

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования

«Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

На правах рукописи

Нгуен Суан Хоан

СТРУКТУРА И УПРОЧНЕНИЕ СТАЛИ С РЕГУЛИРУЕМЫМ  
АУСТЕНИТНЫМ ПРЕВРАЩЕНИЕМ ПРИ ЭКСПЛУАТАЦИИ

Специальность 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка  
металлов и сплавов»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

Профессор, д.т.н. С.А. Никулин

Москва – 2021

## СОДЕРЖАНИЕ

Глава 1. Аналитический обзор литературы.....	10
1.1 Штамповые стали для горячего деформирования.....	10
1.1.1 Требования к сталям и принципы легирования сталей для горячего деформирования.....	11
1.1.2 Недостатки сталей для горячего деформирования.....	14
1.2 Стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ).....	16
1.2.1 Основные требования к сталям с РАПЭ и принципы их легирования...	18
1.2.2 Влияние легирующих элементов на температуру $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения штамповых сталей.....	22
1.2.3 Влияние легирующих элементов на деформационное и дисперсионное упрочнение аустенита.....	23
1.2.4 Особенности термической обработки сталей с РАПЭ.....	26
1.2.5 Использование сталей с РАПЭ в производственных циклах.....	28
1.3 Поведение сталей при деформации при высоких температурах.....	29
1.3.1 Упрочнение и разупрочнение штамповых сталей при горячей деформации.....	29
1.3.2 Динамический возврат и полигонизация.....	31
1.3.3 Динамическая рекристаллизация.....	34
1.4 Выводы и постановка задач исследования.....	39
Глава 2. Материалы и методики исследования.....	41
2.1 Материалы исследования.....	41
2.2 Методики исследования.....	42
2.2.1 Пробоподготовка образцов.....	42
2.2.2 Определение критических точек и построение диаграмм превращения.....	43
2.2.3 Термическая обработка.....	44
2.2.4 Термомеханическая обработка по схеме сжатия и растяжения.....	45
2.2.5 Металлографический анализ структуры.....	50

2.2.6 Измерение твердости и микротвердости .....	51
2.2.7 Механические испытания на растяжение .....	52
2.2.8 Рентгенографический анализ структуры .....	52
2.2.9 Электронно-микроскопические исследования структуры .....	53
Глава 3. Влияние режимов термической обработки на структуру и твердость стали с РАПЭ. Разработка режимов разупрочняющей термообработки для штамповой стали .....	55
3.1 Определение температур фазовых превращений методом анализа дилатометрических кривых и построение термокинетических диаграмм превращений .....	56
3.2 Изменение микротвердости и анализ микроструктуры штамповой стали после разупрочняющей термической обработки .....	58
3.3 Кинетика разупрочнения стали при термической обработке .....	63
3.4 Влияние длительной выдержки в бейнитной области на структуру и твердость стали с РАПЭ .....	66
Выводы по главе 3 .....	73
Глава 4. Явление горячего наклепа в штамповой стали в процессе термомеханической обработки .....	74
Вывод по главе 4 .....	80
Глава 5: Механизмы горячего наклепа и факторы упрочнения в штамповой стали с РАПЭ .....	82
5.1 Упрочнение стали в процессе термомеханической обработки .....	82
5.2 Изменение структуры стали в процессе термомеханической обработки ..	88
5.3 Факторы и механизмы упрочнения штамповой стали .....	94
Выводы по главе 5 .....	100
Выводы .....	102
Список использованных источников .....	104

### Актуальность проблемы:

Современная промышленность в России и за рубежом нуждается в высокопрочном инструменте для горячего формования металлов, обладающим большим эксплуатационным ресурсом.

Требования к качеству прецизионных заготовок и повышенной долговечности инструментов для штамповки изделий из трудно деформируемых материалов постоянно повышаются, усложняются и условия работы инструмента. При этом рабочая температура поверхности инструмента возрастает до 800 – 900 °С, выше и удельные давления на инструмент, которые достигают 1500 – 2000 МПа.

В настоящее время широко используемые штамповые стали типа 5ХНВ, 4ХМФС и др. обладают низкой жаропрочностью и рассчитаны на работу при температурах до 500 – 550 °С. Более высоколегированные стали типа 3Х2В8Ф, 3ХВ4СФ обеспечивают высокую стойкость инструмента при температурах до 680 – 700 °С. Этот уровень рабочих температур оказался пределом для штамповых сталей на ферритно-перлитной основе. Поэтому разработка новых типов сталей для горячей штамповки, принципов их легирования и способов упрочнения является актуальной задачей.

В СССР в 1970-80 гг. Озерским А.Д. и Кругляковым А.А. были разработаны стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ), которые представляют собой новый класс штамповых сталей. Они относятся к среднелегированным сталям (общее количество легирующих элементов в них обычно не превышает 10 %). Основным инновационным эффектом при создании сталей с РАПЭ является использование сил деформации и высоких температур для повышения прочности инструмента (эффект «Озерского-Круглякова»). Благодаря этому эффекту стали с РАПЭ эффективно используются для изготовления инструментов при горячем прессовании при температурах до 800 °С. В исходном состоянии они имеют ферритную основу и легко обрабатываются. При нагревании до рабочих температур эти стали претерпевают  $\alpha \rightarrow \gamma$

превращение и сохраняют свою аустенитную структуру в процессе работы инструмента. В процессе эксплуатации при рабочих температурах в аустенитном состоянии они склонны к горячему упрочнению.

На момент начала работы были сформулированы основные принципы легирования и критерии прогнозирования свойств сталей с РАПЭ для рабочих температур 650 – 800 °С, разработана технология их промышленного производства. Стали с РАПЭ эффективно использовались для изготовления инструментов при горячем прессовании при температурах до 800 °С. Высокая стойкость инструмента из этих сталей подтверждена при экструзии труб и конструкций из трудноформируемых медных сплавов.

Вместе с тем оставались недостаточно изученными фазовые и структурные превращения и природа упрочнения сталей с РАПЭ при многократных пластических деформациях при температурах 450 – 750 °С. Получение новых экспериментальных данных и научных знаний по этим вопросам необходимо для создания новых экономно-легированных сталей с РАПЭ. Для промышленного применения таких сталей актуальным является разработка режимов их разупрочняющей (обеспечивающей требуемый уровень технологических свойств) и упрочняющей (обеспечивающей требуемый уровень эксплуатационных свойств) обработок.

#### **Цель работы:**

Целью работы является исследование структурно-фазовых превращений в экономно-легированной стали с РАПЭ и выявление механизмов, определяющих процессы упрочнения и ее механические свойства, и разработка на этой основе режимов разупрочняющей и упрочняющей деформационно-термической обработки экономно-легированной стали с РАПЭ.

#### **Основные задачи:**

1. Изучение структурных превращений при отжиге экономно-легированной штамповой стали с РАПЭ и определение режимов

разупрочняющей обработки, способствующих наибольшему снижению твердости стали.

2. Изучение процессов упрочнения при деформации и термической обработки и определение влияния структурных факторов на механизмы и степень горячего упрочнения стали с РАПЭ;

3. Исследование процессов горячей деформации при растяжении и сжатии и определение режимов упрочняющей обработки, обеспечивающих наибольшее упрочнение стали при высоких рабочих температурах;

4. Разработка схем деформационно-термической обработки стали с РАПЭ, обеспечивающих высокую степень упрочнения стали при рабочих температурах.

#### **Научная новизна:**

1 Впервые изучены структурные превращения в штамповой стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ) марки 4Х2Н3М2Г4ФТБ с пониженным содержанием никеля при нагреве в диапазоне 500 – 780 °С после изотермической выдержки в бейните. Показано, что при нагреве до 630 °С после изотермической выдержки, когда количество вновь образованного аустенита относительно невелико, свойства стали определяются в основном структурными изменениями в бейнитных областях и ее твердость непрерывно снижается с повышением температуры отпуска до 630 °С. При более высоких температурах от 650 до 780 °С количество аустенита возрастает, а его распад при охлаждении ведет к повышению твердости стали.

2 В штамповой стали с РАПЭ экспериментально показано явление горячего наклепа в ходе деформационно-термической обработки (ДТО) в диапазоне температур 450 – 750 °С. Степень наклепа в стали с РАПЭ, полученная после гомогенизации при температуре 1150 °С и циклической деформации растяжением при 450 °С, усиливается при последующей циклической деформации при температуре 750 °С. Схема ДТО с гомогенизацией при температуре 1150 °С, предварительной деформацией при

450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и быстрым нагревом на температуру деформации 750 °С стабилизирует состояние горячего наклепа и способствует максимальному упрочнению стали при рабочих температурах.

