

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

На правах рукописи



НГУЕН НЫЫ ДАМ

**СОЗДАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ
МАРКИ 60X2H ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВЫПУСКАЕМЫХ
В РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ЖЕЛЕЗНЫХ ПОРОШКОВ**

Специальность 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные
материалы

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:

Кандидатский технических наук, доцент

В. Ю. Лопатин

Москва – 2020

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	13
1.1. Способы повышения свойств порошковых сталей	13
1.1.1 Легирование железной основы	13
1.1.2 Применение наноразмерных добавок, улучшающих структуру сталей	17
1.1.3 Термическая, химико-термическая и термомеханическая обработка ...	19
1.1.4 Повышение относительной плотности (снижение пористости)	24
1.2. Карбонильные железные порошки на рынке Российской Федерации	38
Выводы по первой главе	40
ГЛАВА 2. ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ.....	41
2.1. Используемые материалы	41
2.1.1. Железные порошки.....	41
2.1.2. Порошок никеля	42
2.1.3. Порошок феррохрома.....	42
2.1.4. Графит	42
2.1.5 Смазки.....	43
2.2. Методики проведения экспериментов	43
2.2.1 Методики определения свойств исходных порошков.....	43
2.2.2 Методики получения спеченных образцов	47
2.2.3 Методики определения свойств прессовок и спеченных материалов	52
Выводы по второй главе	59
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ МОДЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ СМЕСЕЙ РАСПЫЛЕННОГО И КАРБОНИЛЬНОГО ЖЕЛЕЗНЫХ ПОРОШКОВ.....	60
3.1. Физические и технологические свойства железных порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК.....	60
3.2. Уплотняемость смесей железных порошков	62

3.3. Прочность неспеченных образцов.....	67
3.4. Определение удельного электросопротивления прессовок из смесей распыленного и карбонильного железных порошков.....	68
3.5. Исследование спекания смесей распыленного и карбонильного железных порошков	70
Выводы по третьей главе	75
ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ 60X2H И ЕЕ СВОЙСТВ	76
4.1. Характеристики легирующих элементов.....	76
4.2. Влияние добавки карбонильного порошка на гранулометрический состав шихты порошковой стали 60X2H	76
4.3. Влияние добавки карбонильного порошка ВК на текучесть и насыпную плотность шихты порошковой стали 60X2H.....	79
4.4. Влияние добавки карбонильного порошка на уплотняемость порошковой стали 60X2H	80
4.5. Влияние добавки карбонильного порошка на усадку порошковой стали 60X2H при спекании	81
4.6. Влияние добавки карбонильного порошка на механические свойства и структуру спеченной порошковой стали 60X2H.....	82
4.7. Горячая прокатка спеченной стали 60X2H.....	88
4.8. Влияние термической обработки на структуру и механические свойства спеченной порошковой стали 60X2H	90
4.8.1 Влияние закалки и количества добавки порошка ВК на структуру и твердость порошковой стали 60X2H.....	91
4.8.2. Влияние отпуска после закалки и количества добавки порошка ВК на структуру, твердость и прочностные свойства порошковой стали 60X2H.....	96
Выводы по четвертой главе	102
ГЛАВА 5. ПРОМЫШЛЕННАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	103

Выводы по пятой главе	105
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ РАБОТЫ.....	106
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	107
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	118
Приложение 1. Свидетельство о регистрации ноу-хау.....	118
Приложение 2. Акт внедрения в практику.	119

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы

Порошковые стали различного состава давно заняли свое место как конструкционные материалы в машиностроении и автомобилестроении, однако исследования в этой области не прекращаются, в том числе и в направлении повышения плотности и соответственно относительной плотности после прессования и спекания [1, 2, 3].

Повышение плотности заготовок за счет увеличения давления прессования или спекания с последующей допрессовкой уже исчерпало свои возможности. Также крайне ограничены возможности повышения плотности за счет увеличения насыпной плотности железных и легированных порошков на основе железа монофракционного состава в силу геометрических факторов.

Переход к бифракционному составу, когда мелкая фракция занимает место в порах между частицами крупной фракции, с одной стороны позволяет решить задачу повышения насыпной плотности и соответственно плотности после формования, но и в этом случае возникает ряд проблем. Так, например, если в качестве мелкой фракции выступает порошок легирующего металла или сплава, то при заданном содержании легирующего элемента количество частиц этой фракции может оказаться либо недостаточным для максимально возможного заполнения пор, либо избыточным [4, 5].

Исходя из вышесказанного, перспективным решением могло бы быть использование в качестве мелкой фракции железных порошков, однако выделение из больших партий порошков двух фракций, со средними размерами отличающимися примерно на порядок, либо невозможно исходя из гранулометрического состава таких партий, либо нецелесообразно по экономическим соображениям. В принципе указанное соотношение размеров могло бы быть обеспечено в смесях распыленных (восстановленных) и карбонильных железных порошков, но до недавнего времени карбонильные

железные порошки были в основном представлены серией "Р", выпускаемой для электротехнической промышленности. Эти порошки характеризуются очень высокой твердостью вследствие большого содержания цементита, что не позволяет достигать высоких плотностей материалов при больших давлениях прессования.

Более десяти лет назад на отечественном рынке металлических порошков появились карбонильные порошки серии ВК (производство "Синтез-ПКЖ", г. Дзержинск). Их отличительной особенностью является низкое содержание углерода и соответственно существенно более высокая пластичность частиц, достигаемые за счет дополнительного отжига.

В настоящее время единственными железными порошками, производимыми в больших количествах, являются распыленные порошки серии ПЖРВ, выпускаемыми ПАО "Северсталь". Они часто и успешно используются в исследованиях, посвященных разработке новых порошковых композиций для конструкционных материалов.

Эти два обстоятельства предопределили выбор распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 и карбонильного железного порошка марки ВК в качестве исходных материалов для данного исследования.

В качестве объекта исследования была выбрана порошковая сталь 60Х2Н, поскольку она:

1. Широко применяется при производстве изделий общемашиностроительного назначения.

2. Является сталью, легирование которой осуществляется как чистыми порошками (Ni, углерод), так и порошками лигатур (Fe-Cr), так что в ходе исследований можно продемонстрировать влияние карбонильного порошка на свойства стали при добавлении в нее легирующих элементов в разном виде, т.е. показать потенциально широкие перспективы выбранного подхода к повышению плотности.

В связи с вышесказанным, создание технологии получения порошковой стали 60X2H при использовании промышленно выпускаемых в Российской Федерации железных порошков является актуальной работой.

Цель работы

Разработка технологии получения порошковой стали 60X2H с повышенными прочностными свойствами за счет введения в ее железную основу карбонильного железного порошка с пониженным содержанием углерода.

Основные задачи

- Исследование влияния карбонильного железного порошка марки ВК на уплотняемость, спекание и механические свойства образцов из распыленного порошка железа ПЖРВ 2.200.26.

- Изучения влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на консолидацию порошковой стали 60X2H на базе распыленного железного порошка при прессовании и спекании.

- Изучение влияния добавок карбонильного железного порошка на механические свойства порошковой стали 60X2H.

- Изучение влияния различных видов дополнительной обработки спеченной стали на ее механические свойства и структуру.

Научная новизна

1. Обнаружен эффект снижения прочности прессовок из распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 при увеличении содержания вводимого в него карбонильного железного порошка ВК из-за уменьшения суммарной площади контактов между частицами распыленного порошка, вызванного затруднением их пластической деформации в поры, в которых располагаются частицы карбонильного порошка.

2. Установлено, что введение карбонильного железного порошка ВК в состав порошковых материалов на основе распыленного порошка ПЖРВ 2.200.26 позволяет повысить их прочностные свойства на 15 % за счет формирования при спекании в порах между частицами распыленного порошка спеченных агломератов из более мелких частиц карбонильного порошка.

Практическая ценность

1. Определены оптимальные режимы смешивания, прессования, спекания, горячей прокатки, закалки и отпуска, а также количество добавки карбонильного железного порошка ВК, обеспечивающие получение порошковой стали 60X2H с повышенными физико-механическими характеристиками: пределом прочности при растяжении 805 МПа, пределом текучести 780 МПа, модулем упругости 160 ГПа. По результатам работы создано и зарегистрировано в депозитарии НИТУ "МИСиС" "ноу-хау" "Состав и способ получения порошковой стали 60X2H с повышенной прочностью после спекания", Свидетельство о регистрации № 10-340-2019 ОИС от 08 ноября 2019 г.

2. Разработанная технология прошла опытно-промышленные испытания на производственном участке компании ООО НПФ «УМГ» (г. Озёрск) при изготовлении детали "упорное кольцо". Установлено, что в результате перехода на предложенную порошковую технологии коэффициент использования металла увеличился с 0,56 до 0,98, при одновременном увеличении прочности при растяжении с 690 до 790 МПа.

3. Разработанная технология получения порошковой стали 60X2H с повышенными прочностными свойствами может быть применена в различных отраслях машиностроения при изготовлении деталей из порошковых сталей.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Закономерности влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на консолидацию порошковых материалов на основе распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 при прессовании и спекании.

2. Закономерности влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на прочность порошковых материалов на основе распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 после прессования и спекания.

3. Теоретическое обоснование снижения прочности прессовок при добавлении карбонильного железа и экспериментальное подтверждение этого обоснования.

4. Обоснование повышения прочности спеченных порошковых материалов на основе распыленного железного порошка при добавлении карбонильного железного порошка.

5. Закономерности влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на механические свойства порошковой стали 60Х2Н после прессования и спекания, а также после дополнительной обработки давлением и термической обработки. Экспериментально установленное оптимальное содержание карбонильного порошка ВК в железной основе порошковой стали 60Х2Н.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов в работе обеспечивается использованием современных исследовательских методов и оборудования, большим объемом экспериментов, а также согласованностью с результатами, имеющимися в научно-технической литературе по данной проблеме.

Личный вклад

Соискатель осуществил поиск научно-технической информации по теме исследования, составил основной план проведения экспериментов, выполнил опыты по определению свойств исходных порошков, их смешиванию,

прессованию, спеканию, термообработке спеченных материалов, изучил микроструктуру спеченных материалов после различных видов дополнительной обработки, выполнил эксперименты по подтверждению теоретического объяснения влияния карбонильного железного порошка на прочностные свойства неспеченных и спеченных материалов. Принял участие в анализе полученных результатов и подготовке публикаций с соавторами.

Основные положения диссертационной работы сформулированы автором под контролем своего научного руководителя.

Вклад соавторов

Участие научного руководителя, доцента, кандидата технических наук Лопатина Владимира Юрьевича, заключалось в постановке задач исследования, обсуждении результатов и формулировке выводов. Участие соавтора, профессора, доктора технических наук Еремеевой Жанны Владимировны, заключалось в обсуждении результатов определения механических свойств полученных материалов и их микроструктуры.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на 11-м Международном симпозиуме "Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новый порошковые композиционные материалы. Сварка" (Минск, 2019); Международной научно-технической конференции "Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ-2019)" (Курск, 2019); Фундаментальные основы механики: Материалы международной научно-практической конференции, Новокузнецк, 2019; XI Конференции молодых специалистов "Перспективы развития металлургических технологий", ГНЦ ФГУП "ЦНИИчермет им. И.П. Бардина", (Москва, 2020).

Публикации

Основные результаты диссертации опубликованы в 2 печатных работах в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, докладах конференций и 1 ноу-хау, зарегистрированном в НИТУ "МИСиС".

1. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Изучение влияния карбонильного железного порошка ВК на уплотняемость и прочностные характеристики спеченного распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26. Перспективные материалы, 2019, № 7, с. 51 – 58. <https://doi.org/10.30791/1028-978X-2019-7-51-58>.

2. Lopatin V. Yu., Zh. V. Eremeeva, and N. D. Nguyen. The influence of carbonyl iron powder, grade VK, on compactability and strength properties of sintered atomized iron powder, grade PZhRV 2.200.26. ISSN 2075-1133, Inorganic Materials: Applied Research, 2020, Vol. 11, No. 2, pp. 403–407. © Pleiades Publishing, Ltd., 2020. Russian Text © The Author(s), 2019, published in Perspektivnye Materialy, 2019, No. 7, pp. 51–58.

3. В. Ю. Лопатин, Ж. В. Еремеева, Н. Д. Нгуен. Исследование влияния добавок карбонильного железного порошка ВК на свойства порошковой стали 60Х2Н. Материаловедение, №3, 2020, с. 3-6. DOI: 10.31044/1684-579X-2020-0-3-3-6.

4. Ноу-хау «Состав и способ получения порошковой стали 60Х2Н с повышенной прочностью после спекания». Нгуен Ныы Дам, Лопатин Владимир Юрьевич, Еремеева Жанна Владимировна, НИТУ "МИСиС". Зарегистрировано в Депозитарии ноу-хау НИТУ "МИСиС", № 10-340-2019 ОИС от 08 ноября 2019 г.

5. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Исследование влияния добавок карбонильных железных порошков на уплотняемость и спекание материалов на основе распыленного железного порошка. Доклад 11-го Международного симпозиума «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новый порошковые композиционные материалы. Сварка», г. Минск, Беларусь, 2019, с. 306-315.

6. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Повышение механических характеристики свойств порошковой стали 60X2H за счет комбинированной железной основы. Сборник статей XI Международной научно-технической конференции "Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ-2019)", 25 октября 2019 г., Курск, 2019. С. 176-178, ISBN 978-5-6040045-1-7.

7. Еремеева Ж.В. Нгуен Ныы Дам, Скориков Р.А., Коновалова А.И. Влияние наноразмерных частиц на предел прочности при растяжении порошковой углеродистой стали СП70. Фундаментальные основы механики: Материалы международной научно-практической конференции, Новокузнецк, 2019, № 4, С. 185-187. <http://doi.org/10.26160/2542-0127-2019-4-185-187>.

8. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Влияние карбонильного железного порошка на прочность материалов на базе распыленного железного порошка. Сборник тезисов XI Конференции молодых специалистов "Перспективы развития металлургических технологий", ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва, 27 февраля 2020 г., с. 11-12.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 5 глав, выводов и списка использованной литературы и 2 приложения. Диссертация изложена на 119 страницах машинописного текста, содержит 43 рисунок, 28 таблиц и список использованной литературы из 103 наименований.

ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1. Способы повышения свойств порошковых сталей

1.1.1 Легирование железной основы

Легированные стали получают из смесей порошков-компонентов, частично легированных порошков и их лигатур, порошков-сплавов, а также пропиткой пористого каркаса жидким металлом или сплавом.

В работе [6] было показано, что введение в сталь определенного количества элементов, называемых легирующими элементами, устраняет недостатки обычной углеродистой стали и улучшает ее механические свойства. Легирующие элементы оказывают разнообразное влияние на свойства стали, при добавлении их в определенных количествах можно получить сталь с заданными свойствами.

Одним из самых дешевых и распространенных в Российской Федерации легирующих элементов является марганец. Он расширяет область существования γ -Fe, то есть повышает стабильность аустенита и увеличивает степень его переохлаждения. Что касается эксплуатационных свойств стали, то этот легирующий элемент повышает ее износостойкость и упругость. Это важно при создании конструкционных, пружинных, износостойких и других сталей, правда ожидаемое повышение свойств оказывается заметным только после специальной термической обработки.

Положительный эффект ванадия как легирующего элемента проявляется при его содержании 0,15 % и выше. Образуя нитриды и карбиды со сравнительно невысокой температурой плавления, этот химический элемент измельчает первичные и вторичные зерна, повышает твердость и износостойкость, а за счет растворения в феррите повышает и другие механические свойства - предел текучести и пластичность (ударную вязкость).

Никель образует с железом неограниченный ряд растворов в твердом и жидком состоянии, оказывая значительное влияние на все превращения, происходящие в сплавах на основе железа при нагреве и охлаждении. Он расширяет область существования аустенита, понижая температуру перлитного превращения, снижает эвтектоидное содержание углерода, понижает температуру начала и конца мартенситного превращения, увеличивая содержание остаточного аустенита в закаленной структуре. В связи с этим никель широко используется для производства аустенитных сталей.

Известно, что никель диффундирует в железо менее активно, чем медь, и при температурах спекания 1100 - 1500 °С, обычно используемых в промышленности, он практически не растворяется в железе, поэтому эффект от его введения незначителен. Когда никель вводится в материалы на основе железа, прочность немного увеличивается, а пластичность немного уменьшается.

Никель распределен неравномерно по объему железной матрицы и способствует деформации железной решетки и увеличению внутренних напряжений. Влияние никеля заметно при введении его > 3%. На процессы диффузии никеля в железную матрицу влияет способ получения никелевого порошка. Наилучшее распределение в синтетических сталях обеспечивается тонкоизмельченным никелем, полученным восстановлением. Никель обычно используется в сочетании с хромом, медью, молибденом и т.д.

Хром неограниченно растворяется в железе в жидком и твердом состоянии, активно расширяя область α -Fe. Как и большинство легирующих элементов, он помогает снизить содержание углерода в перлите, повысить стабильность переохлажденного аустенита, снизить критическую скорость закалки и повысить прокаливаемость стали. Хром является карбидообразующим элементом; в дополнение к карбидам хрома (Cr_7C_3 , Cr_{23}C_6) образуются сложные карбиды типа цементита $(\text{FeCr})_3\text{C}$.

Хром повышает способность сталей к термическому упрочнению, их стойкость к коррозии и окислению, обеспечивает повышенную прочность при

повышенных температурах, а также повышает сопротивление абразивному износу высокоуглеродистых сталей.

Карбиды хрома также износостойкие. Сложные хромо-железные карбиды очень медленно поступают в твердый раствор аустенита - поэтому при нагревании таких сталей под закалку требуется более длительное время выдержки при температуре нагрева. Хром по праву считается самым важным легирующим элементом в сталях. Однако следует иметь в виду, что добавление хрома в сталь приводит к тому, что примеси, такие как фосфор, олово, сурьма и мышьяк, разделяются на границы зерен, что может вызывать хрупкость стали.

При производстве порошковых сталей на технологический процесс большое влияние оказывает вид шихты, от которого зависят все механические и некоторые технологические свойства (прокаливаемость, обрабатываемость резанием и т.д). Легирование порошковых сталей, помимо упрочнения металлической матрицы, ставит перед собой ряд других целей, основной из которых является повышение плотности как после холодного прессования, так и после спекания. Легирование особенно эффективно для малопористых и непористых порошковых материалов, свойства которых можно регулировать в широком диапазоне посредством термической обработки [7, 8].

Введение в шихту добавок пластичных металлов, в частности меди, позволяет значительно увеличить плотность прессованных формовок. Спекание может быть активировано присутствием в прессовках легкоплавких компонентов, образующих эвтектику ниже температуры спекания. Когда к порошку железа добавляют 2 % меди, процесс спекания сопровождается заметной усадкой.

Вместе с тем, используя легирование медью, можно усадку значительно уменьшить и тем самым стабилизировать размеры изделий после спекания.

При выборе легирующих элементов следует учитывать особенности производства порошковых материалов, связанных с высокотемпературным нагревом, и, по возможности, избегать использования чистых элементов с большим сродством к кислороду, чем к железу (таких как титан, кремний, хром,

марганец и т. д.), а вместо них использовать соответствующие лигатуры или карбиды. При использовании недостаточно осушенных защитных сред или сильно окисленных железных порошков частицы легирующих элементов с большим сродством к кислороду покрываются плотными оксидными пленками, которые препятствуют и даже полностью подавляют диффузионные процессы [9].

При использовании того же технологического процесса и состава сплава, легирование восстановленным никелем обеспечивает более высокие механические свойства полученного материала, чем легирование карбонильным порошком. Прочность при растяжении увеличивается на 4%, δ и K_{1C} – на 20 и 18% соответственно [10].

С увеличением содержания никеля в спеченных сталях с 1 до 10% непрерывно увеличивается прочность материала. Так спеченная никелевая сталь (однократное прессование), содержащая 0,48 % С и 4% Ni, после закалки и низкого отпуска имела $\sigma_b = 850$ МПа, $\delta = 3,5$ %, $K_{1C} = 370$ кДж/м² [11].

При использовании двухкратного цикла прессования - спекания механические свойства повышаются еще больше. Горячая штамповка стали 60Н4п с последующей термообработкой (закалка, низкий отпуск) обеспечивала $\sigma_b = 1060$ МПа, $K_{1C} = 52$ кДж/м². Благоприятное влияние никеля заметно только при использовании достаточно высоких температур спекания (не ниже 1220 °С). Возможно использование порошков, предварительно легированных никелем.

Для порошковых сталей легирование хромом также представляет интерес благодаря его эффективности, низкой стоимости и достаточной распространенности. Хром вводится в смесь в виде лигатур. Чаще всего для этой цели используются порошки стали X30, X13 и феррохрома. Также используются порошковые сплавы, полученные путем распыления или диффузионного насыщения из засыпок (из точечных источников).

Свойства хромистых сталей зависят от однородности их структуры, которая повышается при использовании мелких порошков в качестве легирующих добавок. Качество железных порошков также влияет на процессы гомогенизации.

Хорошее растворение легирующих добавок обеспечивается карбонильными порошками [12].

1.1.2 Применение наноразмерных добавок, улучшающих структуру сталей

Значительный интерес к наноматериалам и нанотехнологиям в современном мире обусловлен их большой значимостью для фундаментальной науки, а также перспективами применения во многих отраслях [13].

Одним из применений наноматериалов и нанотехнологий в промышленности является внедрение наноразмерных частиц в традиционные материалы (в том числе порошковые).

В работе [14] приведены результаты исследования химических структур и технологических факторов влияния малых количеств (0,1 - 6,0%) нанокристаллических добавок на интенсификацию процесса спекания однокомпонентных и многокомпонентных систем из наиболее распространенных в порошковой металлургии материалов. Было обнаружено, что нанокристаллический никель, добавляемый в сплавы системы Fe-Ni, снижает температуру формирования требуемой структуры материала на 200 °С и сокращает время спекания в 6 раз. Также введение легирующих элементов в шихту в нанокристаллической форме позволяет повысить механические свойства в 2 – 4 раза.

Авторы [15] подробно изучили влияние добавок нанопорошков WC, ZrO₂, Al₂O₃, и W на спекание композитов на основе Fe и Co. Для равномерного распределения наночастиц по объему шихты, порошки смешивали с использованием ультразвука и механическим легированием.

Было показано, что наночастицы, расположенные на контактных поверхностях частиц основного материала, оказывают существенное влияние на кинетику спекания, и этот эффект определяется термодинамикой взаимодействия основного металла и наночастицы. С помощью электронной микроскопии были

обнаружены наночастицы упрочняющей фазы как в теле зерна, так и по его границам. Исследования механических свойств показали, что за счет дисперсного упрочнения значительно увеличивается твердость, прочность при изгибе и износостойкость.

Добавки 0,5% наноразмерных Ni и Pd во время спекания порошков W и Fe ускоряют процессы рекристаллизации, которые способствуют межчастичному припеканию и соответственно упрочнению материалов [16].

Несмотря на очевидное обещание использования углеродных наноматериалов, значительных результатов в этой области за последние несколько лет не наблюдалось. Это связано, прежде всего, с тем, что на пути создания качественного композиционного материала стоит ряд задач, таких как: подготовка углеродных наноматериалов; подготовка основного металла; механическая активация смеси металла с углеродными наноматериалами (смешивание компонентов); спекание и др. Введение наноразмерного углерода приводит к образованию структур, которые значительно отличаются от структуры порошковых железоуглеродистых сплавов при отсутствии модифицирующей добавки. Например, влияние наноразмерного углерода связано с образованием дисперсных фаз в структуре, морфологически принципиально отличных от таковых, характерных для этих сплавов. Например, волокнистая морфология углеродных нановолокон наследуется в структуре перлит-цементитовых плит, что, очевидно, должно влиять на свойства получаемых материалов [17].

Помимо наноразмерных частиц углерода могут использоваться и наночастицы других элементов. Так в работе [18] представлены результаты исследований влияния нанодисперсного порошка железа, полученного методом взрывающейся проволоки, на процессы консолидации промышленного восстановленного порошка железа, а также его свойства в консолидированном состоянии, микроструктуру и фазовый состав. Шихты на основе восстановленного железного порошка, содержащие до 20% нанодисперсного железа, обладают хорошей уплотняемостью и формуемостью. Было обнаружено,

что введение нанодисперсного порошка железа в шихту активирует спекание и облегчает получение спеченных образцов с тонкой кристаллической структурой и улучшенными физико-механическими свойствами.

Свойства и структура порошковых сталей с наноразмерными легирующими добавками приведены в работе [19, 20]. В ходе исследований было установлено, что при добавлении наноразмерных частиц в исходные материалы после смешивания, прессования и спекания перлит в структуре распределялся равномерно. Также было показано снижение температуры спекания (со значительной его активацией) на 1000 °С по сравнению со спеканием заготовок без наночастиц [21, 22].

1.1.3 Термическая, химико-термическая и термомеханическая обработка

Спекание порошковых сталей при определенной температуре в течение нескольких часов не вызывает заметного роста зерен и образования крупнозернистой структуры. Нерегулярные поры наиболее сильно подавляют рост зерен, но при длительном воздействии высоких температур наблюдается их сфероидизация. С уменьшением общей пористости тенденция к росту зерна увеличивается.

Термическая обработка легированных порошковых сталей высокой плотности является обязательной.

В порошковой металлургии химико-термическая обработка используется не только для изменения свойств поверхности, но и для получения легированных порошков путем диффузионного насыщения частиц порошка железа хромом, кремнием, марганцем и другими элементами. В порошковых материалах поверхностная диффузия и зернограничная диффузия имеют наибольшее значение. При образовании растворов замещения диффузионные процессы в порошковых материалах облегчаются вследствие повышенной дефектности кристаллической структуры [23, 24].

Уровень свойств, которые могут быть достигнуты в стали после термомеханической обработки, очевидно, в значительной степени определяется не только химическим составом стали, но и методами, используемыми для приготовления как исходных легированных порошков, так и спеченных заготовок.

Таким образом, работа, описанная выше, показала, что термомеханическая обработка приводит к общему повышению механических свойств стали для порошковой металлургии, получаемой из предварительно легированных порошков прессованием и спеканием [25].

Для порошковых сталей возможны различные виды термообработки. Наличие пористости в изделиях обуславливает ряд условий: нагрев при закалке должен проводиться в защитных средах или в вакууме, время нагрева и время выдержки должно быть на 20-30% больше, чем для литых сталей аналогичного состава, что обусловлено пониженной теплопроводностью, требующей повышенных скоростей охлаждения.

Термическая, химико-термическая и термомеханическая обработка является дополнительной операцией при изготовлении изделий методом порошковой металлургии. После этой обработки порошковые стали обладают более высокими физико-механическими свойствами [26, 27, 28].

В работе [29] были представлены исследования результатов процессов термической обработки порошковых сталей легированием наноразмерными добавками путем проведения закалки и отпуска. После закалки порошковые стали имеют высокую твердость и прочность, но имеют низкую пластичность и ударную вязкость, их структура неравновесна, что затрудняет их промышленное использование. Поэтому наряду с закалкой порошковых сталей проводится отпуск. После отпуска прочность и твердость немного уменьшаются, но пластичность и вязкость увеличиваются, структура становится однородной.

В работе [30] приведены механические свойства и микроструктуры порошковой стали 60X2 после спекания и термической обработки.

Результаты таких исследований достаточно хорошо согласуются с результатами определения механических характеристик стали 60X2. Действительно, наибольшую прочность показали образцы, закаленные с 573 К, для которых были характерны самые высокие значения Rms-деформации (среднеквадратичное значение деформации).

Найденные расчетным путем параметры структуры позволяют не только объяснить, как изменения в технологии термической обработки влияют на механические свойства стали, но и выбрать разумно оптимальные условия обработки. Таким образом, сравнивая влияние температуры предварительной и температуры отпуска на тонкую структуру и предел прочности исследуемой стали, можно сделать вывод, что меньший прирост прочности в интервале восстановления 60 - 75% был связан с практически идентичными уровнями Rms - деформации, и следовательно, незначительный прирост прочности, зарегистрированный в этом диапазоне, был обусловлен уменьшением размера областей когерентного рассеяния.

Формирование дисперсной структуры в виде достаточно высокого уровня остаточных деформаций уменьшало пластичность образцов стали, отпущенных при 573 °К, и только когда параметры тонкой структуры изменялись на порядок, тогда удлинение стали увеличено.

Анализ результатов этого исследования показывает, что процесс термомеханической обработки позволяет получить спеченную конструкционную хромистую сталь с высокой прочностью. Оптимальная степень деформации такой стали составляет 50%. Более высокие степени деформации не рекомендуются из-за риска образования макродефектов на образцах во время прокатки.

Термоциклическая обработка (ТЦО) как способ термообработки (ТО) основан на постоянном накоплении положительных изменений в структуре металлов от цикла к циклу. Важной особенностью цикла является его интенсивность, отсутствие или наличие небольших воздействий при

экстремальных температурах, а также оптимальный диапазон изменения температуры.

Выбор режимов термоциклической обработки в каждом конкретном случае имеет индивидуальный характер и не могут быть механически перенесены из одного материала к другому. Тем не менее, представляется возможным сформулировать общие принципы термоциклической обработки для многих материалов. Таким образом, в будущем, структурные изменения в металлах во время термоциклической обработки рассматриваются, главным образом, на примерах сталей, чугунов и алюминиевых сплавов.

Фазовые и структурные превращения обусловлены образованием, смещением и аннигиляцией точечных и линейных дефектов, а также перераспределением легирующих элементов [31].

Процесс ТЦО интенсивно зависит от температурного диапазона, скорости нагрева и охлаждения, количества превращений и т. д.

