

Тусупжанов А.Е.,  
Муратбеков Б.М., Кантай Н.

**Исследование  
эксплуатационных  
характеристик и структурно-  
фазового состояния  
Fe-Ni-Co инвара**

В настоящее время для разработки техники нового поколения, широкую востребованность получают материалы на базе многофункциональных сплавов с особыми механическими свойствами. Одним из таких материалов являются инварные сплавы с минимальным тепловым расширением и повышенным уровнем прочности и твердости. В работе произведена выплавка инварного сплава Fe-Ni-Co с добавлением легирующих элементов, микротвердость полученного сплава равна  $H_{\mu} = 6433$  МПа. Установлено, что после проведения отжига при температуре  $800^{\circ}\text{C}$  в течение часа микротвердость сплава повышается на 15%. В результате рентгено-дифракционных исследований выявлено, что сплав в исходном состоянии состоит из FeNi-фазы с гранецентрированной кубической решеткой и  $\alpha$ -Fe с объемно-центрированной кубической решеткой. Микроструктурные исследования показали, что в исходном состоянии сплав имеет игольчатую структуру с шириной игольчатых фаз около 2 мкм, после проведения отжига игольчатые частицы заметно уширяются.

**Ключевые слова:** Многофункциональные сплавы, инвар, прочность, износостойкость, фазовый оборот, микротвердость, термическая обработка.

Tussupzhanov A.E.,  
Muratbekov B.M., Kantai N.

**Study of operational  
characteristics and structural-  
phase state Fe-Ni-Co the invar**

Materials on the base of multifunctional alloys with the special physical and mechanical properties for developing the equipment of new generation are in high demand at present. Among these materials are Invar alloys with the minimum thermal expansion and the increased level of mechanical properties, in particular, strength and hardness. The work carried out smelting of Invar alloy Fe-Ni-Co with the addition of alloying elements, the microhardness of the resulting alloy is  $H_{\mu} = 6433$  MPa. It is found that after the annealing at temperature for one hour  $800^{\circ}\text{C}$  alloy microhardness increased by 15%. As a result of X-ray diffraction studies showed that the alloy in the initial state consists of a FeNi-phase with a face-centered cubic lattice and  $\alpha$ -Fe with a volume-centered cubic lattice. Microstructural studies have shown that in the initial state, the alloy has an acicular structure with needle phases width of about 2 mm, since the acicular particles annealing markedly broadened.

**Key words:** Multifunctional alloys, invar, strength, wear resistance, phase circulation, microhardness, heat treatment.

Түсіпжанов А.Е.,  
Мұратбеков Б.М., Қантай Н.

**Fe-Ni-Co инварын қолдану  
кезіндегі сипаттамаларын және  
құрылым-фазалық күйін  
зерттеу**

Қазіргі заманғы жаңа талапқа сай техника құрастыру барысында ерекше механикалық қасиеттерге ие көпфункциональды қорытпалар базасы үлкен сұраныс алууда. Осындай материалдардың бірі ретінде сызытық кенеюінің температуралық коэффициенті төмен және беріктігі мен қаттылығы жоғары инварлы қорытпалар жатады. Бұл жұмыста қосымша легірлеуші элементтерді қосу арқылы Fe-Ni-Co инварлы қорытпасы балқытылып алынды, алынған қорытпаның микроқаттылығы  $H_{\mu} = 6433$  МПа тең болды.  $800^{\circ}\text{C}$  температурада бір сағаттық жасыту жасағаннан кейін қорытпаның микроқаттылығы 15%-ға артқаны белгілі болды. Рентген-дифракциондық зерттеулер нәтижесінде, бастапқы күйдегі қорытпа қабырғасы центрленген кубтық торлы FeNi фазасынан және көлемі центрленген кубтық торлы  $\alpha$ -Fe тұратыны анықталды. Микроқұрылымдық зерттеулер бастапқы күйдегі үлгі ені 2 мкм болатын ине тәріздес құрылым түзгенін, термиялық өңдеуден кейін ұлғая түсетіндігін көрсетті.

**Түйін сөздер:** Көпфункциональды қорытпалар, инвар, беріктік, тозуға тұрақтылық, фазалық айналым, микроқаттылық, термиялық өңдеу.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК И СТРУКТУРНО-ФАЗО- ВОГО СОСТОЯНИЯ Fe-Ni-CO ИНВАРА

### Введение

Развитие науки и техники предъявляет всё более высокие требования к уровню чистоты и свойствам получаемых веществ, что является стимулом для дальнейшего развития работ [1].

В частности, смеси металлического расплава, законы изменения свойств, регулирующие формирование структуры и механические свойства, признаются основными задачами в изучении современной промышленности, и являются одним из самых актуальных задач. Поэтому, для получения необходимых механических свойств в сплавах, важно знать структуру фазовой информации и влияние различных присадок на свойства. Но, несмотря на крупно масштабное производство сплавов на основе железа, необходимо изучить структуру и особенности фазовых оборотов. Тем не менее, несмотря на многочисленные работы по изучению сплавов на основе железа в металлургической промышленности, вопросы формирования структуры и функции фазовых обменов в многокомпонентных сплавах остаются открытыми.

Всестороннее исследование инварного сплава Fe-36% Ni в разных структурных состояниях будет способствовать углублению представлений о природе «инварности» как явления, и связанных с ним аномалий, что в свою очередь позволит расширить область практического применения инварных сплавов [2].