3 Выявлены механизмы горячего упрочнения («горячего наклепа») стали (деформационное упрочнение; дисперсионное упрочнение; фазовый наклеп при  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращении и упрочнение при деформация в двухфазной ( $\gamma + \alpha$ )-области), и количественно оценен их отдельный вклад в упрочнение стали.

### **Практическая значимость.**

1 Разработан режим разупрочняющей термической обработки новой штамповой стали с РАПЭ, в том числе: аустенизация (1050 °С), длительная выдержка при температурах (330 – 450 °С) интенсивного выделения карбидных (интерметаллидных) фаз, двойной нагрев при температурах (550 – 580 °С) для их коагуляции, и охлаждение с печью, обеспечивающий требуемый комплекс технологических свойств для механической обработки при изготовлении штампа. Режим разупрочняющей термообработки может быть использован непосредственно на производстве в технологическом процессе изготовления штампового инструмента.

2 Предложены схемы ДТО стали с РАПЭ, обеспечивающие повышение прочности непосредственно в процессе горячей деформации, что позволит их использовать для эффективного управления ресурсом штампового инструмента.

**Методология и методы исследования:** В данной работе были использованы современные методы исследований и испытаний: моделирование деформационно-термической обработки металлов на комплексе Gleeble 3800 (по схеме растяжения) и дилатометре (по схеме сжатия), измерение твердости и микротвердости, исследование микроструктуры с помощью оптической микроскопии (ОМ) и электронной сканирующей (СЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) микроскопии, исследование

структуры и состава фаз структуры с помощью рентгеновского дифракционного анализа.

**Достоверность** Результаты получены с использованием современных методов исследований, испытаний и техники эксперимента, большим объемом структурных исследований и механических испытаний с необходимым для получения достоверных данных количеством измерений, применением специального программного обеспечения для обработки результатов, а также соответствием полученных результатов с результатами других исследований.

**Личный вклад** автора диссертационной работы состоит в анализе состояния вопроса по теме работы и постановке задач, пробоподготовке образцов для экспериментов, составлении плана проведения лабораторных исследований и испытаний, в получении, обработке и анализе результатов, формулировании выводов, в выступлении с докладами на научных конференциях и участии в подготовке научных статей по результатам работы.

**Апробация работы:** Основные положения результаты работы обсуждались на следующих всероссийских и международных конференциях:

9-й международной школе с элементами научной школы для молодежи, город Тольятти (2019 г);

Научно-техническом семинаре «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов», город Москва (2019 г);

Международном симпозиуме "Перспективные материалы и технологии", город Брест (2019 г);

8-й международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», посвященная 150-летию открытия Д.И. Менделеевым Периодического закона химических элементов;



3-й Международной Школе Молодых Ученых «Актуальные проблемы современного материаловедения» (2019 г);

X-я Евразийская научно-практическая конференция "Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2021" (2021 г.).

**Публикация:** Основные результаты диссертации опубликованы 8 печатных работах, в том числе:

3 – статьи в рецензируемых отечественных и зарубежных научных изданиях, рекомендованных ВАК и входящих в систему цитирования Scopus и WoS;

5 – тезисы докладов на конференциях.

**Структура и объем диссертации:** Диссертация состоит из введения, пяти глав, основных выводов и списка использованных источников. Объем работы содержит 113 страниц, включая 30 рисунков и 8 таблиц. Список использованных источников содержит 99 наименований.

# Глава 1. Аналитический обзор литературы

## 1.1 Штамповые стали для горячего деформирования

Штампы, пуансоны, ролики и т. д., которые используют для обработки металлов давлением металла, изготавливаются из штамповых сталей. Стали для горячей штамповки – стали, деформирующие металл под воздействием давлений и высоких температур [1 – 3].

Штамповые стали, как правило, производятся по ГОСТ 5950-2000, который определяет химический состав и вид поставки [4, 5]. Основными требованиями к штамповым сталям являются: твердость, износостойкость, высокая ударная вязкость, термостойкость и устойчивость к покраснению (сохранение твердости при повышенных температурах) [6 – 8]. Однако роль того или иного свойства может изменяться в зависимости от условий эксплуатации инструмента [9 – 11]. Поэтому химический состав и режимы термообработки штамповых сталей могут существенно различаться [12].

Следует отметить, что подавляющее большинство сталей перед использованием упрочняются закалкой на мартенсит с последующим отпуском.

Углеродистые, штамповочные и коррозионно-стойкие стали широко используются в производстве штампов горячей деформации – У8, 3Х2В8Ф, 5ХНМ, 4Х5МФС и 20Х13 [13].

При изготовлении штампов для горячей деформации используются повышенная прочность и устойчивость штампа к деформации при нагреве, термостойкость и хорошая прочность при динамическом воздействии при нагревании. Эти важные свойства штамповой стали достигаются благодаря ее достаточной прочности и пластичности [1].

### 1.1.1 Требования к сталям и принципы легирования сталей для горячего деформирования

Для определения того, какие воздействия могут выдержать штамповые стали и с помощью каких свойств может быть достигнута их максимальная прочность, нужно анализировать нагрузки и характер разрушения штампового инструмента [14]. Для изготовления штамповых деталей используются высокопрочные стали – это эффективный способ добиться меньшего веса и повышения их ресурса. Для инструментов горячего деформирования наиболее важными механическими свойствами штамповых сталей являются твердость, теплопроводность термостойкость, износостойкость (горячая), сопротивление термической усталости и ударная вязкость.

Кроме характеристик, которые перечислены выше, штамповые стали должны иметь необходимые определенные технологические свойства: малую склонность к трещинообразованию; низкую чувствительность к перегреву; высокую пластичность при высокой температуре (горячее состояние); хорошую прокаливаемость; удовлетворительную обрабатываемость и шлифуемость, стойкость к прилипанию и привариванию [15].

Для достижения наилучшего сочетания механических, технологических и эксплуатационных свойств, обеспечивающих максимальную надежность при эксплуатации инструмента, разработаны специальные стали для штамповки. Количество марок таких сталей постоянно увеличивается [16].

Долговечность рабочих элементов штампов (вставок) – один из важнейших технико-экономических показателей работы металлообрабатывающих заводов в целом [17]. Одним из основных факторов, определяющих срок службы штампов для горячей деформации материалов, является изменение их физико-механических свойств в условиях термомеханической усталости [18].

Штамповые стали для горячей деформации применяются для производства штамповых инструментов, которые работают при высоких температурах, широком диапазоне тепловых изменений (нагрев и охлаждение), динамических нагрузках, и даже в некоторых случаях на них оказывается значительное влияние коррозии со стороны обрабатываемого металла (форма под давлением). Для таких сталей необходимо сохранение высокой жаропрочности, ударной вязкости, жаростойкости и стойкости к окалинообразованию и стойкости к коррозии [19, 20].

Комплексное легирование: вольфрамом, ванадием, молибденом, хромом и кобальтом обеспечивает жаростойкость штамповых сталей. Стали для горячей штамповки должны обладать максимальной нечувствительностью к местному нагреву. Основной причиной возможного растрескивания инструмента является недостаточная пластичность, например, в плохо отпущенной стали [1].

Не менее важно обеспечить высокую ударную вязкость, особенно применительно к штампам дляковки, поскольку штамп может разрушиться при ударном воздействии со стороны деформируемого металла в процессе эксплуатации. Поэтому этим сталям необходима высокая вязкость не менее  $0,4 - 0,45 \text{ МДж/м}^2$  при  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  и  $0,6 \text{ МДж/м}^2$  при рабочей температуре. Для прессов, которые работают без ударов, важным свойством является стойкость к горячему износу. Разгаростойкость является одним из главных эксплуатационных свойств штамповых сталей. Причем она показывает стойкость стали к образованию поверхностных трещин при воздействии внешних многократных термоциклах [21]. Чем больше разгаростойкость, тем меньше коэффициент теплового расширения и выше ударная вязкость стали. Стойкость стали (соответственно для штампа) к износу может поддерживать размер «фигуры» и долговечность формы штампа.

Обычно штамповые стали для горячей деформации подразделяются в зависимости от их основных свойств на стали со средней жаропрочностью и

высокой вязкостью, стали с повышенной жаропрочностью и высокой вязкостью и стали с высокой жаропрочностью [21].

