

**О НЕКОТОРЫХ ПРИЧИНАХ ПОЯВЛЕНИЯ РАССЛОЕННИЙ  
В ЛЕНТАХ ИЗ СПЛАВА 42НХТЮ**

**П.А. Головкин, к.т.н.**

АО «Плутон», 105120, Россия, г. Москва, ул. Нижняя Сыромятническая, д.11.

[p.golovkin@pluton.msk.ru](mailto:p.golovkin@pluton.msk.ru); тел.: (495) 730-36-19

**ON SOME CAUSES OF THE APPEARANCE OF DELAMINATIONS  
IN Fe-42Ni-5,5Xr-2,7Ti-0,7Al ALLOY BELTS**

**P.A. Golovkin, Ph. D.**

Pluton JSC, 11 Nizhnyaya Syromyatnicheskaya St., Moscow, 105120, Russia.

[p.golovkin@pluton.msk.ru](mailto:p.golovkin@pluton.msk.ru); tel.: (495) 730-36-19

**Аннотация**

Рассматриваются возможные причины нарушения вакуумной плотности изделий из ленты прецизионного сплава с заданными значениями упругости 42НХТЮ. Показано, что причиной нарушения вакуумной плотности таких изделий, могут быть расслоения в материале используемой для их изготовления холоднокатаной ленты. Путём исследования технологии изготовления последней установлено, что исходной причиной появления расслоений в ленте может стать неправильное приготовление исходного расплава для изготовления подлежащего дальнейшей прокатке слитка. Также показано, как путём устранения выявленных несоответствий достигается получение качественного вакуумно-плотного материала холоднокатаных лент.

**Annotation**

Possible causes of vacuum density violation of products made of precision alloy tape with specified values of elasticity Fe-42Ni-5,5Xr-2,7Ti-0,7Al system are considered. It is shown that the cause of vacuum density disturbance of such products, may be delaminations in the material of cold-rolled tape used for their manufacture. By means of research of the technology of manufacturing of the latter it is established that the initial cause of delaminations in the strip can be incorrect preparation of the initial melt for manufacturing of the ingot to be further rolled. It is also shown how by eliminating the identified discrepancies it is possible to obtain high-quality vacuum-dense material of cold-rolled strips.

*Ключевые слова:* сплав, индукционная плавка, магнитная восприимчивость, слиток, гомогенизация, прокатка, диффузия, расслоения, вакуумная плотность.

*Keywords:* alloy, induction melting, magnetic susceptibility, ingot, homogenisation, rolling, diffusion, delaminations, vacuum density.

## 1. Введение. Общее состояние вопроса.

Дисперсионно твердеющий сплав 42НХТЮ, входящий в группу сплавов с заданными свойствами упругости по ГОСТ 10994-74 [1], широко используется для изготовления различных деталей приборов, от которых требуется обеспечение низкого температурного коэффициента модуля упругости при температурах до 100 °С, в виде холоднокатаных лент по требованиям ГОСТ 14117 [2]. В ряде случаев изготавливаемые из ленты детали должны соответствовать не только заложенному этими документами сочетанию механических свойств, но и обеспечивать вакуумную плотность, необходимую для их использования, в конструкции электровакуумных приборов (ЭВП).

