

Т. А. ВИДУСОВА

**ИССЛЕДОВАНИЕ СПЛАВОВ ПАЛЛАДИЯ С РЕНИЕМ**

До сего времени сплавы палладия с рением не изучались. В настоящем исследовании нами были рассмотрены сплавы, содержащие только до 45 весовых процентов рения. Сплавы с большим содержанием рения приготовить не представилось возможным.

Для приготовления сплавов употребляли палладий в виде прутка и порошкообразный рений, полученный восстановлением из перрената калия. Рений добавляли в сплав в спрессованном виде. Приготовление сплавов вели в высокочастотной печи путем двухкратного сплавления: первый раз компоненты сплавливали в вакууме, причем получался королек с большой раковиной; вторичное сплавление без вакуума под слоем расплавленной буры давало удовлетворительные результаты. Полученные таким образом сплавы были подвергнуты химическому анализу. Палладий определяли восстановлением каломелью [1], рений — по разности.

Все сплавы перед исследованием были подвергнуты отжигу в вакууме при температуре 1000° в течение 3 суток с последующим постепенным охлаждением до комнатной температуры.

Сплавы исследовали методами твердости по Бринеллю, микроструктуры, рентгеновского анализа и определения абсолютной термоэлектродвижущей силы. Для сплавов с малым содержанием рения определены также удельное электросопротивление и его температурный коэффициент и термоэлектродвижущая сила в паре с платиной при температурах до 800°.

Твердость по Бринеллю определялась на прессе Викерса стальным шариком с диаметром 2,5 мм при нагрузке 62,5 кг, которая выдерживалась одну минуту.

Результаты испытания на твердость приведены в табл. 1 и на диаграмме (фиг. 1).

Таблица 1

Состав, вес. %		Твердость по Бринеллю Н <sub>B</sub> , кг/мм <sup>2</sup>
Pd	Re	
99,65	0,35	45,3
97,76	2,24	49,1
95,94	4,06	86,8
92,61	7,39	74,7
79,63	20,37	104,0
71,35	28,65	118,0
59,98	40,02	218,0
54,37	45,63	242,0

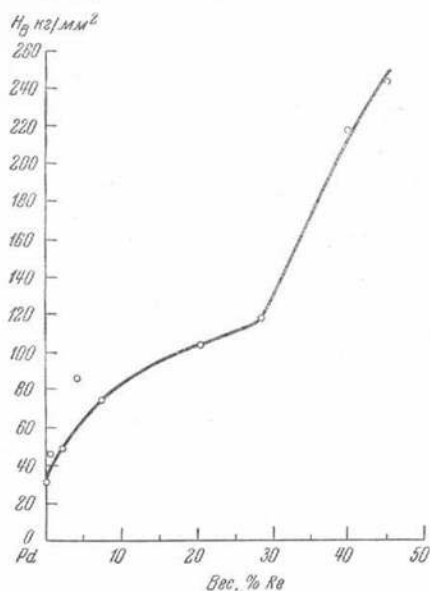
Из диаграммы (фиг. 1) видно, что прибавление рения к палладию, до 28,65% Re, повышает твердость по плавкой кривой; затем направление кривой меняется с резким подъемом вверх.

Для изучения микроструктуры сплавов образцы были отполированы и протравлены разбавленной (1 : 1) азотной кислотой при слабом подогревании. Сплавы, содержащие до 5% рения, травятся очень медленно, по мере увеличения содержания рения травление становится более легким.

Фотографии (фиг. 2—5) представляют собой микроструктуру однофазных сплавов. На фиг. 6 заметно уже выделение второй фазы, количество которой увеличивается по мере увеличения содержания рения в сплавах (фиг. 7—9).

Рентгеновский анализ проводили по методу Дебая. Применялось кобальтовое излучение. Порошки, полученные напильником отожженных сплавов, отжигали для снятия наклепа в вакууме в кварцевых ампулах.

Расчет рентгенограмм показал, что в сплавах, содержащих до 20,37% Re, наблюдаются отражения палладия; сплав с 28,65% Re оказался двухфазным; обнаружено присутствие линий палладия и рения. С увеличением содержания рения в сплавах от 40,02 до



Фиг. 1. Твердость по Бринеллю сплавов Pd с Re

45,63% интенсивность отражений рения на рентгенограммах увеличивается.