Физические и механические свойства штамповой стали при рабочей температуре существенно влияют на прочность инструмента. Они представляют собой один из критериев выбора материала штампа [22]. Свойства штамповых сталей, в свою очередь, определяются фазовым и структурным составом, конфигурацией, размером, и взаимным расположением структурных элементов. На рабочие свойства инструмента при деформации оказывают влияние не только химический состав, но и технология выплавки, термообработка заготовки и самого штампа.

Основными легирующими элементами штамповых сталей являются хром, никель, молибден, вольфрам, ванадий, кремний, кобальт, реже марганец и титан [23, 24]. Сталь для изготовления штампов и ударных инструментов для горячей обработки должна обладать определенными эксплуатационными свойствами: твердость, прочность и износостойкость вместе с достаточной пластичностью и вязкостью металлической основы, а также высокую прокаливаемость и закаливаемость [25].

Температура полиморфных превращений в железе изменяется легирующими элементами, которые также влияют на вид диаграмм состояния «железо – легирующий элемент» (рисунок 1) [26].

Различные комбинации легирующих элементов хрома, молибдена, вольфрама, и ванадия (Cr: Mo: W: V) в составе стали, а также исключение молибдена из состава позволяют получать стали с различной твердостью и ударной вязкостью [27 – 35].

Для повышения закаливаемости инструментов штампа больших размеров используется никель, который также повышает пластичность и вязкость штамповых сталей. При его содержании больше 2 %, в интервале 650 – 750 °С ускоряется выделение карбидов по границам аустенитных зерен. Поэтому уменьшается пластичность стали.

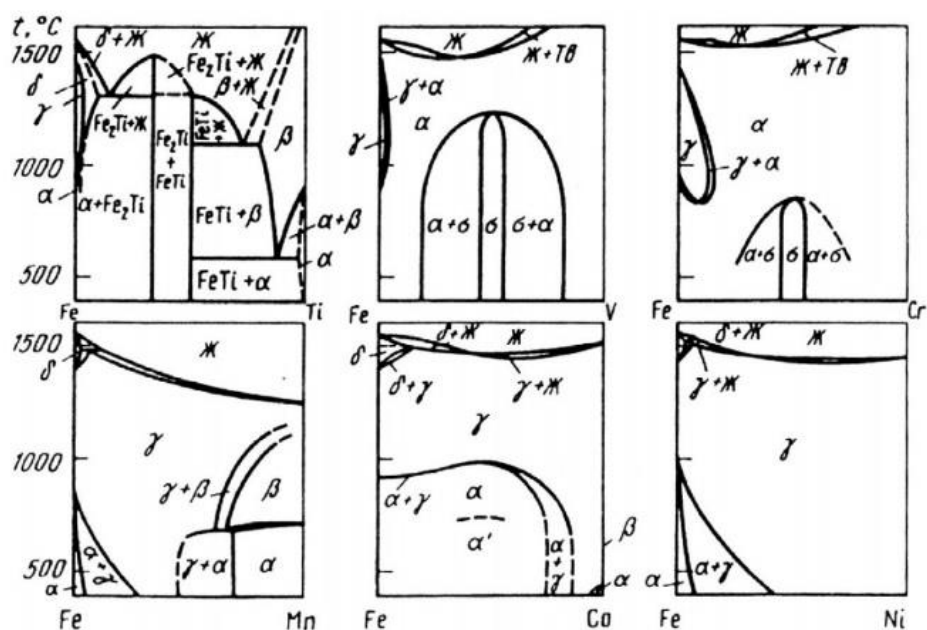


Рисунок 1 – Диаграммы состояния железо – легирующий элемент

Помимо этого, никель может стимулировать развитие усталости стали при высоких температурах. Поэтому содержание никеля в штамповых сталях с повышенной прокаливаемостью при горячей деформации ограничивается 1,5 – 2,0 % [36, 37].

### 1.1.2 Недостатки сталей для горячего деформирования

В процессе работы инструмент для горячего штампа подвергается воздействию высоких температур и переменных термических и механических нагрузок, а также значительного уровня напряжений, близких к пределу текучести стали [38, 39]. Эксплуатация штампа в экстремальных условиях часто приводит к выходу штампового инструмента из строя из-за пластической деформации и разрушения [40, 41].

При выборе штамповых сталей учитывают условия эксплуатации инструмента, возможные причины выхода из строя и требования к материалу штампа горячего деформирования, способы увеличения долговечности сталей, и также анализ системы легирования, особенности термообработки и методов поверхностного упрочнения [42].

В качестве инструментальных материалов более эффективно использование сталей и сплавов на основе ГЦК-кристаллической решетки. Однако высокая стоимость дефицитных легирующих элементов (прежде всего никеля), плохая обрабатываемость, недостаточная жесткость и прочность в промежуточном (до 650 °С) диапазоне температур препятствуют их широкому применению [43, 44].

Для развития технологий горячей штамповки требуется расширение диапазона рабочих температур стали [45, 46]. В настоящее время для обработки плохо деформируемых материалов требуются стали с диапазоном рабочих температур до 700 – 800 °С. Однако обычные жаропрочные сплавы имеют плохую технологичность из-за плохой обрабатываемости. Штамповые стали должны иметь технологические преимущества сталей на основе структуры феррита и длительный срок службы как у жаропрочных аустенитных сталей и сплавов [6].

Инструмент на основе сплавов никеля позволяет производить штамповку на воздухе при температуре 900 – 950 °С [47]. Но эти сплавы не позволяют получить заготовки больших размеров, они отличаются высокой стоимостью, сложностью и трудоемкостью обработки. Эти ограничения затрудняют их использование для изотермической штамповки при изготовлении крупногабаритных изделий из труднообрабатываемых сплавов [48, 49].

Значительное увеличение мощности и температурного режима работы инструмента за счет широкого ассортимента обрабатываемых и специальных легированных сталей, а также повышение мощности и быстродействия оборудования требуют создания сталей, более устойчивых к нагреванию при эксплуатации. Для этих целей были разработаны и внедрены более сложнелегированные стали для горячей штамповки (4Х4ВМФС, 2Х6В8М2К8 и др.). При температурах нагрева рабочих поверхностей до 600 – 650 °С удовлетворительное сопротивление обеспечивают традиционные штамповые стали на ферритной основе с карбидным или карбидно-

интерметаллидным упрочнением. Но для таких сталей на ферритной основе указанный диапазон рабочих температур является пределом. Даже самые жаропрочные из них при нагревании на температуру выше 700 °С сильно разупрочняются, что становится основной причиной быстрого износа инструмента [50]. Это обстоятельство свидетельствует о том, что для стали на ферритной основе с карбидным упрочнением рабочие температуры порядка 690 – 700 °С являются предельными.

Экономическая эффективность процессов горячей штамповки прецизионных деталей во многом зависит от долговечности дорогостоящего инструмента. Использование жаропрочных аустенитных сплавов не решает проблему из-за их склонности к растрескиванию, плохой обрабатываемости, высокой стоимости и редкости химических компонентов, входящих в их состав.

Таким образом, сегодня фактически отсутствуют экономичные стали для горячего прессования, обеспечивающие высокую стойкость и длительный ресурс штампового инструмента в температурном диапазоне 700 – 800 °С.

## 1.2 Стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ)

Учитывая рассмотренные выше недостатки традиционных штамповых сталей, в СССР в 1980-е годы был создан новый тип сталей для горячей штамповки, которые назвали стали с регулируемым аустенитным превращением в процессе эксплуатации (РАПЭ). Эти стали показали высокую склонность к упрочнению в процессе эксплуатации и обеспечивали высокую эксплуатационную стойкость штампов при высоких рабочих температурах 700 – 800 °С [8, 51 – 58].

Стали с РАПЭ отличаются от традиционных штамповых сталей, главным образом, температурой  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения, которая на 150 – 200 °С



ниже температуры нагрева поверхности инструмента при эксплуатации. Это обеспечивается снижением критических точек превращения за счет специально подобранного легирования. Благодаря этому, стали с РАПЭ, имея ферритную структуру после отжига в исходном состоянии, удовлетворительно обрабатываются резанием. При нагреве до рабочей температуры стали претерпевают  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращение и сохраняют аустенитную структуру и высокую прочность на протяжении всего времени с учетом температурного режима работы инструмента, т.е. работают в аустенитном состоянии [8, 59, 60]. Высокотемпературная прочность такой стали в аустенитном состоянии обеспечивается прежде всего за счет твердорастворного и деформационного упрочнения за счет тепла деформируемого металла [8, 53].