Развитию прецизионных сплавов в современном материаловедении уделено особое внимание ввиду необходимости разработки новых материалов, обладающих высоким уровнем технологических и функциональных свойств [3].

Последние десятилетия в точном машиностроении существует проблема создания крупногабаритных сложно-профильных изделий, выполненных из инварных сплавов на Fe-Ni основе и проявляющих низкие значения температурного коэффициента линейного расширения ( $\text{ТКЛР}, \alpha_{20-100} \leq 3 \cdot 10^{-6} \text{ К}^{-1}$ ) [4].

Для решения данной научно-производственной проблемы предложено получение деталей наукоёмкой техники не классическими методами обработки металлов давлением, а путём литья [5].

Поскольку классические инварные системы на Fe-Ni основе имеют плохие литейные свойства, что проявляется в наличии дефектов литейного происхождения (усадочные раковины, поры, трещины) в конечных изделиях, – предложено дополнительное легирование углеродом инварных сплавов [6].

Железоникелевый инварный сплав классического состава Fe-Ni-Co, благодаря близкому к нулю коэффициенту теплового линейного расширения, имеет широкое применение в технике и на производстве. Большой интерес исследователей к этому сплаву связан с тем, что, помимо аномального теплового расширения, сплавы инварного класса обладают также аномалиями многих других физических свойств [7].

Упрочнение железоникелевых сплавов без потерь их инварных свойств является важной и актуальной задачей физиков и материаловедов, поскольку применение этих сплавов в современных конструкциях, работающих в условиях растущих статических или динамических нагрузок, требует постоянного повышения механических свойств. Решение данной задачи позволит расширить не только область применения инварных сплавов, но и углубить наши представления о природе самого эффекта [8].

Промышленные сплавы с аномалиями тепловых свойств главным образом разработаны на основе инварного эффекта в системе Fe – Ni.

В сплавах системы Fe – Ni в области концентраций от 32 до 50% Ni наблюдаются характерные аномалии, связанные с инварным эффектом. Инвар (сплав с 36% Ni) обладает минимальным температурным коэффициентом линейного расширения. Аномалия свойств, связанная с инварным эффектом, используется в промышленности для создания сплавов с заданным значением. Легирование инвара небольшими добавками, за исключением кобальта, приводит к повышению. Сплавы инварного состава обладают сильной зависимостью свойств, в частности теплового расширения, от структурного состояния. Поэтому путем пластической деформации и термической обработки можно управлять значением [9].

В работах [10-13] в метастабильных аустенитных сплавах инварного типа (Fe-30-32%Ni) были определены ориентационные соотношения при  $\alpha \rightarrow \gamma$  – превращении, а также – общее формоизменение, плоскости габитуса  $\alpha$  – фазы, особенности образования и наследования дис-

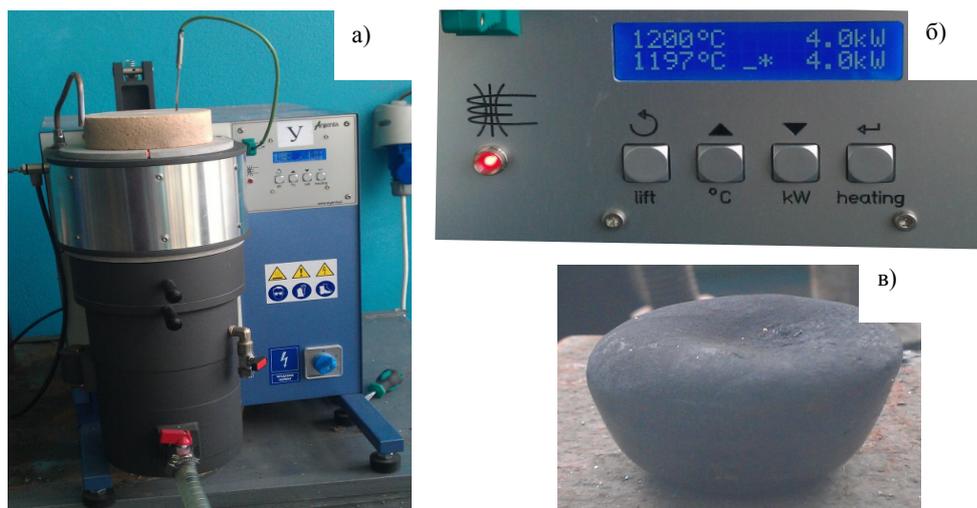
локаций, условия образования множества  $\gamma$  – ориентаций с формированием обогащенного никелем нанокристаллического аустенита. Выполнен статистический анализ взаимных разориентаций кристаллов аустенита после цикла  $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$  – превращений с образованием множества аустенитных и мартенситных ориентировок.

### Материал и методы исследований

Материал исследования был выплавлен в индукционной печи Agatronic G, путем смешивания компонентов в тигле из углерода с применением защитной среды в виде аргона. Термическую обработку образцов проводили в трубчатых печах типа СУОЛ-4, с применением кварцевых трубок, где создавался вакуум с остаточным давлением не более  $10^{-3}$  МПа. Исследования изменения микроструктуры проводили на оптическом микроскопе «Neophot-21» и на растровом электронном микроскопе JSM-6390LV режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 25 кВ. Анализ фазового состояния образцов проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3, с применением кобальтового излучения. Исследование микротвердости образцов проводили на микротвердомере ПМТ-3, с применением алмазной пирамидки с углом на вершине  $136^\circ$ . Характеристики износостойкости были исследованы на трибомашине MicronTribo где в качестве индентора использовался шар диаметром 3мм из сплава WC. Испытания на коррозионную стойкость по оценке электрохимического поведения сплава Fe-Ni-Co проводился на гальваностатепотенциоста Р-150 с автоматическим регулированием потенциала исследуемого электрода.