В результате многократной аустенизации, обусловленной разницей удельных объемов превращенных фаз в деталях, происходят процессы, при которых слабо деформированные металлы нагреваются, а именно: диффузия точечных дефектов и их погружение в дислокации и границы с их частичным разрушением; перераспределение дислокаций; формирование границ; миграция границ с поглощением дефектов; миграция границ зерен между перекристаллизованными зернами и увеличение последних с уменьшением зерен и поверхностных энергий.

Таким образом, при термоциклировании железа, и других металлов прирост плотности дислокаций начинается после начала обработки [32, 33]. Очевидно, что эффективность ТЦО определяется степенью генерации дефектов и, прежде всего, дислокаций.

Возникающие в процессе ТЦО напряжения накладываются на существующие поля напряжений в металле, что может привести к образованию общих напряжений, превышающих предел текучести мягких фаз, что приводит к пластической деформации последних. В этом случае, во-первых, пластическая

деформация, сопровождающая процесс релаксации напряжений приводит к образованию субструктуры при термоциклировании, что, в свою очередь, увеличивает проницаемость диффузии и ускоряет диффузию. Во-вторых, наличие очень напряженного состояния гетерогенной кристаллической решетки, впервые отмеченное S. T. Konobeevsky [34], также влияет на процесс диффузии.

Термическое расширение металлических фаз было изучено недостаточно. Некоторые закономерности изменения коэффициента расширения для α_T чистых металлов и неупорядоченных твердых растворов определяются. Так, например, известно [35], что коэффициент термического расширения металлов изменяется в зависимости от атомной массы из-за приблизительно тому же закону, что и обратных значений их плавления и твердости.

Разные материалы имеют различную тенденцию (способность) улучшать свои физикомеханические свойства под воздействием ТЦО. Обычно эффективность упрочнения оценивается на основании результатов значительного числа экспериментов. Однако при создании новой технологии ТЦО, на ранней стадии работы, необходимо знать общую закономерность упрочнения при ТЦО этого материала. С этой целью была разработана и применена методика феноменологического описания механизма упрочнения поликристаллического материала в процессе ТЦО без привлечения конкретных моделей на субструктурном или атомном уровне [36].

Структурные изменения, характерные для ТЦО, могут быть усилены пластической деформацией. Известно, что пластическая деформация перераспределяет и увеличивает плотность дефектов в кристаллической структуре, способствует образованию и развитию границ малых и больших углов. Поскольку дефекты кристаллической решетки существенно влияют на формирование структуры сплавов при фазовых и структурных переходах, пластическая деформация перед ними, а также при их прохождении может быть эффективно использована для создания оптимальной структуры при ТЦО сталей и сплавов.

Процессы пластической деформации и ТЦО могут сочетаться, но могут осуществляться независимо друг от друга. Важно, чтобы фазовые и структурные превращения происходили в новых, изменившихся условиях, характеризующихся повышенной плотностью дефектов, создаваемых пластической деформацией.

Таким образом, в экспериментах с предварительной холодной деформацией [37] при ТЦО число центров результирующей γ -фазы увеличивается, и в результате зерно аустенита интенсивно измельчается. Кроме того, при деформации в межкритическом диапазоне температур в результате динамического γ - α -превращения [38] процесс рекристаллизации может быть значительно ускорен, составные структуры сильно заклепаны, а зерно измельчено.

В работе [39, 40] представлены результаты исследований термической обработки порошковой горячедеформированной стали. В ходе исследований было установлено, что при ускоренном охлаждении реализуется эффект высокотемпературной термомеханической обработки (ВТМО). Механические свойства горячедеформированных порошковых сталей, полученных из порошковой смеси с добавлением наноразмерного углерода и хрома, увеличиваются с увеличением скорости охлаждения, как в литейных сталях. Во время диффузионного отжига было отмечено увеличение прочности и пластичности, что объясняется усиливающим действием наноразмерного углерода и хрома.

1.1.4 Повышение относительной плотности (снижение пористости)

а) Активация процесса спекания

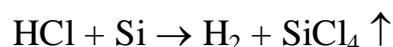
По ГОСТ 17359-82 [41] активированным спеканием называют "спекание порошковой формовки при воздействии химических и физических факторов, вызывающих интенсификацию спекания".

Суть метода активации заключается в более эффективном механизме массопереноса, благодаря чему изменяется состояние поверхности частиц порошка или контакт между ними, и образуются дефекты в кристаллической решетке порошка.

Способы активации спекания делятся на две основные группы: физические и химические

Эффективным способом химической активации является переход с нейтральной на восстановительную среду спекания. Также активаторами могут быть легко восстанавливаемые газами оксиды. Благодаря этому порошки молибдена могут спекаться при температуре 1700 °С.

Химической активацией можно признать добавление в среду спекания веществ, которые будут взаимодействовать с примесями в формовке. Например, железо с примесями кремния хорошо спекается в водороде, содержащем HCl.



Установлено, что при добавлении никеля в вольфрам от 0,05 до 0,5 % температура процесса значительно уменьшается. Так, при 1200 °С достигается относительная плотность около 80%, а при 1400 °С - от 88 до 92%. Без добавок относительная плотность при 1400 °С составляет всего около 60 %, а 90 % относительной плотности невозможно получить даже при 1800 - 1900 °С

Впервые такой эффект в системе W-Ni (эффект Агте-Вацека) был обнаружен в 1953 году, хотя его природа была понята и объяснена почти через 20 лет.

Изменение формы вольфрамовых зерен, необходимое для скольжения, осуществляется путем интенсивной диффузии вольфрама через раствор Ni в соответствии с механизмом растворения-осаждения.

При относительной плотности около 90 % уплотнение резко приостанавливается из-за возрастания интегральной вязкости тела и значительного увеличения зерен вольфрама, которое приводит к невозможности проскальзывания.

Аналогичная активация уплотнения была зарегистрирована в системе W-Pd с очень похожей картиной растворимости: при 1550 °С W растворяется в Pd до 30 %, а Pd практически нерастворим в W. Когда содержание добавки превышает 0,2 %, эффект активации уменьшается.

Равномерное распределение небольших количеств металлической добавки-активатора может быть достигнуто путем химического смешивания.

Кинетика уплотнения при температуре 0,5 - 0,7 $T_{пл}$ соответствует пороговому течению (крипу) поликристаллического материала под влиянием капиллярных сил за счет скольжения зерен по границам и изменения их формы путем диффузионного массопереноса на границах зерен [42].

В работе [43] было показано, что введение активирующих добавок на поверхность частиц спекаемого металла может осуществляться формированием на поверхности частиц пленки оксидов соответствующего металла с последующим низкотемпературным восстановлением, а также обволакиванием частиц веществом, которое образует легкоплавкие соединения при спекании, например, фосфатом аммония, фосфорной кислотой и т. д.

В работе [44] представлены результаты изучения влияния на активацию спекания звуковых колебаний (физического активирования). Было установлено, что при спекании порошковых материалов под воздействием звуковых колебаний с частотой 9000 Гц наблюдается значительное увеличение прочности и плотности изделий.

б) Горячее прессование/спекание под давлением

Этот метод необходим, прежде всего, для получения изделий высокой плотности из материалов сложного состава, в которых при температуре обработки жидкая фаза, как правило, не образуется.

Сущность метода заключается в том, что при одновременном воздействии высокой температуры и приложении значительных внешних сил активируется пластическая деформация и резко ускоряется уплотнение системы. Наряду с

пластической деформацией твердых тел (или систем, содержащих определенный объем расплава), в процессе уплотнения под давлением также участвует диффузионный механизм переноса вещества. Это относится, в частности, к последней стадии уплотнения, то есть к процессу удаления закрытых пор.

Под давлением скорость диффузионного потока также значительно увеличивается, поскольку напряжения, создаваемые внешними силами, во много раз превышают те, которые возникают под воздействием сил Лапласа при обычном диффузионном спекании. В то же время основные факторы, которые ускоряют обычный процесс диффузионного спекания (то есть повышающие активность исходного порошка), оказывают аналогичное влияние на спекание под давлением.

Разработка режима спекания под давлением для каждого конкретного материала сводится к выбору рациональной комбинации трех основных параметров: давления, температуры и продолжительности процесса.

Вместе с тем реализация горячего прессования в массовом производстве технически сложна и затратна. Значительные трудности возникают из-за недостаточной прочности или низкой износостойкости графитовых пресс-форм (матриц и прессующих пуансонов) при высоких температурах, несмотря на то, что графит является уникальным материалом, прочность которого при нагревании в вакууме или среде угарного газа не только не уменьшается, но значительно увеличивается с повышением температуры (от 2200 до 2500 °С в зависимости от марки графита). Кроме того, высокая электропроводимость графита позволяет использовать графитовую пресс-форму одновременно в качестве нагревательного элемента.

При нагреве на воздухе графитовые детали постепенно выгорают и, в то же время, могут оказывать восстанавливающее действие на ряд веществ, применяемых в порошковой металлургии.

Широкомасштабное использование процесса горячего прессования для сдерживается возможностью получения изделий только простой формы [45].

Плотность и размер поверхности межчастичного контакта изделий, изготовленных из таких порошков, практически определяются степенью уплотнения при предварительном прессовании. Поэтому спекание непрессованных порошков без приложения внешнего давления используется на практике для относительно тонких материалов или для получения фильтров с высокой пористостью (40-60%) из более крупных порошков. Таким образом, например, можно получить изделия из непрессованного бериллиевого порошка с плотностью после спекания более 90%.

При традиционном спекании деформация порошкового материала может включать в себя две составляющие - быструю пороговую пластическую деформацию и медленную непороговую деформацию диффузионной природы. Как правило, усредненный уровень лапласовских сил не позволяет превысить предел текучести основного материала, так что деформация порошкового тела осуществляется по непороговому механизму. При горячем прессовании, как правило, уровень напряжений оказывается выше предела текучести основного материала, так что деформация осуществляется по пороговому механизму.

Еще одна разновидность интенсификации спекания – спекание под давлением характеризуется более активным непороговым диффузионно-вязким течением, чем при обычном спекании, без перехода к пороговой деформации [46].

Спекание под давлением из-за его относительно большой продолжительности должно проводиться в защитной среде (восстановительная, нейтральная атмосфера или вакуум, защитная засыпка, формирующая локальную защитную среду).

В широком промышленном масштабе спекание под давлением реализовано для спрессованных фрикционных дисков. Например, спекание фрикционных материалов на медной основе, сопровождаемое их припеканием к стальным несущим дискам, проводится в защитной атмосфере при температуре 700 – 860 °С от получаса до нескольких часов под давлением 10 – 40 кг/мм².

В работе [47] показано, что и спекание под давлением, и горячее прессование устраняет мезоструктурные дефекты, присущие обычному (без приложения давления) спеканию порошковых материалов.

Механические свойства порошковых материалов, полученных спеканием под давлением, показывают значительное увеличение их прочности и модуля Вейбулла, что указывает на очень однородную прочность, что будет способствовать высокой функциональной надежности спеченных деталей.

в) Динамическое горячее прессование

Технология динамического горячего прессования (ДГП) включает в себя операции, связанные с формированием пористой заготовки из порошковой шихты требуемого состава, а также ее дальнейшей обработкой с целью обеспечения свойств и геометрии, требуемых от готовой детали. В большинстве случаев эти операции отличаются от тех, которые используются в традиционных методах порошковой металлургии.

Метод ДГП можно считать разновидностью метода статического горячего прессования. Сходство этих процессов заключается в объединении операций прессования и спекания, однако оно является чисто внешним. При статическом горячем прессовании (СГП) преобладают процессы, наблюдаемые во время обычного спекания, поэтому его можно назвать спеканием, активированным внешним давлением.

Результаты ДГП определяются главным образом термомеханическим воздействием на материал, и в нем преобладают процессы, наблюдаемые при сварке под давлением. Таким образом, разница между процессами ДГП и СГП заключается в характере нагрузки, используемой для прессования, ее величине и продолжительности действия [48].

Использование относительно холодной формы позволяет создавать напряжения в материале во время процесса ДГП на его последней стадии, измеряемые сотнями килограммов на квадратный миллиметр. При этом материал

деформируемых частиц находится в условиях всестороннего объемного сжатия и его пластическое деформирование возможно только при действии повышенных нагрузок. Такие напряжения были зафиксированы при определении сил динамического и статического прессования. Возможность возникновения высоких мгновенных значений контактных напряжений объясняет возможность получения материалов с остаточной пористостью 1 – 2 %.

Возникновение связей между обособленными телами, которым являются частицы порошка или свариваемые давлением детали, термодинамически возможно, поскольку оно приводит к уменьшению суммарной площади поверхностей раздела и, следовательно, уменьшению суммарной избыточной энергии системы [49]. Однако эта энергия мала, всего лишь порядка 10^3 эрг/см², и она не полностью высвобождается, поскольку полностью поверхность не исчезает [50].

Если при совместном пластическом деформировании кристаллы ориентируются так, что освобождаемая поверхностная энергия и энергия, подведенная извне к границе раздела, перекрывают расход на создание менее благоприятных границ, то процесс соединения может протекать достаточно быстро [51].

Действие статических нагрузок определяет значительную роль составляющих деформации, зависящих от времени. При импульсном нагружении основную роль играет так называемая "мгновенная деформация" [52].

При использовании неоднородных материалов возможны два варианта, когда прочные химические связи между ними нежелательны или, наоборот, необходимы. Примером первого случая является приготовление дисперсионно-упрочненных или армированных материалов методами порошковой металлургии [53].

Обеспечение химических связей в неоднородном материале возможно только в том случае, если активные центры возникают в результате образования и выхода дислокаций и вакансий со стороны более твердого тела. Из-за разного

сопротивления пластической деформации из-за пластического материала образуется физический контакт [54].

Попытки получить такие материалы (твердые сплавы) методом ДГП не дали положительных результатов. Тем не менее, здесь принципиально возможно применить последующее спекание, используя процесс ДГП, чтобы сформировать заготовку с минимальной пористостью.

Таким образом, формование материала с использованием метода ДГП состоит из процессов возникновения физического контакта частиц во время уплотнения и образования связей между атомами на их поверхностях, которые происходят практически одновременно.

Повышенная формуемость заготовок для обработки методом ДГП по сравнению с монолитными материалами, используемыми при горячей штамповке, обусловлена тем, что заполнение полости матрицы здесь осуществляется не только за счет пластической деформации материал, но также из-за некоторого движения частиц при заполнении пор.

В патенте № 2228820 [55] указывается, что горячее прессование позволяет увеличить плотность, то есть уменьшить пористость в готовых деталях. Можно видеть, что результат исследования плотности изделия отличается, что сильно связано с плотностью после спекания, равной 6,59 г/см³ для холодного прессования и 6,91 г/см³ для материала, полученного горячим прессованием.

В патенте № 2294815 [56] описан способ изготовления горячим прессованием изделий, которые обладают большой плотностью. Состав шихты для горячего прессования состоит из распыленного водой стандартного порошка из нержавеющей стали, включающего железа, не менее 0,5 масс. % кремния и 10-30 масс. % хрома и примеси, и 0,8-2,0 масс. % высокотемпературной смазки. Прессования смеси при повышенной температуре и спекания прессованного изделия. В результате того, что техническим результатом является повышение плотности прессовок.

г) Электроимпульсное спекание

Идея метода электроимпульсного (плазменного) спекания заключается в нагреве порошкового материала до температуры спекания с высокой скоростью (до 2500 °С/мин) с помощью мощных электрических разрядов через электроды-пуансоны [57].

Высокие скорости нагрева могут сократить продолжительность процесса спекания и ограничить рост частиц порошка в процессе уплотнения.

В зависимости от контактного сопротивления, массы вещества, прилегающего к контакту, его теплоемкости и теплопроводности, а также силы тока, материал вблизи контакта может оставаться в твердом состоянии, плавиться и даже переходить в газообразное и плазменное состояние.

При спекании с использованием электрических импульсов в качестве проводящих материалов используются графит, углеродные материалы и тугоплавкие металлы. С помощью этого процесса, можно увеличить относительную плотность заготовок из бериллия до 98%, из титана до 95 - 98%.

Использование этого метода применительно к керамике позволяет получить материалы с плотностями, близкими к теоретическому значению, а размер зерна близкий к размеру частиц исходного порошка.

Метод электроимпульсного (плазменного) спекания является одним из ряда высокоэффективных методов спекания порошков, которые в настоящее время интенсивно развиваются во многих научных центрах. Широкий диапазон возможностей с электрофизическим воздействием на порошковый материал определяет разнообразие этих методов [58].

Материалы, полученные с использованием технологии ЭИПС, можно разделить на два класса: функциональные (с уникальными физическими свойствами и используемые в основном в электронике и медицине) и конструкционные (с высокими прочностными показателями, в основном используемые в конструкциях машин). Наибольший интерес среди функциональных материалов для исследователей представляют магниты и

термоэлектрики, а также конструкционные материалы, высокопрочные композиты и материалы для режущих инструментов.

д) Жидкофазное спекание

Жидкофазное спекание имеет большое практическое значение при производстве широкого спектра порошковых материалов.

Жидкая фаза, образующаяся в результате плавления добавки с низкой температурой плавления или контактного плавления, легко распространяется по всему объему, так что подавляющее большинство частиц более тугоплавкого компонента способны взаимодействовать с расплавом по всей их поверхности [59].

Переход атомов твердой фазы в расплав сопровождается уменьшением размера частиц, тогда как диффузия атомов из жидкости в твердую фазу увеличивает объем частиц. При наличии обоих потоков знак и величина изменения объема частиц определяются разностью потоков [60]. Перекристаллизация через жидкую фазу сопровождается приобретением тугоплавкими частицами более правильной формы в соответствии с принципом минимальной поверхностной энергии.

Наиболее важными факторами, определяющими скорость жидкофазного спекания, являются поверхностное натяжение, вязкость жидкой фазы, а также размер частиц твердой фазы. Скорость жидкофазного спекания прямо пропорциональна величине сил поверхностного натяжения на границе раздела жидкость-твердое вещество и обратно пропорциональна вязкости жидкой фазы и размеру частиц твердой фазы. Например, при уменьшении размера частиц с 10 до 1 мкм скорость жидкофазного спекания при прочих равных увеличивается в 10 раз [61].

Методы жидкофазного спекания при получении порошковых материалов на основе железа в первую очередь применяются для систем с различной растворимостью между компонентами – Fe-Cu, Fe-Cu-C. Вместе с тем

расширяется использование этих методов и для других систем (Fe-B, Fe-Mn, Fe-Cr-C и др.) [62, 63].

Жидкофазное спекание активно используется в промышленных процессах, цель которых состоит в обеспечении высокой относительной плотности материалов [64, 65]. Так, например, жидкофазное спекание успешно используется для получения порошковых быстрорежущих сталей [66].

г) Обработка давлением спеченного материала

Обработка давлением, такая как горячая прокатка, горячая штамповка и т.д., используется для обработки спеченных деталей, в основном с целью уменьшения остаточной пористости и повышения прочности. В зависимости от вида обработки и степени деформации остаточная пористость может достигать 0 – 6 % [67].

Однако недостатком всей гаммы этих способов является то, что они применимы только к листовым заготовкам или деталям с ограниченными размерами. Это дополнительная производственная операция для специальных целей, которая не применима ко всем типам спеченных продуктов различных размеров и профилей.

Изучение структуры, микротвердости и изменения объема стали марки СП30ХНЗД2 в диапазоне температур от комнатной до 600 °С позволило установить, что эту сталь с пористостью 10 - 13% можно рекомендовать для экологически нагруженных конструкционных деталей, подвергаемых воздействию ударные нагрузки и работа при температурах до 300 °С. Та же непористая сталь, изготовленная методом горячего прессования и горячей штамповки, может использоваться для тяжелонагруженных деталей, подвергающихся динамическим нагрузкам [68].

Результаты исследований в [69] достаточно хорошо согласуются с результатами определения механических характеристик стали 60Х2. Действительно, наибольшую прочность показали образцы, закаленные с 573 К,

которые характеризовались самыми большими значениями Rms-деформации (среднеквадратичное значение деформации). Формирование дисперсной блочной структуры в виде достаточно высокого уровня остаточных деформаций уменьшало пластичность образцов стали, отпущенных при 573 К, и только когда параметры тонкой структуры изменялись на порядок, удлинение стали увеличены. С помощью исследования тонкой структуры плотной стали марки СП60Х2, изготовленной с применением ПМТО по разным технологическим режимам, установлено, что оптимальная степень обжатия для этой стали составляет 50%. Более высокие степени деформации не рекомендуются из-за риска образования макродефектов на образцах во время прокатки.

В работе [70] показал, что для оценки пригодности железного порошка для какой-либо конкретной цели необходимо не только определить его химический состав и распределение частиц по размерам, но также количественно определить пористую структуру его частиц (общая пора распределение объема и размера пор).

С увеличением степени легирования сталей их структура становилась все более мелкозернистой. В то же время количество карбидных фаз в их структуре росло. В стали 40Х хром присутствовал в твердом растворе в феррите и в форме карбида $(Cr, Fe)_3C$ в перлите. В сталях 70Х5 и Х12 были обнаружены более сложные карбиды; также наблюдалось изменение распределения концентрации хрома в структуре.

Отсюда следует, что легированные порошковые стали имеют хорошие физико-технологические свойства и удовлетворительную микроструктуру и характеризуются высоким дефектом кристаллической структуры. Их можно рекомендовать для изготовления конструктивных деталей методом горячейковки.

Также было проведено сравнение хода рекристаллизации при отжиге спеченных и прокатанных образцов низкоуглеродистого железа [71].

Результатом этой работы является образование мелкозернистой структуры при рекристаллизационном отжиге спеченного железа, полученного

динамическим горячим прессованием, как из-за влияния характерной структуры таких материалов на процесс рекристаллизации, так и из-за присутствия нерастворимых включений и пор и внутри частицы.

В работе [72] приведены исследования формирования структуры горячедеформированных порошковых углеродистых сталей с углеродсодержащими добавками, происходящее в результате комплексного влияния различных факторов, связанных с составом шихты, параметрами ее приготовления, условиями формования и спекания заготовок, а также характеристиками железного порошка, на структуру, механические и трибологические свойства этих сталей.

е) Повышение плотности формовок

Каждый способ улучшения свойств порошковых сталей имеет свои преимущества и недостатки. Метод легирования хорош, но с использованием дорогих легирующих элементов. Добавление наноразмерных частиц является дорогостоящим, кроме этого возникает проблема однородности их распределения в основном материале, для чего приходится использовать ультразвук.

Если мы берем распыленный легированный порошок, то есть вероятность столкнуться с низкой уплотняемостью и плохой формуемостью из-за повышенной твердости частиц. Если мы берем смесь порошков, то она не всегда равномерна.

Термическая и горячая обработка являются дополнительными операциями, которые соответствуют характеристикам продукта.

Увеличение давления при прессовании заготовок имеет предел давления, выше которого наблюдается расслоение.

Переход к бимодальному составу, когда мелкая фракция занимает места в порах между частицами крупной фракции, позволяет решить задачу повышения насыпной плотности и соответственно плотности после формования, но и в этом случае возникает ряд проблем. Если в качестве мелкой фракции выступает порошок легирующего металла или сплава, то при заданном содержании

легирующего элемента количество частиц этой фракции может оказаться либо недостаточным для максимально возможного заполнения пор, либо избыточным.

Перспективным является повышение плотности формовок за счет бидисперсных смесей для основы материала. Работы со смесями распыленного порошка ПЖРВ и карбонильного порошка марки Р10 были проведены, однако в них увеличения плотности не достигли потому, что Р10, фактически представляя собой слоистые структуры из феррита и цементита, имеет твердость, близкую к твердости цементита [73, 74].

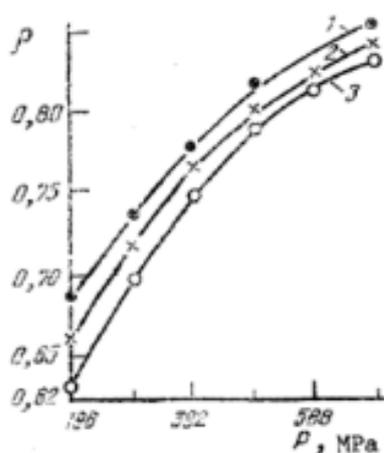


Рисунок 1.1. Изменение относительной плотности образца ρ с давлением прессования P .

1- 99 ПЖРВ 2.200.26 + 1 стеарат цинка; 2- (96 ПЖРВ 2.200.26 + 3 Р-10 + 1 стеарат цинка); 3- (89 ПЖРВ 2.200.26 + 10 Р-10 + 1 стеарат цинка).

Однако в настоящее время на отечественном рынке имеются карбонильные железные порошки серии ВК, которые подвергаются дополнительному отжигу, что снижает содержание углерода в частицах и, соответственно, повышает их пластичность.

1.2. Карбонильные железные порошки на рынке Российской Федерации

С 50-х годов прошлого века на рынке СССР и затем Российской Федерации карбонильные порошки железа были представлены только продукцией для радиотехнической промышленности (порошки серии Р и РС). Однако, как было показано в предыдущем разделе порошки серии Р не подходят для решения задачи повышения плотности формовок на основе других порошков железа. Появившиеся недавно карбонильные железные порошки серии ВК, которые по информации от их производителя, проходят дополнительный обезуглероживающий отжиг, представляются весьма перспективными.

В настоящее время в ассортимент карбонильных порошков железа включаются следующие марки НК, НК -1, НК-2, Р-10, Р-20, Р-100Ф-1, Р-100Ф-2 и ВК, ВК-1, ВК-2. ООО «Синтез-ПКЖ» (1 Восточное шоссе, Восточный промрайон, Дзержинск, Нижний Новгород, Россия, 606000) является единственным в СНГ производителем порошков карбонильного железа.

Порошки серии НК представляют собой невосстановленные частицы, которые имеет в своем составе не менее 97 % масс. основного вещества (металлического железа), углерода до 1,2 % масс., азота до 0,9 % масс. и кислорода до 0,7 % масс., которые находятся соответственно в виде карбидов, нитридов и оксидов.

Физико-химический состав порошков карбонильного железа приведен в таблице 1.1.

Таблица 1.1. Физико-химический состав порошков карбонильного железа.

Марка железа	Массовая доля, %					Сред. размер частиц, мкм
	С	N	О	Fe	Р	
Р-10	0,8-1,2	0,7-1,0	0,8-1,2	97,70-96,60	-	3,5
Р-20	0,7-0,9	0,6-0,9	0,8-1,2	97,90-97,00	-	2,5
Р-100Ф-1	-	0,7-1,2	0,8-1,2	97,65-96,45	0,05-0,15	1,3
Р-100Ф-2	0,8-1,0	0,7-1,2	0,8-1,2	97,65-96,45	0,05-0,15	1,5

Состав и свойства железа карбонильного восстановленного регламентируются ТУ 2436-005-74439740-14. Карбонильное восстановленное железо выпускают следующих марок: ВК, ВК-1, ВК-2, ВК-3.

Физико-химический состав порошков восстановленного карбонильного железа приведен в таблице 1.2.

Таблица 1.2. Физико-химический состав порошков восстановленного карбонильного железа.

Марка	Массовая доля, %					Сред. размер частиц, мкм
	С	N	О	S	Fe	
ВК	0,02 - 0,1	0,02	–	0,005	Остальн.	8
ВК-1	0,02 - 0,1	0,02	0,3	0,005	Остальн.	8
ВК-2	0,02 - 0,1	0,02	0,3	0,005	Остальн.	9
ВК-3	0,02 - 0,1	0,02	0,2 - 0,5	0,005	Остальн.	9

Из таблицы 1.2 очевидно, что порошки карбонильного восстановленного железа ВК, ВК-1, ВК-2, ВК-3 мало отличаются по своему химическому составу.

В связи с этим, для дальнейших работ выбрали карбонильный железный порошок марки ВК для использования в качестве добавки к распыленному железному порошку ПЖРВ 2.200.26 в порошковой стали 60Х2Н.

Выводы по первой главе

Проведенный анализ научно-технической литературы показал, что в настоящее время разработано много разных принципиальных подходов к повышению свойств порошковых сталей: легирование, использование наноразмерных добавок в шихту для активации процесса спекания и изменения структуры спеченных материалов, дополнительные операции в виде механической, термической и термомеханической обработки, повышение плотности на этапе формования за счет применения бифракционных смесей.

Из проанализированных данных следует, что повышение эксплуатационных свойств порошковых сталей за счет увеличения плотности после прессования и спекания при использовании комбинированной железной основы является перспективным направлением с учетом свойств железных порошков, промышленно выпускаемых в Российской Федерации.

В связи с этим целью работы является изучение возможности повышения прочностных свойств порошковой стали 60X2H за счет введения в ее железную основу карбонильного порошка с улучшенной уплотняемостью и формуемостью.

ГЛАВА 2. ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

2.1. Используемые материалы

В качестве исходных материалов в работе использовали распыленный железный порошок ПЖРВ 2.200.26, карбонильный железный порошок марок ВК и Р-10, карбонильный никелевый порошок ПНК-0ТЗ, порошки карандашного графита и феррохрома. В качестве твердых смазок при прессовании применяли стеараты железа и цинка.

2.1.1. Железные порошки

Распыленный железный порошок ПЖРВ 2.200.26 изготовлен ПАО "Северсталь" (г. Череповец) в соответствии с ТУ 14-5365-98 методом диспергирования синтетического чугуна воздухом (RZ-процесс) [75].

Карбонильный железный порошок марки ВК и изготовлен компанией "Синтез-ПКЖ", (г. Дзержинск) в соответствии с ТУ 2436-005-74439740-14 разложением пентакарбонила железа $Fe(CO)_5$ с последующим отжигом [76].