Разработка такого типа сталей решает одну из главных металлургических задач – создание штампового инструмента с высокой прочностью при рабочих температурах выше 700 °С [61 – 63]. Поэтому в жестких температурно-силовых условиях эти стали можно применять для изготовления инструмента, который работает при температуре 700 – 800 °С. За счет большей стабильности (по сравнению со сталями на ферритной основе) такой тип сталей может применяться для изготовления штампов горячего прессования никелевых и медных сплавов [59].

Основным инновационным эффектом при создании сталей с РАПЭ является использование деформационных сил и высоких температур для повышения прочности инструмента (эффект Озерского-Круглякова) [61, 64, 65]. Поэтому у этих сталей существует ярко выраженная склонность к горячему упрочнению. Стали с РАПЭ по своим свойствам демонстрируют превосходство по сравнению со всеми традиционными штамповыми сталями в диапазоне рабочих температур 600 – 800 °С [66, 67].

У штамповых сталей с РАПЭ температура  $A_{C1}$  достаточно низкая – около 600 – 620 °С, также сталь обладает высокой степенью устойчивости переохлажденного аустенита при температурах перлитной области.

Применение сталей с РАПЭ для изготовления шайб прессы и штампов (или наплавки) способно увеличить срок службы прессового инструмента в 5 – 10 раз [68]. Еще одним преимуществом сталей с РАПЭ является их относительно невысокая стоимость – эти стали относятся к среднелегированным (общее количество легирующих элементов в таких сталях обычно не превышает 10 %).

На момент начала работы были разработаны основные принципы легирования, способы обработки и изготовления, критерии прогнозирования свойств сталей с РАПЭ, для работы при температурах 650 – 800 °С [68, 69]. Также созданы технологии их промышленного производства. Высокая прочность штампов из этих сталей подтверждена при экструзии профилей и труб из медных сплавов.

Установлены основные критерии для сравнительной оценки степени упрочнения сталей с РАПЭ, в том числе: стабильность переохлажденного аустенита в перлитной области, термическая стабильность упрочненного состояния и степень упрочнения аустенита в диапазоне рабочих температур [8]. Было показано, что дисперсное упрочнение аустенита проявляется при выделении высокодисперсных карбидов, нитридов и интерметаллических фаз в результате старения перенасыщенного твердого раствора и вызвано взаимодействием дислокаций с частицами второй фазы, препятствующим их свободному движению [64, 65].

### 1.2.1 Основные требования к сталям с РАПЭ и принципы их легирования

#### *Структура и фазовый состав после отжига.*

В исходном состоянии (после отжига и высокого отпуска горячедеформированных или литых заготовок) стали с РАПЭ имеют структуру и твердость, близкие к традиционным штампованным сталям с повышенной и высокой жаростойкостью: сорбит, МС карбиды, (М (СN)

карбонитриды в стали с азотом) и  $M_6C$  с твердостью не более 293 НВ. В этом состоянии стали имеют удовлетворительную обрабатываемость.

Однако следует отметить, что из-за высокой стабильности переохлажденного аустенита в перлитной области для достижения минимальной твердости и повышения технологических свойств необходима специальная термообработка [65]. Эти вопросы мало изучены применительно к сталям с РАПЭ различного состава, что затрудняет их использование в промышленности.

#### *Структура и фазовый состав при рабочих температурах.*

При рабочей температуре в диапазоне 300 – 850 °С у сталей с РАПЭ формируется структура стабильного или переохлажденного аустенита с избытком карбидов и карбонитридов  $MC$  или  $M(CN)$ . При этом в сталях могут существовать также интерметаллические соединения. Такое состояние принципиально новое и изменяет подход к легированию сталей для штампов: вместе с элементами, образующими карбиды (Cr, W, Mo, V), требуется вводить элементы, расширяющие  $\gamma$  - область: марганец, никель, азот и другие. При традиционном подходе количество таких легирующих элементов в промышленных штамповых сталях обычно не больше 1 – 2 %, потому что повышение температуры фазового перехода считалось одним из основных факторов увеличения срока эксплуатации инструментов на высоких температурах [66].

Комплексы легирующих элементов в сталях с РАПЭ и уровни их легирования считаются оптимальными при удовлетворении следующих условий [67]:

- Температура  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения ниже, чем у поверхностных слоев инструмента на 150 – 200 °С во время работы инструмента штампа, т.е. стали на ферритной основе должны работать в аустенитной области. На рисунке 2 показано влияние углерода, никеля и молибдена на положение температуры  $A_{C1}$  для стали. Изменение содержания Cr-Ni-Co-Mo-V может приводить к

изменению положения критической температуры, фазового состава и механических свойств стали в широком диапазоне;

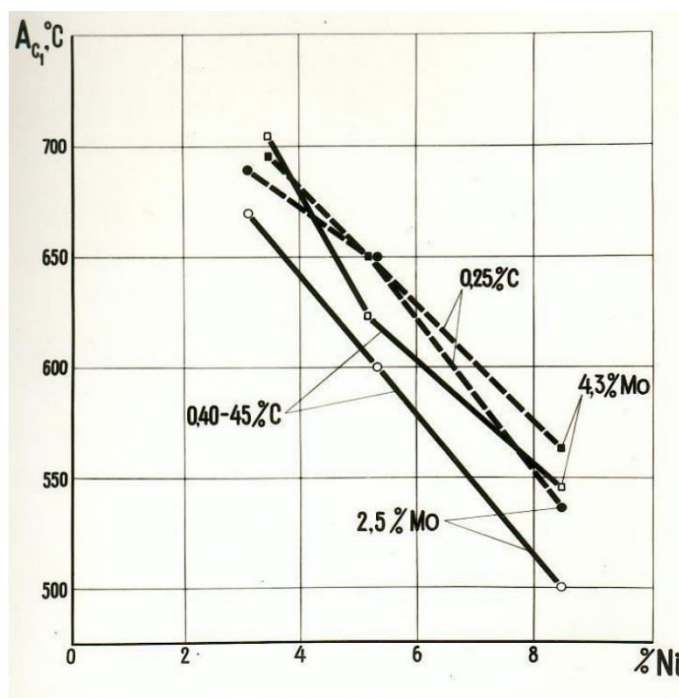


Рисунок 2 – Влияние C, Ni, Mo на температуру  $A_{C1}$  Cr-Ni-Co-Mo-V сталей с РАПЭ

- Стали, претерпевающие  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращение при эксплуатации, должны иметь высокую устойчивость переохлажденного аустенита в перлитной области (рисунок 3), что затрудняет его распад, если охлаждать инструмент до 500 – 350 °C и позволяет применять низкотемпературную термомеханическую обработку для повышения упрочнения поверхностных слоев инструмента;

- Сталь деформируется в аустенитном состоянии, поэтому она подвержена сложному упрочнению в процессе предварительной термообработки и в условиях воздействия температуры и нагрузки, действующих на инструмент непосредственно во время его работы. Эффект упрочняющего действия карбидообразующих элементов используется полностью только при нагреве, когда достигается значительное растворение избыточных фаз в аустенитной фазе;