### Результаты исследований

В лабораторных условиях путем смешивания компонентов и расплавления нами получен Fe-Ni-Co сплав. Выплавку Fe-Ni-Co сплава проводили в индукционной печи Agatronic G (рисунок 1, а), при температуре 1197С (рисунок 1, б) с использованием защитной среды в виде аргона. Данная печь оснащена вакуумной рубашкой для уменьшения теплоотдачи, вакуум создается при помощи форвакуумного насоса т.е. остаточное давление в вакуумной рубашке не более  $10^{-5}$  МПа.

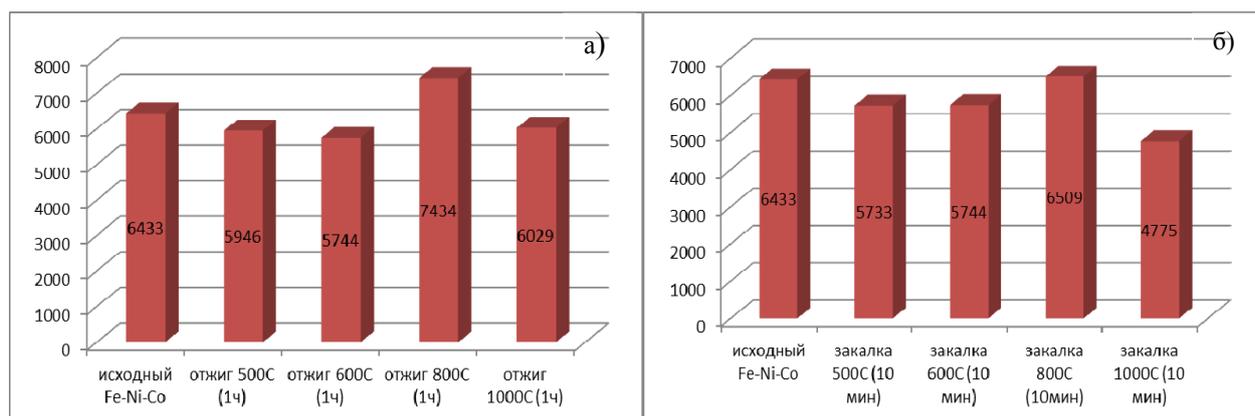


а) Индукционная печь; б) температура выплавки; в) отливка

**Рисунок 1** – Процесс выплавки сплава

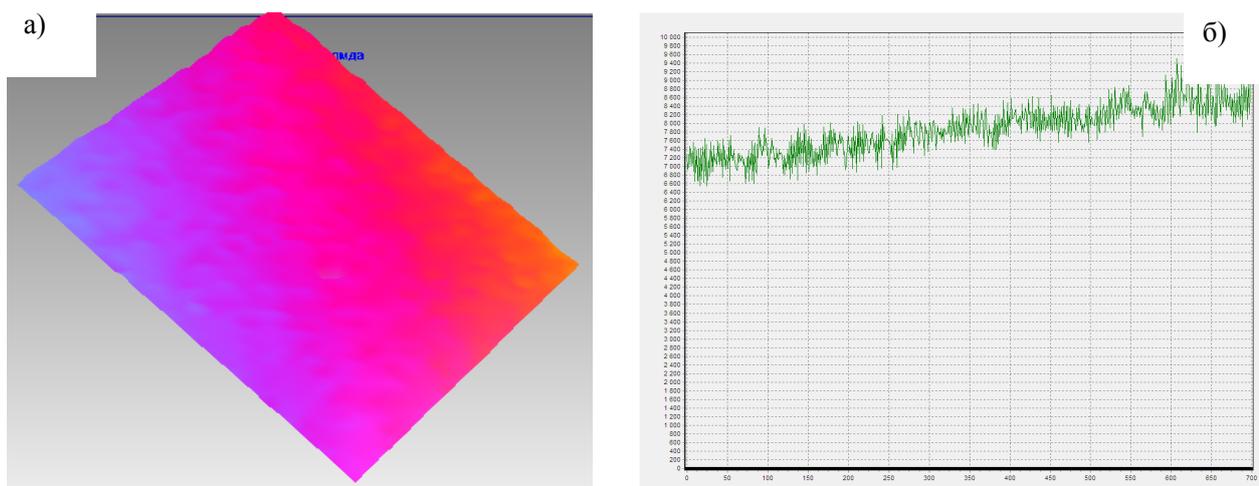
Полученный сплав был подвергнут термической обработке и испытаниям на микротвердость. (рисунок 2). Микротвердость сплава была равной  $H_{\mu} = 6433$  МПа, что в два раза выше микротвердости конструкционных сталей. Для определения оптимальных эксплуатационных характеристик нами проведен отжиг в течение часа и закалка в воде при температурах 500, 600, 800 и 1000°C. Из рисунка 2 а видно, что наиболее высокий показатель микротвердости достигается после проведения отжига при температуре

800°C в течение часа  $H_{\mu}(800^{\circ}\text{C}) = 7434$  МПа, что на 15% выше чем у исходного образца. После проведения закалки в воде с 10 минутной выдержкой при температуре 800°C микротвердость сплава составила  $H_{\mu} = 6509$  МПа, что сравнима с микротвердостью исходного образца. При других температурах термической обработки микротвердость сплава идет на понижение, что связано с прохождением рекристаллизационных процессов и ростом зерен в образце (рисунок 2 а, б).