Содержание примесей в железных порошках (по данным изготовителей) приведено в таблице 2.1.

Таблица 2.1. Содержание примесей в железных порошках, % масс.

Марка порошка	C	Si	Mn	P	S	O	N	Остаток
ПЖРВ 2.200.26	≤ 0,02	≤ 0,05	≤ 0,15	≤ 0,02	≤ 0,02	≤ 0,025	-	≤ 0,25
ВК	0,02-0,1	-	-	-	0,005	0,02	-	-
Р-10	0,6-1,2					≤ 0,5	0,7-1,0	

2.1.2. Порошок никеля

Карбонильный никелевый порошок ПНК-0Т3 изготовлен АО "Кольская горно- металлургическая компания" изготовлен в соответствии с ГОСТ 9722-97 разложением тетракарбонила никеля $Ni(CO)_4$ [78].

Содержание примесей в никелевом порошке (по ГОСТ 9722-97) приведено в таблице 2.3.

Таблица 2.3. Содержание примесей в никелевом порошке, % масс.

Марка	Ni	C	Fe	Co	Si	Cu	Mg	As	S
ПНК-0Т3	>99,9	0,09	0,0015	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001

2.1.3. Порошок феррохрома

Порошок феррохрома ФХ025А изготовлен компанией АО "НЗХС" (г. Новотроицк) в соответствии с ГОСТ 4757-91 [79]. Содержание примесей в феррохромовом порошке по ГОСТ 4757-91 приведено в таблице 2.4.

Таблица 2.4. Содержание примесей в феррохромовом порошке, % масс.

Марка	Cr	C	Si	P	S	Al	Fe
ФХ025А	72,5-74	0,15-0,17	0,35	0,02	0,01	0,02	Остаток

2.1.4. Графит

Порошок карандашного графита ГК-3 изготовлен ООО ПКФ "Формула Графита" (г. Челябинск) по ГОСТ 5420-74 [80]. В соответствии со стандартом содержание зольных компонентов в нем, не более 5%, остаток на сетке 0,063мм, не более 1,0%.

2.1.5 Смазки

Для снижения внешнего и межчастичного трения при прессовании использовали порошки стератов железа (ТУ 6-09-3738-74) [81] и цинка (ТУ 6-09-17-316-96) [82].

Стеарат цинка на сегодняшний день является наиболее широко используемой в порошковой металлургии твердой смазкой, поскольку он обеспечивает наименьший коэффициент внешнего и межчастичного трения. Однако во время нагрева прессовок под температуру изотермической выдержки ZnO, являющийся продуктом разложения стеарата, не полностью удаляется из формовки.

В качестве альтернативы стеарату цинка использовали стеарат железа, оставляющий после своего термического разложения оксид железа, который при спекании заготовок в восстановительной атмосфере восстанавливается до чистого железа и перестает быть вредной примесью.

2.2. Методики проведения экспериментов

2.2.1 Методики определения свойств исходных порошков

Методика определения насыпной плотности

Насыпную плотность исходных порошков определяли в соответствии с ISO 3923-2:1981 [83] с использованием воронки с диаметром отверстия 5 мм и волюмометра.

Методика определения текучести

Текучесть исходных порошков определяли в соответствии с ISO 4490:2014 [84], с использованием воронки с отверстием диаметром 2,5 мм.

Методика определения пикнометрической плотности

Пикнометрическую плотность порошков определяли в соответствии с ГОСТ 31992.1-2012 (ISO 2811-1:2011) [85], с использованием гелиевого пикнометра AccuPyc II 1340 Micromeritics (Германия).

Этот прибор состоит из двух соединенных между собой камер, эталонной и измерительной, в каждой из которых находятся датчики температуры и давления (рисунок. 2.1).

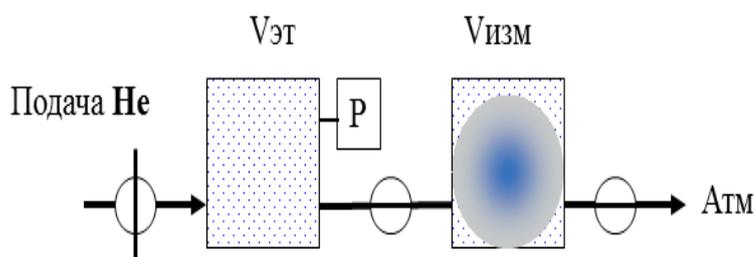


Рисунок 2.1. Принцип действия гелиевого пикнометра AccuPyc 1340, (Micromeritics, США)

Первоначально гелием заполняется эталонная камера с заранее известным объемом ($V_{эт}$), после этого открывают переключной клапан и газ перетекает в измерительную камеру, объем которой также известен ($V_{изм}$), где находится навеска порошка. По разнице объемов газа, закачанного в эталонную камеру и оставшегося в измерительной камере, оценивают суммарный объем частиц порошка и рассчитывают его плотность.

Методика определения уплотняемости

Для определения уплотняемости порошков использовали двустороннее прессование в цилиндрической пресс-форме при давлениях прессования в 200,

400, 500, 600, 700 и 800 МПа по методике стандарта ISO 3927:2017 [86]. Схема прессования и извлечения прессовки приведена на рисунке 2.2 [87].

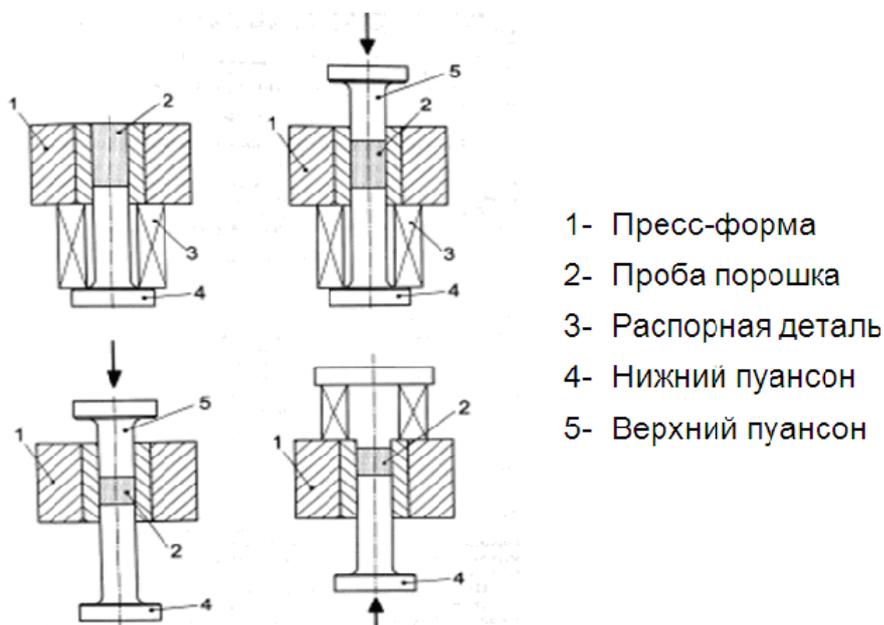


Рисунок 2.2. Схема прессования и извлечения прессовки

Методика определения гранулометрического состава

Гранулометрический состав определяли для исходных металлических порошков, а также их смесей.

Гранулометрический состав определяли ГОСТ Р8.777-2011 [88] на универсальном лазерном приборе измерения размера частиц ANALYSETTE 22 MicroTec plus (компания FRITSCHE, ФРГ), оснащенном блоком диспергирования в жидкой среде и в воздухе (рисунок 2.3). Данный прибор имеет исключительно широкий диапазон измерений от 0,08 до 2000 мкм и высочайшую точность измерения.



Рисунок 2.3 Лазерный анализатор частиц Fritsch Analysette 22 microtec plus (FRITSCH, ФРГ).

Лазерная дифракция (лазерное рассеяние) является сегодня самой эффективной технологией, когда речь идет об определении размера частиц в широком диапазоне измерений от примерно 10 нм до нескольких миллиметров. При этом пробы диспергируются либо сухим способом в виде порошка в струе воздуха, либо в виде жидкой суспензии в закрытом контуре. Измерение производится с использованием двух полупроводниковых лазеров: с излучением зеленого цвета (измерение мелких частиц) и с инфракрасным излучением (измерение крупных частиц).

Технические характеристики прибора Fritsch Analysette 22 MicroTec Plus (FRITSCH, ФРГ) представлены в таблице 2.5.

Учитывая плотности исходных порошков и их природу, диспергирование исходных проб проводили в жидкости с использованием соответствующего блока установки.

Таблица 2.5. Технические характеристики прибора Fritsch Analysette 22 MicroTec Plus (FRITSCH, ФРГ)

Диапазон измерений	0,08 - 2000 мкм
Поддиапазоны:	0,08-45 мкм, 15-2000 мкм, 0,08-2000 мкм;
Два полупроводниковых лазера:	
- Зеленый	длина волны - 532 нм, 7 мВт
- ИК	длина волны - 940 нм, 9 мВт

2.2.2 Методики получения спеченных образцов

Смешивание

Смешивание исходных смесей приводили в лабораторном двухконусном смесителе и смесителе типа "Турбула", который представлен на рисунке 2.4.



Рисунок 2.4. Смеситель типа "Турбула"

Для изучения влияния добавок карбонильного порошка ВК на формуемость и уплотняемость распыленного порошка ПЖРВ 2.200.26 готовили модельные смеси, состав которых приведен в таблице 2.6.

Таблица 2.6. Состав смесей для модельных экспериментов, % масс.

Смесь	ПЖРВ 2.200.26	ВК
1	95	5
2	90	10
3	85	15
4	80	20

Шихты исходных порошков для исследования порошковой стали 60X2H вне зависимости от соотношения распыленного и карбонильного железных порошков включали в себя никель 1 %, феррохром ФХ025А 2,6 %, графит 0,6 %, остальное железо.

Прессование

Для оценки уплотняемости смесей образцы прессовали в цилиндрической стальной пресс-форме диаметром 11,5 мм на лабораторном ручном гидравлическом прессе П-50 при диапазоне давлений от 200 до 800 МПа.

Прессование смесей для получения образцов для испытаний при изгибе, растяжение, определения твердости, микроскопических исследований структуры проводили на гидравлическом прессе LabEcon 600 с электроприводом нагнетательного насоса при давлениях 700 МПа. Использовали разборные прямоугольные пресс-формы с размерами засыпных полостей 42 x 6 x 6 мм (образцы для испытания прочности при изгибе) и 70 x 10 x 5 мм (образцы для испытаний прочности при растяжении).

Спекание

Спекание модельных образцов стали 60Х2Н для определения прочности и исследования микроструктуры проводили в вакуумной камерной печи в среде аргона при 1300 °С в течение 120 минут.

Спекание образцов стали 60Х2Н для определения механических характеристик и исследования микроструктуры проводили в две стадии.

- Первую стадию спекания проводили в лабораторной трубчатой печи (рисунок 2.5) с нагревателями из SiC в среде водорода при температуре 1000 °С в течение 60 минут для удаления твердой смазки, восстановления поверхностных оксидов и формирования первичной спеченной структуры.



Рисунок 2.5. Стенд лабораторных трубчатых печей с вытяжкой

- Вторую стадию спекания проводили в высокотемпературной вакуумной печи "ВСл-16-22-У" производства фирмы "ВакЭТО" (Россия) в вакууме или аргоне при температуре 1300 °С в течение 120 минут.

Вакуумная электропечь ВСл-16-22-У предназначена для проведения экспериментальных, лабораторных и опытно-промышленных термических

процессов в вакууме или среде защитных (нейтральных или восстановительных) газов при температурах до 2200 °С.



Рисунок 2.6. Высокотемпературная вакуумная печь ВСл-16-22-У.

Горячая прокатка спеченных материалов

Горячую прокатку спеченных материалов приводили в режиме одного прохода при температуре 900 °С на электромеханических вальцах модели Chinetti LB120VS со степенью обжатия 5 % с последующим отжигом при 900 °С в водороде в течение 15 мин для снятия остаточных напряжений образцов [89, 90].

Вальцы предназначены для получения листовых и профильных заготовок путем холодной прокатки.

Технические характеристики:

Электропитание - 380 В.

Скорость прокатки – 15 - 35 об/мин

Потребляемая мощность - 1,1кВт.

Диаметр валов - 65 мм.

Длина рабочей части - 120 мм.

Максимальный развод валов – 6,5 мм.

Твердость поверхности валов – 58 - 62 HRC.

Габариты Д x Ш x В – 465 x 350 x 500 мм. Вес - 88 кг.

Термообработка спеченных материалов

Термообработку обычно проводят при наличии полиморфных вращений в сплаве, изменении растворимости одного компонента в другом с изменением температуры в твердом состоянии.

В порошковых конструкционных сталях необходимо учитывать влияние пористости, снижающей теплопроводность, степень переохлаждения аустенита и прокаливаемость. Это вызывает необходимость повышения температуры основных технологических операций или использования более активных охлаждающих сред при их термообработке.

Легирование порошковых углеродистых сталей никелем и хромом понижает температуру мартенситного превращения, значительно повышает устойчивость аустенита.

В данной работе термообработка включала в себя закалку и отпуск.

Нагрев под термообработку проводили в защитной среде, формировавшейся углеродсодержащей засыпкой. Температура нагрева под закалку низколегированных порошковых сталей превышает температуру точки A_{c3} на 60 – 80 °С. В качестве закалочной среды использовали воду [91].

Режимы закалки и отпуска зависят от химического состава и пористости порошковой стали, поэтому, исходя из данных [92, 93, 94], выбрали следующие

режимы закалки и отпуска, соответственно: нагрев до температуры 850 °С с выдержкой 15 минут и охлаждением в воду; нагрев до 300 °С с выдержкой 45 минут и охлаждением на воздухе.

2.2.3 Методики определения свойств прессовок и спеченных материалов

Прочность при изгибе

Испытания при изгибе неспеченных прессовок и спеченных заготовок проводили в соответствии с ISO 3325-75 [95] на универсальной испытательной сервогидравлической машине марки LF – 100кН фирмы "Walter +BaiAG" (Швейцария). Использовали схему трехточечного изгиба.

Прочность при растяжении

Испытания при растяжении осуществляли в соответствии с ISO 2740-86 [96] на универсальной машине для механических испытаний "LF-100KN" со скоростью нагружения 10 мм/мин.

Твердость

Твердость определяли по методике Бриннеля и Роквелла в соответствии с ISO 6506-1:2014 [97] и ISO 6508-86 [98]. В качестве значения HB, HRC, HRV принимали среднее арифметическое значение из серии пяти параллельных измерений.

- Твердость по Бриннелю определяли по шкале В на твердомере ТОЧПРИБОР (Россия) при нагрузке 1839 Н, время под нагрузкой 10 с. Индентор – стальной шарик, диаметр 1,5875 мм.

- Твердость по Роквеллу определяли по шкале С на приборе ТОЧПРИБОР при нагрузке 1471 Н, время под нагрузкой 10 с (индентор – стандартная алмазная

пирамидка), и по шкале В при нагрузке 980,7 Н, время под нагрузкой 10 с (индентор – стальной закаленный шарик диаметром 1,588 мм).

Микротвердость частиц порошков ПЖРВ и ВК в спеченных образцах определяли с помощью прибора Nano-Hardness Tester фирмы CSM (Швейцария). Этот прибор позволяет проводить индентирование той области, которая была выбрана при наблюдении в оптический микроскоп, при точности позиционирования значительно меньше микрона [99].

Нанотвердомер конструктивно объединяет прецизионный твердомер и оптический микроскоп, которые используют один и тот же предметный столик с программируемым цифровым моторизованным приводом. Процесс перемещения в горизонтальной плоскости (позиционирование) и в вертикальной плоскости (измерение) управляются персональным компьютером с использованием прецизионных датчиков и программного обеспечения с весьма высокой точностью. Технические характеристики прибора Nano-Hardness Tester приведены в таблице 2.6.

Таблица 2.6. Технические характеристики прибора Nano-Hardness Tester

Нагрузка(min/max)	0.1 - 300 мН
Глубина проникновения индентора (min/max)	30 нм - 500 мкм
Погрешность вертикального позиционирования индентора	0.3 нм
Шаг горизонтального позиционирования предметного столика	250 нм

Оптическая микроскопия

Для первичного выявления основных особенностей структуры модельных материалов ПЖРВ-ВК и порошковой стали использовали оптический микроскоп НЕОРНОТ-21 фирмы "CARL ZEISS JENA" (ГДР) при увеличениях в диапазоне 20-1000 [100]. Шлифы готовили согласно ГОСТ 1778-70 [101]. Для

предотвращения завалов и скалывания кромок микрошлифы заливались эпоксидной смолой, которая характеризуется малой усадкой, достаточной твердостью и хорошей сцепляемостью с металлом, что необходимо для сохранения кромок шлифа. Исследования выполнялись на нетравленных и травленных микрошлифах. Травление осуществляли 5%-ным раствором азотной кислоты в этиловом спирте.

Электронная микроскопия

Подробно структуру спеченных материалов исследовали методом сканирующей (растровой) электронной микроскопии на микроскопе S-3400N фирмы Hitachi, оснащенным рентгеновским энерго-дисперсионным спектрометром NORAN, с помощью которого проводили локальный микрорентгеноспектральный анализ. Разрешающая способность данного электронного микроскопа составляет 10 нм. Структуры исследовали проводилось при увеличениях от 85 до 4000 крат при ускоряющем напряжении 20 кВ. На рисунке 2.7 представлен сканирующий электронный микроскоп S-3400N.

Для фрактографического исследования с целью определения механизма микроразрушения, а также характер разрушения порошковых углеродистых сталей использовали изломы образцов. Это исследование проводили на том же электронном микроскопе.



Рисунок 2.7. Сканирующий электронный микроскоп S-3400N

Рентгеноструктурный фазовый анализ

Рентгенофазовый анализ [102], в задачу которого входит определение количественного содержания отдельных фаз в многофазовых поликристаллических материалах, основан на зависимости интенсивности дифракционных максимумов (отражений) от содержания определяемой фазы. С увеличением содержания той или иной фазы интенсивность ее отражений увеличивается.

В данной работе анализ проводился на рентгенофазовом дифрактометре ДРОН-2 со следующими характеристиками:

- диапазон углов поворота блока дифракции детектирования - $100...168^\circ$;
- минимальный шаг перемещения блока детектирования $0,001^\circ$;
- допустимое соединение блока детектирования от заданного угла поворота $\pm 0,015^\circ$;

- транспортная скорость гониометра 820°/мин;
- основная аппаратная погрешность измерения счета импульсов рентгеновского измерения не более 0,4%.

Съемка проводилась с поверхностей, получаемых послойным снятием с шагом 100 мкм, используя электролитическое полирование в растворе содержащем мл: ортофосфорной кислоты – 450; хромового ангидрида – 50; серной кислоты – 50.

Математический расчет значения истинного физического уширения линии рентгенограммы производится с помощью персонального компьютера марки IBM РХ.

Определение удельного электросопротивления прессовок

Удельное электросопротивление - физическая величина, характеризующая способность материала препятствовать прохождению электрического тока.

Величина удельного электросопротивления порошковых материалов будет связана не только с общей пористостью (относительной плотностью) образцов, но и с характером контактов между частицами, а также толщиной оксидных пленок на их поверхностях.

Удельного электросопротивление спрессованных заготовок из модельных смесей железных порошков ПЖРВ и ВК определяли для оценки степени развитости контактов между частицами распыленного железа.

Удельное электросопротивление определяли по формуле:

$$\rho = \frac{R \cdot S}{l}$$

где: - ρ – удельное электросопротивление [Ом. мм²/м]

- R – электросопротивление [Ом]

- S – площадь поперечного сечения образца [мм^2]

- l – длина образца [м].

Прессовки для этого эксперимента изготавливали по той же методике, что и прессовки для определения прочности при изгибе. Для определения их сопротивлений использовали многофункциональный прибор с цепью измерения малых сопротивлений по четырехпроводной схеме DT-5302 (рисунок 2.8).

Многофункциональный прибор DT-5302 сочетает в себе функции миллиметра, мегомметра, вольтметра, амперметра, а также позволяет проверять диоды и проверять целостность цепи ("прозвонку").



Рисунок 2.8. Измеритель малого сопротивления и мультиметр DT-5302.

Технические характеристики его представлены в таблице 2.6.

Таблица 2.6. Технические характеристики прибора DT-5302.

Параметр	Маск. предел	Погрешность	Дискретн.
Напряжение постоянного тока	400 мВ	$\pm (1\% + 5 \text{ е.м.р.})$	0,1 мВ
	4 В		1 мВ
	40 В		0,01 В
	400 В		0,1 В
	1000 В		1 В
Напряжение переменного тока	400 мВ	$\pm (1,2\% + 10 \text{ е.м.р.})$	0,1 мВ
	4 В		1 мВ
	40 В		0,01 В
	400 В		0,1 В
	1000 В		1 В
Сила постоянного/ переменного тока	400 мкА	$\pm (1,5\% + 5 \text{ е.м.р.})$	0,1 мкА
	4000 мкА		1 мкА
	40 мА		0,01 мА
	400 мА		0,1 мА
Сопротивление	400 Ом	$\pm (1\% + 4 \text{ е.м.р.})$	0,1 Ом
	4 кОм	$\pm (1,5\% + 2 \text{ е.м.р.})$	1 Ом
	40 кОм		10 Ом
	400 кОм	$\pm (2,5\% + 3 \text{ е.м.р.})$	100 Ом
	4 МОм		1к Ом
	40 МОм		10 кОм
Малое сопротивление [тестовый ток]	400 мОм [200мА]	$\pm (1\% + 10 \text{ е.м.р.})$	0,1 мОм
	4 МОм	$\pm (1\% + 5 \text{ е.м.р.})$	1 мОм
	40 МОм		0,01 Ом
Емкость	4 нФ	$\pm (5\% + 50 \text{ пФ})$	1 пФ
	40 нФ	$\pm (5\% + 20 \text{ е.м.р.})$	10 пФ
	400 нФ	$\pm (3\% + 10 \text{ е.м.р.})$	0,1 нФ
	4 мкФ		1 нФ
	40 мкФ	$\pm (4\% + 10 \text{ е.м.р.})$	10 нФ
	400 мкФ		0,1 нФ
	4 мФ		1 мкФ
	40 мФ	$\pm (10\% + 10 \text{ е.м.р.})$	10 мкФ
Проверка целостности участка цепи			
Пороговое сопротивление			30 Ом

Выводы по второй главе

В главе 2 описаны исходные порошки, использовавшиеся в работе, рассмотрены основные технологические приемы изготовления модельных материалов из смесей железных порошков и порошковой стали 60Х2Н, а также методики определения основных свойств исходных порошков и консолидированных порошковых материалов. Представлены основные характеристики использованного технологического и исследовательского оборудования, приведена необходимая формула.

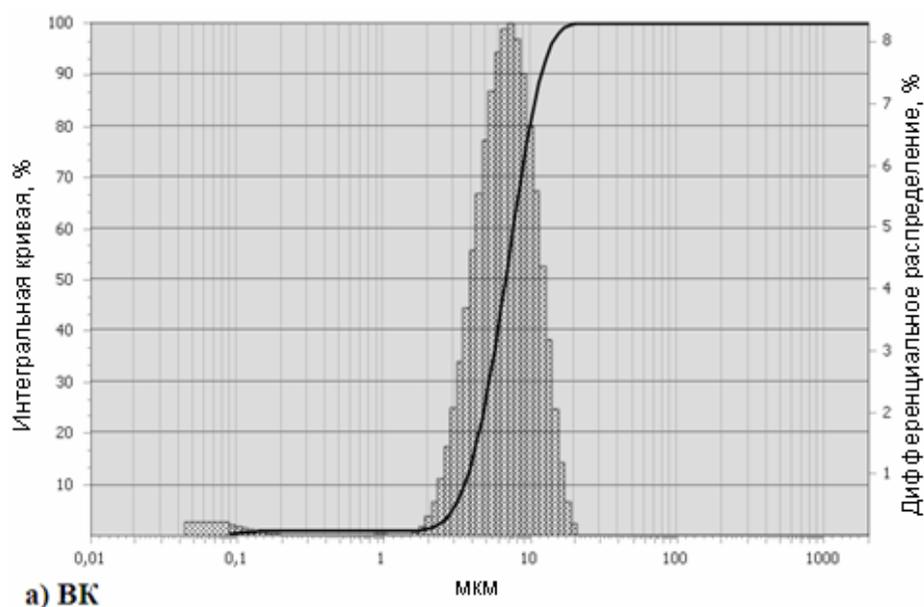
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ МОДЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ СМЕСЕЙ РАСПЫЛЕННОГО И КАРБОНИЛЬНОГО ЖЕЛЕЗНЫХ ПОРОШКОВ

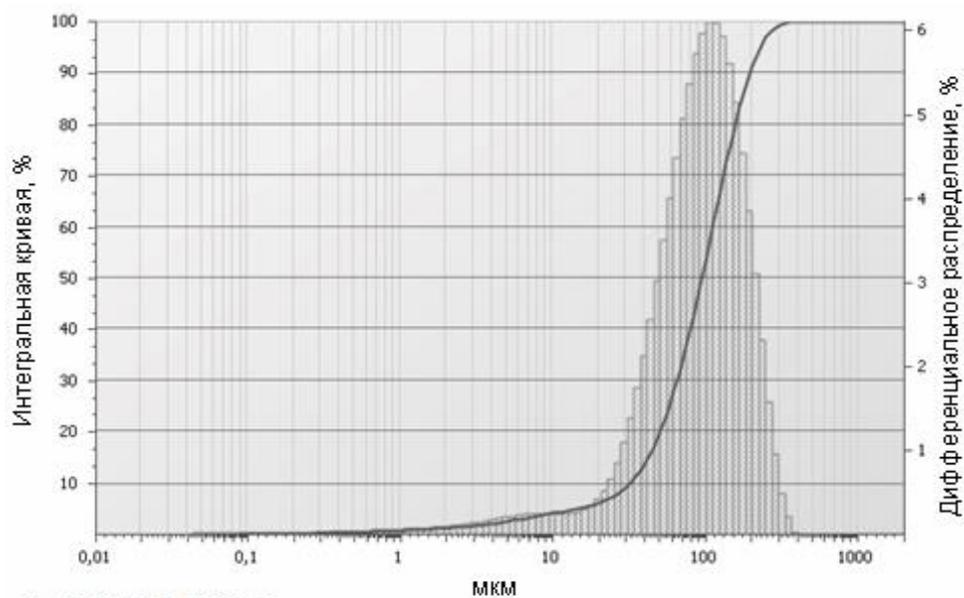
3.1. Физические и технологические свойства железных порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК

Насыпная и пикнометрическая плотности, а также текучесть исходных железных порошков приведены в таблице 3.1. Гранулометрические составы этих порошков в виде частных распределений и интегральных кривых "по минусу" приведены на рисунке 3.1.

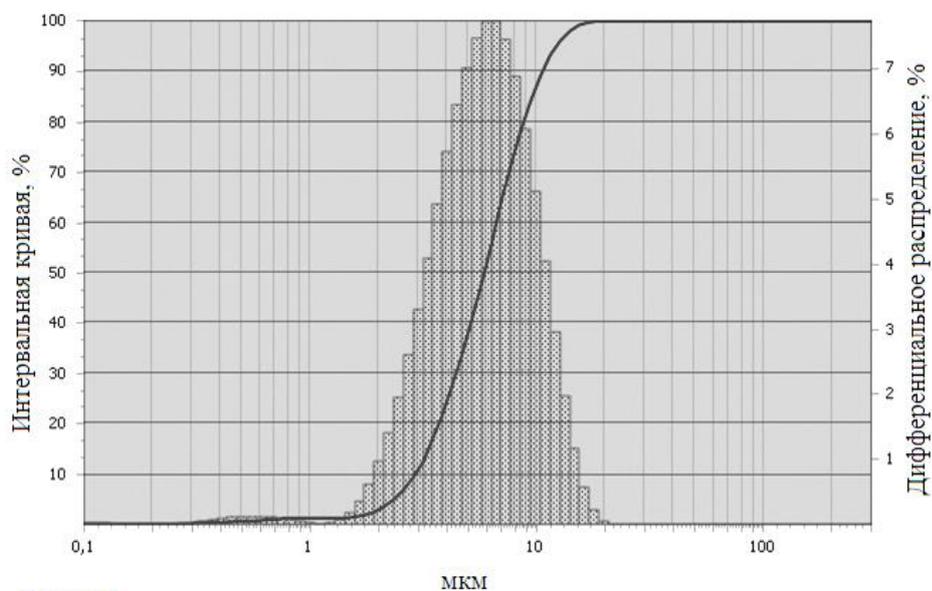
Таблица 3.1. Физические и технологические свойства исходных железных
порошков

Порошок	Насыпная плотность, г/см ³	Пикнометрическая плотность, г/см ³	Текучесть, с
ПЖРВ 2.200.26	2,5 ± 0,01	7,72 ± 0,01	48,1 ± 0,2
ВК	3,4 ± 0,02	7,85 ± 0,01	Не течет
P-10	3,1 ± 0,02	7,82 ± 0,01	Не течет





б) ПЖРВ 2.200.26



в) Р-10

Рисунок 3.1. Гранулометрические составы исходных порошков:

а- ВК, б- ПЖРВ 2.200.26, в- Р-10

Зависимости относительной плотности прессовок из чистых железных порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК приведены на рисунке 3.2.