В области твердого раствора наблюдается уменьшение постоянной решетки с увеличением содержания рения. Определение растворимости рентгеновским методом не производили, так как вследствие близости атомных радиусов рения и палладия изменение параметра при растворении даже больших количеств рения незначительно. Для определения параметров необходимо было применение прецизионных методов.

В табл. 2 приведен расчет рентгенограммы сплава с 45,63% рения и показаны индексы отражения палладия и рения.

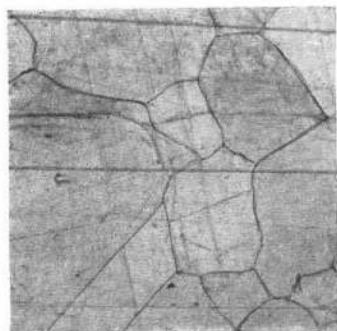
Сплавы в области твердых растворов поддаются проковке в горячем состоянии. Вытянуть же проволоку удалось лишь из сплавов, содержащих 0,35 и 2,24% рения, поэтому только у этих сплавов были определены удельное электросопротивление при 25 и 100° и его температурный коэффициент, а также термоэлектродвижущая сила в паре с платиной.

Как электросопротивление, так и термоэлектродвижущая сила определялись потенциометрическим путем.

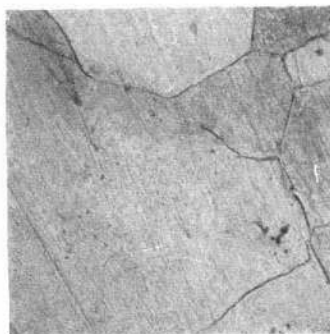
Данные удельного электросопротивления при 25 и 100° и его температурного коэффициента представлены в табл. 3.

Из этой таблицы видно, что повышение содержания рения в сплавах увеличивает удельное электросопротивление, а температурный коэффициент электросопротивления уменьшается. В табл. 4 и на диаграмме (фиг. 10) представлены результаты измерений при разных температурах термоэлектродвижущей силы сплавов, содержащих 0,35 и 2,24% рения в паре с платиной.

Сплавы, относящиеся к двухфазной области, весьма хрупки, механической обработке не поддаются, при проковке разрушаются. Абсолютная



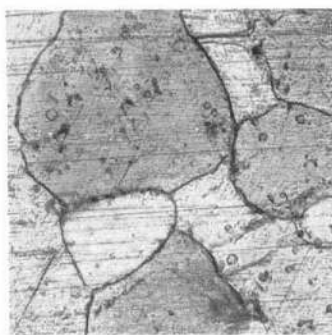
Фиг. 2. 99,65 % Pd; 0,35% Re,  
отожжен;  $\times 100$



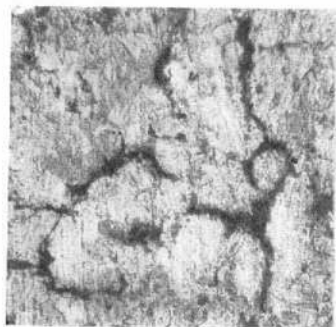
Фиг. 3. 97,76 % Pd; 2,24 % Re,  
отожжен;  $\times 100$



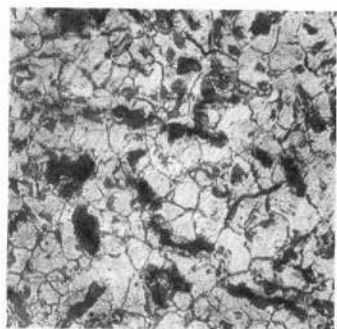
Фиг. 4. 95,94 % Pd; 4,06 % Re,  
отожжен;  $\times 100$



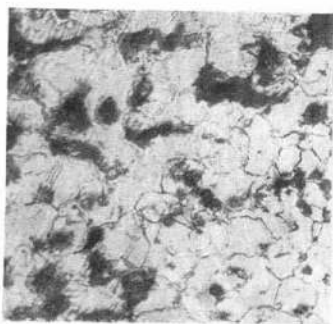
Фиг. 5. 92,61 % Pd; 7,39 % Re,  
отожжен;  $\times 100$