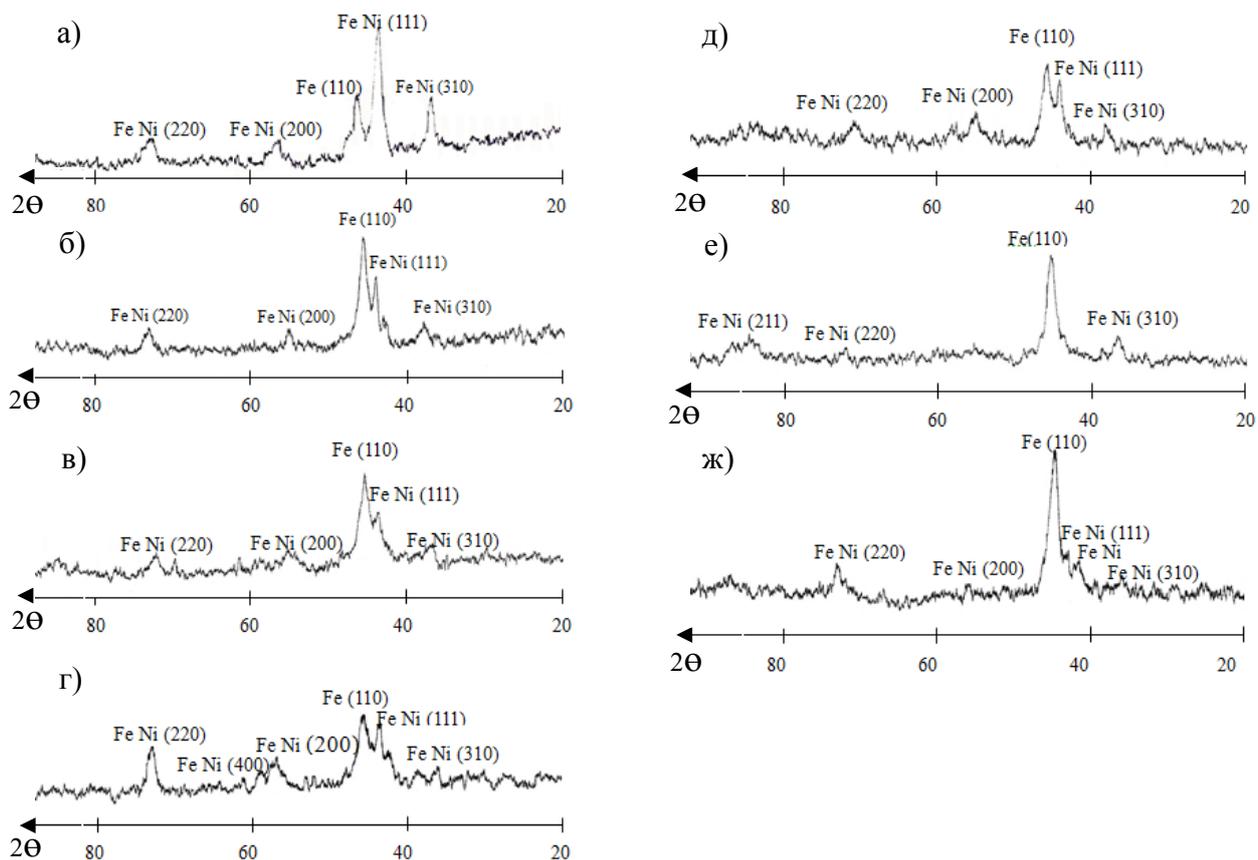
а) после отжига б) после закалки

**Рисунок 2** – Испытание на микротвердость



а) 3D рисунок поверхности образца; б) график изменения шероховатости поверхности образца

**Рисунок 3 – Испытание на износостойкость**



а) Исходное состояние сплава Fe-Ni-Co; б) Сплав Fe-Ni -Co после закалки 500°C (10 минут);  
 в) Сплав Fe-Ni-Co после закалки 800°C (10 минут); г) Сплав Fe-Ni-Co после закалки 1000°C (10 минут);  
 д) Сплав Fe-Ni-Co после отжига 500°C (1 час) е) Сплав Fe-Ni-Co после отжига 800°C (1 час);  
 ж) Сплав Fe-Ni-Co после отжига 1000°C (1 час)