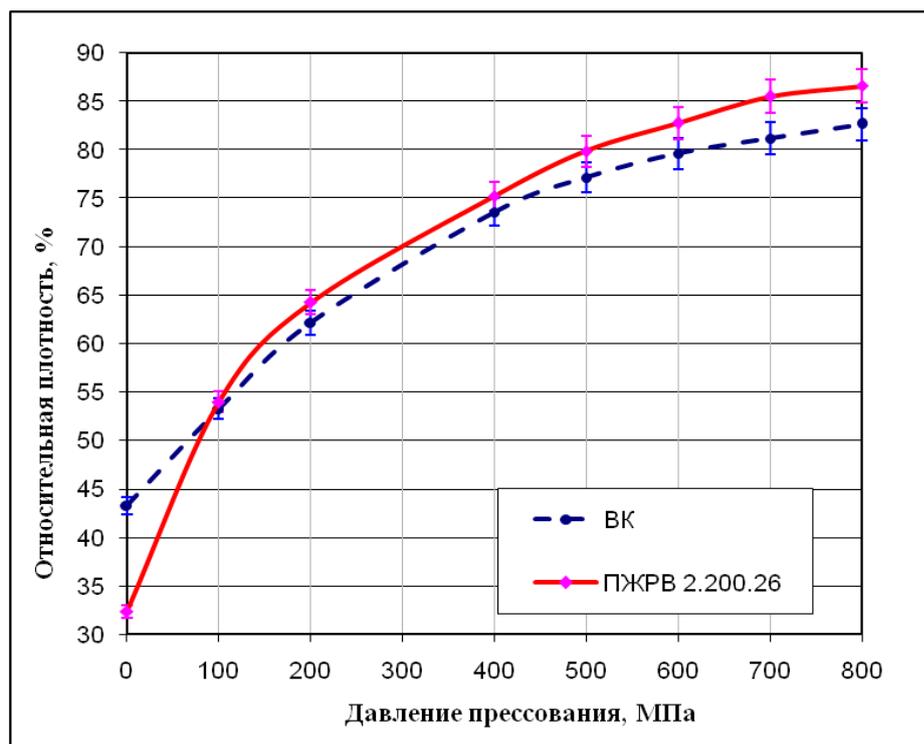


Рисунок 3.2. Зависимость относительной плотности прессовок из порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК от давления прессования.

Из рисунка 3.2 видно, что оба порошка имеют широкий диапазон формуемости с нижними пределами формуемости на уровне 100 МПа и хорошую уплотняемость в использованном диапазоне давлений, о чем свидетельствует показатель прессования логарифмического уравнения М.Ю. Бальшина 4,4 для ПЖРВ 2.200.26 и 5,4 для ВК. При этом более низкая скорость уплотнения карбонильного порошка ВК обусловлена значительно меньшим средним размером его частиц и соответственно большим межчастичным трением.

3.2. Уплотняемость смесей железных порошков

Насыпные, относительные насыпные и аддитивные плотности использованных смесей железных порошков ПЖРВ 2.200.26 + ВК и чистого порошка ПЖРВ 2.200.26 (для сравнения) приведены в таблице 3.2.

Из таблицы 3.2 видно, что добавление порошка ВК существенно увеличивает насыпную и, соответственно, относительную насыпную плотность

смесей. Прирост плотности значительно превышает среднеквадратические отклонения опытов.

Таблица 3.2. Используемые материалы, химические составы смесей и их плотности.

Смесь	Насыпная плотность, г/см ³	Аддитивная плотность, г/см ³	Относительная насыпная плотность, %
ПЖРВ 2.200.26	2,5 ± 0,1	7,72 ± 0,01	48,1 ± 0,2
95 % ПЖРВ + 5 % ВК	2,6 ± 0,1	7,72 ± 0,01	33,7 ± 0,2
90% ПЖРВ + 10 % ВК	2,7 ± 0,1	7,73 ± 0,01	34,9 ± 0,2
85 % ПЖРВ + 15 % ВК	2,9 ± 0,1	7,74 ± 0,01	37,5 ± 0,2
80 % ПЖРВ + 20 % ВК	3,1 ± 0,1	7,74 ± 0,01	41,0 ± 0,2

Результаты исследования уплотняемости смесей приведены в таблице 3.3. Там же (для сравнения) приведены данные для чистого порошка ПЖРВ 2.200.26 .

Приведенные результаты показывают положительное влияние добавок карбонильного порошка на плотность прессовок во всем интервале давлений за счет заполнения мелкими частицами пор между крупными.

Некоторое снижение относительной плотности при 800 МПа у смеси ПЖРВ + 20 % ВК можно связать с большим упругим последствием в совокупности частиц с увеличенным числом контактов между ними.

Подтверждением преимущественного расположения частиц карбонильного железа в порах между частицами распыленного железа может служить структура неспеченной прессовки состава ПЖРВ 2.200.26 + 15 % ВК, спрессованной при давлении 200 МПа (рисунок 3.3).

Таблица 3.3. Относительные плотности (%) смесей железных порошков при разных давлениях прессования

Материал	Давление прессования, МПа						
	0 *	200	400	500	600	700	800
ПЖРВ 2.200.26	32,9 ± 0,1	63,4 ± 0,1	75,0 ± 0,5	80,5 ± 0,5	83,0 ± 0,6	85,4 ± 0,6	86,5 ± 0,1
ПЖРВ + 5 % ВК	33,7 ± 0,1	66,0 ± 0,5	76,7 ± 0,5	80,6 ± 0,5	82,7 ± 0,1	85,6 ± 0,1	88,3 ± 0,2
ПЖРВ + 10 % ВК	34,9 ± 0,2	67,5 ± 0,3	75,2 ± 0,3	81,2 ± 0,2	84,1 ± 0,3	86,6 ± 0,1	88,5 ± 0,1
ПЖРВ + 15 % ВК	37,5 ± 0,1	69,7 ± 0,6	79,8 ± 0,3	83,4 ± 0,3	85,6 ± 0,5	88,1 ± 0,2	91,0 ± 0,1
ПЖРВ + 20 % ВК	40,0 ± 0,1	70,7 ± 0,2	79,5 ± 0,1	82,6 ± 0,1	85,0 ± 0,3	86,6 ± 0,2	89,2 ± 0,1

* Относительная плотность при нулевом давлении прессования – относительная насыпная плотность смеси или чистого порошка ПЖРВ 2.200.26.

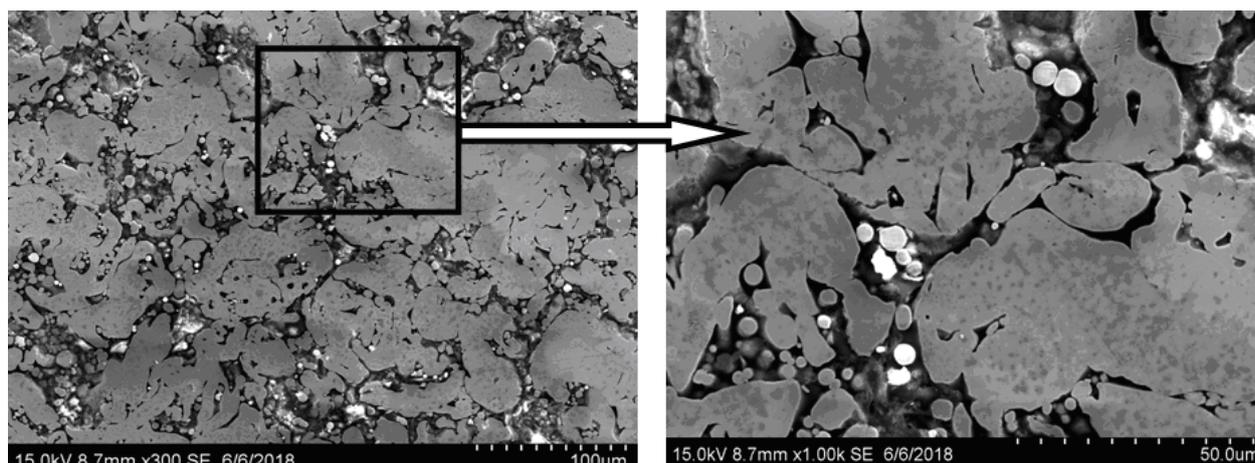


Рисунок 3.3. Структура неспеченной прессовки ПЖРВ 2.200.26 + 15 % ВК, спрессованной при давлении 200 МПа.

Влияние твердых смазок (графита, стеаратов цинка и железа) на уплотнение смесей распыленного и карбонильного железных порошков исследовано на составе ПЖРВ 2.200.26 + 15% ВК. Результаты представлены в таблице 3.4.

Из данных таблицы 3.4 следует, что переход с одной твердой смазки на другую не оказывает существенного влияния на уплотняемость соответствующей смеси при высоких давлениях прессования, поскольку все различия не превышают ошибки эксперимента.

Таблица 3.4. Относительные плотности смеси ПЖРВ 2.200.26 + 15 % ВК с различными смазками при различных давлениях прессования

Материал	Давление прессования, МПа					
	200	400	500	600	700	800
ПЖРВ + 15 % ВК + 1 % стеарата железа	76,5 ± 0,1	84,0 ± 0,1	85,8 ± 0,7	87,9 ± 0,1	89,2 ± 0,1	90,0 ± 0,4
ПЖРВ + 15 % ВК + 1 % стеарата цинка	76,9 ± 0,1	84,9 ± 0,1	87,6 ± 0,2	89,4 ± 0,1	90,4 ± 0,2	92,1 ± 0,3
ПЖРВ + 15% ВК + 1 % графита	72,3 ± 0,3	82,1 ± 0,5	86,3 ± 0,2	88,1 ± 0,3	89,4± 0,2	91,0 ± 0,3
ПЖРВ +15 % ВК + 1 % графита + 1 % стеарата цинка	77,2 ± 0,3	84,6 ± 0,1	86,5 ± 0,2	88,0 ± 0,1	89,0 ± 0,1	90,0 ± 0,3

Поскольку упомянутые в обзоре литературы эксперименты со смесями, содержащими карбонильный порошок Р-10, проводили с использованием распыленного порошка ПЖРВ 2.200.26 [103], полученного по WP-технологии на Броварском заводе порошковой металлургии, нами был проведен ряд экспериментов сравнения на смесях порошка ПЖРВ 2.200.26 производства ПАО "Северсталь" с карбонильным железным порошком Р-10.

Насыпные, аддитивные и относительные насыпные плотности использованных смесей железных порошков ПЖРВ 2.200.26 + Р-10, ПЖРВ 2.200.26 + 15 % Р-10 и чистого порошка ПЖРВ 2.200.26 (для сравнения) приведены в таблице 3.5.

Из таблицы 3.5 видно, что добавление порошка Р-10 ожидаемо повышает насыпную и, соответственно, относительную насыпную плотность смесей, как и добавление порошка ВК.

Результаты исследования уплотняемости смесей ПЖРВ 2.200.26 и Р-10 приведены на рисунке 3.4. Там же (для сравнения) приведены данные для чистого порошка ПЖРВ 2.200.26 и смеси 85% ПЖРВ 2.200.26 + 15% ВК.

Из рисунка 3.4 видно, что при малых давлениях прессования прессовки из смесей ПЖРВ + Р-10 имеют большую относительную плотность по сравнению с чистым распыленным порошком, что может быть следствием большей

относительной насыпной плотности. Однако при средних и больших давлениях относительная плотность прессовок из этих смесей становится меньше относительной плотности ПЖРВ 2.200.26 из-за повышенной твердости частиц Р-10, что на качественном уровне соответствует данным работы [73].

Таблица 3.5. Характеристики смесей порошка ПЖРВ 2.200.26 с порошком Р-10

Материал	Насыпная плотность, г/см ³	Аддитивная плотность, г/см ³	Относительная насыпная плотность, %
ПЖРВ 2.200.26	2,52 ± 0,1	–	32,3 ± 0,2
ПЖРВ + 5 % Р-10	2,56 ± 0,05	7,72 ± 0,01	34,4 ± 0,1
ПЖРВ + 15 % Р-10	2,74 ± 0,05	7,73 ± 0,01	38,2 ± 0,1

Если оценивать результаты на количественном уровне, то важным следствием проведенных экспериментов является более высокая уплотняемость современных российских распыленных порошков серии ПЖРВ 2.200.хх.

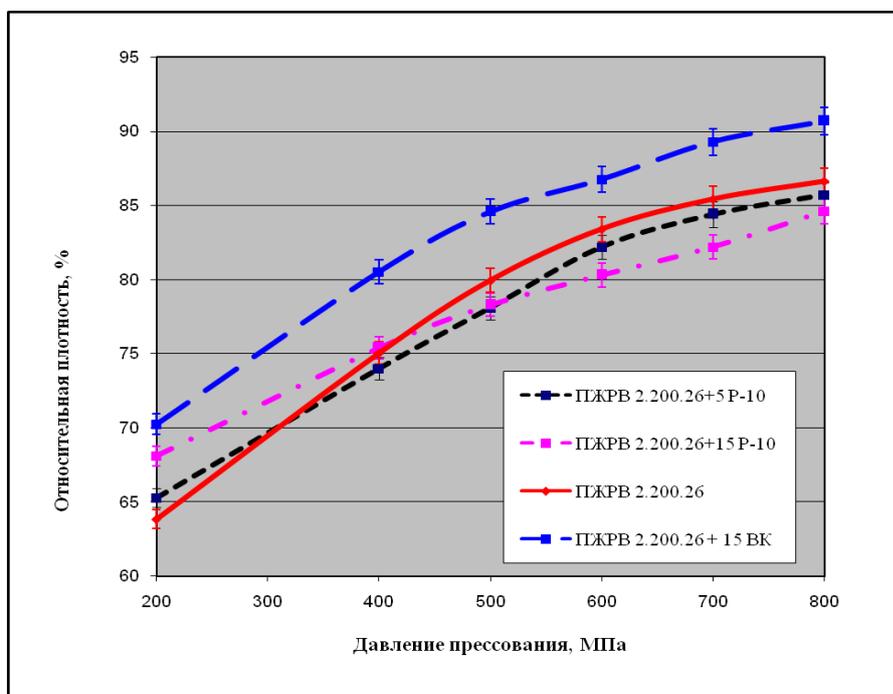


Рисунок 3.4. Зависимость относительной плотности прессовок ПЖРВ + ВК и ПЖРВ + Р-10 от давления прессования

3.3. Прочность неспеченных образцов

Влияние добавок порошка карбонильного железа на прочность неспеченных прессовок на основе порошка ПЖРВ 2.200.26 оценивали по величине прочности при трехточечном изгибе.

Результаты испытаний представлены в таблице 3.5. Снижение прочности при изгибе неспеченных прессовок с увеличением содержания карбонильного железа в смеси можно объяснить тем, что частицы этого порошка, уменьшая объем порового пространства, препятствуют пластической деформации частиц распыленного железа, которая протекает, в том числе, и за счет перемещения части их объема в поры (рисунок 3.5).

Таблица 3.5. Прочность при изгибе σ_u спрессованных образцов

Материал	σ_u , МПа
ПЖРВ 2.200.26	$46 \pm 4,0$
ПЖРВ + 5 % ВК	$35 \pm 3,5$
ПЖРВ + 10 % ВК	$33 \pm 2,9$
ПЖРВ + 15 % ВК	$32 \pm 2,7$

Из-за тормозящего действия частиц порошка ВК суммарная площадь контактов между частицами порошка ПЖРВ уменьшается, и тем сильнее, чем выше содержание карбонильного железа. В свою очередь уменьшение суммарной контактной поверхности приводит к снижению прочности.

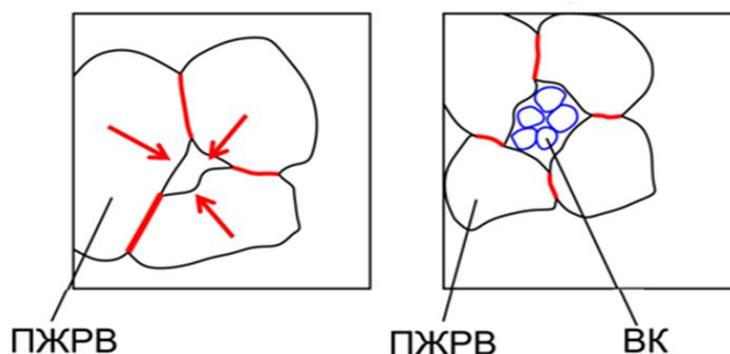


Рисунок 3.5. Схема торможения пластической деформации частиц ПЖРВ частицами ВК

3.4. Определение удельного электросопротивления прессовок из смесей распыленного и карбонильного железных порошков

Эксперименты проводили с целью подтверждения предположения об уменьшении суммарной площади контактов между частицами распыленного железа при увеличении содержания в смесях карбонильного железа.

Образцы для определения удельного сопротивления изготавливали по той же методике, что и образцы для испытаний при изгибе. Для устранения влияния переходных сопротивлений в местах контакта образцов с наконечниками щупов прибора к торцам образцов припаивали медные проводники. Внешний вид образцов приведен на рисунке 3.5.

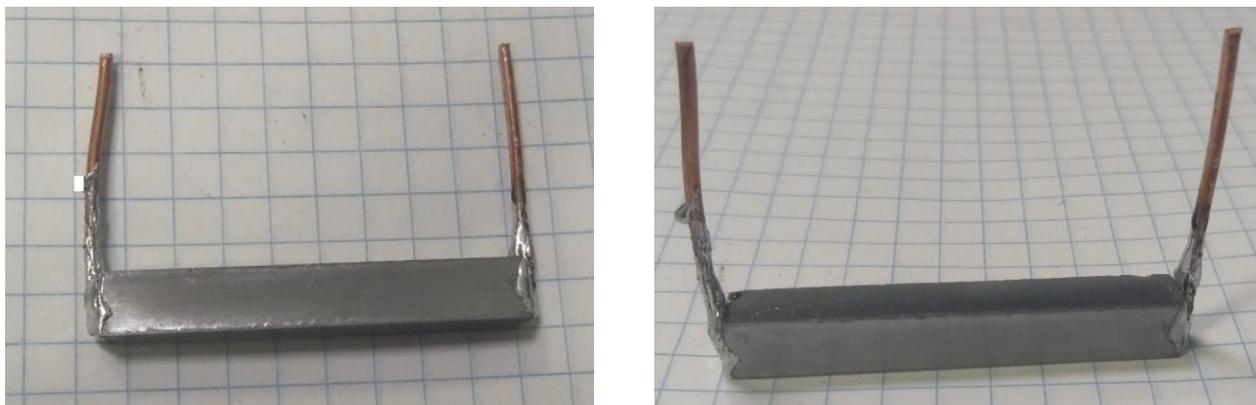


Рисунок 3.5. Прессовки с припаянными медными проводниками

Результаты расчета удельного электросопротивления образцов представлены в таблице 3.7.

Таблица 3.7. Удельное электросопротивление модельных порошковых материалов в спрессованном состоянии

Материал	Удельное электросопротивление, ρ [ом.мм ² /м]
ПЖРВ 2.200.26	$4,8 \pm 1,1$
ПЖРВ + 5 % ВК	$27,0 \pm 1,7$
ПЖРВ + 10 % ВК	$35,0 \pm 2,4$
ПЖРВ + 15 % ВК	$40,0 \pm 2,5$

Графические зависимости прочности при изгибе и удельного сопротивления спрессованных образцов неспеченных материалов от содержания карбонильного железа в смесях приведены на рисунке 3.6.

Кривые показывают хорошую корреляцию между изменением прочности прессовок и удельного сопротивления материалов, из которых они были изготовлены. Это позволяет утверждать, что эффект торможения пластической деформации частиц распыленного железа в поры из-за наличия в них частиц карбонильного железа доказан.

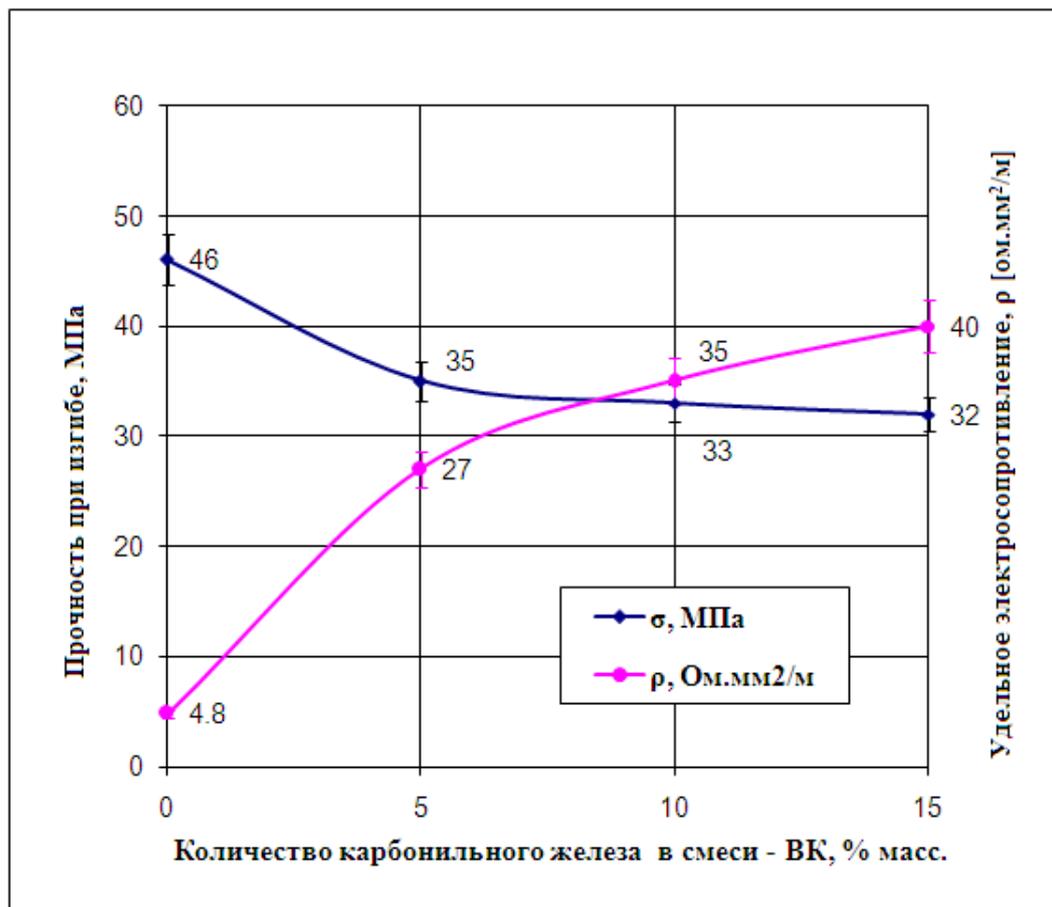


Рисунок 3.6. Зависимости прочности при изгибе и удельного сопротивления спрессованных образцов от содержания карбонильного железа в смесях

3.5. Исследование спекания смесей распыленного и карбонильного железных порошков

Зависимость относительной плотности образцов из чистого порошка ПЖРВ и смеси ПЖРВ + 15 % ВК после спекания при 1300 °С, в вакууме, в течение 60 минут от давления прессования приведена на рисунке 3.7.

Из этого рисунка следует, что спекание не приводит к существенному изменению относительной плотности образцов (см. таблицу 3.3), что ожидаемо для твердофазного спекания порошковых материалов при относительных плотностях 90 – 92 % и выше.

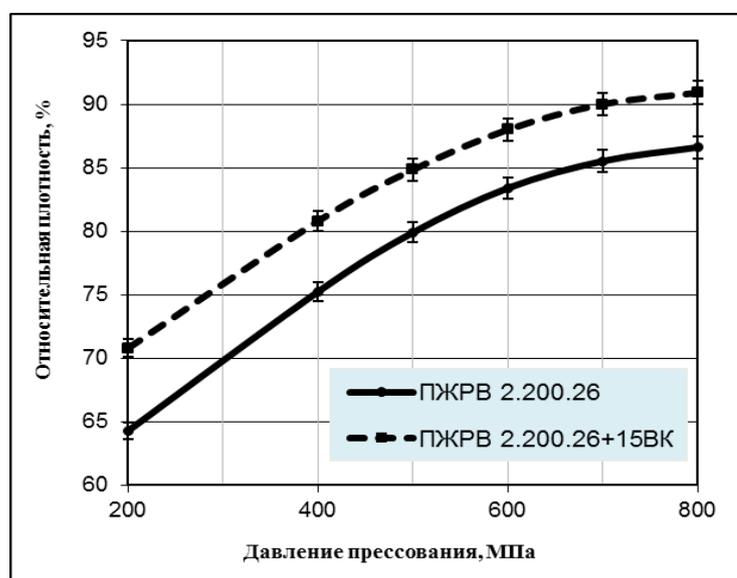


Рисунок 3.7. Зависимость относительной плотности спеченных образцов от давления прессования.

Зависимость относительной плотности образцов, спрессованных при давлении 700 МПа и спеченных при 1300 °С в течение 60 минут, от содержания карбонильного порошка ВК показана на рисунке 3.8.

Из рисунка 3.8 ясно видно положительное влияние порошка карбонильного железа на относительную плотность спеченного материала. Прирост относительной плотности спеченного материала при увеличении содержания порошка ВК до 15 % (рисунок 5), составляющий примерно 5 %, в первую очередь связан с увеличением относительной плотности после прессования. Снижение

относительной плотности спеченного материала, содержащего 20 % карбонильного железа, соответствует снижению относительной плотности этого материала после прессования (вызванному большим упругим последствием).

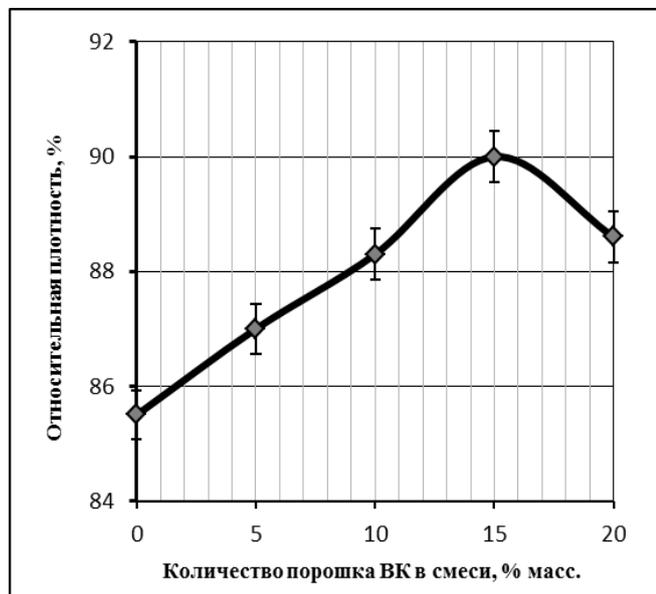


Рисунок 3.8. Зависимость относительной плотности образцов от содержания карбонильного порошка.

Результаты определения прочности при изгибе образцов из смесей ПЖРВ + ВК после спекания приведены в таблице 3.11.

Таблица 3.11. Прочность при изгибе σ_u спеченных образцов

Материал	σ_u , МПа
ПЖРВ 2.200.26	$320 \pm 12,0$
ПЖРВ + 5 % ВК	$325 \pm 11,0$
ПЖРВ + 10 % ВК	$340 \pm 9,0$
ПЖРВ + 15 % ВК	$350 \pm 5,0$
ПЖРВ + 20 % ВК	$340 \pm 8,0$

Данные таблицы 3.11 свидетельствуют о положительном влиянии добавки мелкого карбонильного порошка ВК на прочность спеченного материала на основе распыленного железа ПЖРВ 2.200.26.

Увеличение прочности спеченных образцов с повышением содержания карбонильного порошка ВК в смесях можно объяснить формированием в порах разветвленных пространственных каркасов, повышающих устойчивость образцов к прикладываемой механической нагрузке.

Структура образца ПЖРВ 2.200.26 + 15% ВК после спекания представлена на рисунке 3.9.

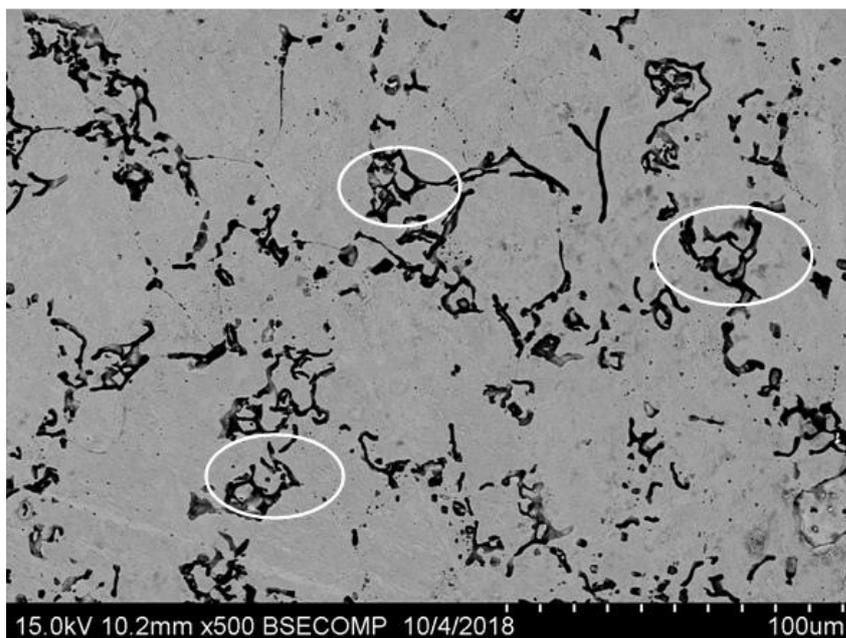


Рисунок 3.9. Структура образца ПЖРВ 2.200.26 + 15 % ВК, спеченного при 1300 °С в вакууме в течение 60 минут.