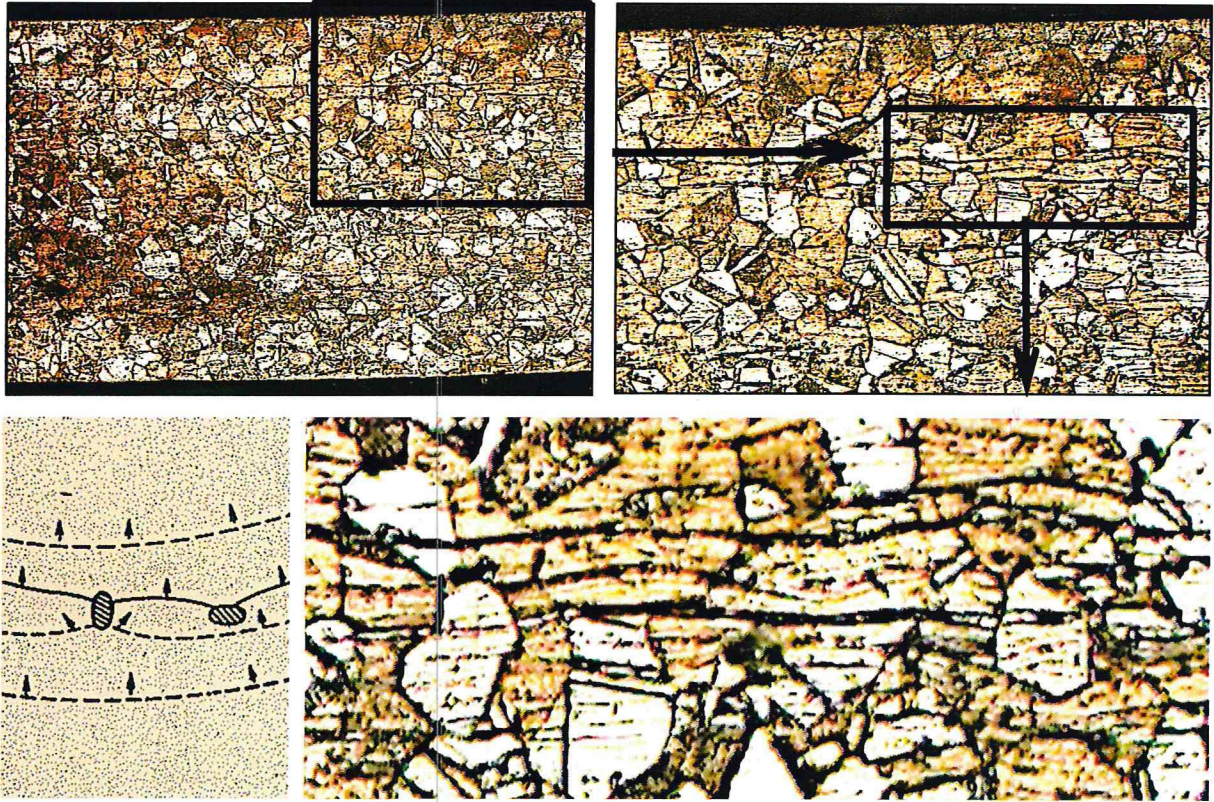
В таком случае к структуре материала ленты должны предъявляться дополнительные требования, которых нет в указанном ГОСТ 14117, а также в ГОСТ 14080 [3], определяющем технические условия на ленты из прецизионных сплавов с заданным температурным коэффициентом линейного расширения. В частности, в материале лент совершенно не допустимы трещины и расслоения, которые могут привести к потере вакуумной плотности получаемых из ленты деталей ЭВП. Химический состав сплава 42НХТЮ в процентах по массе, в соответствии с ГОСТ 10994, приведён в таблице 1.

Таблица 1.

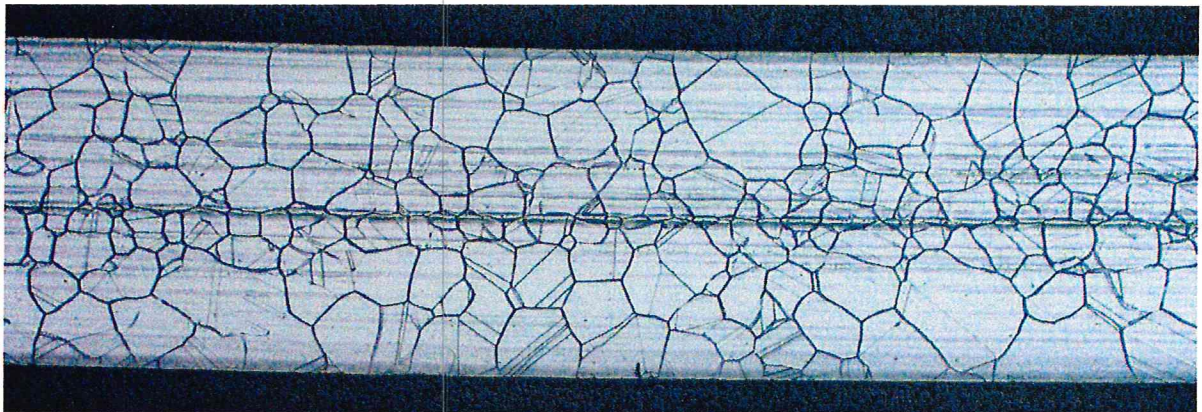
Химический состав сплава 42НХТЮ, % масс. в соответствии с ГОСТ 10994.