**Рисунок 4 – Исследование структурно – фазового состояния**

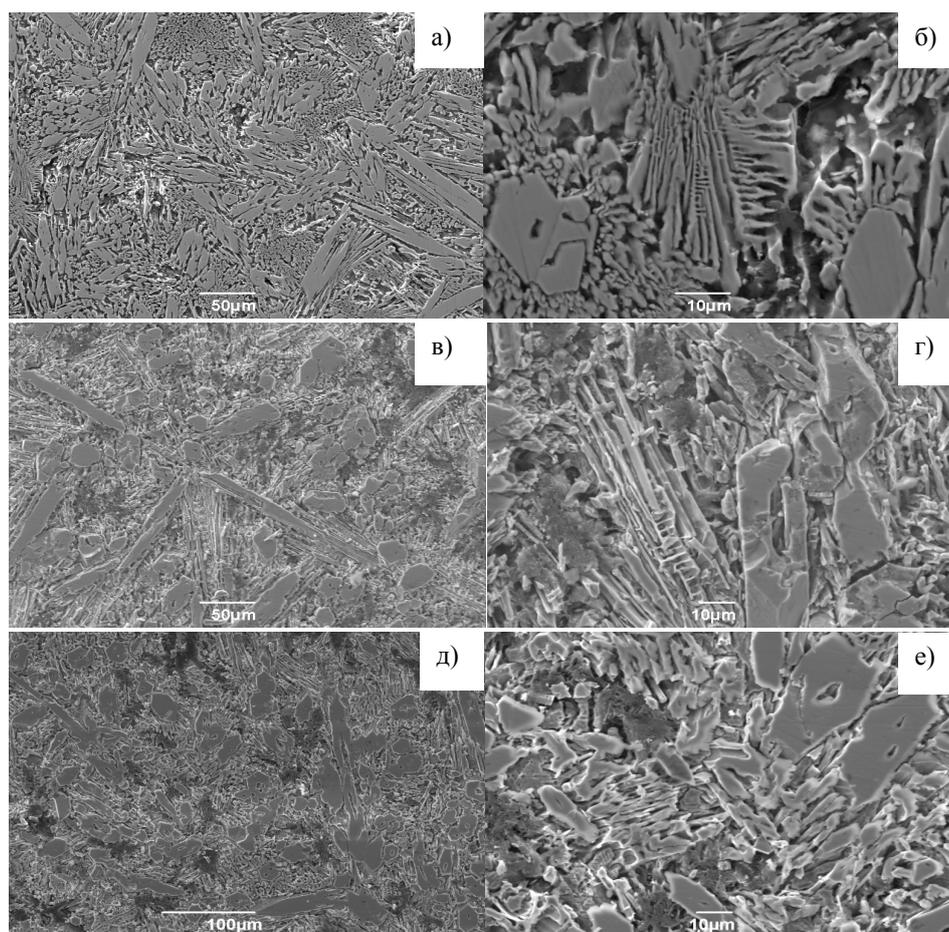
Для более полного исследования прочностных характеристик нами проведены исследования на износостойкость. Испытания износостойкости проводили на трибометре MicronTribo с увеличением числа оборотов индентора под нагрузкой 310 мН с 300 об/мин. до 700 об/мин. В результате испытаний следов износа на поверхности образца не обнаружено (Рисунок 3 а, б), что свидетельствует о высоких трибологических характеристиках полученного сплава.

Для определения структурно-фазового состояния полученного сплава нами проведены рентгено-дифракционные исследования на установке ДРОН-3 (рисунок 4). Установлено, что сплав в исходном состоянии находится в двухфазном состоянии: FeNi-фазы с гранецентрированной кубической решеткой и  $\alpha$ -Fe с объёмно-центрированной кубической решеткой. В результате термической обработки в виде закалки и отжига при температурах 500, 800 и 1000°C выпадения новых фаз не обнаружено. Но

в следствие рекристаллизации, исчезновения текстурных составляющих, уменьшения числа дефектов и изменения соотношения фаз интенсивность некоторых пиков увеличилась, а некоторые уменьшились по сравнению с исходным состоянием сплава.

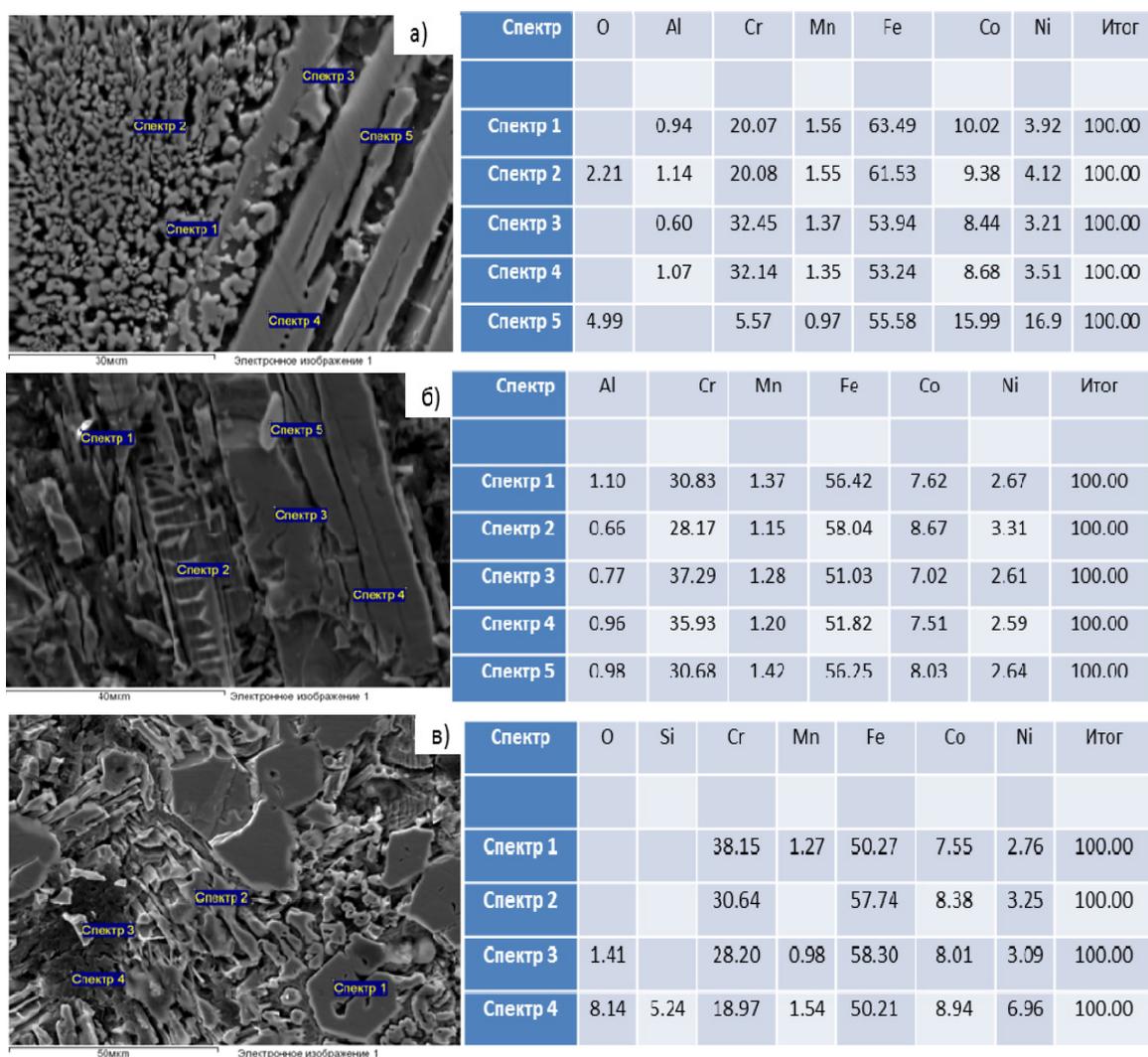
На рисунке 4 (д, е, ж) изображены дифрактограммы рентгено-фазового состояния сплава Fe-Ni-Co после проведения отжига в течение часа при температурах 500, 800 и 1000°C. Из полученных дифрактограмм выявлено, что как и при закалке заметного изменения фазового состава сплава не происходит.