Из этого рисунка следует, что частицы карбонильного железного порошка в основном припеклись к частицам распыленного порошка, хотя некоторая их часть сохранила свою индивидуальность, сформировав отчетливо видимые пространственные каркасы. Эти каркасы выделены на рисунке 3.9 белыми овалами.

Изображения излома спеченного образца из смеси ПЖРВ 2.200.26 + 15% ВК приведены на рисунке 3.10. Излом также подтверждает формирование каркасов из мелких частиц карбонильного железа.

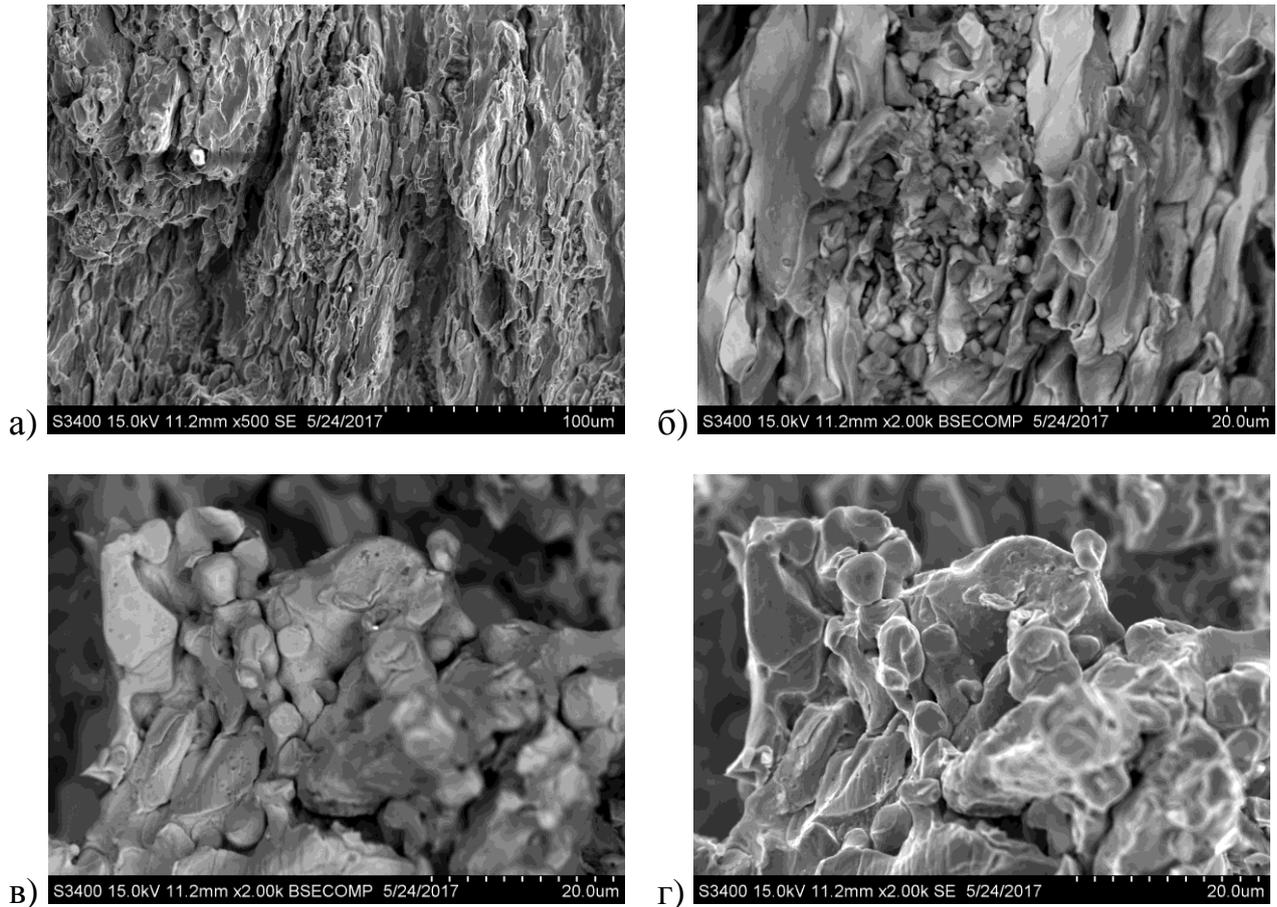


Рисунок 3.10. Изображения излома образца ПЖРВ + 15 % ВК после спекания в вакууме при 1300°C в течение 60 минут.

На рисунке 3.10. а, б, в и г видно, что при прессовании при давлении 700 МПа частицы распыленного порошка железа деформировались в направлении, перпендикулярном направлению приложения нагрузки, в то время как многие частицы порошка карбонильного железа почти не деформировались и, сохраняя свою первоначальную сферическую форму, формировали разветвленные каркасы в порах между крупными частицами распыленного порошка.

Результаты определения микротвердости частиц карбонильного и распыленного порошка в спеченном образце приведены на рисунке 3.11.

Из данных рисунка 3.11 следует, что величина микротвердости порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК одинакова, составляет $200 \pm 6,5$ и 208 ± 10 НВ или 2166 ± 70 и 2254 ± 110 МПа, соответственно. Это позволяет объяснить тот факт, что смеси ПЖРВ + ВК уплотняются лучше, чем смеси ПЖРВ + Р-10, поскольку

пространственные каркасы из порошка ВК в порах между частицами ПЖРВ (в отличие от каркасов из порошка Р-10) способны к некоторому перестроению за счет взаимного перемещения более пластичных частиц.

		2	2 x
Hit (O&P)	Mean	2216.247	2208.628
[MPa]	Std Dev	70.423	109.631
	Min	2166.275	2057.545
	Max	2315.840	2314.314
	Median	2166.628	2254.026
HV (O&P)	Mean	205.249	204.543
[Vickers]	Std Dev	6.522	10.153
	Min	200.621	190.551
	Max	214.472	214.331
	Median	200.653	208.747
Eit (O&P)	Mean	168.448	160.410
[GPa]	Std Dev	16.196	12.102
	Min	149.527	145.344
	Max	189.088	174.974
	Median	166.729	160.913
hm (O&P)	Mean	404.896	406.667
[nm]	Std Dev	7.990	12.432
	Min	393.811	395.246
	Max	412.337	423.954
	Median	408.539	400.801
hp (O&P)	Mean	370.852	371.350
[nm]	Std Dev	7.358	13.349
	Min	360.448	358.950
	Max	376.232	389.877
	Median	375.876	365.224

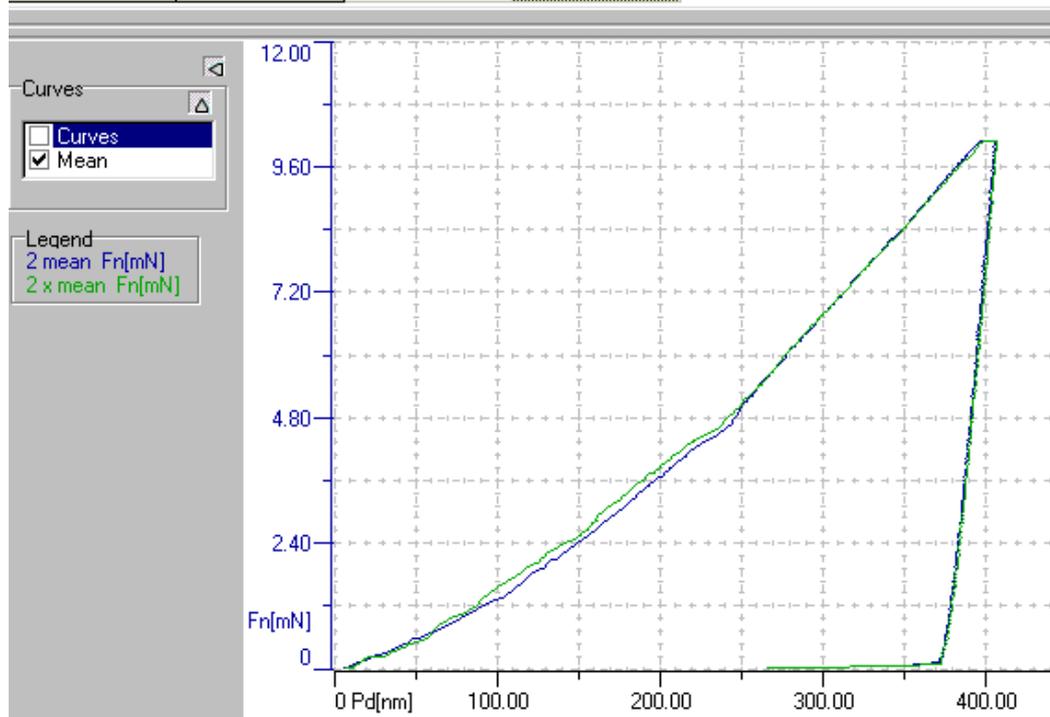


Рисунок 3.11. Микротвердость порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК

Выводы по третьей главе

Показана возможность повышения относительной плотности порошковых формовок из распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 после прессования и спекания за счет добавления частиц карбонильного железного порошка ВК.

Установлено, что добавление карбонильного порошка ВК к распыленному порошку ПЖРВ 2.200.26 в количестве 5 – 15 % масс снижает прочность при изгибе неспеченных формовок из-за торможения пластической деформации частиц распыленного порошка в поры, что снижает суммарную поверхность контактов между этими частицами. Эффект торможения пластической деформации частиц подтвержден экспериментами по определению электрического сопротивления спрессованных заготовок.

Вместе с тем, добавление карбонильного порошка ВК к распыленному порошку ПЖРВ 2.200.26 в указанных количествах повышает прочность спеченных материалов за счет формирования в порах между частицами распыленного порошка дополнительного каркаса из припекшихся друг к другу частиц карбонильных железа.

Оптимальным содержанием карбонильного порошка в смеси ПЖРВ 2.200.26 и ВК можно считать 15 % масс.

Установленное повышение прочности спеченных материалов на основе распыленного порошка железа ПЖРВ 2.200.26 при добавлении к нему карбонильного порошка железа ВК позволяет применить это технологическое решение для получения порошковой стали 60Х2Н.

ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ 60X2Н И ЕЕ СВОЙСТВ

4.1. Характеристики легирующих элементов

В экспериментах по созданию порошковой стали 60X2Н на комбинированной базе из железных порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК для легирования использовали карбонильный никелевый порошок ПНК-0Т3, порошок феррохрома ФХ025А и порошок карандашного графита.

Насыпная и пикнометрическая плотность никелевого порошка ПНК-0Т3 составляет, соответственно, $1,93 \pm 0,007$ и $8,89 \pm 0,01$ г/см³; порошок не течет. Гранулометрический состав ПНК-0Т3 в виде частных распределений и интегральных кривых "по минусу" приведен на рисунке 4.1.

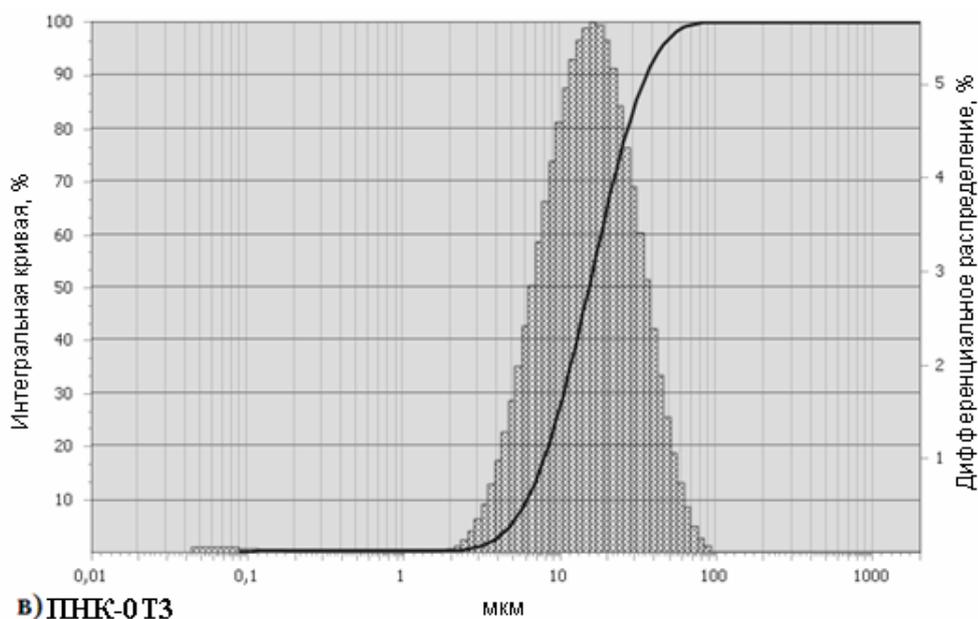


Рисунок 4.1. Гранулометрический состав никелевого порошка ПНК-0Т3

4.2. Влияние добавки карбонильного порошка на гранулометрический состав шихты порошковой стали 60X2Н

Был определен гранулометрический состав порошковой смеси для стали 60X2Н без добавки карбонильного порошка железа, результаты представлены на рисунке 4.2. На гистограмме хорошо различимы две области, свидетельствующие

о наличии двух основных фракций со средним размером частиц 90 – 100 и 10 – 12 мкм. Малая фракция связана с присутствием порошка никеля.

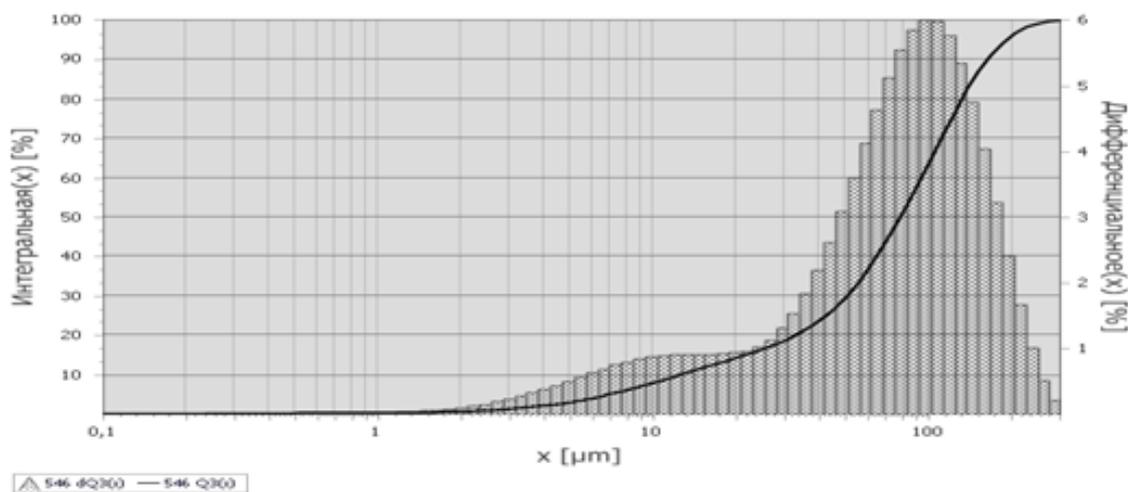


Рисунок 4.2. Гранулометрический состав порошковой смеси стали 60X2H без добавки карбонильного железного порошка

Кроме этого, был определен гранулометрический состав шихты порошковой стали 60X2H, содержащей в основе 15 и 20 % масс. порошка ВК. Результаты анализа представлены на рисунках 4.3 и 4.4 и в таблицах 4.1 и 4.2.

Таблица 4.1. Гранулометрический состав ("по минусу") шихты порошковой стали 60X2H с добавкой в основу 15 % масс. карбонильного порошка ВК.

Количественная доля %	Размер до, мкм
5	4,5
10	6,3
25	13,2
50	91,6
75	145,3
90	197,6
95	229,6
99	291,6

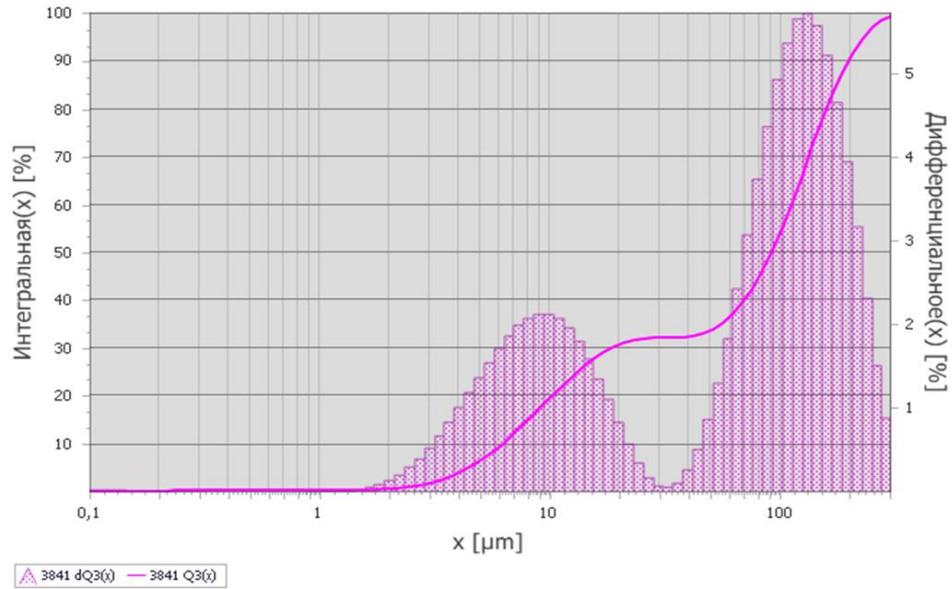


Рисунок 4.3. Гранулометрический состав шихты порошковой стали 60X2H с добавкой в основу 15 % масс. карбонильного порошка ВК.

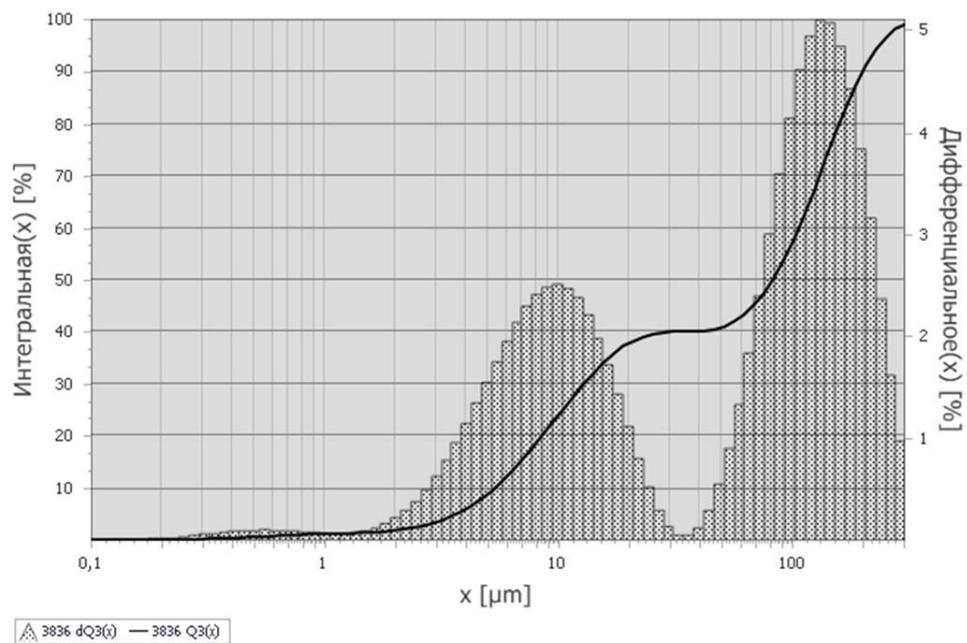


Рисунок 4.4. Гранулометрический состав шихты порошковой стали 60X2H с добавкой в основу 20 % масс. карбонильного порошка ВК.

На обеих гистограммах (рис. 4.3 и 4.4) четко прослеживаются два пика на том месте, где было зафиксировано "плато" в случае смеси, не содержащей карбонильный порошок ВК. Увеличение высоты пика "10 мкм" однозначно связывается с увеличением содержания порошка ВК.

Таблица 4.2. Гранулометрический состав шихты порошковой стали 60X2H с добавкой в основу 20 % масс. карбонильного порошка ВК.

Количественная доля %	Размер до, мкм
5	3,7
10	5,4
25	10,4
50	82,6
75	144
90	199,8
95	234,1
99	298,7

4.3. Влияние добавки карбонильного порошка ВК на текучесть и насыпную плотность шихты порошковой стали 60X2H

Для определения влияния карбонильного порошка ВК на свойства спеченной порошковой стали 60X2H приготовили 5 смесей, составы которых приведены в таблице 4.3. Фактическое соотношение распыленного и карбонильного порошков в основе стали менялось от 100/0 до 80/20 с шагом 5 %.

Таблица 4.3. Состав шихты смесей, % масс.

Соотношение ПЖРВ 2.200.26 и ВК в основе стали 60X2H	С	Ni	ФХ025А	ПЖРВ 2.200.26	ВК
100/0	0,6	1,0	2,6	95,8	0,0
95/5	0,6	1,0	2,6	91,0	4,8
90/10	0,6	1,0	2,6	86,2	9,6
85/15	0,6	1,0	2,6	81,4	14,4
80/20	0,6	1,0	2,6	76,6	19,2

Было изучено влияние добавки железного карбонильного порошка марки ВК на текучесть и насыпную плотность шихты порошковой стали 60X2H. Данные результаты представлены в таблице 4.4.

Как видно из результатов этой таблицы добавление железного карбонильного порошка марки ВК приводит к монотонному увеличению насыпной плотности порошковой шихты, и такому же монотонному ухудшению текучести. При этом следует отметить, что текучесть все-таки сохраняется. Эксперименты по определению текучести с использованием воронки с диаметром отверстия 5 мм (вне рамок стандарта) показали, что навеска 50 г вытекает за 6,8 – 7,8 секунды, что можно считать приемлемой величиной для использования шихты в промышленных условиях на автоматических прессах с объемной дозировкой. В практике порошковой металлургии дозировка порошка через отверстие 2,5 мм практически не применяется.

Таблица 4.4. Текучесть и насыпная плотность порошковых смесей стали 60X2H с различным содержанием порошка ВК в ее основе

Соотношение ПЖРВ 2.200.26 и ВК в основе стали 60X2H	Насыпная плотность, г/см ³	Текучесть, с,
100/0	2,6 ± 0,02	50,2 ± 0,1
95/5	2,82 ± 0,02	53,5 ± 0,2
90/10	3,15 ± 0,02	56,4 ± 0,1
85/15	3,27 ± 0,01	58,3 ± 0,15
80/20	3,29 ± 0,01	60,2 ± 0,2

4.4. Влияние добавки карбонильного порошка на уплотняемость порошковой стали 60X2H

Было исследовано влияние добавки карбонильного порошка ВК на относительную плотность прессовок из шихты порошковой стали 60X2H. Давление прессования составляло 700 МПа. Результаты исследований представлены на рисунке 4.5.

Из рисунка 4.5 следует, что при введении в состав смеси порошковой стали карбонильного железного порошка марки ВК относительная плотность прессовок

увеличивается примерно до 91%, после чего стабилизируется (в пределах ошибки эксперимента). При этом различие в относительных плотностях прессовок из шихты без добавки порошка ВК и с добавкой 15 % этого порошка явно превышает ошибку эксперимента и может считаться статистически значимым.

Таким образом, предположение, сделанное на основе модельных экспериментов, о возможности повышения относительной плотности прессовок из шихты стали 60X2H за счет введения в железную основу мелкого карбонильного порошка ВК подтвердилось.

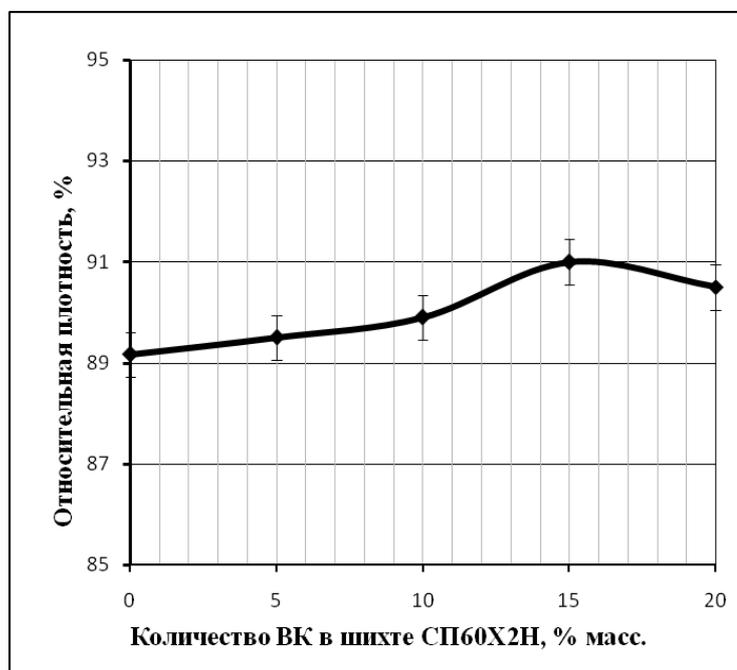


Рисунок 4.5. Зависимость относительной плотности прессовок от содержания ВК в шихте СП60Х2Н (давление 700 МПа)

4.5. Влияние добавки карбонильного порошка на усадку порошковой стали 60X2H при спекании

Было исследовано влияние добавки железного карбонильного порошка на объемную усадку порошковой стали 60X2H. Образцы формовали при давлении прессования 700 МПа и затем спекали в две стадии: при температуре 1000 °С в

лабораторной трубчатой печи в среде водорода в течение 60 минут, и в аргоне при температуре 1300 °С в течение 120 минут.

Зависимость объемной усадки от количества введенного в исходную порошковую смесь железного карбонильного порошка марки ВК представлена на рисунке 4.6.

Из представленной зависимости видно, что объемная усадка увеличивается при увеличении содержания карбонильного порошка до 15 масс.% и составляет 3,5 % и далее не меняется в пределах ошибки эксперимента. Увеличение усадки можно объяснить активирующим действием дисперсного карбонильного порошка ВК.

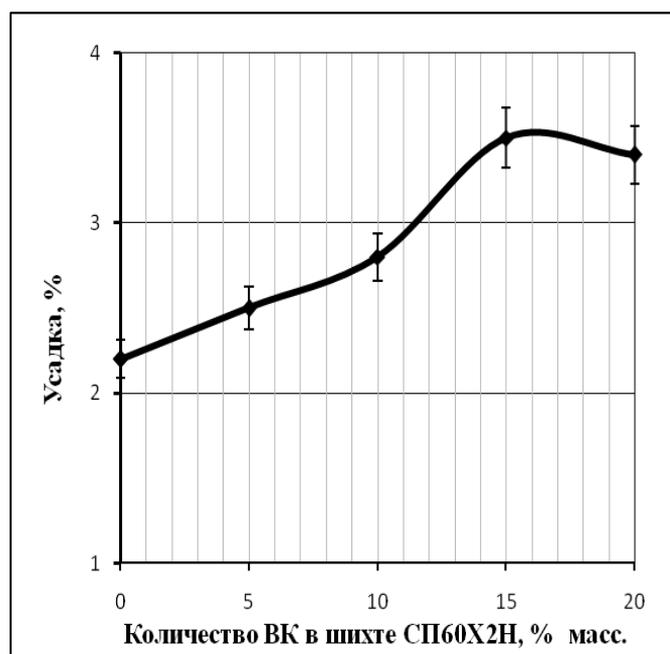


Рисунок 4.6. Зависимость объемной усадки при спекании от содержания ВК в шихте СП60Х2Н

4.6. Влияние добавки карбонильного порошка на механические свойства и структуру спеченной порошковой стали 60Х2Н

Результаты испытания прочности при изгибе и растяжении спеченных образцов смесей стали 60Х2Н с разным соотношением железных порошков в ее основе, приведены на рисунках 4.7 и 4.8.

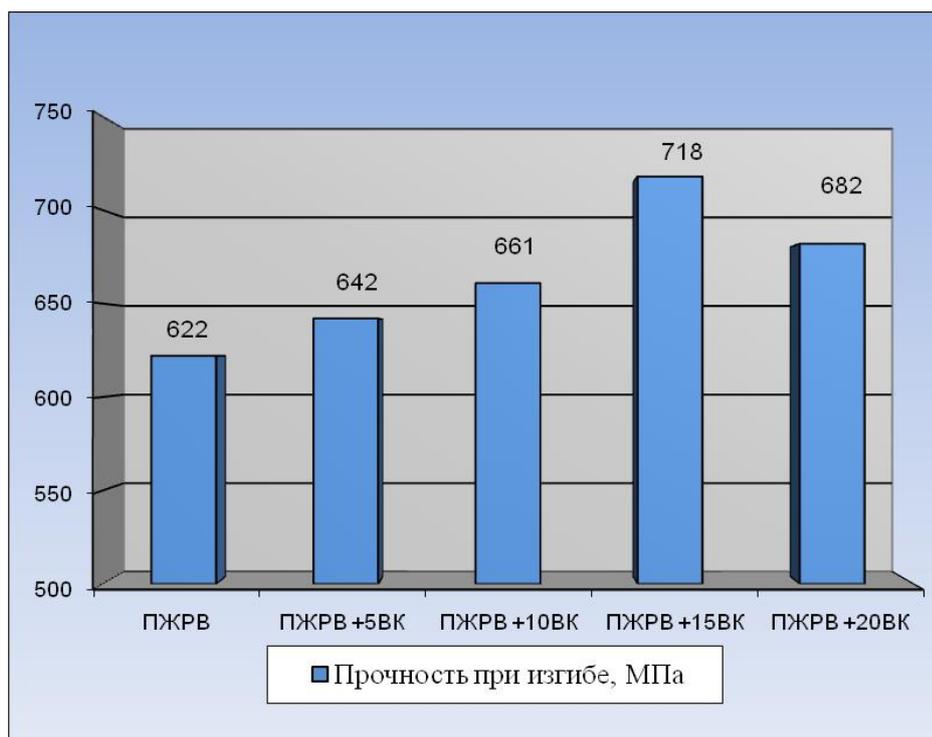


Рисунок 4.7. Прочность при изгибе спеченной порошковой стали 60X2Н

Из рисунков 4.7 и 4.8 следует, что добавление порошка карбонильного железа в основу порошковой стали значительно повышает прочностные характеристики по сравнению с контрольными образцами, содержащими только распыленное железо, и это не может объясняться только приростом относительной плотности, максимальная величина которого составляет 2,2 %.