Железо	Никель	Алюминий	Углерод	Кремний	Марганец	Титан
Основа	41,5...43,5	0,5...1,0	≤ 0,05	0,5...0,8	0,5...0,8	2,4...3,0
Хром	Сера	Фосфор	Азот	Кислород	Водород	Σ примесей
5,3...5,9	≤ 0,02	≤ 0,02	≤ 0,01	≤ 0,008	≤ 0,001	Не установлена
			Для металла вакуумной плавки			

Вид типичных дефектов типа расслоений на поперечном шлифе отожжённой холоднокатаной ленты толщиной 1 мм с увеличением 100<sup>×</sup>, 200<sup>×</sup> и 400<sup>×</sup> представлен на фотографиях рисунка 1. Так же на рисунке 1 показана взятая из источника [4] схема перемещения в материале диффузионных пор, физический смысл такого решения будет описан далее. На фотографиях видно, что имеющиеся в материале ленты расслоения имеют достаточно прихотливый вид, они волнообразны и имеют не единичный, а множественный характер, а кроме того, не совпадают с местами наибольших достигнутых при прокатке относительных деформаций. Для сравнения на фотографии рисунка 2 показан вид области, возникших ввиду неправильных обжатий при прокатке, концентрации накопленных деформаций в поперечном сечении отожжённой холоднокатаной ленты из сплава НММц 38-2В, в которой, однако, расслоений нет.



**Рис. 1** Расслоения в поперечном сечении ленты из сплава 42НХТЮ, 100<sup>×</sup> (вверху слева), 200<sup>×</sup> (вверху справа) и 400<sup>×</sup> (справа внизу), и схема перемещения диффузионных пор в материале при его нагреве (слева внизу)



**Рис. 2** Зона локализованных деформаций в поперечном сечении отожжённой холоднокатаной ленты из сплава НММц 38-2В. Расслоения отсутствуют, 100<sup>×</sup>

На рисунке 2 хорошо видно, что в последнем случае расслоения в материале нет, в то время как в ленте из сплава 42НХТЮ на рисунке 1 они есть, и даже заполнены выделившимися из твёрдого раствора материала при его отжиге зёрнами. Важность этого обстоятельства в сопоставлении с приведённой на рисунке 1 схемой перемещения в металлическом материале диффузионных пор, также будет разъяснена далее.

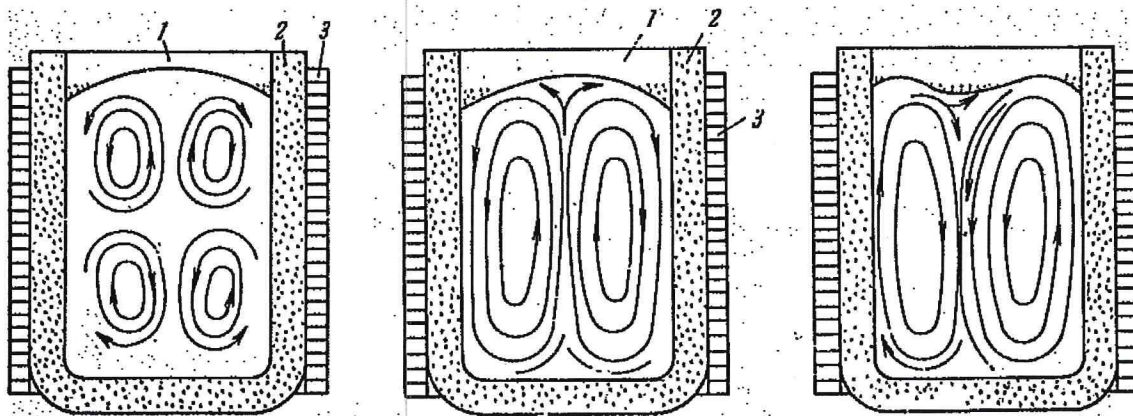
Из сопоставления фотографий следует, что возникшие в ленте из сплава 42НХТЮ расслоения не связаны с назначением неправильных режимов при её прокатке, а вызваны другими обстоятельствами. Если бы эти расслоения были следствием попадания в материал ленты усадочной пористости или прибыльной части слитка, то они находились бы в центральной области поперечного сечения ленты, а её материал был бы зашлакован, однако этого мы не наблюдаем.