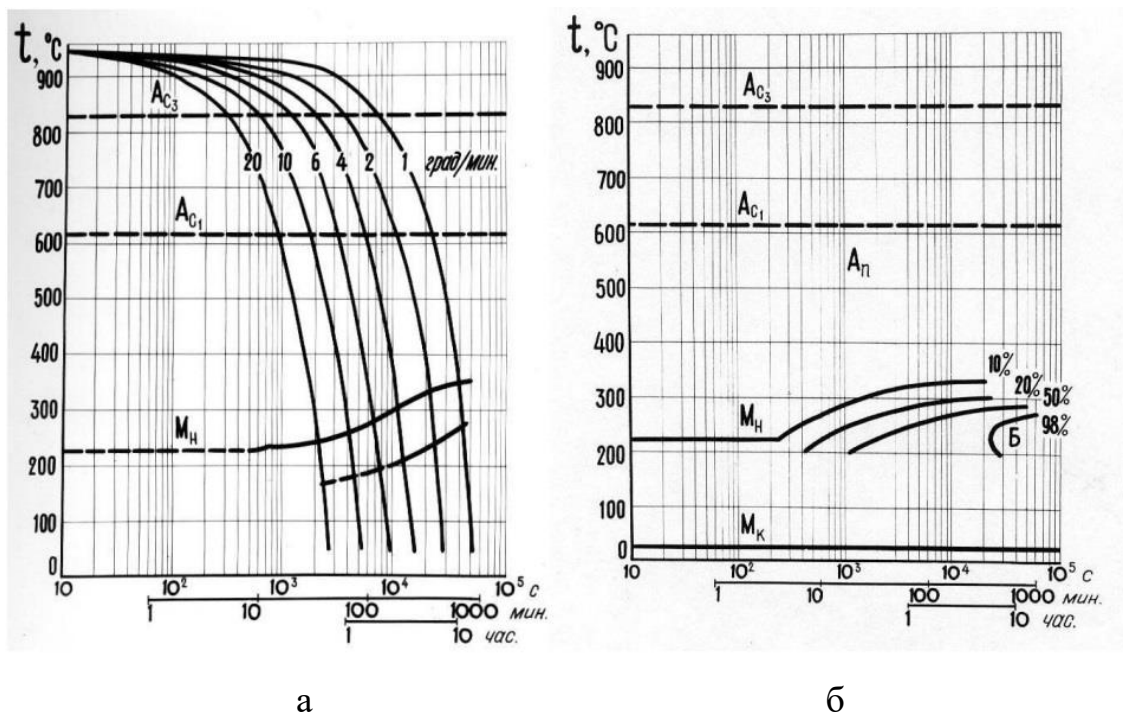


Рисунок 3 – Термокинетическая (а) и изотермическая (б) диаграммы Cr-Ni-Co-Mo-V стали с РАПЭ

- Мо и V – легирующие элементы наиболее эффективно способствующие повышению склонности к упрочнению. Хром также играет активную роль в упрочнении. Он уменьшает температуру растворения специальных карбидов (как  $M_3C$ ,  $M_6C$ ) в аустените и повышает стабильность переохлажденного аустенита в перлитной области. Никель в концентрациях до 8 % практически не влияет на склонность сталей к деформационному упрочнению. Поэтому его содержание в сталях с РАПЭ определяется в первую очередь необходимостью снижения температуры  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения (рисунок 2);

- При выделении карбидов и карбонитридов ванадия достигается дисперсионное упрочнение аустенита в сталях с РАПЭ, при этом могут использоваться фазы Лавеса  $Fe_2Mo$  и  $Fe_2W$ . Исходя из требований к стали для данных температурно-силовых условий эксплуатации инструмента, можно экспериментально определить необходимое количество избыточных фаз [67].

Для реализации этих требований были созданы стали с РАПЭ на основе следующих систем легирования: Cr-Si-Mn-Ni-Mo-V; Cr-Ni-Mo-Co-V; Cr-Ni-Mo-V-N; Cr-Si-Ni-Mo-V [8].

### 1.2.2 Влияние легирующих элементов на температуру $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения штамповых сталей

Принципы легирования сталей с РАПЭ, которые способствуют снижению точки  $A_{C1}$ , отличаются от обычного подхода к легированию жаропрочной стали для штамповки, когда увеличение температуры процессов фазового превращения является одним из основных условий повышения жаропрочности [68].

Влияние легирующих элементов на изменение критических точек стали уже изучено достаточно полно: никель, медь, марганец, углерод, азот и расширяют аустенитную область, в то время как хром, молибден, кремний, ванадий и вольфрам оказывают обратный эффект. Исследования показали, что системы легирования Cr – Ni – Mo и Cr – Mn – Ni – Mo являются наиболее перспективными применительно к среднеуглеродистым штамповым сталям с РАПЭ [8]. При этом изменение массовой доли легирующих элементов в пределах 3,0 – 8,5 % Ni; 2,2 – 5,5 % Cr; 0,6 – 2,5 % Mn; и 1,5 – 3,5 % Mo понижает температуру  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения  $A_{C1}$  до 500 – 600 °С. Для Cr – Ni – Mo сталей температура определяется с помощью следующего уравнения:

$$A_{C1} = 752,5 + 9,8 [\text{Mo}] - 19,5 [\text{Ni}] - 3,6 [\text{Cr}, \text{Ni}] \quad (1)$$

Легирующие элементы, такие как никель, молибден и хром, могут повысить стабильность переохлажденного аустенита при 400 – 600 °С. Варьируя концентрацию углерода совместно с этими элементами, можно получить состояния, когда на термокинетических диаграммах существуют

три переходные зоны – перлитная, бейнитная и мартенситная или две – бейнитная и мартенситная. В связи с эксплуатационными требованиями к сталям с РАПЭ следует использовать диаграмму с двумя областями. Было установлено, что перлитное превращение подавляется или полностью устраняется при содержании в стали 1,9 – 2,4 % Cr, более 5 % Ni и 2,5 – 3,5 % Mo [69].

### 1.2.3 Влияние легирующих элементов на деформационное и дисперсионное упрочнение аустенита

Оценить влияние элементов на склонность аустенита к деформационному упрочнению при температурах 400 – 800 °С можно при использовании следующей процедуры испытаний [8]. Образцы экспериментальных Cr-Ni-Mo сталей подвергались нагреву в камере испытательной машины в атмосфере аргона до температуры аустенизации 950 °С, затем выдерживали в течение 15 мин, потом охлаждали до 800 – 400 °С, и проводили испытание на растяжение. Форма кривых истинной деформации оценивает склонность к деформационному упрочнению стали. Выявлены ниже перечисленные закономерности влияния химических элементов на упрочнение аустенита [8].

*Никель* в концентрациях до 5 % не оказывает влияние на закаляемость сталей и несколько повышает прочность при более высоких концентрациях. Поэтому, как было отмечено выше, концентрация никеля в стали с РАПЭ в основном определяется необходимостью снижения температуры  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения и повышения стабильности переохлажденного аустенита в перлитной области. Авторами [69] была предпринята попытка разработать более экономичные стали, где никель частично заменен марганцем. Однако такие стали с РАПЭ практически не исследованы. Требуется дополнительно изучить влияние марганца на

стабильность переохлажденного аустенита, на деформационное и дисперсионное твердение аустенита.

*Углерод* повышает эффект деформационного упрочнения аустенита при температурах 400 – 800 °С; при одновременном увеличении содержания *молибдена* этот эффект усиливается.

В аустенитном состоянии *молибден* и *вольфрам* очень эффективно увеличивают склонность стали для штамповки к упрочнению [31, 64]. Это результат не только упрочнения за счет деформации, но и дисперсионного твердения (из-за выделения карбидов и интерметаллидов во время изотермической выдержки перед испытанием образца). Повышение массовой доли молибдена способствует увеличению термической стабильности упрочненного состояния. Молибден и вольфрам в штамповой стали входят в состав твердого раствора и карбидов  $Me_6C$ , и образуют карбиды  $Me_2C_7$ ,  $MeC$ . Повышение массовой доли вольфрама и молибдена в легированной стали для штамповки могут измельчить аустенитное зерно, что повышает устойчивость стали к перегреву [29].

При высоких температурах *хром* способствует деформационному упрочнению аустенита, но в меньшей степени, чем молибден.

*Ванадий* находится в штамповой стали в твердом растворе, а также в виде карбида. От содержания углерода и ванадия в стали и от количества других элементов: Cr, W, Mo зависит растворимость карбида типа  $MeC$  в аустените, и поэтому также зависит степень насыщения твердого раствора ванадием. К недостаткам сталей с высоким содержанием ванадия относится пониженная шлифуемость и склонность к образованию накипи [29].

Влияние ванадия на механические свойства комплекса Ni – Cr – Mo сталей в аустенитном состоянии при температурах 700 – 800 °С показано в таблице 1.

Видно, что при повышении содержания ванадия до 1,56 % обеспечивается эффективное дисперсионное твердение аустенита при 700 – 800 °С.



Таблица 1 – Влияние ванадия на механические свойства Сг – Ni – Мо штамповых сталей в аустенитном состоянии [68]

Режим испытания	Температура испытаний, °С	Массовая доля ванадия, %	Механические свойства			
			$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\Psi$ , %	$\delta$ , %
Аустенизация при 1150 °С в течение 15 мин, охлаждение до 450 °С, выдержка 30 мин, нагрев до 750 °С, выдержка 30 мин	700	1,56	650	562	61,5	19,4
		1,16	476	405	66,8	22,5
		0,5	365	280	78	31
	800	1,56	391	345	71,4	25,7
		1,16	298	256	78,2	27,3
		0,5	220	194	84	32,5

Эффект упрочнения можно использовать в максимальной степени только при условии, когда в процессе нагрева под закалку достигается значительное растворение избыточных фаз в аустените, а при старении образуется оптимальное (с точки зрения расстояния и однородности) распределение вновь выпавших частиц в структуре стали.

