	78	20	2
			3	96	1	3
	50	10	1	35	12	53
			2	мелкодисперсные		
			3			
90	0	1	34	0	66	
		2	86	0	13	
		3				
20	20	1	1	25	73	
		2	37	17	46	
		3	28	22	51	

Исследованию подвергались выборочно образцы из различных фазовых областей. Данные рентгеновского микроанализа, представленные в таблице, в совокупности с рентгенофазовым и микроскопическими методами, позволили построить изотермические сечения, определяющие фазовое равновесие при  $t=500, 700$  и  $1000^\circ\text{C}$ . Сечение для  $t=1000^\circ\text{C}$  имеет вид, представленный на рис. 1.

Микроструктурный анализ сплава 20 ат. % Zr 40 ат. % Nb показал наличие двух фаз. Локальный рентгеноспектральный анализ подтвердил число фаз и дал их составы, которые фиксирует концентрационная кривая на рис. 2, а. Методом сканирования была получена картина поверхности образца в «поглощенных» электронах и в рентгеновском излучении Zr, Nb и V, четко отражающих присутствие двух фаз, рис. 3.

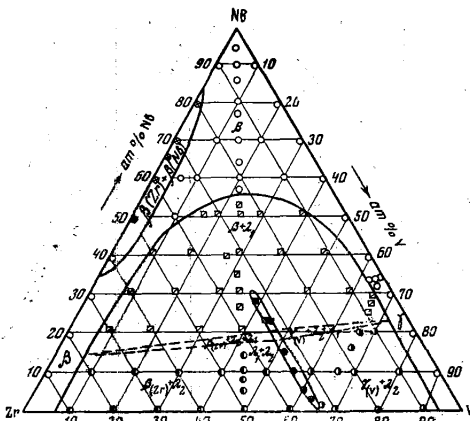


Рис. 1. Изотермическое сечение после закалки с  $t=1000^\circ\text{C}$

Обозначения:  $\gamma(V)$ —твёрдый раствор на основе V,  $\lambda_2$ —твёрдый раствор на основе  $ZrV_2$ ,  $\beta(Zr)$ —твёрдый раствор на основе  $\beta_{(Zr)}$ ,  $\beta_{(Nb)}$ —твёрдый раствор на основе Nb,  $\lambda_1$ —тройной интерметаллид состава Zr(Nb, V)<sub>2</sub>,  $\alpha(Zr)$ —твёрдый раствор на основе  $\alpha_{(Zr)}$ .

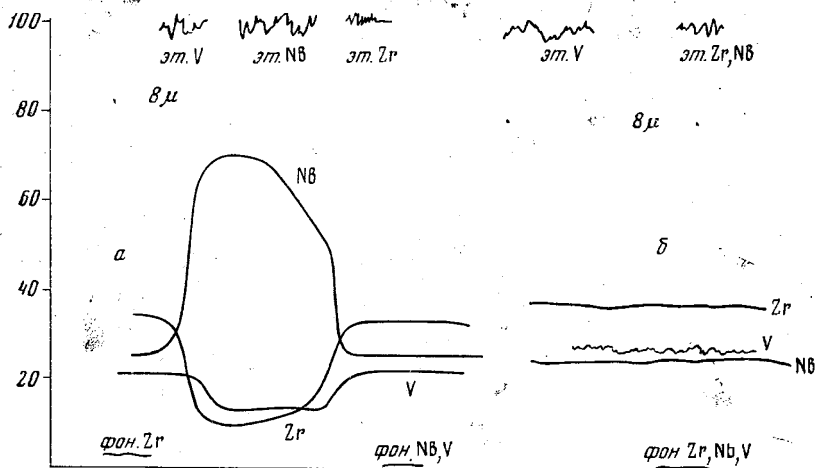


Рис. 2. Концентрационные кривые: *a* — сплава 20 ат.% Zr 40 ат.% Nb; *б* — тройного интерметаллического соединения  $\lambda_1$ , записанные по  $K_{\alpha}$  V  $L_{\alpha}$  Zr и Nb