Представленный на фотографиях рисунка 1 материал ленты не содержит растратов, свойственных металлографическим шлифам зашлакованного материала [5], и кроме наличия расслоений, выглядит вполне качественно. Это значит, что причина появления расслоений в материале ленты из сплава 42НХТЮ носит другой характер, и может быть связана с технологией получения исходного для её прокатки слитка. В этой связи следует отметить, что лишь для некоторых сплавов из представленного в ГОСТ 10994 перечня их способ получения указан непосредственно в их буквенно-цифровом обозначении, как это сделано, например, для сплава 29НК-ВИ. Но для сплава 42НХТЮ и многих других, способ его выплавки в его буквенно-цифровом коде не указан, а потому, формально, производить может производить её самыми разными способами.

## **2. Особенности технологии получения прецизионных сплавов**

Особенностью металлургии специальных сплавов, и в том числе прецизионных, является малая весовая серийность изготавливаемых материалов. Поэтому, с учётом малой весовой серийности, некоторые материалы, формально не требующие для своего изготовления применения индукционной плавки, изготавливаются с применением этого технологического метода, при этом часто используются и вакуумные индукционные печи. Так, исследуемый материал, требования к которому согласно ГОСТ 10994 не предусматривают вакуумной индукционной плавки, был изготовлен с использованием именно этого способа в печи с технологической загрузкой 100 кг шихты.

Поскольку сам принцип индукционной плавки основан на разогреве шихты мощными электромагнитными полями, этот момент следует учитывать при построении технологии приготовления исходного расплава. Согласно принятой в настоящее время теории ближнего поля, даже расплавленный металл сохраняет ближний порядок [6] объединённых в микрообласти атомов [7], ослабляющийся по мере его перегрева. Такое представление объясняет малое значение описывающего изменение магнитной восприимчивости при плавлении сдвига Найта [8]. Так, для железа это изменение составляет всего около 2...3 %, по сути, находясь в пределах погрешности измерений [8].



**Рис. 3. Естественные потоки расплава (слева) и его движение под действием двухфазного поля, перемещающегося сверху вниз (в центре) и снизу-вверх (справа)**

Поскольку компоненты сплава могут отличаться различной электромагнитной восприимчивостью [9], они могут быть разделены в тигле по этому показателю, как это описано в работах [10], что нарушит идеальное теоретическое их распределение в расплаве, которое предполагается исходя из их диаграмм состояния. При том, что даже показатели электромагнитной восприимчивости расплавленного железа и никеля сильно разнятся, помимо ферромагнитных железа и никеля, в составе сплава 42НХТЮ имеются и парамагнитные составляющие – хром, титан и другие.

Исходя из наибольшего содержания компонентов, очень важным становится то, что в промежутке температур приготовления расплава, примерно 1550...1600 °С, этот показатель у никеля примерно вчетверо выше, чем у железа, составляя около  $2,2 \cdot 10^9 / 4\pi \cdot \text{моль/м}^3$  и  $4,0 \cdot 2,2 \cdot 10^8 / 4\pi \cdot \text{моль/м}^3$  и соответственно [9]. Это означает, что, при прочих равных условиях, никель будет притягиваться ближе к центру расплава, а менее восприимчивые к магнитным воздействиям компоненты – отесняться к его краям. Так будет возникать электромагнитная сегрегация компонентов расплава. Взятая из источника [11] картина круговорота расплава в тигле при работе обычных индукторов, и его перемешивания под действием двухфазного перемещающегося сверху вниз и снизу-вверх поля, представлены на рисунке 3. Здесь цифрами обозначены: 1 – расплав, 2 – тигель, и 3 – индуктор.

Поскольку микроструктура материала исследуемой ленты не показывает своей зашлакованности, а только наличие микроскопических расслоений, мы можем опустить в данной статье описание влияния перемещения расплава в тигле на его очищение от газовых и прочих примесей, и остановиться только на связи электромагнитной восприимчивости компонентов расплава и химической неоднородности материала получаемого слитка.