Для уточнения химического состава и выявления микроструктурных особенностей образцы сплава Fe-Ni-Co были исследованы на растровом электронном микроскопе. Подготовку образцов проводили по стандартным методикам. Травление проводили химическим способом в растворе царской водки ( $\text{HNO}_3$  (65-68 % масс.) и соляной  $\text{HCl}$  (32-35 % масс.) в соотношении 1:3 по объёму).



а) исходный образец; б) после отжига про 800°C (1ч); в) после закалки при температуре 800°C (10 мин)

**Рисунок 5** – Исследование химического состава



а) исходный образец; б) после отжига про 8000С (1ч); в) после закалки при температуре 8000С (10 мин)

Рисунок 6 – Исследование химического состава

В исходном состоянии сплав имеет игольчатую структуру с шириной игольчатых фаз около 2 мкм, но также заметны зерна вторичной фазы, поскольку установлено, что сплав в исходном состоянии находится в двухфазном состоянии. Также в исходном состоянии заметны не большие частицы, круглой формы размером около 2 мкм, объемная доля которых не превышает 5%. Из рисунка 5 в, г видно, что после проведения отжига при 800°C (1ч) игольчатые частицы заметно уширяются.

Исследование химического состава на ЭДС приставке показывает, что элементный состав колеблется в следующих пределах: Fe 53,24÷63,49; Ni 16,9÷3,21; Co 14,98÷8,44; Cr 32,45÷5,57; Mn 1,56÷0,97, Al 1,14÷0,6 и 4,99÷2,21. Такие же

колебания химического состава наблюдаются у отожженного и закаленного образцов.

Химический состав указан в таблицах рисунка 6. Эти данные подтверждают данные картирования по поверхности, также идет колебания элементного состава в зависимости от участка.

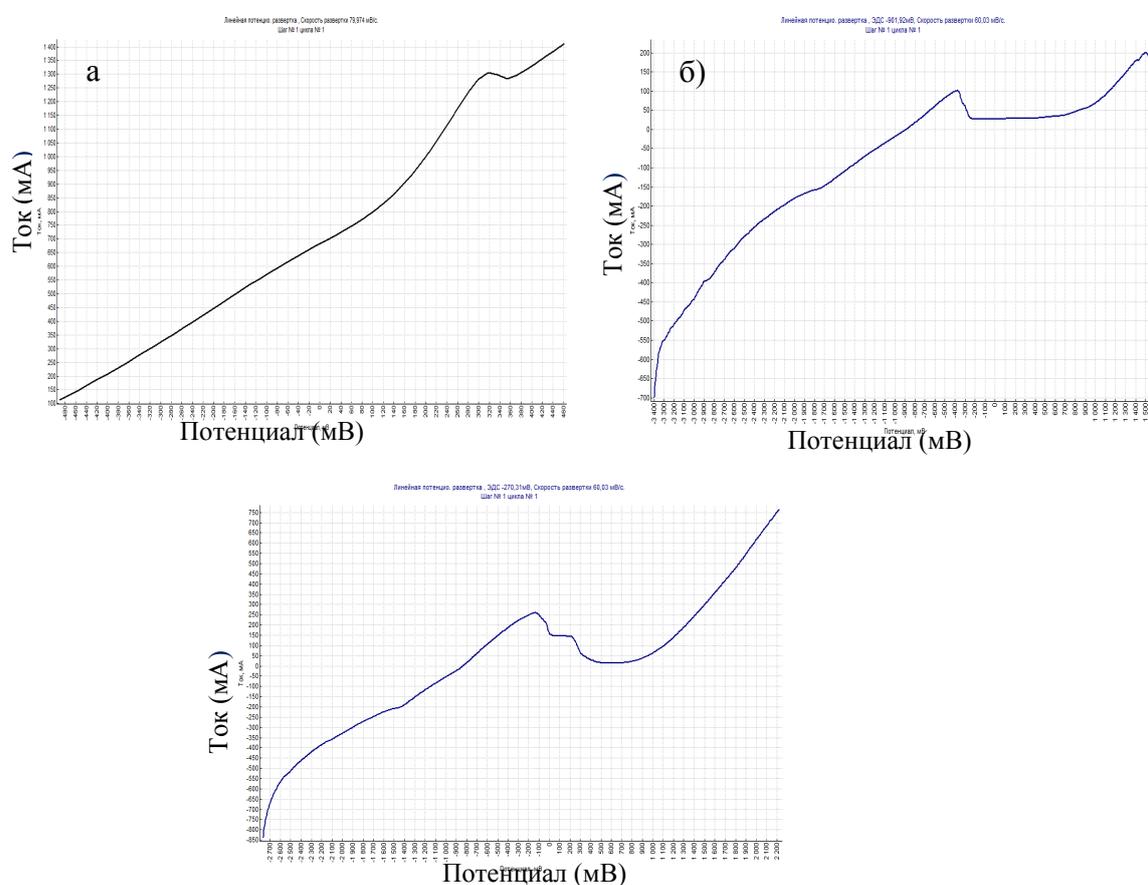
При проведении исследований коррозионной стойкости было сделано допущение, что коррозия поверхности носит равномерный характер исследования, проводились в азотной кислоте 5М. Изначально плоскость подложки и боковая поверхность образцов были обезжирены и покрыты лаком. Полученный график испытания на коррозионную стойкость имеет вид динамической кривой. Кривая графика в случае с исходным образцом увеличивается до значения потенциала