Для объяснения обнаруженного эффекта можно предположить, что мелкие частицы карбонильного железа и никеля, а также феррохрома, попавшие в поры между значительно более крупными частицами распыленного железа, при спекании формируют прочный каркас, оказывающий положительное влияние на механические свойства спеченного материала.

Это предположение подтверждается фотографией структуры спеченного образца порошковой стали 60X2Н, содержащего в железной основе 15 % ВК, которая представлена на рисунке 4.9.

В структуре отчетливо видны зоны, состоящие из мелких частиц карбонильного железа, припекшиеся друг к другу. В этих зонах наблюдаются

преимущественно небольшие сфероидизированные поры. Наличие зон, состоящих из мелких частиц карбонильного железа, подтверждается микрофотографией излома образца того же состава (рисунок 4.10).

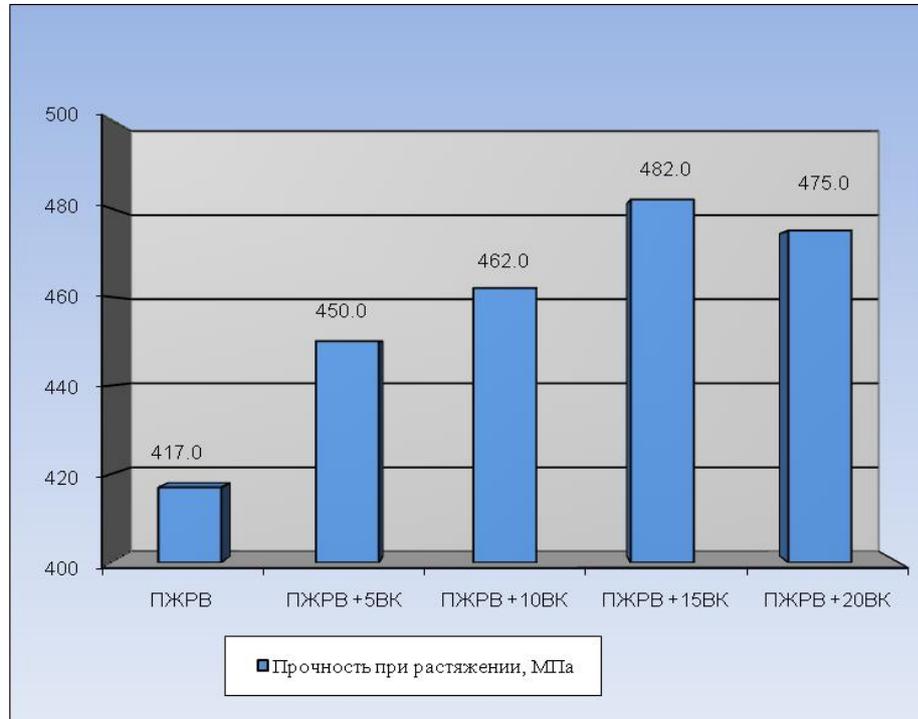


Рисунок 4.8. Прочность при растяжении спеченной порошковой стали 60X2H

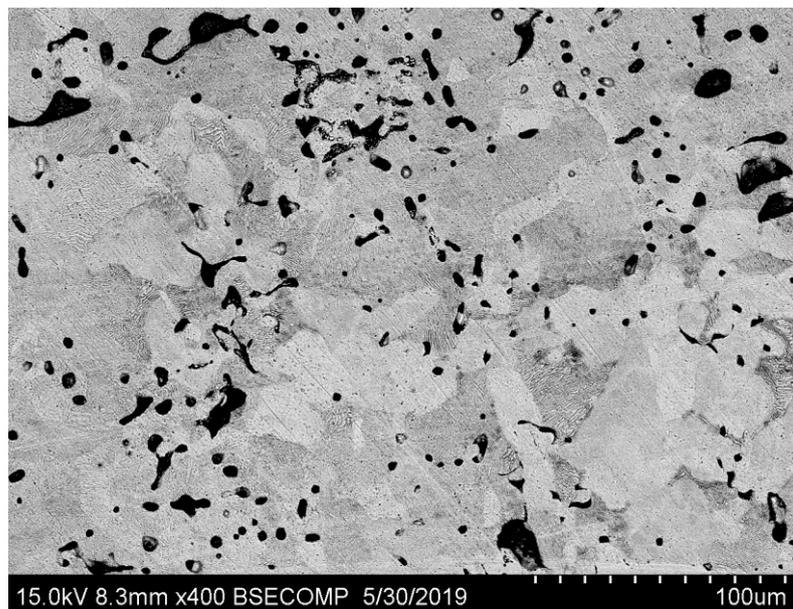


Рисунок 4.9. Структура образца порошковой стали 60X2H, содержащего 15 % VK

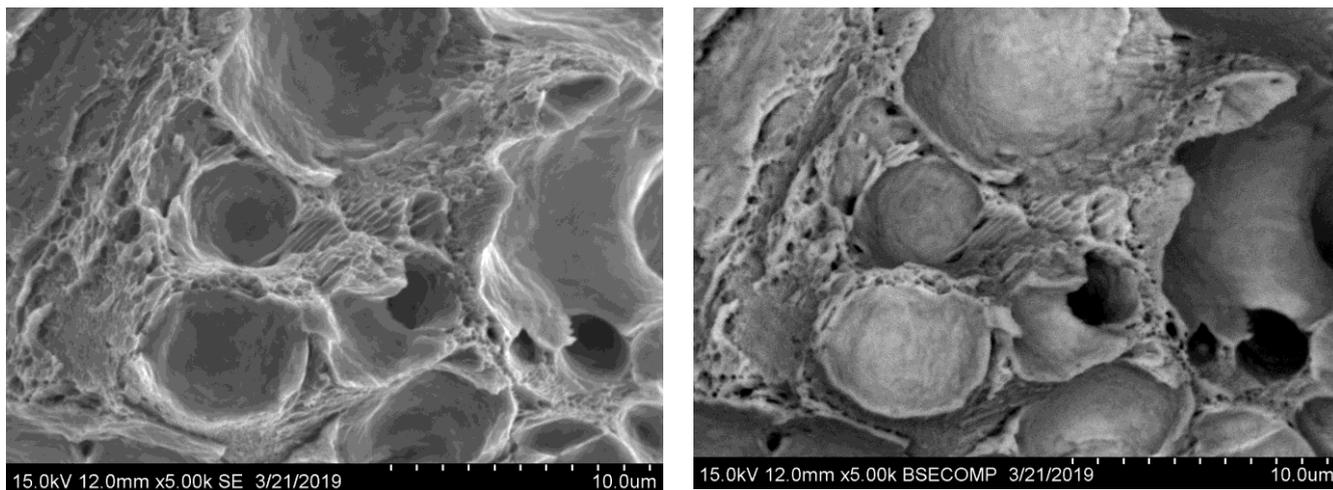


Рисунок 4.10. Фотография излома образца 60X2Н, содержащего 15 % ВК

На рисунке 4.11 показана структура области, сформированной преимущественно частицами распыленного железа. В этой зоне отчетливо видны феррит и перлит. Энергодисперсионный анализ показал, что легирующие элементы (никель и хром) находятся преимущественно в перлите (рисунок 4.12).

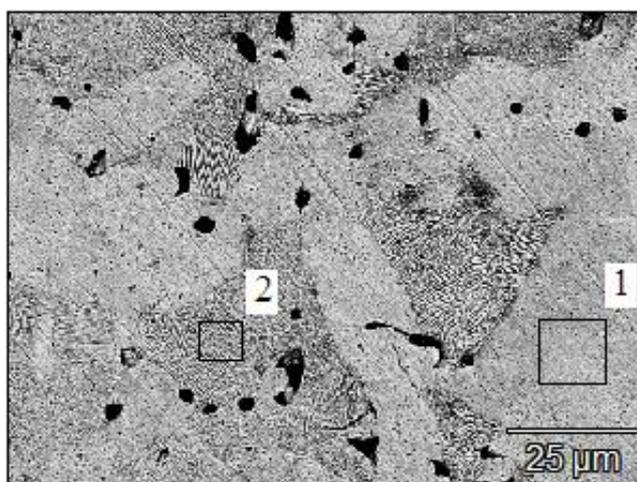


Рисунок 4.11. Области определения элементного состава структурных составляющих в образце 60X2Н, содержащего 15 % ВК: 1 – феррит, 2 – перлит

Результаты рентгенофазового анализа спеченной стали 60X2Н представлены на рисунке 4.13.

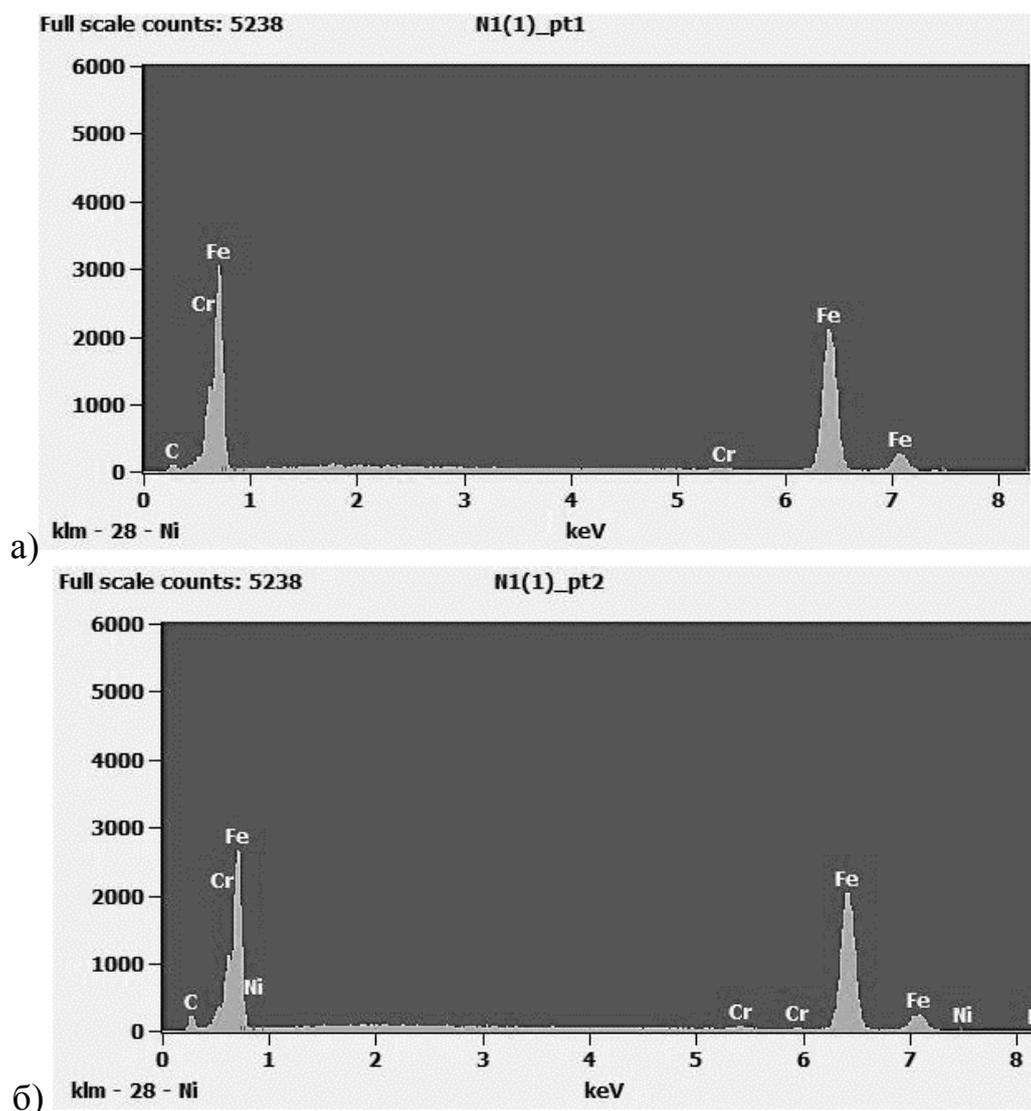


Рисунок 4.12. Спектры характеристического излучения элементов в разных фазах:
а – феррит, б – перлит.

Из представленного на рисунке 4.13 рентгенофазового анализа видно, что структура образца представляет легированный феррит и легированный перлит.

Структуры образцов стали 60Х2Н с различным содержанием карбонильного железного порошка ВК (0 – 20 %) после спекания в аргоне при температуре 1300 °С в течение 120 мин представлены на рисунке 4.14.

Как видно из представленных изображений мелкие частицы карбонильного железа марки ВК во всех спеченных материалах заполняют поровое пространство между крупными частицами распыленного железа марки ПЖРВ 2.200.26, формируя разветвленные каркасы, повышающие прочностные свойства

полученного порошкового материала, аналогично модельным материалам ПЖРВ 2.200.26 + ВК.

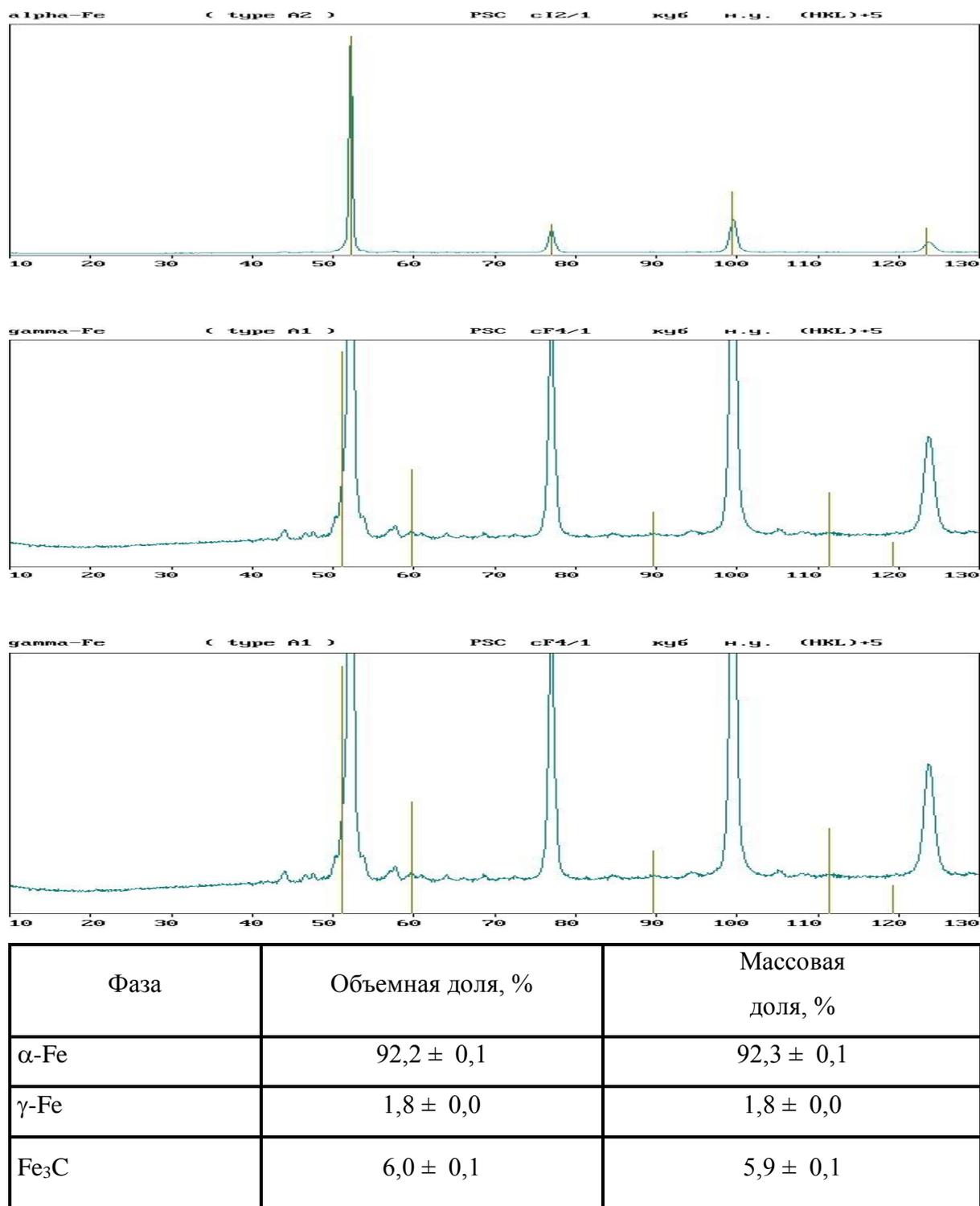


Рисунок 4.13. Результаты рентгенофазового анализа стали 60X2H после спекания

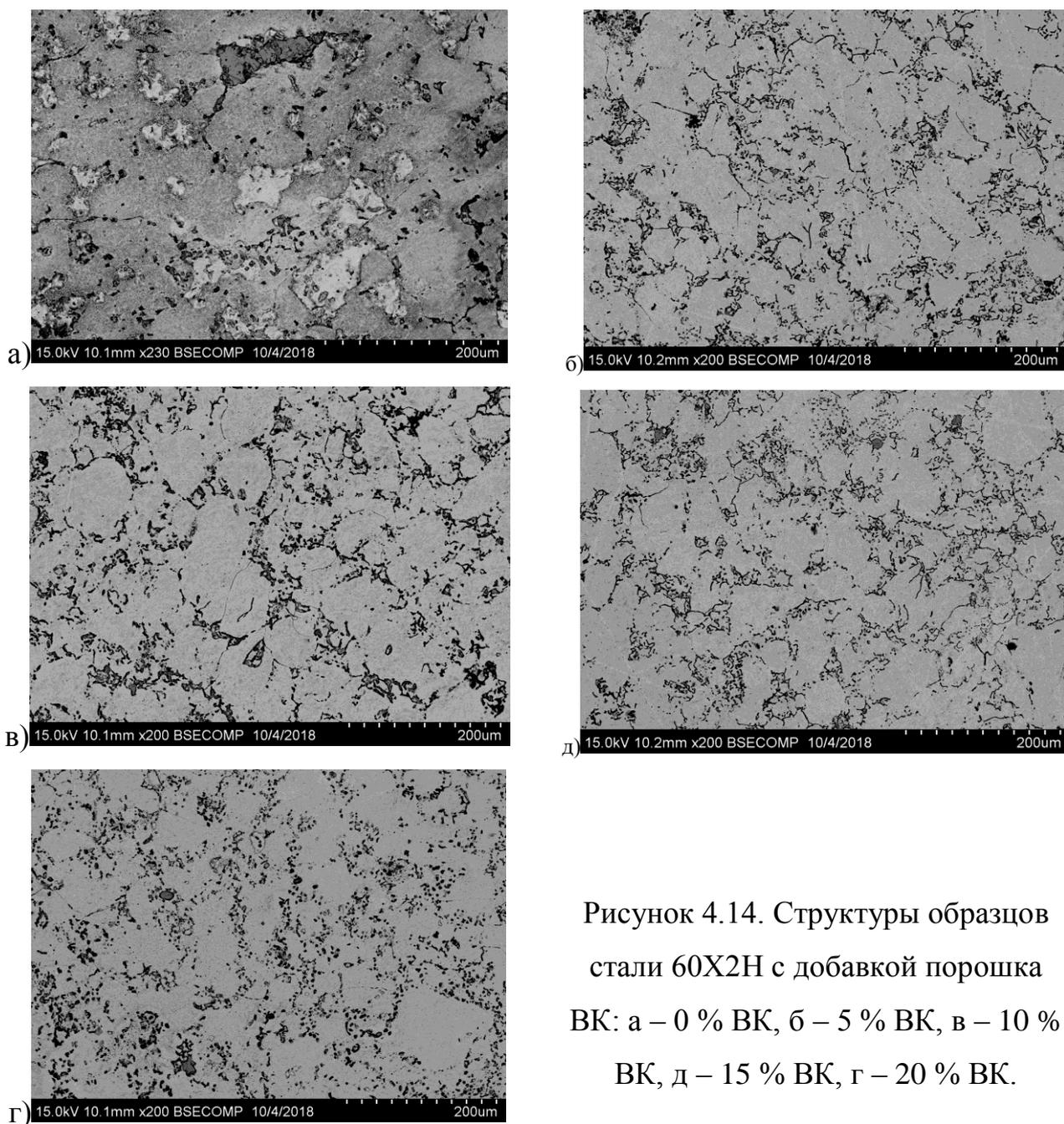


Рисунок 4.14. Структуры образцов стали 60X2H с добавкой порошка ВК: а – 0 % ВК, б – 5 % ВК, в – 10 % ВК, д – 15 % ВК, г – 20 % ВК.

4.7. Горячая прокатка спеченной стали 60X2H

Для исследования дополнительного уплотнения спеченной стали 60X2H горячей прокаткой на ее механические свойства использовали образцы с разным соотношением железных порошков в исходной смеси. Полученные результаты приведены в таблице 4.5

Таблица 4.5. Свойства образцов порошковой стали 60X2H после спекания и горячей прокатки.

Количество порошка ВК в основе шихты СП60X2H, % масс.	Пористость, %	$\sigma_{рас}$, МПа	НВ	δ , %
0	$7,5 \pm 0,2$	$540,0 \pm 9,0$	$192 \pm 3,0$	4,2
5	$7,2 \pm 0,2$	$560,0 \pm 8,5$	$197 \pm 5,2$	4,4
10	$7,0 \pm 0,3$	$590,0 \pm 9,2$	$201 \pm 4,9$	4,5
15	$6,0 \pm 0,2$	$600,0 \pm 8,8$	$207 \pm 3,9$	4,7
20	$6,5 \pm 0,2$	$590,0 \pm 5,0$	$207 \pm 4,3$	4,8

Данные таблицы 4.5, подтверждают сохранение положительного влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на механические свойства порошковой стали 60X2H после обработки ее давлением.

Прирост прочности при растяжении у образца горячекатанной порошковой стали 60X2H с 15 % масс. карбонильного железного порошка ВК в ее основе по сравнению с образцом без ВК составляет 10%.

По результатам этих экспериментов оптимальным содержанием карбонильного порошка также можно считать 15 % масс., что согласуется с ранее полученными данными для модельных экспериментов со смесями распыленного и карбонильного железных порошков.

С помощью электронного микроскопа было проведено исследование микроструктуры образцов после горячей прокатки. Данные результаты представлены на рисунке 4.15.

Из этого рисунка видно, что поры имеют преимущественно равноосную форму, а ожидаемая после обработки давлением текстура выражена слабо.

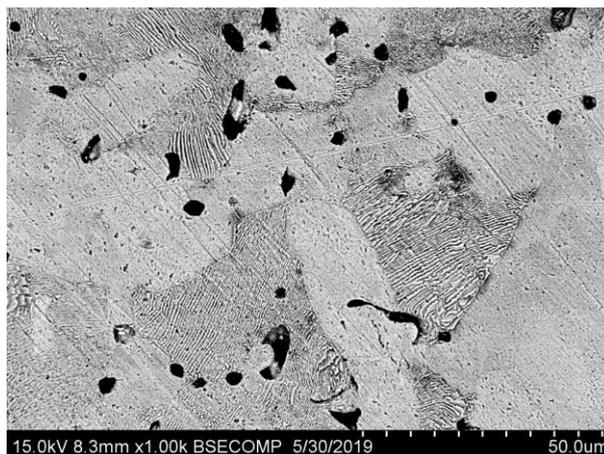


Рисунок 4.15. Структура порошковой стали 60X2H с 15 % ВК
после горячей прокатки.

4.8. Влияние термической обработки на структуру и механические свойства спеченной порошковой стали 60X2H

Повысить физико-механические свойства порошковых сталей можно не только за счет изменения их состава и технологии производства, но и путем термической обработки (ТО), в ходе которой меняется их структура. При ТО порошковых сталей ее результаты зависят не только от традиционных факторов, действующих в случае литых сталей, но и от специфических, обусловленных особенностями применяемых исходных материалов и технологии их переработки.

Особенностями порошковых сталей являются пористость, химическая неоднородность, повышенная окисляемость, наследственная мелкозернистость, пониженная теплопроводность. Данные особенности затрудняют использование традиционных видов термической обработки (ТО), применяемых в технологии компактных сталей.

Специфическое структурное состояние порошковых сталей, их химическая неоднородность, остаточная пористость и включения разной природы оказывают существенное влияние на превращения при нагреве и охлаждении, а также на начало мартенситного превращения, смещая его в область повышенных температур, что сопровождается падением твердости мартенсита из-за

самоотпуска в ходе охлаждения. Плотность порошковой стали влияет на кинетику образования аустенита при спекании, в формовках высокой плотности идет образование избыточного аустенита. Однородность порошковой стали также влияет на процесс образования аустенита, с повышением однородности состава порошковой стали температура точки A_c повышается. Обычно начальные области аустенита в никельсодержащих порошковых сталях образуются на месте частиц никеля.

Мартенситное превращение протекает при сохранении когерентности его решетки с решеткой исходного аустенита. Иглы мартенсита зарождаются на границах аустенитного зерна и растут до столкновения с границей в другом листе, а иногда с дефектом внутри зерна. Выйти за пределы зерна аустенита мартенситная игла не может, потому что чем мельче зерно исходного аустенита, тем мельче и однороднее иглы мартенсита и выше его прочность и твердость. Крупное исходное зерно аустенита предопределяет и большее количество остаточного аустенита, что снижает физико-механические характеристики.

При реализации традиционной технологии (смешивание, прессование, спекание) для порошковых материалов, соответствующих составу стали 60X2H и содержащих порошок ВК в количестве 0, 5, 10, 15, 20 % масс. была достигнута остаточная пористость около 9 – 12 %, при этом в структуре порошковой стали свободного углерода практически не наблюдалось.

4.8.1 Влияние закалки и количества добавки порошка ВК на структуру и твердость порошковой стали 60X2H

Закалка порошковой стали 60X2H дает возможность получить в поверхностном слое сравнительно однородную структуру мартенсита с высокой твердостью за счет малой пористости и благоприятной структуры.

Твердость образцов порошковой стали 60X2H с различным содержанием карбонильного порошка ВК после спекания; спекания и горячей прокатки, а

также после спекания, горячей прокатки и закалки с температуры 850 °С в воду приведена в таблице 4.6.

Таблица 4.6. Твердость образцов порошковой стали 60X2H с различным содержанием карбонильного порошка ВК после различных видов обработки.