Показанные на рисунке 3 схемы соответствуют перемещению однородного расплава, либо расплава с очень близкими значениями электромагнитной восприимчивости его компонентов, в противном случае перемещение многокомпонентного расплава сильно усложнится. Так, на схеме видно, что под действием двухфазного поля, образуемого при работе обычных печных индукторов, металлический материал в тигле разделяется на две несмешиваемые между собой части, что сильно затруднит получение однородного химического состава расплава.

Помимо указанного разделения, каждая из несмешивающихся областей расплава будет также разделяться на части с большим или меньшим содержанием более или менее восприимчивых к электромагнитным воздействиям веществ. Поэтому при отсутствии в печи специальных устройств для управляемого круговорота расплава в тигле, эта неравномерность может перейти в материал получаемого слитка. Для того, чтобы этого не случилось, есть простой способ уравновесить разделённые по признаку электромагнитной восприимчивости компоненты расплава путём его выдержки без воздействия электромагнитных полей при подстуживании. Вообще, основное назначение подстуживания, то есть его резкого охлаждения расплава в тигле, заключается в его очистке от газов и других примесей при снижении их предельной растворимости с понижением температуры [12]. Хотя тепловое конвективное перемещение расплава чистого железа для плавки массой выхода 70 кг, при температуре 1600 °С примерно в 3 раза меньше скорости перемещения при воздействии обычного двухфазного электромагнитного поля [13], производственный опыт показывает, что для выравнивания химического состава плавки массой до 200 кг, в тигле обычно достаточно 6...7 минут. После того, как корочка застывающего по направлению от стенок тигля шлака покрывает от половины до 2/3 зеркала расплава, индуктор печи включают на необходимую мощность для нагрева расплава под дальнейшую обработку, либо сливают расплав в изложницу.

Следующим неременным шагом на пути получения однородной структуры металлического материала должна стать выравнивающая его химический состав термическая обработка в виде гомогенизирующего отжига необходимой продолжительности. Однако, некоторые производители материалов не считают проведение гомогенизации слитка обязательной технологической операцией, и в результате, та взаимная диффузия компонентов, которая должна была бы произойти во время такого отжига слитка, происходит во время его нагрева под прокатку и самой прокатки, приводя к возникновению в материале расслоений диффузионного происхождения, как это описано в работах автора [11].

## Диффузионные свойства железа и никеля как основных составляющих сплава 42НХТЮ

Вещество	Температура, °С	Фактор самодиффузии $D_0, \times 10^{-5} \text{ см}^2/\text{с}$	Энергия активации самодиффузии $Q$ , КДж/моль
$\gamma$ -железо	1077...1227	1,1	284
Никель	1027...1427	1,9	285

Взятые из источника [9], диффузионные свойства железа и никеля как основных составляющих сплава 42НХТЮ в отрезке температур его горячей деформации, приведены в таблице 1. Из таблицы следует, что энергия активации самодиффузии  $Q$  железа и никеля при температурах начала его отжига,ковки и горячей прокатки сплава очень близки, а вот значение фактора самодиффузии  $D_0$ , у железа почти вдвое ниже, чем у никеля. Это значит, что в процессе отжига и при горячей деформации слитка и получаемых заготовок, будет происходить проникновение никеля в железо.

Дополнительно усиливает диффузию при горячей прокатке магнитострикция железа и никеля [14], данные по влиянию которых на их ТКЛР отражены в ГОСТ Р 8.992 [15]. Эта их магнитострикция, происходящая в отрезке температур горячей обработки получаемого металлического материала, в соответствии с принципом Ле-Шателье, при горячей прокатке будет дополнительно усиливать опережающую диффузию никеля в железо. В свою очередь, опережающая диффузия неизменно приведёт к возникновению в материале заготовки диффузионного фронта, по мере продвижения которого, вслед за ним, в соответствии с эффектом Френкеля [16], будет происходить возникновение и рост диффузионных пор, в своём множестве образующих расслоения. Таким образом, расслоения в лентах являются физическим проявлением линии Матано [12], отражающей неравномерность локального взаимопроникновения компонентов металлического материала. Подобные процессы применительно применяющихся для изготовления деталей ЭВП сплавов 29НК-ВИ, НММц 38-2В и МН45-ВП, подробно описаны в работах автора [17...19].