На основании этих условий упрочняющие фазы в штамповой стали с РАПЭ должны соответствовать следующим требованиям: они должны растворяться в аустените при относительно низких температурах нагрева; должны способствовать эффективному упрочнению аустенита при старении и обладать большим сопротивлением коагуляции при температурах работы инструмента 700 – 800 °С [68].

Авторами [8] сформулированы следующие общие положения, которые следует учитывать при разработке штамповых сталей с дисперсионным упрочнением в аустенитном состоянии:

- В штамповых сталях, которые упрочняются в аустенитном состоянии благодаря выделению карбидов ванадия при массовой доле ванадия 1,6 –

1,8 % и углерода около 0,6 %, достигается высокая прочность при удовлетворительной пластичности и ударной вязкости. Избыточная концентрация ванадия приводит к повышению температуры  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения;

- Карбонитриды ванадия могут быть использованы для дисперсионного твердения аустенита, когда в состав стали входят элементы с массовой долей 0,2 – 0,4 % С, 0,1 – 0,3 % N и около 2 % ванадия. Более легкое растворение карбонитридов в аустените по сравнению с карбидами и нитридами ванадия является основным преимуществом этих сталей;

- При отдельном легировании вольфрамом и молибденом штамповых сталей с массовой долей примерно 6 – 8 % или такой же общей концентрации этих легирующих элементов можно ожидать эффективного дисперсионного упрочнения аустенита фазами Лавеса;

- Благодаря такому сложному легированию стали с РАПЭ в сравнении с традиционными ферритно-перлитными сталями, могут работать в более широком диапазоне температур 300 – 800 °С [8, 37]. Стали с РАПЭ рекомендованы для изготовления штамповых инструментов и пуансонов горячей деформации легированных конструкционных сталей и жаропрочных сплавов, форм для литья под давлением цветных сплавов.

#### 1.2.4 Особенности термической обработки сталей с РАПЭ

Фазовый состав штамповых сталей с РАПЭ после отжига включает в себя  $\alpha$ -твердый раствор и карбиды типов  $M_6C$  (например, в стали ЭП930) и  $MC$  (сталь ЭК92). Для некоторых типов сталей этого класса рациональные температуры аустенизации находятся в диапазоне 950 – 1000 °С (для стали ЭП930) и 1100 – 1150 °С (для стали ЭК92) [8].

Благодаря стабильности переохлажденного аустенита сталь с РАПЭ даже при нагреве и выдержке до 8 ч в перлитной области не испытывает превращения. Поэтому традиционные режимы отжига становятся

неэффективными для сталей с РАПЭ и требуется другой способ термической обработки. При изотермической выдержке в промежуточной бейнитной области достигается полное превращение переохлажденного аустенита. Однако образовавшийся после отжига бейнит характеризуется повышенной твердостью (44 – 50 HRC). Поэтому сталь в этом состоянии плохо обрабатывается. Для понижения твердости стали, что необходимо для механической обработки при изготовлении инструмента, сталь со структурой бейнита необходимо подвергнуть дополнительной термообработке.

Для определения температурного режима термообработки, стали подвергались нагреву при разных температурах от 530 до 750 °С с шагом 30 °С, с выдержкой в течение 25 часов. После проводили охлаждение вместе с печью до комнатной температуры. После изотермической выдержки рентгеноструктурным анализом в структуре образцов определяли количество аустенита при каждой температуре нагрева (таблица 2) [52].

Таблица 2 – Изменение количества  $\gamma$ -фазы и твердости стали ЭП930 при нагреве [52]

Температура нагрева, °С	530	580	630	680	700	750
Твердость после охлаждения, HRC	44	41	31	29	30	37
Количество $\gamma$ -фазы, %	13	13	15	24	28	66

Процесс отпуска исходной структуры бейнита происходит при температурах ниже  $A_{C1}$ , а при нагреве до 630 – 750 °С вместе с отпуском бейнита идет частичное  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращение. Поэтому наряду с этим процессом постепенно увеличивается количество аустенита в структуре, что может отрицательно повлиять на твердость стали.

### 1.2.5 Использование сталей с РАПЭ в производственных циклах

В настоящее время сталь с РАПЭ используется в обрабатывающих отраслях, в том числе для изготовления инструментов для штамповки деталей тракторов [57]. На примере стали легированной азотом (4Х2Н5М2АФ2) было показано, что сталь при воздействии механических и термических нагрузок упрочняется в тонком приповерхностном слое. Кроме того, в процессе штамповки в стали активно идут процессы закалки.

Для стали 4Х2Н5М2АФ2 были предложены технологические режимы упрочнения инструмента в аустенитном состоянии. Сталь подвергается аустенизации с последующим деформационным упрочнением поверхностного слоя при начальном режиме термомеханической обработки. В этой схеме при термомеханической обработке осуществляется механическое и эксплуатационное упрочнение в результате воздействия на рабочий инструмент сил, которые возникли в процессе работы инструмента.

Другой режим предполагает предварительную аустенизацию, а последующее упрочнение стали осуществляет под действием деформации специальных форм, которые обеспечивает многоцикловую пластическую деформацию. Поэтому для этой стали по обоим режимам деформационное упрочнение должно начинаться с температур 400 – 500 °С, что ниже температуры рекристаллизации.

Сталь при деформации подвергается нагреву до 950 – 1000 °С, а затем охлаждается на воздухе до 300 – 400 °С. Поэтому для обеспечения высокой износостойкости при начальном периоде эксплуатации было реализовано упрочнение поверхностного слоя стали. Поверхность инструмента штамповых сталей дополнительно упрочняется при воздействии усилий, возникающих непосредственно в процессе прессования [57, 68].

### 1.3 Поведение сталей при деформации при высоких температурах

#### 1.3.1 Упрочнение и разупрочнение штамповых сталей при горячей деформации

При нагреве стали перед горячей деформацией ее термодинамически нестабильное состояние переходит в более устойчивое состояние благодаря процессам перераспределения точечных дефектов и их взаимодействия с дислокациями и границами зерен, миграции границ зерен, образования малоугловых границ, перераспределению и аннигиляции части дислокаций противоположных знаков и сужению дислокационных петель [58, 60].

При горячей деформации металлов (прокатка, прессование, ковка, штамповка и др.) упрочнение из-за увеличения плотности дислокаций непрерывно чередуется с процессом разупрочнения за счет уменьшения плотности дислокаций при полигонизации или рекристаллизации непосредственно в процессе деформации [70 – 74]. Сплавы на основе тугоплавких металлов (Ni, W, Co) обладают более высокой стойкостью к пластической деформации при высоких температурах, но их производство очень дорого и трудоемко [75 – 81].

При разработке технологичных и высокопрочных штамповых сталей для работы при температурах выше 700 °С основными являются следующие положения:

- Сталь в аустенитном состоянии при рабочей температуре деформации должна обладать склонностью к деформационному или сложному упрочнению. Упрочненное состояние должно обладать повышенной термической стабильностью [61, 64]. Суть этого положения заключается в том, что процессы упрочнения аустенита специальной обработкой или под воздействием термических и механических нагрузок, возникающих в процессе работы штампа, должны преобладать над процессами разупрочнения;

- Термическая стабильность структуры упрочненного аустенита зависит от скорости, температуры и степени деформации. Поэтому, изменяя эти параметры можно получать разные структурные состояния аустенита с различным сопротивлением рекристаллизации. Процесс разупрочнения ускоряется при увеличении скорости, температуры и степени деформации [71, 78]. Повышению термической стабильности упрочненного состояния аустенита способствует легирование твердого раствора Mo, Cr и другими карбидообразующими элементами, а также присутствие равномерно распределенных в структуре высокодисперсных частиц карбидов или интерметаллических соединений [79, 80];

- Механические свойства при высоких температурах и жаростойкость являются основными критериями оценки и прогнозирования свойств штамповых сталей на базе  $\alpha$ - твердого раствора. Но для сталей, которые претерпевают  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращение, эти критерии не являются основными при работе штампа. Необходимы другие надежные критерии для оценки стойкости инструмента сталей с РАПЭ;

- Работоспособность штамповых сталей в аустенитном состоянии зависит, во-первых, от температуры  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения, которая предопределяет возможность использования стали в интервале температур стабильного аустенита [8]; во-вторых, от степени деформации, скорости процессов разупрочнения стали в аустенитном состоянии при рабочих температурах; и в-третьих, от стабильности переохлажденного аустенита при температурах выше 300 °С, которую можно оценить на основании анализа диаграмм изотермического превращения аустенита.