Количество порошка ВК в основе стали 60X2H, % масс.	Варианты обработки		
	1*	2*	3*
	Твердость, НВ	Твердость, НВ	Твердость, НРС
0	117 ± 3,5	195 ± 3,0	48 ± 2,9
5	122 ± 4,3	197 ± 3,5	50 ± 3,5
10	125 ± 4,6	201 ± 4,5	51 ± 4,5
15	133 ± 2,5	207 ± 2,9	52 ± 3,0
20	128 ± 3,6	205 ± 2,8	52 ± 3,5

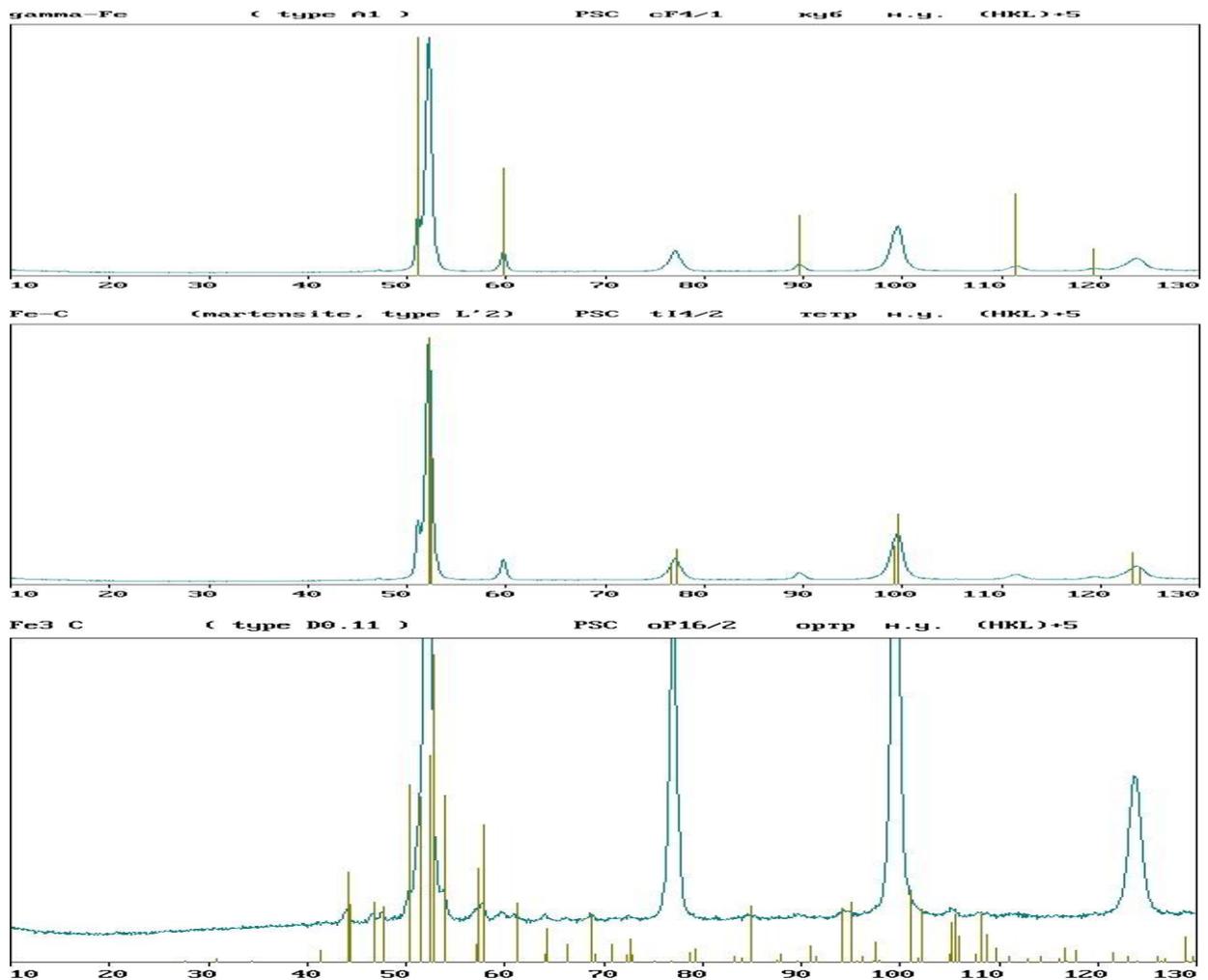
1* – Прессование + спекание

2* – Прессование + спекание + горячая прокатка

3* – Прессование + спекание + закалка

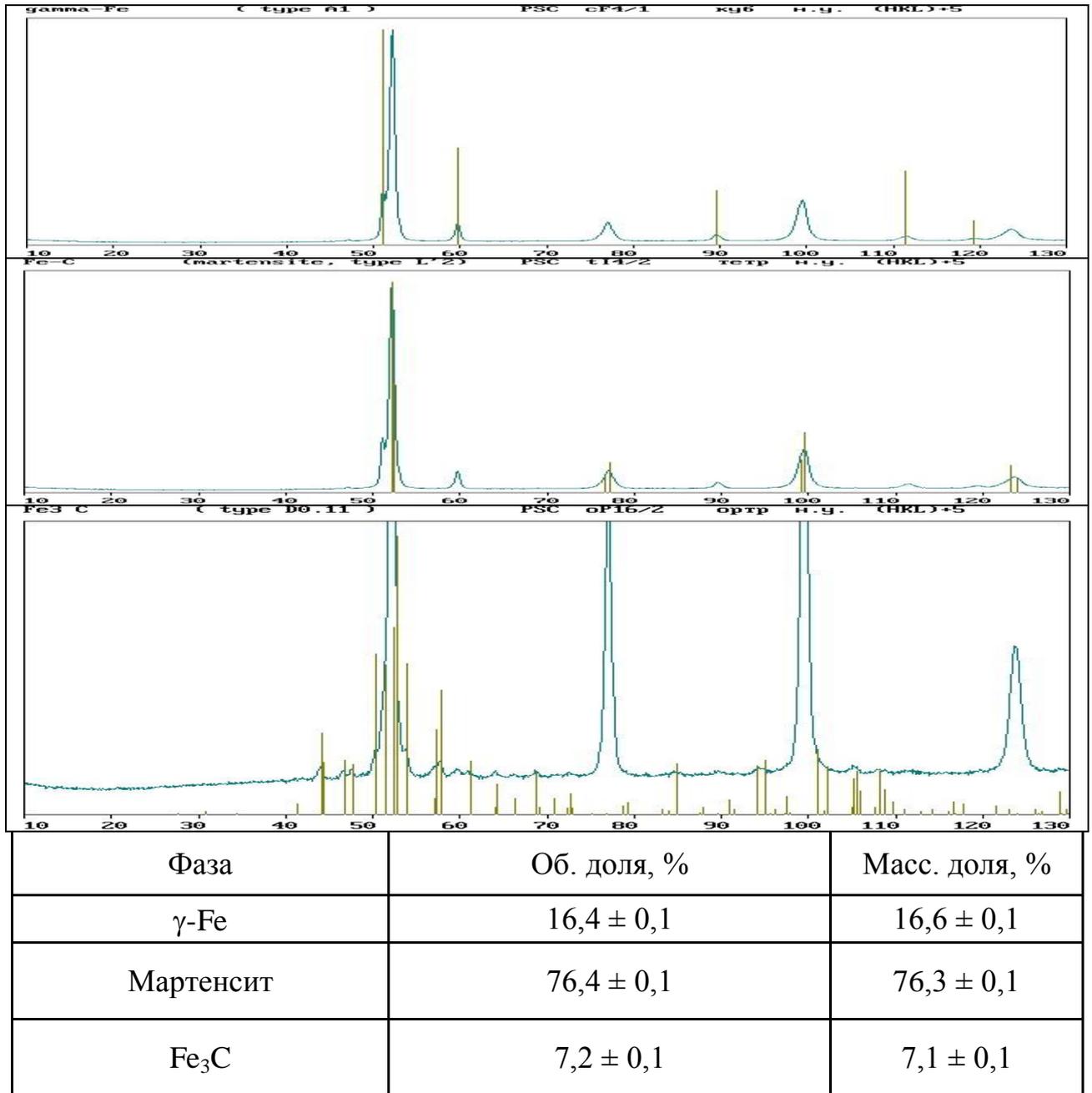
Из приведенных данных видно, что увеличение содержания карбонильного порошка ВК в железной основе стали 60X2H оказывает малое влияние на твердость порошкового материала после трех указанных видов обработки. Небольшое увеличение твердости можно объяснить (как и в случае увеличения прочности) наличием развитых спеченных каркасов из мелких частиц карбонильного железа в порах между частицами распыленного железа.

Для оценки влияния карбонильного порошка ВК на фазовый состав стали 60X2H после прокатки и закалки по выбранному режиму был проведен рентгенофазовый анализ некоторых спеченных образцов. Результаты этого анализа для образцов с основой из чистого порошка ПЖРВ 2.200.26 и с основой 85 % ПЖРВ + 15 % ВК представлены на рисунке 4.16.



Фаза	Об. доля, %	Масс. доля, %
γ -Fe	$18,7 \pm 0,1$	$18,6 \pm 0,1$
Мартенсит	$71,3 \pm 0,1$	$71,5 \pm 0,1$
Fe ₃ C	$10,0 \pm 0,1$	$9,9 \pm 0,1$

а – 60Х2Н с основой из чистого ПЖРВ 2.200.26



б – 60X2H с основой 85 %ПЖРВ + 15 % ВК.

Рисунок 4.16. Рентгенофазовый анализ образцов порошковой стали 60X2H после спекания, горячей прокатки и закалки в воду.

Из приведенных данных видно, что с увеличением содержания карбонильного порошка ВК в исходной шихте после закалки увеличивается содержание мартенсита и снижается содержание цементита при сохранении примерно на одном уровне содержания γ -Fe. Это можно объяснить тем, что в

случае введения в шихты порошка ВК структура спеченного материала становится более мелкозернистой, способствующей повышению температуры начала мартенситного превращения и, соответственно, более полному протеканию этого превращения.

С помощью электронного микроскопа Hitachi были изучены структуры образцов стали 60X2H после закалки, которые представлены на рисунке 4.17.

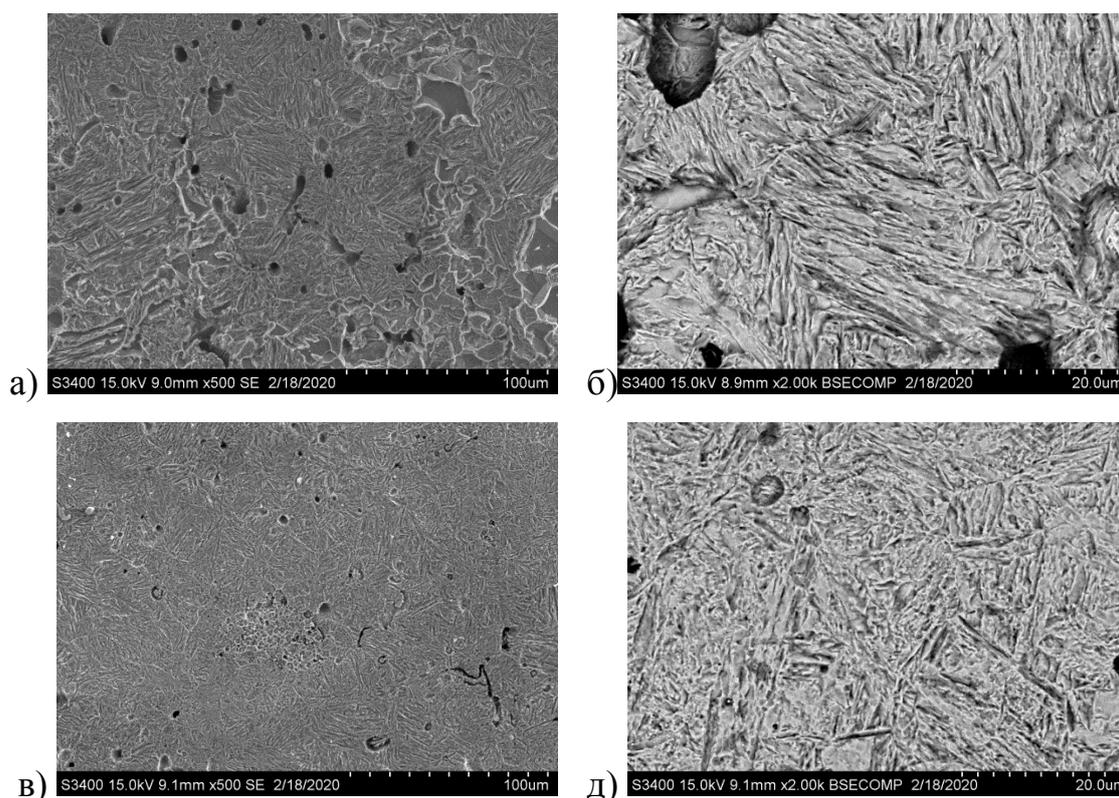


Рисунок 4.17. Структура стали 60X2H после спекания, горячей прокатки и закалки: а, б, – сталь без добавки порошка ВК; в, д – сталь с 15 % ВК в основе.

В структуре порошковой стали 60X2H без добавки порошка ВК после спекания, горячей прокатки и закалки в воду на поверхности наблюдается мартенситная структура, также имеются незначительные включения остаточного легированного аустенита. Мартенситные иглы имеют шероховатость на поверхности. Это обстоятельство обусловлено выделением мелких карбидных частиц на них. Также у этих образцов наблюдались более крупные поры.

У порошковых сталей 60X2H с добавкой 15% масс. порошка ВК в основу после аналогичной обработки наблюдаются мартенситные иглы меньшего размера, чем в образца без добавки ВК, что можно объяснить более крупнозернистой феррито-перлитной структурой у них.

В образцах после закалки микротрещин обнаружено не было. В основном встречались узкие иглы мартенсита, пластины которого травятся неодинаково, иногда выявляются мелкие карбидные частицы.

4.8.2. Влияние отпуска после закалки и количества добавки порошка ВК на структуру, твердость и прочностные свойства порошковой стали 60X2H

После проведения закалки порошковые конструкционные стали, к которым относится сталь 60X2H, обладают высокой твердостью и прочностью, но имеют низкие показатели пластичности и вязкости. Поэтому наряду с закалкой порошковых сталей проводят отпуск. После проведения отпуска несколько снижается прочность и твердость, но возрастает пластичность и вязкость, структура становится равномерной.

Исходя из данных литературных источников [93, 94], были выбраны следующие режимы отпуска: температура 300 °С; время выдержки 45 мин.

Для образцов стали 60X2H с основой из чистого ПЖРВ 2.200.26 и основой, содержащей 15% ВК, после спекания, закалки и отпуска, а также после спекания, горячей прокатки, закалки и отпуска характерен незначительный распад мартенсита. При этом следует отметить, что имеющиеся в порошковой стали 60X2H поры, а также некоторая неоднородность по химическому составу будут ускорять распад мартенсита при отпуске.

Первая стадия распада при отпуске заключается в выделении углерода из мартенсита, при этом наряду с твердым раствором исходной концентрации по углероду, в котором не произошло выделение карбидов, появляется мартенсит, содержащий значительно меньше углерода. В процессе первого превращения при

отпуске закаленной стали образуется ϵ -карбид с гексагональной плотноупакованной решеткой.

Результаты определения твердости образцов после двух видов обработки, в обоих случаях включавших отпуск, представлены в таблице 4.7

Таблица 4.7. Твердость (HRC) образцов порошковой стали 60X2H после отпуска.

Количество порошка ВК в основе стали 60X2H, % масс.	Варианты обработки	
	1*	2*
0	$38 \pm 3,5$	$36 \pm 2,5$
5	$40 \pm 2,5$	$39 \pm 2,8$
10	$41 \pm 2,8$	$40 \pm 2,4$
15	$42 \pm 2,5$	$42 \pm 3,2$
20	$39 \pm 2,8$	$39 \pm 2,5$

1* – Прессование + спекание + закалка + отпуск

2* – Прессование + спекание + горячая прокатка + закалка + отпуск

Из представленных в таблице 4.7 данных видно практически полное отсутствие влияния содержания карбонильного порошка в основе стали на ее твердость после отпуска. Также твердость после отпуска не зависит от того, была ли в технологической цепочке горячая прокатка или ее не было. Вместе с тем, горячая прокатка оказывает положительное влияние на механические свойства порошковой стали 60X2H, которую после этой прокатки подвергли закалке и отпуску (таблица 4.8).

Из результатов, представленных в таблице 4.8 видно, что максимальные значения механических свойств, за исключением предела пропорциональности, фиксируются у стали, содержащей в своей основе 15 % карбонильного порошка ВК, что соответствует предположениям, высказанным по результатам модельных экспериментов.

Таблица 4.8. Механические свойства порошковой стали 60X2H после закалки и отпуска.

Содержание порошка ВК в основе стали, % масс.	Механические свойства			
	Прочность на растяжение, $\sigma_{рас}$, МПа	Предел пропорциональности 0,04 %, МПа	Е, ГПа	Предел текучести, σ_T , МПа
0	700 ± 11,4	690 ± 15,3	121 ± 9,2	690 ± 10,1
5	730 ± 15,3	700 ± 10,2	127 ± 8,1	720 ± 9,9
10	750 ± 12,2	710 ± 12,4	134 ± 11,4	730 ± 12,1
15	805 ± 9,0	720 ± 16,0	157 ± 14,1	780 ± 11,5
20	780 ± 12,0	710 ± 15,6	132 ± 15,0	730 ± 15,0

Структуры соответствующих образцов приведены на рисунках 4.18 и 4.19.

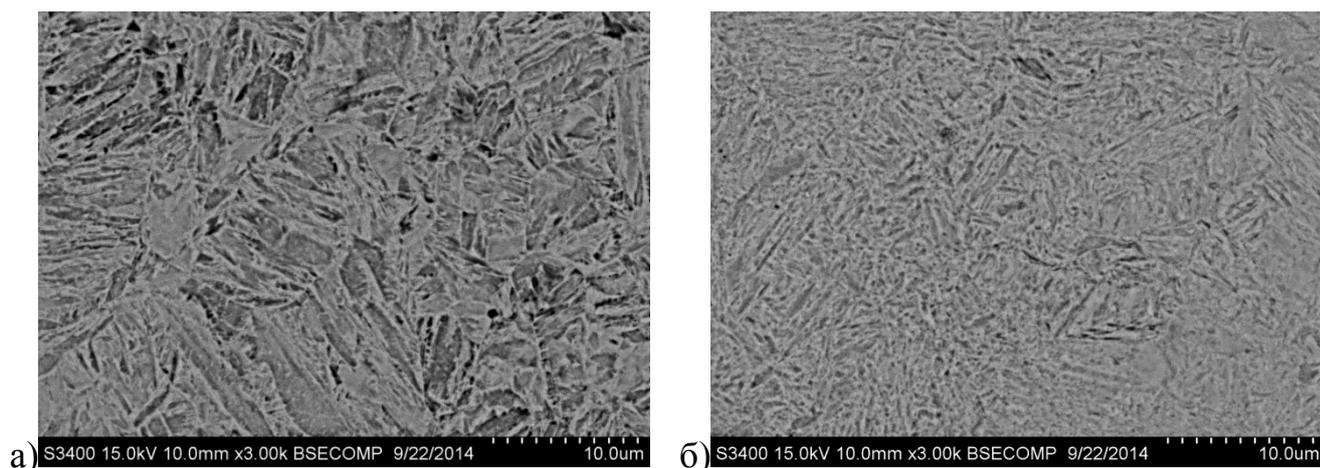


Рисунок 4.18. Структура порошковой стали 60X2H, после спекания, закалки и отпуска. а – без добавки ВК, б – с добавкой 15% ВК в ее основу.

Полученные при низкотемпературном отпуске структуры стали становятся менее резкими, размер игл мартенсита уменьшается и они становятся более размытыми. Структура образцов характеризуется мелкими выделениями частиц карбидов в пределах исходных мартенситных игл. В промежутках между мартенситными иглами встречаются цементитные выделения.

Для порошковой стали 60X2H, содержащей 15 % ВК в своей основе, характерно более мелкоигльчатое строение, что объясняется наследованием

мелкоигольчатого мартенсита после закалки. Наследование исходной структуры аустенита предопределяет весьма малый размер образующихся карбидных частиц и тесную связь их с ферритной составляющей стали.

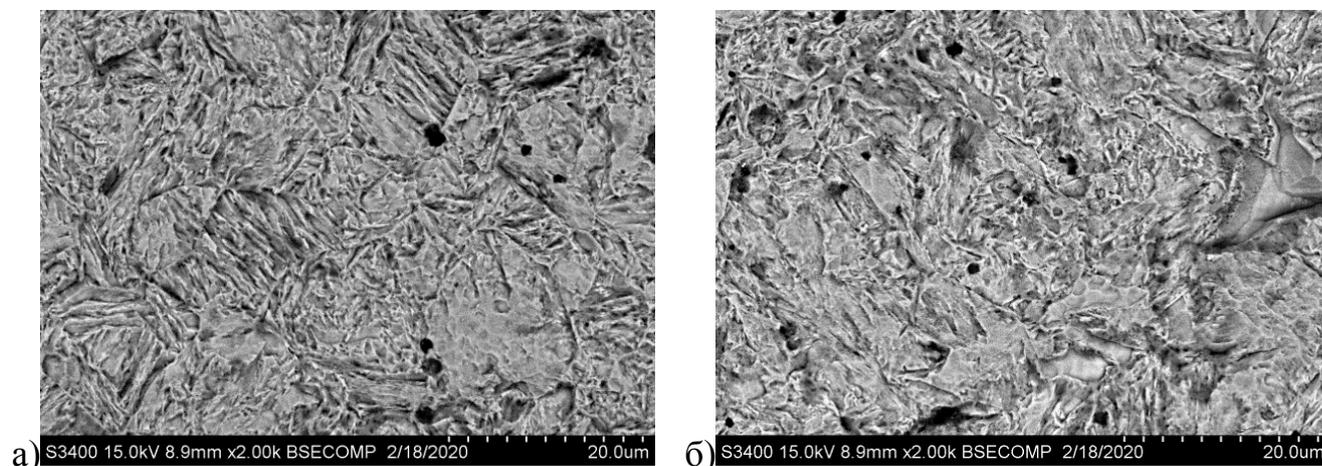


Рисунок 4.19. Структура порошковой стали 60X2H после спекания, горячей прокатки, закалки и отпуска. а – без добавки ВК, б – с добавкой 15% ВК.

Для определения характера разрушения в порошковой стали 60X2H, содержащей от 5 до 20 % порошка ВК, после закалки и отпуска исследовали изломы соответствующих образцов на сканирующем электронном микроскопе S-3400N. Изображения изломов представлены на рисунках 4.20 и 4.21.

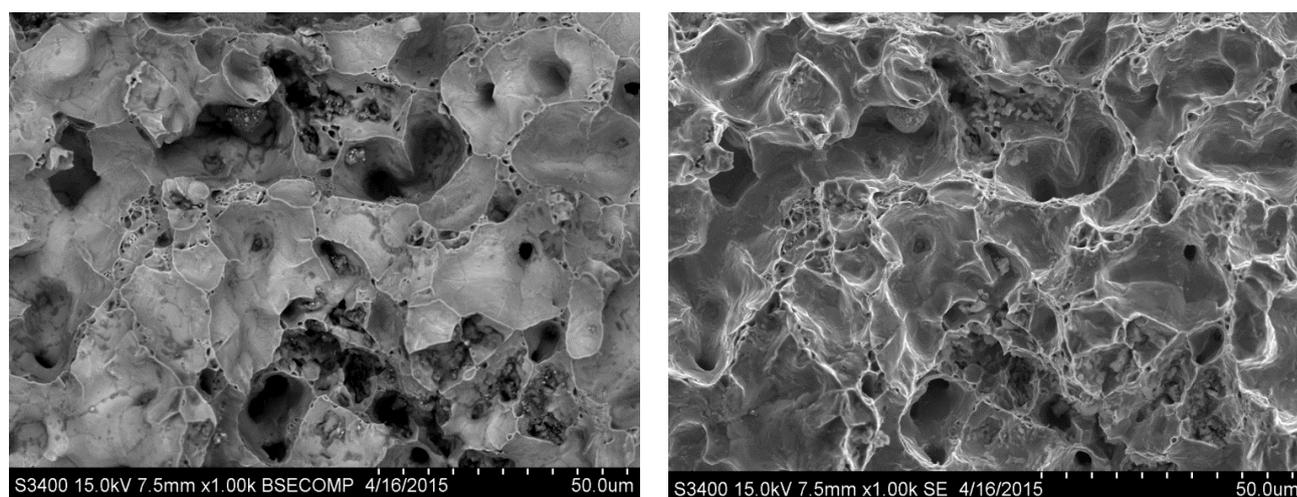


Рисунок 4.20. Излом стали 60X2H, не содержащей порошок ВК, после отпуска.

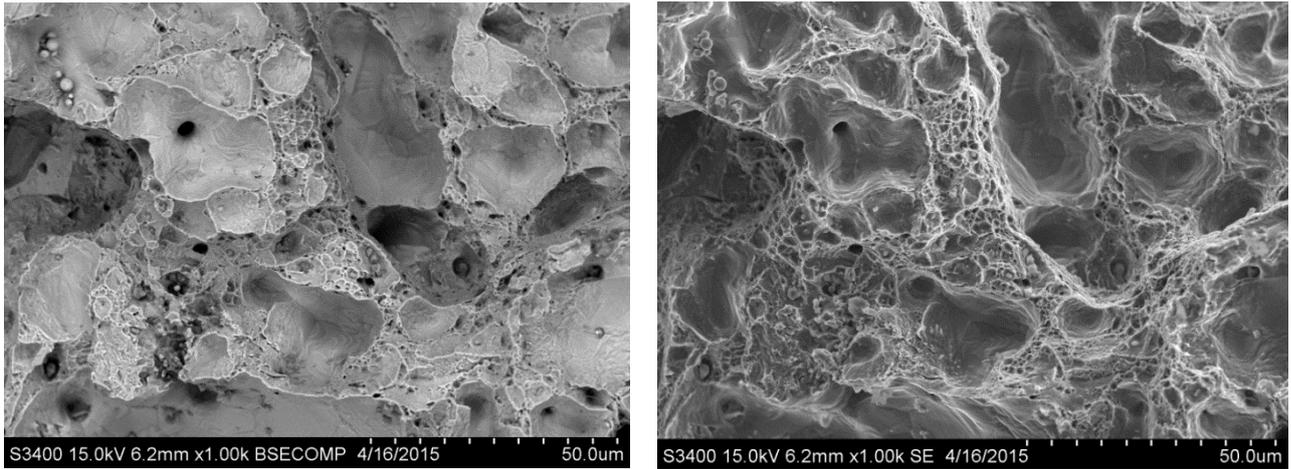


Рисунок 4.21. Излом стали 60X2H, содержащей в основе 15 % ВК, после отпуска.

При изучении изломов порошковой стали 60X2H после отпуска видно, что вместо зоны с крупно-кристаллическим строением поверхности разрушения, характерной для закаленных образцов, формируются фасетки межкристаллитного разрушения, которые перемежаются с участками мелкоямочного рельефа. Поры имеют округлую или овализированную форму, они мелкие и равномерно расположены в объеме порошковых заготовок. Для излома образца с 15 % порошка ВК после отпуска характерен более мелкозернистый излом.

Полученные результаты позволили установить основные технологические операции получения порошковой стали 60X2H с повышенными механическими свойствами (рисунок 4.22).

Основные свойства порошковой стали 60X2H на комбинированной железной основе, содержащей распыленный порошок ПЖРВ 2.200.26 и карбонильный порошок ВК в соотношении 85/15 %, которая была получена в ходе проведенной исследовательской работы, представлены в таблице 4.9

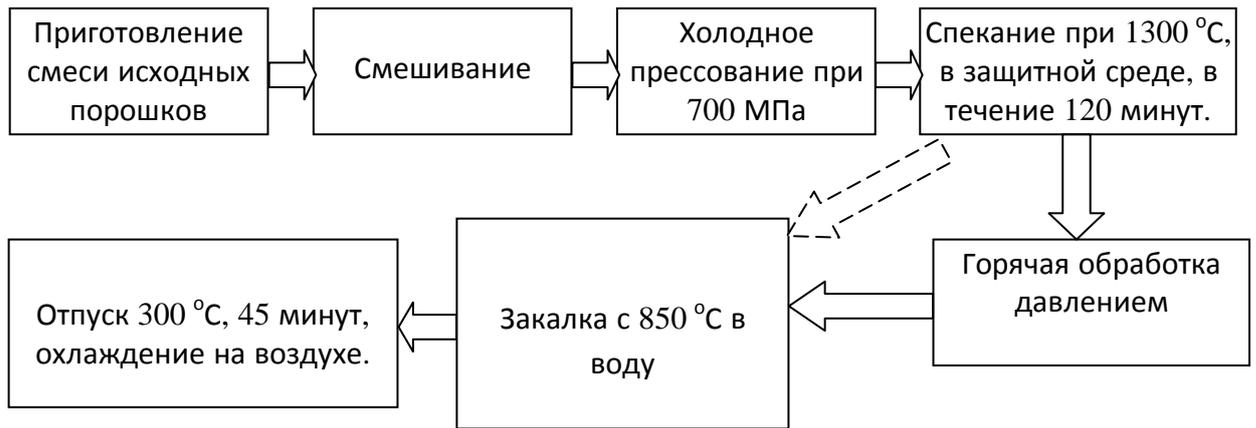


Рисунок 4.22. Технологическая схема получения порошковой стали 60X2H с повышенными механическими свойствами. Пунктирной стрелкой показан альтернативный вариант.

Таблица 4.9. Основные свойства порошковой стали 60X2H на комбинированной основе

Параметр	Значение
Пористость, %	8 – 9 (третья группа порошковых сталей по пористости)
Твердость, HRC	42
Прочность на растяжение, МПа	805
Предел пропорциональности 0,04 %, МПа	720
Е, ГПа	160
Предел текучести, $\sigma_{\text{тек}}$, МПа	780

Выводы по четвертой главе

1. В ходе проведенных исследований установлено, что введение в железную основу порошковой стали 60X2H карбонильного железного порошка ВК в количестве до 15 % масс. увеличивает ее прочностные примерно на 15 %.
2. Горячая обработка давлением спеченной стали повышает прочностные свойства дополнительно на 10 % с одновременным снижением пористости до 6 – 7 %.
3. Экспериментально подтверждено повышение механических свойств порошковой стали 60X2H с комбинированной основой после термообработки в виде закалки и отпуска с достижением предела прочности при растяжении 805 МПа, при этом прирост составляет 14 % по сравнению со сталью такого же химического состава на основе чистого распыленного порошка ПЖРВ 2.200.26.
4. Исследования микроструктуры выявили переход к более мелкозернистому излому закаленной и отпущенной стали при увеличении содержания карбонильного железа в ее основе.
5. Установлено, что оптимальное содержание карбонильного железного порошка в основе стали 60X2H составляет 15 %.

ГЛАВА 5. ПРОМЫШЛЕННАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ

Одним из наиболее часто применяемых видов продукции получаемых методами порошковой металлургии являются изделия и детали конструкционного назначения, которые применяются в рабочих органах различных механизмов, приборов, машин. Основные требования к ним высокая прочность и твердость, износостойкость и др. Уровень механических свойств в значительной степени зависит от остаточной пористости получаемых материалов, поэтому меры по ее снижению и соответственно повышению прочности являются актуальными до сих пор.

Промышленная реализация результатов исследований проводилась в ООО НПФ «УМГ» (г. Озёрск). Данное предприятие выпускает различные изделия, в том числе и порошковые. На предприятии имеется специализированное оборудование: смесительное, прессовое, печное, что позволяет без особых трудностей реализовывать технологии производства порошковых деталей конструкционного назначения.

Учитывая специфику предлагаемого способа получения порошковой стали с комбинированной основой, было опробовано изготовление детали "упорное кольцо", чертеж которой представлен на рисунке 5.1.

По заводскому варианту уплотнительное кольцо изготавливается из прутка стали 60Х с последующей механической и термической обработкой. Коэффициент использования материала 0,56. Для повышения эксплуатационных свойств производится термообработка в виде нормализации и отпуска. Предел прочности стали на растяжение после нормализации и отпуска 690 МПа.