Следует отметить наличие в структуре материала отожжённых холоднокатаных лент тонких прослоек в виде зёрен, расположенных в пространстве образовавшихся диффузионных расслоений, хорошо различимых на фотографиях рисунка 1 (внизу). Эти тонкие зёрна являются следствием рекристаллизации металлического материала, поступившего на границу его раздела уже после того, как расслоения при проведении переходов горячей прокатки образовались, то есть, являются физическим проявлением известного эффекта Киркендалла, выступающего в паре с эффектом Френкеля [16].



**Рис. 4. Качественная структура отожжённой ленты, 200<sup>×</sup>.**

Здесь следует вернуться к представленной ранее на рисунке 1 схеме перемещения в материале диффузионных пор. Именно по этой схеме в материале прокатываемой заготовки перемещаются уже образовавшиеся и вновь возникающие диффузионные фронты, образуя всё новые расслоения с выводом на поверхность их раздела с металлическим материалом всё новые порции вещества. Соответственно, сформировавшись при горячей прокатке такие дефекты уже не могут быть залечены при холодной прокатке ленты в заданный размер, поскольку скорость диффузионных взаимодействий при температурах холодной прокатки много меньше, чем при горячей. В то же время, выравнивание химического состава исходного расплава и отжиг слитка по надлежащим режимам позволяет получить качественный материал холоднокатаных лент без признаков диффузионных расслоений. Пример качественной структуры отожжённой ленты толщиной 1 мм, в поперечном, относительно её проката, направлении, представлен на рисунке 3.

Такие «шагающие» расслоения, перемещающиеся при горячей прокатке заготовок, производимой, как правило, в станах типа дуо, и требующих нескольких технологических переходов с подогревом заготовок, свойственны для разных материалов с неравновесным химическим составом, как это описано в работах [16...18]. Особенная опасность «шагающих» расслоений состоит в том, что в соответствии с представленной на рисунке 1 схемой, они могут перемещаться в объёме металлического материала уже после того, как он был прокатан непосредственно в ленту и отожжён.



Такое перемещение диффузионных фронтов может происходить, например, в материале уже полученных из ленты деталей, в условиях технологических и эксплуатационных нагревов готовых деталей [16...18] в составе готовых ЭВП, и приводить к нарушению вакуумной плотности их рабочей зоны и выходу ЭВП из строя.

В сравнении с фотографиями рисунка 1 хорошо видно, что предварительное уравнивание химического состава исходного расплава перед его разливкой в изложницы, сводит на нет описанные выше нежелательные диффузионные процессы, и развитие в ленте расслоений как их физического проявления. Получаемая в таком случае из отожжённого слитка лента, после горячей, затем холодной прокатки и отжига, обладает однородной структурой без признаков диффузионных расслоений. Пример микроструктуры материала такой ленты в поперечном направлении прокатки шлифе, показан на рисунке 5.

### **Выводы**

1. При отсутствии в конструкции индукционной печи специальных индукторов с возможностью управляемого перемещения расплава, различная электромагнитная восприимчивость входящих в состав сплава 42НХТЮ может привести к их сегрегации по этому признаку в общем объёме расплава.

2. Разделённый по признаку электромагнитной восприимчивости материал слитка из сплава 42НХТЮ склонен к опережающей диффузии его никелевой составляющей в железистую. Как следствие, вследствие возникающих фронтов опережающей диффузии, в металлическом материале по механизму Френкеля возникают диффузионные расслоения, на поверхности которых могут иметь место образующиеся по механизму Киркендалла новые зёрна с преобладанием привнесённого вещества.

3. Магнитострикция составляющих материал заготовки компонентов при температурах её горячей прокатки дополнительно усиливает процесс неравномерной диффузии и вызываемые ей последствия.

4. Особенности технологии прокатки ленты в станах типа дуо, является её многопереходность, требующая нагрева заготовок перед каждым технологическим проходом. Формируемые в таких условиях «шагающие» диффузионные расслоения представляют повышенную опасность для вакуумной плотности получаемых холоднокатаных лент и изготавливаемых из них деталей.

5. Для достижения необходимого выравнивания химического состава плавки массой выхода до 200 кг необходима выдержка расплава в условиях прекращения или значительного ослабления на него электромагнитного воздействия в течение не менее 6...7 минут, обычно проводимая в рамках его подстуживания для очищения от примесей.

6. Для исключения появления диффузионных расслоений в материале лент из сплава 42НХТЮ исходный для её изготовления слиток должен быть в обязательном порядке гомогенизирован по установленным режимам.