в  $U=320\text{ мВ}$ , потом наблюдается небольшой спад и дальнейший рост графика. А в случае с термически обработанными образцами рост кривой идет до значений  $U=-320\text{ мВ}$ . В исходном состоя-

нии коэффициент скорости коррозии был равен  $K = 1,06 \cdot 10^{-3}$ , после отжига в температуре  $800\text{ }^\circ\text{C}$  в течение часа скорость коррозии уменьшается на 36% по сравнению с исходным.

**Таблица 1** – Результаты испытания на коррозионную стойкость

№	Образцы	$S(\text{м}^2)$	$m_0(\text{кг})$	$m_1(\text{кг})$	$\tau(\text{с})$	$K$
1	Исходный образец	$277,9 \cdot 10^{-6}$	$13,3141 \cdot 10^{-3}$	$13,2963 \cdot 10^{-3}$	60	$1,06 \cdot 10^{-3}$
2	Закалка $800^\circ\text{C}$	$78,75 \cdot 10^{-6}$	$3,2296 \cdot 10^{-3}$	$3,2236 \cdot 10^{-3}$	82	$0,9 \cdot 10^{-3}$
3	Отжиг $800^\circ\text{C}$	$49,5 \cdot 10^{-6}$	$6,8368 \cdot 10^{-3}$	$6,8337 \cdot 10^{-3}$	82	$0,7 \cdot 10^{-3}$



а) исходный образец; б) после закалки при температуре  $800^\circ\text{C}$  (10 мин); в) после отжига при  $800^\circ\text{C}$  (1ч)

**Рисунок 7** – Испытания на коррозионную стойкость

## Заключение

1) Микротвердость полученного сплава была равна  $H_\mu = 6433$  МПа. Для выявления оптимального режима нами проведен отжиг и закалка при различных температурах, наилучшие показатели

были достигнуты после отжига при температуре  $800^\circ\text{C}$  течение часа микротвердость выше на 15%, а после проведения закалки в воде с 10 минутной выдержкой при температуре  $800^\circ\text{C}$  микротвердость равна  $H_\mu = 6509$  МПа, что сравнима с микротвердостью исходного образца.

2) Износостойкость сплава Fe-Ni-Co, которая была исследована на трибометре с использованием индентора из сплава WC, показало, что увеличение числа оборотов до 700 под нагрузкой в 310мН к образованию «канавки» на поверхности образца не приводит.

3) Рентгено-фазовый анализ показал, что сплав в исходном состоянии состоит из FeNi с гранцентрированной кубической решеткой и  $\alpha$ -Fe с объёмноцентрированной кубической решеткой. После проведения термической обработки выпадения новых фаз не обнаружено, но под влиянием температуры интенсивности некоторых линий от фаз увеличились, а некоторые уменьшились, предположительно из за

изменения соотношения объёмных долей фаз и уменьшения количества дефектов вследствие рекристаллизации.

4) Сплав имеет игольчатую структуру и находится в двухфазном состоянии элементный состав сплава колеблется в следующих пределах Fe 53,24÷63,49; Ni 16,9÷3,21; Co 14,98÷8,44; Cr 32,45÷5,57; Mn 1,56÷0,97, Al 1,14÷0,6 и O 4,99÷2,21.

5) Полученный график испытания на коррозионную стойкость имеет вид динамической кривой. В исходном состоянии коэффициент коррозии был равен  $K=1,06 \cdot 10^{-3}$ , после отжига в температуре 800С в течение часа коэффициент коррозии уменьшился на 36%.