Металлические заготовки после нагрева и выдержки при заданной температуре попадают в условия, когда одновременно протекают процессы деформационного упрочнения и динамического разупрочнения [82 – 94]. Упрочнение происходит при повышении плотности дислокаций под действием внешних сил, взаимодействием дислокаций между собой или другими видами упрочнения. Динамическое разупрочнение при горячей

деформации связано со следующими сложными взаимосвязанными процессами, в том числе [72]:

- Изменения вторых фаз в сплавах: сфероидизация пластинчатых структур и укрупнение дисперсных выделений;
- Изменение в процессе деформации ориентации плоскостей скольжения на более благоприятную;
- Проявление локализации деформации и теплового эффекта пластической деформации;
- Динамический возврат, полигонизация и динамическая рекристаллизация, которые вносят основной вклад в процесс разупрочнения при горячей деформации.

### 1.3.2 Динамический возврат и полигонизация

Для большинства металлов и сплавов динамический возврат и полигонизация появляются при низких степенях горячей деформации, но это наиболее типично для металлов с высокими энергиями дефекта упаковки. Процессы динамического возврата и полигонизации происходят до или вместе с динамической рекристаллизацией. Явление разупрочнения металлов происходит вместе с частичной аннигиляцией дислокаций, уменьшением их плотности и перестройкой дислокаций с образованием сеток дислокаций с низкими энергиями. Кроме этого, возможно поглощение и генерация отдельных дислокаций дислокационными стенками [72]. При повышении температуры деформации, коэффициент деформационного упрочнения снижается и участок горячего деформационного упрочнения становится более коротким, также сопротивление деформации  $\sigma_s$  быстрее достигает стадии стационарного течения. Признаком динамического возврата или полигонизации металла является существование устойчивые стадии после участка деформационного упрочнения без максимума  $\sigma_s$ . В случае, когда сохраняется равноосность и неизменность размеров субзерен и углов

разориентации между ними, размер субзерен не меняется и также не зависит от исходного размера зерна. Тогда размер субзерен прямо связан с температурой деформации и меняется обратно пропорционально скорости деформации, содержанию примесей и значений  $\sigma_s$ . Толщина стенок и плотность дислокаций внутри субзерен снижается, когда увеличивается температура деформации; также увеличивается и размер субзерен. Изменений в микроструктуре и ориентации кристаллов не происходит при возврате, но по мере повышения структурного совершенства физические и химические свойства заметно изменяются.

При динамической полигонизации происходит изменение структуры. Процесс динамической полигонизации происходит практически сразу при горячей деформации, и при очень малых степенях деформации, и также сопровождает весь процесс. Наряду с этим явление разупрочнения при горячей деформации более существенно вплоть до появления стационарной стадии значений  $\sigma_s$  в зависимости от степени деформации  $\epsilon$ , т.е. когда деформация развивается при неизменном напряжении. При этом наблюдается динамическое равновесие между упрочнением и разупрочнением, а основными структурными процессами в этом случае являются рекристаллизация или полигонизация. Процесс динамической полигонизации на стационарной стадии деформации соответствует типу диаграммы горячей деформации  $\sigma - \epsilon$ , на которой отсутствует выраженный максимум или «пик» напряжения течения при переходе к стационарной стадии [66, 79]. Часто встречается тип диаграммы горячего деформирования без «пики» напряжения, особенно для металлов и сплавов, которые разупрочняются на стадии деформации в определенных условиях при механизме динамической полигонизации. При повышении температуры деформации изменяется механизм размягчения в установившемся состоянии от динамической полигонизации к динамической рекристаллизации [72]. В первых этапах горячей деформации повышается напряжение течения благодаря генерации дислокаций и их взаимодействия.



Повышение плотности дислокаций приводит к ускорению процессов динамической полигонизации при горячей деформации. При переползании и поперечном скольжении дислокаций образуются субзерна с малоугловыми границами. Поэтому на установившейся стадии деформации плотность дислокаций, равноосность субзерен и средний размер, а также средняя разориентация их субграниц не меняются (рисунок 4).

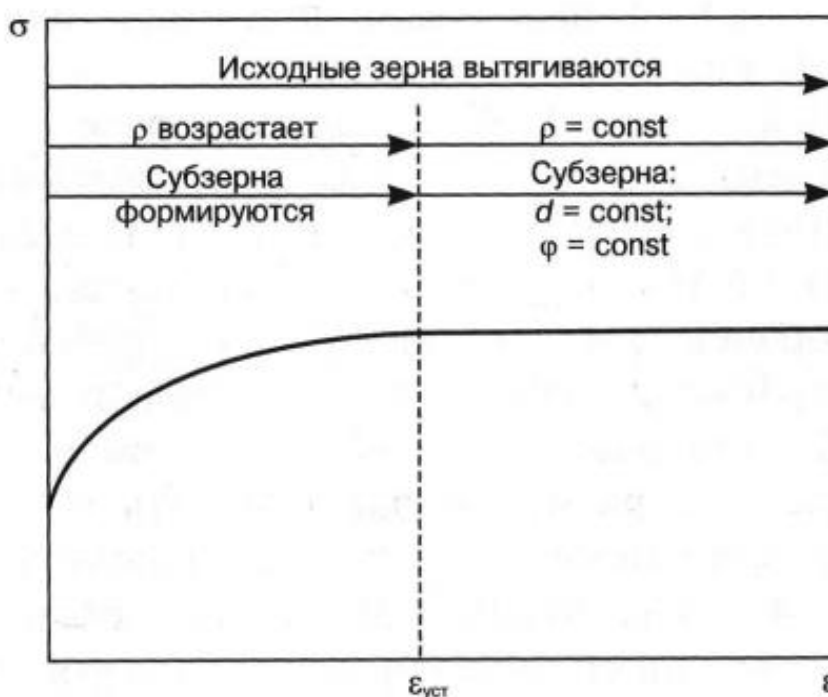


Рисунок 4 – Схема структурных изменений при динамической полигонизации

$\rho$  – плотность дислокаций;  $d$  – размер субзерен;  $\varphi$  – разориентировка субзерен

При условии повышения температуры и уменьшения скорости деформации, напряжение течения снижается на стадии установившейся деформации, также уменьшается полная плотность дислокаций и увеличивается размер субзерен.

### 1.3.3 Динамическая рекристаллизация

Процесс динамической рекристаллизации начинается после или происходит одновременно с динамической полигонизацией. Металлы и сплавы, которые обладают низким коэффициентом диффузии, малой энергией дефекта упаковки и повышенной подвижностью границ зерен, более склонны к динамической рекристаллизации. Зародыши динамической рекристаллизации чаще образуются на границах исходных зерен, чем в их объеме. Чтобы происходил процесс динамической рекристаллизации, в металле необходимо достичь достаточно сильного горячего упрочнения, высоких температур и высоких скоростей деформации. Локальное уменьшение плотности дислокаций в рекристаллизованных областях наблюдается в процессе динамической рекристаллизации. Деформация новых зерен идет вместе с образованием внутренних субструктур, т.е. происходят циклы динамической рекристаллизации [72]. Часто во время испытания трудно выделить компоненты процесса разупрочнения, которое происходит только под действием термической активации, и определить изменение кинетического закона под действием напряжения и скорости деформации.

Наблюдаемое динамическое разупрочнение, которое происходит вместе с пластической деформацией, является следствием следующих двух независимых процессов [72]:

1. Полностью динамические процессы, которые требуют наличия напряжения или скорости деформации для их выполнения, а их степень влияния не зависит от времени;

2. Процессы рекристаллизации, которые характеризуются только термической активацией, а ее значение прямо зависит от времени этого процесса. Наличие максимума  $\sigma_s$  на кривых течения в области деформации  $\epsilon = 0,2 - 0,5$  представляет собой яркий признак динамической рекристаллизации в металлах. Обычно процесс динамической

рекристаллизации начинается немного раньше максимального значения на кривых  $\sigma_s - \varepsilon$ , но просто  $\varepsilon$  играет роль отправной точки динамической рекристаллизации. Кинетика динамической рекристаллизации описывается следующим параметрическим уравнением [74]:

$$W_p = A \times Z^{-a}, \quad (3)$$

где  $W_p = t_p \varepsilon \times (-Q/RT)$ ;

$Z$  – параметр Зенера-Холломона;

$t_p$  – время, требуемое для возникновения динамической рекристаллизации;

$A, a$  – расчетные коэффициенты.