При переходе на порошковую технологию коэффициент использования материала возрастает с 0,56 до 0,98, при этом освобождается станочное оборудование – токарные станки.

Деталь имеет достаточно широкие допуски на размеры и значения

шероховатости, реализовать которые технологией смешивания – прессования и спекания порошковой стали 60X2Н не представляет трудностей. Однако посадочные размеры требуют окончательной обработки на шлифовальных станках.

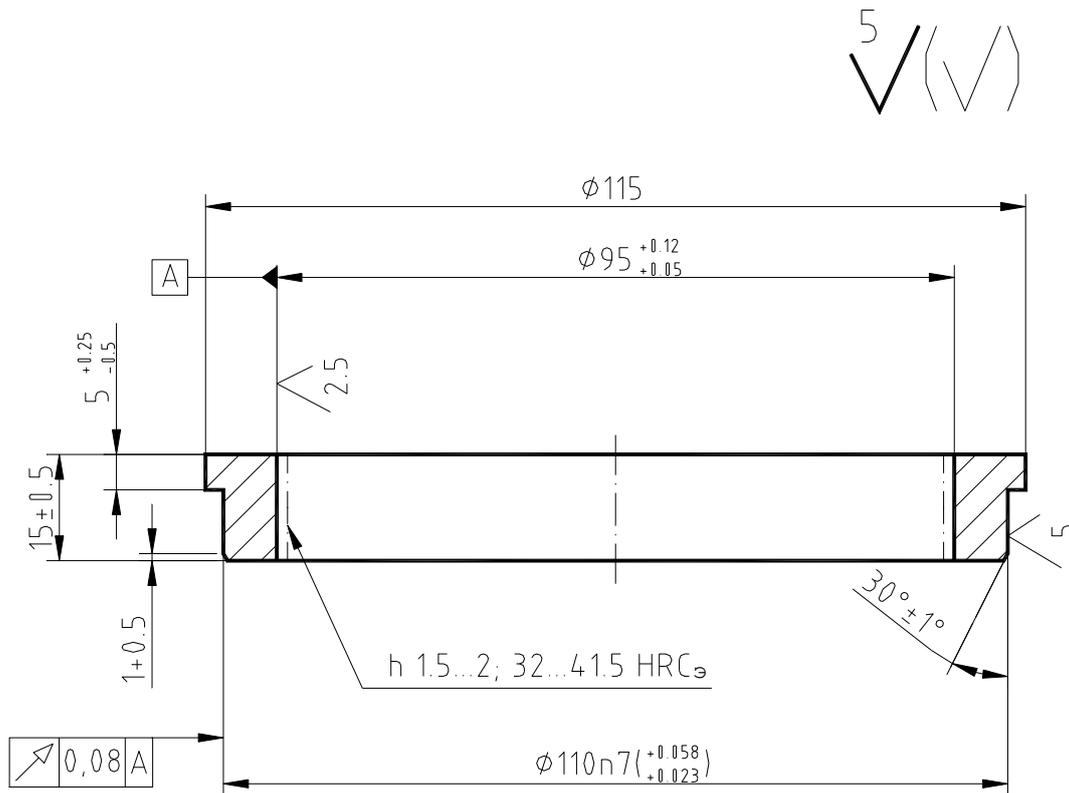


Рисунок 5.1. Упорное кольцо

Технология получения изделия "кольцо упорное" включала в себя следующие операции:

1) Смешивание в лопастном смесителе в течение 60 минут шихты, состоящей из 0,6 мас.% графита карандашного; 2,6 мас.% феррохрома ФХ025; 1,0 мас. % никеля марки ПНК-0Т1; 14,1 мас. % порошка железа карбонильного ВК, остальное – железный распыленный порошок ПЖРВ 2.200.28. Отклонение от однородности в контрольных пробах, отобранных из разных мест партии шихты, не должно превышать 3 %.

2) Прессование на гидравлическом прессе П6330 при давлении 700 МПа

заготовок пористостью 10 %. Дозировка порошка – объемная; масса заготовки – 0,134 кг; допустимое отклонение – не более $0,5 \cdot 10^{-3}$ кг.

3) Спекание в защитной атмосфере диссоциированного аммиака в одну стадию в течение 120 минут при температуре 1250 °С, остаточная пористость детали после проведения спекания составляет 10...9,5 %.

4) Термообработка: закалка с температуры 850 °С в воду и отпуск при 300 °С в течение 45 минут.

5) Окончательная механическая обработка наружной поверхности диаметр 115 на круглошлифовальном станке 3А130.

Прочность детали "кольцо упорное", изготовленной по предложенной технологии, составляет 790 МПа.

Выводы по пятой главе

Разработанный способ получения порошковой стали 60Х2Н с комбинированной основой может быть применен в автомобильной, машиностроительной и других отраслях промышленности с значительным экономическим эффектом.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ РАБОТЫ

1. Показана возможность повышения относительной плотности порошковой стали 60X2H за счет введения в ее состав карбонильного железного порошка ВК.
2. На модельных материалах установлена зависимость прочностных свойств прессовок и спеченных заготовок на основе распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 от содержания карбонильного железного порошка ВК.
3. Предложено объяснение зависимости прочностных свойств прессовок и спеченных заготовок от содержания карбонильного железного порошка ВК.
4. Установлено, что добавление карбонильного железного порошка ВК в шихту порошковой стали 60X2H повышает ее прочностные свойства после спекания на 15 %.
5. Показано, что горячая прокатка порошковой стали 60X2H, а также ее термическая обработка в виде закалки и отпуска значительно повышает ее прочностные свойства по сравнению со спеченной сталью, не проходившей дополнительную обработку.
6. Установлено, что оптимальным соотношением распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 и карбонильного железного порошка ВК в основе порошковой стали 60X2H является 85/15 % масс.
7. Разработана технология получения порошковой стали 60X2H с повышенными прочностными свойствами при использовании железных порошков, промышленно выпускаемых в Российской Федерации.
8. Разработанная технология прошла опробование в промышленных условиях.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1]. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Изучение влияния карбонильного железного порошка ВК на уплотняемость и прочностные характеристики спеченного распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26. Перспективные материалы, 2019, № 7, с. 51 – 58. <https://doi.org/10.30791/1028-978X-2019-7-51-58>.
- [2]. Lopatin V. Yu., Zh. V. Eremeeva, and N. D. Nguyen. The influence of carbonyl iron powder, grade VK, on compactability and strength properties of sintered atomized iron powder, grade PZhRV 2.200.26. ISSN 2075-1133, Inorganic Materials: Applied Research, 2020, Vol. 11, No. 2, pp. 403–407. © Pleiades Publishing, Ltd., 2020. Russian Text © The Author(s), 2019, published in Perspektivnye Materialy, 2019, No. 7, pp. 51–58.
- [3]. В. Ю. Лопатин, Ж. В. Еремеева, Н. Д. Нгуен. Исследование влияния добавок карбонильного железного порошка ВК на свойства порошковой стали 60X2H. Материаловедение, №3, 2020, с. 3-6. DOI: 10.31044/1684-579X-2020-0-3-3-6.
- [4]. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Исследование влияния добавок карбонильных железных порошков на уплотняемость и спекание материалов на основе распыленного железного порошка. Доклад 11-го Международного симпозиума «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новый порошковые композиционные материалы. Сварка», г. Минск, Беларусь, 2019, с. 306-315.
- [5]. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Нгуен Н. Д. Повышение механических характеристики свойств порошковой стали 60X2H за счет комбинированной железной основы. Сборник статей XI Международной научно-технической конференции "Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ-2019)", 25 октября 2019 г., Курск, 2019. С. 176-178, ISBN 978-5-6040045-1-7.
- [6]. Макеев Д. Н. Влияние вводимых легирующих элементов на свойства стали. Вестник СГТУ, 2012, №3 (67), с 92-98.

- [7]. С.С. Ермаков. Порошковые материалы [и др.]. АлмаАта: Гылым, 1991, 344 с.
- [8]. Ермаков С.С., Вязников Н.Ф. Порошковые стали и изделия. – Л.: Машиностроение, 1980, 384 с.
- [9]. Анциферов В.Н. Порошковое материаловедение. Пермь: Пермский государственный технический университет, 2011. 442 с.
- [10]. Анциферов В.Н, Черепанова Т.Г. Структура спеченных сталей. М.: Metallurgy, 1971, 175 с.)
- [11]. Анциферов В. Н, Акименко В. В. Спеченные легированные стали. Metallurgy, 1983, 86 с.
- [12]. Радомысельский И. Д., Ясь Д. С., Павленко В. И. – Производства и использование порошковых деталей в легкой промышленности. Киев: Техника, 1982. 174 с.
- [13]. Наноструктурные материалы 2008 – Материалы первой международной научной конференции – Минск – 2008 – Белорусская наука – С.9-11
- [14]. Металломатричные композиционные материалы с наноразмерными модификаторами. Материалы докладов на 9-й международной научно-технической конференции «Материалы и покрытия» 2008 – Беларусь – Минск - 2008 – С.70-73.
- [15]. Влияние легирования на дисперсионное упрочнение высокохромистой стали мартенситного класса наноразмерными частицами. Материалы докладов на 7-й международной научно-технической конференции НОМАТЕХ 2006 – Беларусь – Минск - 2008 – С.70-73
- [16]. Мейлах А. Г. Теоретические и технологические принципы совершенствования структуры и свойств порошковых материалов на основе Fe, Ni, Cu с металлическими нанодисперсными добавками. Автореферат диссертации доктора технических наук: 05.16.06 / Мейлах Анна Григорьевна.
- [17]. Современные достижения по получению материалов с нанокристаллической структурой. В.Е. Ваганов, В.А. Кечин, И.А. Евдокимов Вестник научно-технического развития № 6 (34), 2010 г.

- [18]. Матренин С.В., Ильин А.П., Слосман А.И Толбанова Л.О. Активирование процесса спекания железных порошков путем введения нанодисперсных добавок. Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия, №2. 2009, с. 11-16.
- [19]. Скориков Р. А., Панов В. С., Еремеева Ж. В., и др. Структура и свойства порошковых сталей с наноразмерными легирующими добавками. Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сборник научных трудов. Вып. 16, Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины. 2013, с. 417-421.
- [20]. Еремеева Ж.В. Нгуен Ныы Дам, Скориков Р.А., Коновалова А.И. Влияние наноразмерных частиц на предел прочности при растяжении порошковой углеродистой стали СП70. Фундаментальные основы механики: Материалы международной научно-практической конференции, Новокузнецк, 2019, № 4, С. 185-187.
- [21]. К. Б. Поварова, М. И. Алымов, О. С. Гаврилин и др. Исследование влияния режимов спекания нанопорошков тяжелых сплавов системы W-Ni-Fe-Co на структуру и плотностью компактных образцов. Металлы. 2007 (6), с. 65-72.
- [22]. Ж. В. Еремеева, Р. А. Скориков, В. Ю. Лопатин, Н. Д. Нгуен, А. И. Коновалова, Н. М. Ниткин. Исследование влияния наномодификаторов и вида смешивания на технологические свойства и уплотняемость порошковых смесей углеродистой стали. Wschodnioeuropejskie Czasopismo naukowe (East European Scientific Journal) #8 (48), 2019, с. 30-37.
- [23]. Дорофеев Ю. Г. Динамическое горячее прессование в металлокерамике. М.: Металлургия, 1972, 176 с.
- [24]. Дорофеев Ю. Г. Динамическое горячее прессование пористых порошковых заготовок. М.: Металлургия, 1976, 216 с.
- [25]. M. L. Bernshtein, S. B. Fel'gina, L. N. Kostyrko, S. G. Napara-Volgina and I. D. Radomysel'sky. Effects of thermomechanical treatment upon the structure and

properties of sintered alloy steels. Translated from Poroshkovaya Metallurgiya, No. 12 (156), pp. 37-40, December, 1975. Original article submitted October 23, 1974.

[26]. Далис, Е. Дж. Быстрорежущие стали, полученные методами порошковой металлургии//Порошковая металлургия материалов специального назначения/М., 1977, С. 300.

[27]. Петров, А.К. и др. Структурные особенности и свойства быстрорежущих сталей, полученных методом порошковой металлургии//Сталь, 1981, №6, с. 40-44.

[28]. Горюшина, М. Н., Н. Н. Гавриков. Термическая обработка и свойства быстрорежущей стали 10P6M5-МП, полученной распылением и горячим экструдированием //МиТОМ, 1980, №9, с. 54-56.

[29]. Емереева Ж. В., и др. Исследование процессов термической обработки порошковых сталей легированных наноразмерными добавками. Материалы 77-й международной научно-технической конференции ААИ "Автомобиле- и тракторостроение в России: Приоритета развития и подготовка кадров", Московский государственный технический университет «МАМИ», 2012 г.

[30]. R. Z. Vlasyuk, L. N. Kostyrko, A. A. Mamonova, S. G. Napara-Volgina, and I. D. Radomyselskii. Structure and mechanical properties of sintered 60kh2 high-strength steel after thermomechanical treatment. Translated from Poroshkovaya Metallurgiya, No. 6 (246), pp. 80-83, June, 1983. Original article submitted June 21, 1982.

[31]. Иванцов И. Г., Блинкин А. М. Влияние $\alpha - \gamma$ превращения на дислокационную структуру чистого железа // Материалы совершенства по вопросам получения и исследования свойств чистых металлов. Харьков, 1977, с. 84-85.

[32]. Влияние термоциклической обработки на тонкую структуру и свойства монокристаллов молибдена/ Е. М. Савицкий, Т. С. Бкрханов, Т. В. Тетюева и др// Монокристаллы тугоплав. и ред. Металлов. М., 1971, с. 119-124.

[33]. Гарбер Р. И., Харитонов Ж. Ф. Некоторые особенности внутреннего трения при $\alpha \rightarrow \gamma$ – превращения железа/ Физика металлов и металловедение. 1968. Т.2. №5, с. 888-893.

- [34]. Конобеевский С. Т. термодинамическая теория явлений возврата при старении сплавов// Журн. экспериментации на насыщение стали азотом и углеродом// Металловедениеи терм. Обаб. Металлов. 1984. №4 с. 5-8.
- [35]. Лившиц Б. Г. Металлография. М., Металлургия, 1990, 236 с.
- [36]. Александров С. А., Осташев В. В., Федюкин В. К. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Наука, 1978, 279 с.
- [37]. Дьяченко С. С., Кузьменко Е. А., Поляничка А. И. Особенности влияния холодной деформации и ТЦО на структуру и свойства низкоуглеродистых сталей// Термоцикл. Обаб. Метал. Изделий. Л., 1982, с. 18-19.
- [38]. С. З. Вокштейн. Диффузия и структура металлов. М.: Металлургия, 1973. 206 с.
- [39]. Скориков Р. А., Костиков В. И., Еремеева Ж. В. Термообработка порошковых горячедеформированных сталей, легированных наноразмерным углеродом. Материаловедение, №1, 2012, с. 51-54.
- [40]. Nhu Dam Nguyen, Eremeeva Zh. V., Lopatin V.Yu. Formation of structure and properties during the thermal treatment of powder steels with different carbon-containing components. Wschodnioeuropejskie Czasopismo naukowe (East European Scientific Journal) #10 (50), 2019, с. 47-50.
- [41]. ГОСТ 17359-82. Порошковая металлургия. Термины и определения.
- [42]. Либенсон Г.А, Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В.. Процессы порошковой металлургии. В 2 т. Т.2. Формование и спекание: учебник для вузов. М.: МИСИС, 2002.- 213с.
- [43]. Самсонов В. В., Солонин С. М. Физико-металлургические основы спекания. М.: Металлургия, 1984, 158 с.
- [44]. Раковский В. С., Саклинский В. В. Порошковая металлургия в машиностроении. М.: Машиностроение, 1963, 103 с.
- [45]. Н. С. Грейвер, Д. Н. Клушин, И. А. Стригин, А. В. Троицкий. Основы металлургии/ Том первый/Общие вопросы металлургии, часть вторая.

Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, Москва 1961, 773 с.

[46]. П. П. Будников, Д. Н. Полубояринов и др. Химическая технология керамики и огнеупоров, издательство литературы по строительству, Москва-1972, 552 с.

[47]. M. S. Kovalchenko. Pressure sintering of powder materials. Translated from Poroshkovaya Metallurgiya, Vol. 50, No. 1–2 (477), pp. 22–42, 2011. Original article submitted November 25, 2010.

[48]. Дорофеев Ю. Г. Динамическое горячее прессование пористых материалов. Изд-во "Наука", 1968, 120 с.

[49]. Дорофеев Ю.Г. Динамическое горячее прессование в металлокерамике. Изд-во "Металлургия", Москва 1972, 176 с.

[50]. Чалмер С. Б. Физическое металловедение. Metallurgizdat, 1963, 457 с.

[51]. Балакин В. И. Автоматическая сварка, 1964, №5, с. 28-32.

[52]. Физическое металловедение, под ред. Р. Канна. Изд-во "Мир", 1968, 484 с.

[53]. Дорофеев Ю. Г., Жердицкий Н. Т., Карпинос Д. М., Тучинский Л. И. Получение дисперсионно упрочненных и волокнистых материалов методом динамического горячего прессования. Тезисы докладов на I Всесоюзной конференции по дисперсионно упрочненным и волокнистым материалам. Киев, 1968.

[54]. Шорошоров М. Х., Красулин Ю. Л. Сварочное производств, 1967, №2, с. 1-4.

[55]. Пат. № 2228820 Российская Федерация, В22F 1/00 (2000.01), В22F 3/12 (2000.01), С22С 33/02 (2000.01)), Способ горячего прессования изделий и порошковая композиция для горячего прессования/ БЕРГКВИСТ Андерс, Заявитель и патентообладатель ХЕГАНЕС АБ, № 2001111035/02, заявл. 17.09.1999, опубл. 20.05.2004 Бюл. № 14.

[56]. Пат. № 2294815 Российская Федерация, b22f 1/00 (2006.01), b22f 3/12 (2006.01). Состав и способ теплового прессования порошков из нержавеющей стали/ Бергквист Андерс, Дальберг Микаэль. Заявитель и патентообладатель: Хеганес Аб. № 2005100785/02, заявл. 13.06.2003, опубл. 10.03.2007 Бюл. № 7.

- [57]. В. Ю. Лопатин, Ж. В. Еремеева, Г. Х. Шарипзянова, Н. М. Ниткин. Порошковая металлургия в автомобилестроении и других отраслях промышленности. М.: Университет машиностроения, 2014. – 276 с.
- [58]. Болдин, М.С. Физические основы технологии электроимпульсного плазменного спекания. Нижний Новгород : Нижегородский государственный университет им. Н.И.Лобачевского, 2012, 59 с.
- [59]. Г.А. Либенсон, В.Ю. Лопатин, Г.В. Комарницкий. Процессы порошковой металлургии. Москва : Металлургия, 2002. Т. 2, 319 с.
- [60]. A. P. Savitskii, L. S. Martsunova, and M. A. Emel'yanova. Compact porosity changes in liquid-phase sintering due to diffusional interaction between phases. Translated from Poroshkovaya Metallurgiya, №1(217), pp. 6-12, January, 1981. Original article submitted, after revision, February 21, 1980.
- [61]. Г. А. Либенсон, В. Ю. Лопатин, Г. В. Комарницкий. Процессы порошковой металлургии/ т. II - Формование и спекание. Москва «МИСИС» 2002. – 318 с.
- [62]. Madan D. S., German R.M., Lail C. High strength ferrous alloys by- enhanced sintering // Metal Powder Rept. - 1987, 40, No 5.- p.326- 339.
- [63]. Дьячкова Л.Н., Керженцева Л.Ф., Фрайман Л.И. Интенсификация процессов диффузии при спекании легированных материалов на железной основе // Порошковая металлургия. 1991, №2, с. 44-4.
- [64]. James B.A. Liquid phase sintering in ferrous powder metallurgy// Powder metallurgy. 1985, -28, №3, с. 121-130.
- [65]. Patent 4612048, USA. Dimensionally stable powder metal compositions// R. M. German, C. Lall, D.S. Madan.
- [66]. Заявка 61-91345. Япония, МКИ С 22 С 33102. Способ получения порошкового материала на основе железа" Такахаси Иоситана, Матанабе Акира, Сюдо Сюнтаро; Тоёта дзудока к.к.
- [67]. Е. Н. Осокин, О. А. Арьтемыева. Процессы порошковой металлургии. Самара : ИПК СФУ, 2008, 421 с. ISBN 978-5-7638-1523-8.

- [68]. R. Z. Vlasyuk and others. Sintered material based on iron with high impact strength. Translated from *Poroshkovaya Metallurgiya*, No. 6(246), pp. 86-92, June, 1983.
- [69]. I. D. Radomysel'skii, V. N. Klevtsov, S. G. Napara-Volgina, and V. B. Deimontovich. Structure and properties of chromium steel powders. Translated from *Poroshkovaya Metallurgiya*, № 5 (209), pp. 1-5, May, 1980.
- [70]. Dorofeev Yu. G., Skorikov E. A. and B. G. Gasanov. Recrystallization of sintered low-carbon iron produced by dynamic hot pressing. Novocheerkassk Polytechnic Institute. Translated from *Poroshkovaya Metallurgiya*, № 4 (148), p 71-74, April, 1975.
- [71]. Костиков В. И., Дорофеев Ю. Г., Еремеева Ж. В., Жердицкая Н. Н. И др. Особенности применения нетрадиционных углеродсодержащих компонентов в технологии порошковых сталей. Сообщение 3. Влияние технологических факторов на структурообразование и свойства горячедеформированных порошковых сталей. Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2009, № 1, С. 17-21.
- [72]. Radomysel'skii I. D., S. G. Napara-Volgina, and L. N. Orlova. Addition of carbonyl powders as a means of improving the compressibility and sinterability of high-alloy steel powders and the properties of materials produced from them. Translated from *Poroshkovaya Metallurgiya*, No. 8(212), pp. 29-34, August, 1980.
- [73]. Yu. K. Kuz'mina and others. Physicomechanical characteristics of parts produced from mixtures of an atomized and a carbonyl iron powder. Translated from *PM*, №10 (334), p. 1-7, October, 1990. Original article submitted July 26, 1988.
- [74]. ГОСТ 13610-79. Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (с Изменением N 1).
- [75]. Железный порошок ПЖРВ - ТУ14-5365-98, ПАО "Северсталь", ул. Мира 30, Череповец, Вологодская обл., Россия, 162608.
- [76]. Карбонильный порошок железа - ТУ 2436-005-74439740-14, ООО «Синтез-ПКЖ», 1 Восточное шоссе, Восточный промрайон, Дзержинск, Нижний Новгород, Россия, 606000.

- [77]. Карбонильный железный радиотехнический порошок - ГОСТ 13610-79, ООО «Синтез-ПКЖ», 1 Восточное шоссе, Восточный промрайон, Дзержинск, Нижний Новгород, Россия, 606000.
- [78]. ГОСТ 9722-97. Порошок никелевый. Технические условия.
- [79]. ГОСТ 4757-91. Феррохром технические требования и условия поставки.
- [80]. ГОСТ 5420-74. Графит скрытокристаллический. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)
- [81]. Технические условия 6-09-3738-74 " Железо стеарат".
- [82]. Технические условия 6-09-17-316-96 "Цинка стеарат".
- [83]. ISO 3923-2:1981 - Metallic powders - Determination of apparent density - Part 2: Scott volumeter method.
- [84]. ISO 4490:2014. Metallic powders - Determination of flow rate by means of a calibrated funnel (Hall flowmeter).
- [85]. ГОСТ 31992.1-2012 (ISO 2811-1:2011) Материалы лакокрасочные. Метод определения плотности. Часть 1. Пикнометрический метод.
- [86]. ISO 3927:2017. Metallic powders, excluding powders for hardmetals - Determination of compressibility in uniaxial compression.
- [87]. О. Н. Фомина, Порошковая металлургия энциклопедия международных стандартов. Второе издание, переработанное и дополненное, М.: Протектор, 2015, - 384 с.
- [88]. ГОСТ Р 8.777-2011 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Дисперсный состав аэрозолей и взвесей. Определение размеров частиц по дифракции лазерного излучения.
- [89]. А.В. Гропянов, Н.Н. Ситов, М.Н. Жукова. Порошковые материалы. Учебное пособие. Санкт-Петербург, 2017, 73 с.

- [90]. Патент SU 933259 A1, Способ прокатки спеченных заготовок. Барков леонид андреевич, Пастухов валерий васильевич, Барков сергей леонидович. Опубликовано: 1982.06.07.
- [91]. Ермаков С. С., Вязников Н. Ф. Металлокерамические детали в машиностроении. М.: машиностроение, 1975, 231 с.
- [92]. Порошковая металлургия. Материалы технология, свойства, области применения – справочник. Дефорченко И. М., Киев: Наук. Думка, 1985, 624 с.
- [93]. Порошковая металлургия – материалы, технология, свойства, области применения, справочник/ Федорченко И. М. и др. Киев, нау. думка, 1985, 622 с.
- [94]. Бабич Б.Н., Вершинина Е. В., Глебов В. А. и др. Металлические порошки и порошковые материалы. Справочник. [ред.] Ю.В. Левинский. Москва : ЭКОМЕТ, 2005, 520 с.
- [95]. ISO 3325-75. Sintered metal materials. Determination of flexural strength.
- [96]. ISO 2740-86. Sintered metal materials excluding hard metals. Determination of transverse rupture strength.
- [97]. ISO 6506-1:2014. Metallic materials - Brinell hardness test - Part 1: Test method.
- [98]. ISO 6508-86. Metals. Method of measuring Rockwell hardness.
- [99]. Петржик М. И., Е. А. Левашов. Современные методы изучения функциональных поверхностей перспективных материалов в условиях механического контакта. Кристаллография, 2007, т.52, №6, с. 1002-1010.
- [100]. Витязь П. А., Керженцева Л. Ф., Дьячкова Л. Н., Л. Ф. Маркова. Порошковые материалы на основе железа и меди. Атлас структур. Минск: Белорус. Наука, 2008, 155 - с.
- [101]. ГОСТ 1778-70. Сталь. Приготовление микрошлифов.
- [102]. Моница Л. Н. Рентгенография. Качественный рентгенофазовый анализ. Издательство Тюменского государственного университета, Тюмень, 2016, 119 - с.

[103]. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Влияние карбонильного железного порошка на прочность материалов на базе распыленного железного порошка. Сборник тезисов XI Конференции молодых специалистов "Перспективы развития металлургических технологий", ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва, 27 февраля 2020 г., с. 11-12.

ПРИЛОЖЕНИЕ**Приложение 1. Свидетельство о регистрации ноу-хау**

СВИДЕТЕЛЬСТВО О РЕГИСТРАЦИИ НОУ-ХАУ

На основании «Положения о правовой охране секретов производства (ноу-хау) НИТУ «МИСиС», утвержденного ректором «15» декабря 2015 г., проведена регистрация секрета производства (ноу-хау):

Состав и способ получения порошковой стали 60X2H с повышенной прочностью после спекания

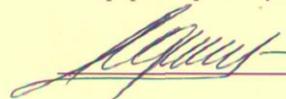
Правообладатель: *федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»*

Авторы: **Нгуен Ныы Дам,
Лопатин Владимир Юрьевич,
Еремеева Жанна Владимировна**

Зарегистрировано в Депозитарии ноу-хау НИТУ «МИСиС»
№ 10-340-2019 ОИС от «08» ноября 2019 г



Проректор по науке и инновациям

 /М.Р. Филонов/

Приложение 2. Акт внедрения в практику.



456780, Россия, Челябинская обл., г.
Озёрск, б-р Гайдара 30 20 ИНН/КПП:
7413020851/741301001 ОГРН:
1157413000172 e-mail:
info@umgrafit.pro
sale@umgrafit.pro тел./факс: +7(351)
799-54-99 www.umgrafit.pro

АКТ

Опытно-промышленных испытаний детали «кольцо упорное»

Комиссия в составе главного инженера Яицкого Д.Л., начальника производства Ноздрачёва А.А. составила настоящий акт, о том что, на производственном участке ООО НПФ «УМГ» была изготовлена партия деталей «кольцо упорное» из 25 штук и проведены опытнопромышленные испытания. Данные детали были изготовлены по технологии, предложенной кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ МИСиС, из порошковой стали 60X2H. Шихта состояла из 0,6 мас.% графита карандашного; 2,6 мас.% феррохрома ФХ025; 1 мас. % никеля марки ПНК-0Т1; 14,1 мас. % порошка железа карбонильного ВК, остальное - железный распыленный порошок ПЖРВ 2.200.26. Шихта смешивалась в лопастном смесителе в течение 60 минут, деталь «кольцо упорное» прессовалась при давлении 700 МПа, спекание проводилось в атмосфере диссоциированного аммиака в течение 120 минут при температуре 1200 оС в проходной печи двухзонной печи, закалка - с температуры 850 оС, отпуск при 300 оС в течение 45 минут.

На предприятии данная деталь изготавливается из прутка стали 60X на металлообрабатывающих станках с многочисленными переходами - точением, растачиванием и последующим шлифованием. Коэффициент использования металла составляет - 0,56; предел прочность стали на растяжение после нормализации и отпуска 690 МПа.

Опытно-промышленные испытания партии детали «кольцо упорное» показали, что коэффициент использования материала при использовании технологии составил - 0,98; при этом предел прочности при растяжении составил 790 МПа.

Комиссия считает, что предложенная технология позволяет снизить затраты на изготовление указанной «кольцо упорное» и повысить ее эксплуатационные характеристики.

Директор



Климанов Денис Викторович