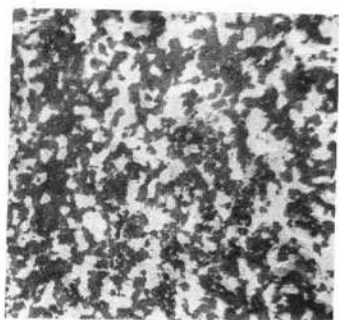
Фиг. 6. 79,63 % Pd; 20,37 % Re,  
отожжен;  $\times 100$



Фиг. 7. 71,35 % Pd; 28,65% Re,  
отожжен;  $\times 150$



Фиг. 8. 50,98 % Pd; 40,02 % Re,  
отожжен;  $\times 250$



Фиг. 9. 54,37 % Pd; 45,63 % Re,  
отожжен;  $\times 100$

Таблица 2

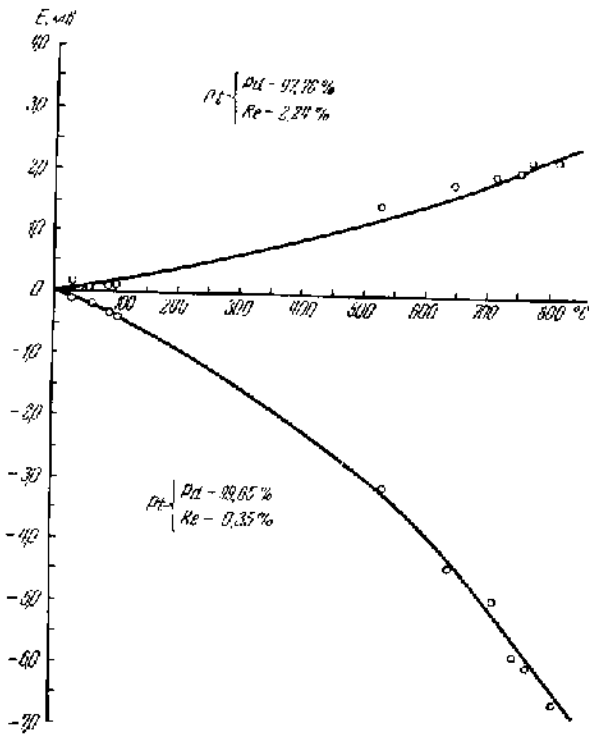
№ линии	Интенсивность	$\sin \theta$	Излучение	$hkl$ Pd	$hkl$ Re
1	2	0,3616	$\beta$	—	—
2	1	0,3749	—	—	100
3	1	0,3910	—	—	—
4	4	0,3990	—	111	002
5	3	0,4263	—	—	101
6	4	0,4612	—	200	—
7	2	0,5522	—	—	102
8	2	0,5925	$\beta$	—	—
9	5	0,6532	—	220	110
10	3	0,6949	$\beta$	—	—
11	3	0,7124	—	—	103
12	2	0,7246	$\beta$	—	—
13	6	0,7645	—	311	112
14	3	0,7748	—	—	201
15	4	0,7997	—	222	—
16	2	0,8061	—	—	004
17	1	0,8361	$\beta$	—	—
18	2	0,8513	—	—	202
19	2	0,8709	$\beta$	—	—
20	2	0,8884	—	—	104
21	3	0,9101	$\beta$	—	—
22	4	0,9144	—	400	$\beta$ Re?
23	4	0,9166	—	400	—
24	3	0,9333	$\beta$	420	—
25	3	0,9613	—	—	203

Таблица 3

Состав сплавов, вес. %		Удельное электросопротивление $\rho$ , микроом. см		Температурный коэффициент электросопротивления $\alpha_{25-100}$
Pd	Re	25°	100°	
99,65	0,35	11,017	13,516	0,003272
97,76	2,24	13,048	15,749	0,002965

термоэлектродвижущая сила этих сплавов была определена непосредственно на корольках потенциометрическим путем при помощи специально сконструированного прибора. Результаты измерений абсолютной термоэлектродвижущей силы представлены в табл. 5 и на диаграмме (фиг. 11).