7. Получение химически однородного материала заготовок исключает образование в них расслоений диффузионного происхождения.

### **Список источников**

1. ГОСТ 10994-74 Сплавы прецизионные. Марки / –М.: Издательство стандартов, 1978. -17 с., изм.

2. ГОСТ 14117-85 Лента из прецизионных сплавов для упругих элементов. Технические условия / –М.: Издательство стандартов, 1986. -11 с., изм.

3. ГОСТ 14080-78 Лента из прецизионных сплавов с заданным температурным коэффициентом линейного расширения. Технические условия / –М.: Издательство стандартов, 1978. -17 с., изм.

4. Б. Чалмерс / Физическое металловедение / пер. с англ. В.А. Алексеева и В.К. Григоровича под ред. А.К. Натансона / –М.: Metallurgizdat, 1963. -456 с.

5. П.А. Головкин / О дополнительных требованиях к структуре материала листов и лент из прецизионного сплава 29НК-ВИ для изготовления вакуумно-плотных деталей и узлов / Труды 29-й Всероссийской научн.-техн. конф. с межд.-ным. уч.-ем «Вакуумная техника и технологии – 2022», 21...23 июня 2022 г. / –С.-Пб.: ФГАОУВО «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)», 298 с., С. 166...170.

6. Н.А. Ватолин, Э. А Пастухов / Дифракционные исследования строения высокотемпературных расплавов / –М.: Наука, 1980. -188 с.

7. А.В. Курдюмов, М.В. Пикунов, Р.А. Бахтиаров / Плавка и затвердевание сплавов цветных металлов / –М.: Metallurgia, 1968. -228 с.

8. Д.Р. Вилсон / Структура жидких металлов и сплавов / перевод с англ. / –М.: Metallurgia, 1972. -247 с.

9. Физические величины. Справочник / Коллектив авторов по ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова / –М.: Энергоатомиздат, 1991, -1231 с.; ил.

10. И.Л. Повх, А.Б. Капуста, Б.В. Чекин / Магнитная гидродинамика в металлургии / –М.: Metallurgia, 1974. -240 с., ил.

11. Л.Л. Тир, М.Я. Столов / Электромагнитные устройства для управления циркуляцией расплава в электропечах / –М.: Metallurgia, 1975. -224 с.

12. Л.А. Мальцева, М.А. Гервасьев, А.Б. Кутыин / Материаловедение: учебное пособие / –Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2007. -339 с.

13. Г. Кнюппель / Раскисление и вакуумная обработка стали. Ч. 2. Основы и технология ковшовой металлургии / пер. с нем. Г.Н. Еланского / –М.: Металлургия, 1984. -414 с., ил.

14. В. Карр / Магнитострикция / в сборнике: Магнитные свойства металлов и сплавов / Перевод с англ. Л.А. Шубиной под ред. С.В. Вонсовского / –М.: Издательство иностранной литературы, редакция литературы по физике, 1961. -448 с.

15. ГОСТ Р 8.992-2020 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные справочные данные. Армко железо. Никель. Температурный коэффициент линейного расширения и удельное электрическое сопротивление в диапазоне температур от 300 К до 1000 К / –М.: Стандартинформ, 2020. -20 с.

16. Н.В. Сторожук, А.М. Гусак / Конкуренция эффектов Френкеля и Киркендалла при взаимной диффузии / Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова / –Киев: Металлофизика. Новейшие технологии. 2014, том 36, с. 367...374.

17. П.А. Головкин / О важности проведения подстуживания расплава при индукционной плавке и гомогенизации слитка под прокатку листов и лент из прецизионного сплава 29НК-ВИ / Труды 30-й Всероссийской научн.-техн. конф. с межд.-ным. уч.-ем «Вакуумная техника и технологии – 2023», 20...22 июня 2023 г. / –С.-П.-б.: ВНИИ метрологии им. Д.И. Менделеева, с. 72...78.

18. Головкин П. А. / О технологических особенностях получения качественных полос и лент из немагнитного сплава НММц 38-2В / – Фрязино: Электронная техника, серия 1, «СВЧ-техника», № 4 (560), 2023, с. 58...65.

19. П. А. Головкин / О технологических причинах появления бугорков на металлографических шлифах прутков из сплава МН45-ВП / –М.: Металлы, № 5, 2023, с. 71...75.