### Литература

- 1 Захаров Ю.А., Пугачев В.М., Датий К.А., Додонов В.М., Карпушкина Ю.В. Получение и некоторые свойства наноразмерных порошков системы Fe-Co-Ni // Вестник Кем-ГУ. – 2013. – №3 (55). – С. 77.
- 2 Биткулов И.Х. Влияние деформационного наноструктурирования на свойства инвара Fe-36% Ni. – Уфа: Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, 2014. -115 с.
- 3 Woong S.P., Min Sung Chun, Myuing Soo Chun e. a. Comparative study on mechanical behavior of low temperature application materials for ships and offshore structures: Part I – Experimental investigations // Materials Science and Engineering: A. – 2011. – V.528. – No 18. – P.5790- 5803.
- 4 Жилин А.С., Грачев С.В., Рыжков С.В., Попов Н.А., Филиппов М.А., Михайлов С.Б., Токарев В.В., Никифорова С.М. Влияние термоциклирования на инварные свойства сплава Fe-32% Ni-6,4% Co-0,8% C // Технология металлов. – 2013. – №4. – С. 15-18.
- 5 Грачев С.В., Черменский В.И., Харчук М.Д., Кончаковский И.В., Жилин А.С., Токарев В.В., Никифорова С.М., Венедиктова И.А. Влияние состава на температурную зависимость тепловых свойств литейных инварных и суперинварных сплавов // Нефть и газ. – 2012. – №3. – С.86-90.
- 6 Грачев С.В., Филиппов М.А., Черменский В.И., Харчук М.Д., Кончаковский И.В., Жилин А.С., Токарев В.В., Никифорова С.М. Тепловые свойства и структура литейных углеродсодержащих инварных и суперинварных сплавов после двухступенчатого отжига // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2013. – №3(693). – С.10-13.
- 7 Захаров А. И. Физика прецизионных сплавов с особыми тепловыми свойствами. – М.: Металлургия, 1986. – 239 с.
- 8 Изотов В.И., Русаненко В.В., Копылов В.И., Поздняков В.А., Еднерал А.Ф., Козлова А.Г. // ФММ82. – 1996. – № 3. – С. 123.
- 9 [http://megabook.ru/article/Прецизионные сплавы](http://megabook.ru/article/Прецизионные_сплавы)
- 10 Малышев К.А., Сагарадзе В. В., Сорокин И.П. Фазовый наклеп аустенитных сплавов на железоникелевой основе. – М.: Наука, 1982. – 260 с.
- 11 Сагарадзе В. В., Уваров А. И. Упрочнение аустенитных сталей. – М.: Наука, 1989. 270 с.
- 12 Сагарадзе В.В., Шабашов В.А. Причины активного низкотемпературного перераспределения никеля в железоникелевых сплавах // ФММ. – 1984. – Т. 57. – Выпуск 6. – С.1166-1171.
- 13 Кабанов И.Г. Статистический анализ взаимных разориентаций кристаллов аустенита после мартенситных превращений // ФММ. – 1999. – Т.88. – Выпуск 2. – С. 44-52.

### References

- 1 U.A. Zaharov, V.M. Pugachev, K.A. Datii, V.M. Dodonov, U.B. Karpushkina. Vestnik KemGU. 3(55). (2013). 77. (in russ).
- 2 Bitkulov I.H. Vliyanie deformatsionnogo nanostrukturirovaniya na svoistva invara Fe-36% Ni // Institut problem sverhplasticnosti metallov RAN-Ufa, 2014-115 s. (in russ).
- 3 Woong S.P., Min Sung Chun, Myuing Soo Chun et al. Materials Science and Engineering: A. 528(18). (2011). 5790- 5803.
- 4 Zhilin A.S., Grachev S.B., Ryzhkov S.B., Popov N.A., Filippov M.A., Mihailov S.B., Tokarev V.B., Nikiforova S.M. // Tehnologiya metallov. №4. (2013). 15-18. (in russ).

- 5 Grachev S.B., Chermenskii B.I., Harchuk M.D., Konchakovskii I.B., Zhilin A.S., Tokarev B.B., Nikiforova S.M., Venediktova I.A. // Neft i gaz. 3. (2012). 86-90. (in russ).
- 6 Grachev S.B., Filippov M.A., Chermenskii B.I., Harchuk M.D., Konchakovskii I.B., Zhilin A.S., Tokarev B.B., Nikiforova S.M. // Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov. 3(693). (2013). 10-13. (in russ).
- 7 Zaharov A.I. Fizika pretsizionnykh splavov s osobymi teplovymi svoistvami. – M.: Metallurgiya, 1986. 239 s. (in russ).
- 8 B.I.Izotov, B.B. Rusanenko, B.I.Kopylov, B.A.Pozdnyakova, A.F. Edneral, A.G.Kozlova // FMM 82, № 3. (1996). 123. (in russ).
- 9 [http://megabook.ru/article/Pretsizionnye\\_splavy](http://megabook.ru/article/Pretsizionnye_splavy)
- 10 Malysheva K.A., Sagaradze B.B., Sorokin I.P., Fazovyi naklep austenitnykh splavov na jelezonikelevoi osnove. – M.: Nauka, 1982. 260 s. (in russ).
- 11 Sagaradze B.B., Uvarov A.I. // Uprochnenie austenitnykh stalei M.: Nauka, 1989. 270 s. (in russ).
- 12 Sagaradze B.B., Shabashov B.A. // FMM. 57(6). (1984). 1166-1171. (in russ).
- 13 Kabanov I.G. // FMM. 88(2). (1999). 44-52. (in russ).