По мере прибавления рения к палладию повышается абсолютная термоэлектродвижущая сила, достигающая максимума при 28,65 % рения, после чего начинается спад. Возможно, что такой ход кривой обусловлен наличием уже значительного количества второй фазы в сплавах, содержащих 40,02 и 45,65 вес. % рения.



Фиг. 10. Термоэлектродвижущая сила сплавов Pd с Rh в паре с платиной при различных температурах

Фиг. 11. Абсолютная термоэлектродвижущая сила сплавов Pd с Rh.

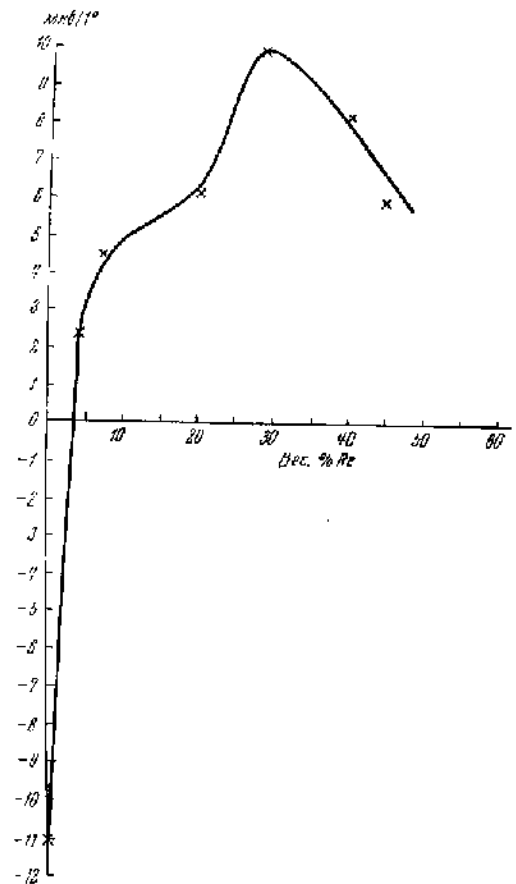


Таблица 4

Температура, °C	Термоэлектродвижущая сила E, мв	
	Pt { 99,65% Pd 0,35% Re	Pt { 91,76% Pd 2,24% Re
28	-0,414	0,430
61	-0,238	0,079
89	-0,356	0,134
100	-0,395	0,154
529	-3,165	1,483
645	-4,410	1,827
711	-4,950	1,979
750	-5,831	2,004
771	-6,000	2,164
813	-6,651	2,227

Таблица 5

Состав сплавов, вес. %		Абс. термоэлектродвижущая сила e, мв/1°
Pd	Re	
100	—	-11,02
95,94	4,06	2,28
92,61	7,39	4,49
79,63	20,37	6,21
71,35	28,65	9,85
59,98	40,02	8,12
54,37	45,63	5,89

## ВЫВОДЫ

1. Изучены двойные сплавы палладия с рением методами твердости по Бринеллю, микроструктуры, рентгеновского анализа, определения термоэлектродвижущей силы в паре с платиной и абсолютной термоэлектродвижущей силы сплавов, удельного электросопротивления и температурного коэффициента электросопротивления.

2. По данным микроструктуры граница растворимости рения в палладии находится приблизительно при 20% рения. Незначительное количество второй фазы в сплаве с 20,37% рения, едва заметное на микроструктуре, но не выявленное рентгеновским методом, не сказывается и на физических свойствах сплавов.

3. Кривая твердости и кривая абсолютной термоэлектродвижущей силы находятся в соответствии друг с другом; при содержании рения около 30% они резко меняют свое направление.

4. Рентгенографически также показано, что при содержании 28,65% рения наблюдается вторая фаза рения.

В заключение считаю своим приятным долгом поблагодарить Л. Н. Гусеву за помощь, оказанную мне при проведении рентгеновского анализа.

Поступило в редакцию 29 мая 1952 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Н. К. Пшеницын и Е. А. Яковлева. Изв. сектора платины ИОНХ АН СССР, 1948, вып. 22, 43.