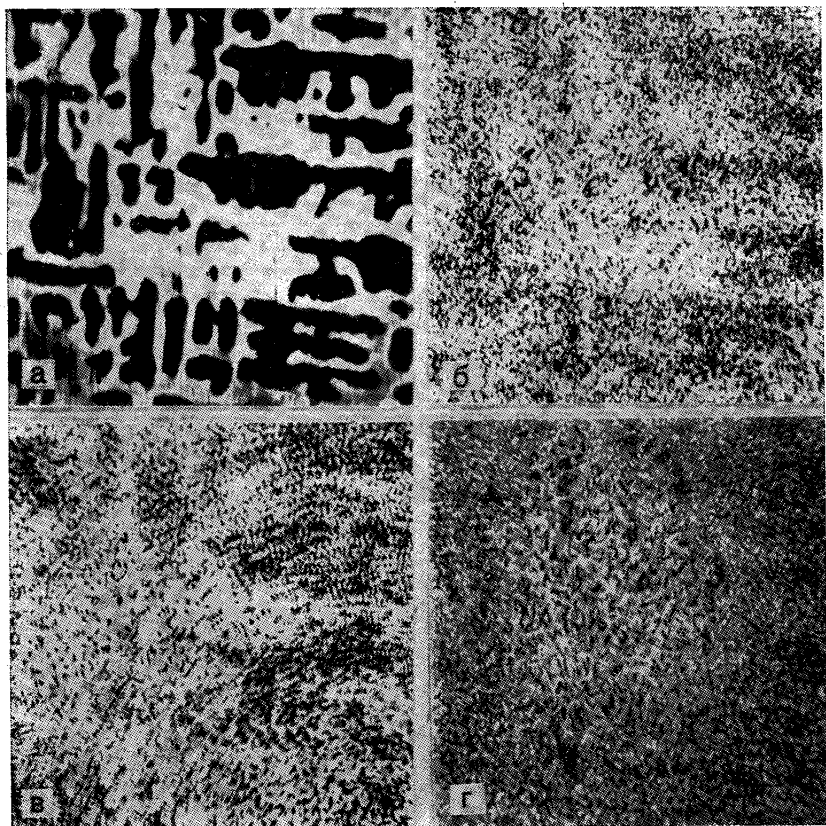


Рис. 3. Картина поверхности сплава 20 ат.% Zr 40 ат.% Nb: *a* — в «поглощенных» электронах, *б* — в рентгеновском излучении Zr, *в* — в рентгеновском излучении Nb, *г* — в рентгеновском излучении V

Аналогичным образом исследовались все перечисленные в таблице сплавы. Сплав 20 ат. % Zr 10 ат. % Nb по данным рентгеновского микроанализа трехфазный. Так как рентгенофазовый анализ дает две фазы, а микроскопический анализ показывает, что перитектическая реакция не прошла до конца, по совокупности данных всех методов сплав отнесен к двухфазной области.

Состав сплава из гомогенной области тройного интерметаллического соединения  $\lambda_1$ , который однофазен по микроструктуре и по данным рентгенофазового анализа, дает концентрационная кривая на рис. 2, б.

Некоторые фазы сплавов области  $\alpha_{(Zr)} + \beta_{(Nb)} + \lambda_1$  трудно идентифицировать из-за мелкодисперсности ( $< 2 \mu$ ) их образований. Эти фазы определялись качественно по соотношению компонентов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Раевская М. В., Соколовская Е. М., Соколова И. Г., Ронами Г. Н., Кузнецова С. М., Алешина В. А. «Вестн. Моск. ун-та», сер. химии, № 1, 1968.
2. Раевская М. В. Реферат кандид. диссертации, МГУ, 1967.
3. Рыдник В. И., Боровский И. Б. «Заводская лаборатория», № 8, 955, 1967.

Поступила в редакцию  
3.4 1962 г.

Кафедра  
физики твердого тела