Значение накопленной энергии зависит от параметра Зенера-Холломона  $Z = \varepsilon \times \exp(Q/RT)$  и обычно пропорционально  $\lg Z = \lg \varepsilon + Q/(2,3RT)$ , т.е. уменьшается с повышением температуры. С увеличением температуры скорость кристаллизации снова повышается из-за ее влияния на процессы диффузии. Влияние скорости рекристаллизации на динамическую рекристаллизацию также не неоднозначно, так как при ее увеличении также увеличивается запас энергии (пропорционально  $\log \varepsilon$ ), но сокращается время процесса пропорционально  $\varepsilon$  [73]. Поэтому с увеличением температуры и уменьшением скорости деформации обычно повышается степень динамической рекристаллизации. Начальная температура динамической рекристаллизации зависит от скорости деформации: чем больше  $\varepsilon$ , тем ниже начальная температура динамической рекристаллизации и тем сильнее разупрочнение. При динамической рекристаллизации деформация металла происходит за счет движения дислокаций и их накопления на границах зерен и разупрочнения в результате образования на границе исходных зерен зон рекристаллизации.

### *Изменение структуры при динамической рекристаллизации.*

В случае горячей деформации трудно отличить структурные изменения, происходящие непосредственно во время деформации, от изменений во время охлаждения образца после деформации. При горячей деформации со скоростью, обычно применяемой на практике, достаточно, чтобы материал оставался при высокой температуре после деформации в течение секунды, чтобы вызвать значительные структурные изменения по сравнению с состоянием сразу после деформации. Если наличие ориентированного вытянутого исходного зерна после деформации на установившейся стадии можно рассматривать как признак отсутствия рекристаллизации и прохождения динамической полигонизации, то наличие равноосного зерна в тех же условиях однозначно не свидетельствует о возникновении динамической рекристаллизации. При статической рекристаллизации при охлаждении могло образоваться равноосное зерно. Наличие деформационной субструктуры внутри равноосных зерен (субзерна, искаженные двойники отжига, повышенная плотность дислокаций) может служить подтверждением прошедшей динамической рекристаллизации в поликристаллических образцах. Такая субструктура образуется в рекристаллизованных зернах, образовавшихся на ранних стадиях деформации по мере ее продолжения. Поэтому, чтобы установить, что структурные изменения связаны с реальной динамической рекристаллизацией, образцы следует резко охладить сразу после деформации. При горячей деформации трудно металлографически отличить исходные зерна от рекристаллизованных, когда размер последних близок к размеру исходных. Процессы динамической рекристаллизации во многом схожи с процессами статической рекристаллизации, но также имеют отличия, связанные с наложением, помимо температуры, деформаций и напряжений. Отмечают следующие особенности динамической рекристаллизации [74]:

- Обычно предполагается, что прохождение динамической рекристаллизации соответствует типу диаграммы горячей деформации с

«пиком» напряжения течения при переходе к стационарному состоянию деформации, но это не всегда так. Требуется дополнительный структурный анализ. Только колебание напряжения течения на установившейся стадии деформации можно с уверенностью считать проявлением процесса динамической рекристаллизации;

- Для начала динамической рекристаллизации требуется критическая деформация  $\varepsilon_c$ . Это соответствует деформации  $\varepsilon < \varepsilon_{max}$ . Критическая степень деформации  $\varepsilon_c$  увеличивается с увеличением скорости и понижением температуры деформации. Увеличение исходного размера зерна увеличивает  $\varepsilon_c$ . Считается, что при степени деформации  $\varepsilon_{set}$ , соответствующей пределу текучести в установившемся режиме, материал рекристаллизован на 100 %. Но это справедливо только для мелкозернистых материалов. В общем случае кинетика динамической рекристаллизации зависит от температурных и скоростных условий деформации и размера исходного зерна конкретного материала, и рекристаллизация исходной структуры может продолжаться далеко на стационарной стадии. Размер динамически рекристаллизованного зерна определяется напряжением течения:

$$\sigma = kDR^{-m} \quad (m < 1, k = \text{const}), \quad (4)$$

и увеличивается с повышением температуры и уменьшением скорости деформации;

- Рост рекристаллизованного зерна под действием напряжения во время горячей деформации не происходит, и средний размер динамически рекристаллизованного зерна в установившемся состоянии остается постоянным [75];

- Напряжение течения на установившейся стадии деформации и размер динамически рекристаллизованного зерна не зависят от размера исходного зерна. Исходное зерно влияет на кинетику динамической рекристаллизации, которая ускоряется в исходно мелкозернистых материалах;

- Главной особенностью динамической рекристаллизации является ее цикличность. Рекристаллизованное зерно в установившемся состоянии снова деформируется, проходит стадии горячего деформационного упрочнения, динамической полигонизации и снова рекристаллизуется, достигая ее. Как следствие, структура содержит динамически рекристаллизованные зерна со структурой горячего деформирования и динамической полигонизации внутри зерна, а также вновь рекристаллизованные зерна с относительно низкой плотностью свободных дислокаций [72].

Механизм зарождения динамически рекристаллизованных зерен такой же, как и при статической рекристаллизации [76]. Зарождение часто происходит по границам исходных деформированных зерен, т.е. по механизму Бейли-Хирша. Сначала рекристаллизация происходит по границам исходных зерен (рисунок 5а).

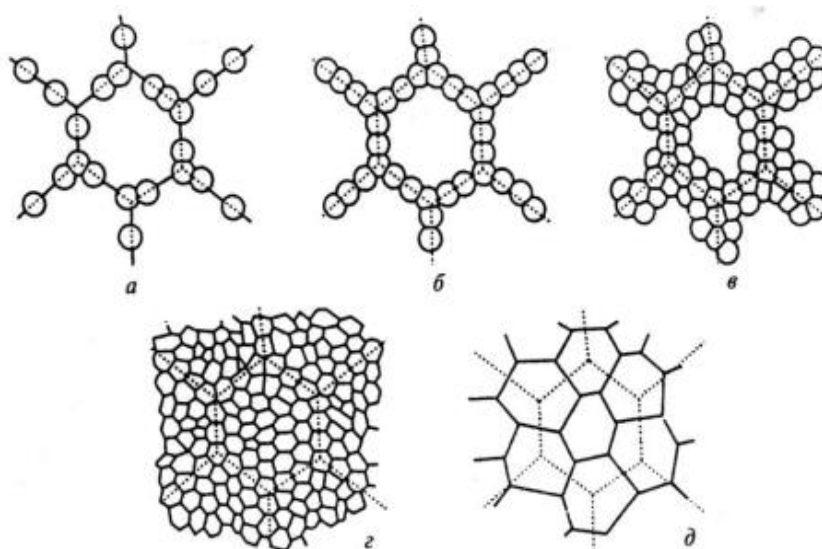


Рисунок 5 – Схема структурообразования в ходе динамической рекристаллизации

а – г – большое исходное зерно; д – мелкое исходное зерно

Когда места зарождения по исходным границам исчерпаны (рисунок 5 б), зарождение продолжается на границах новых динамически

рекристаллизованных зерен (рисунок 5 в) до полной рекристаллизации всего деформированного объема материала (рисунок 5 г). В случае небольшой разницы в размерах исходных и динамически рекристаллизованных зерен все новые зерна появляются почти одновременно, поскольку на границах исходных деформированных зерен имеется достаточно мест зарождения (рисунок 5 д).

#### 1.4 Выводы и постановка задач исследования

Стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ) представляют собой уникальный класс сталей для горячей штамповки, которые соединяют в себе технологичность сталей на базе  $\alpha$ -твердого раствора железа при низких температурах и высокую устойчивость аустенитного состояния при повышенных температурах эксплуатации. На сегодня актуальным остается вопрос понимания природы упрочнения сталей с РАПЭ при многократных пластических деформациях при температурах 450 – 750 °С, обеспечивающих дополнительное упрочнение наклепанного состояния. Создание новых экономно-легированных сталей с РАПЭ требует разработки режимов их разупрочняющей обработки для обеспечения необходимой технологичности и упрочняющей для обеспечения требуемого уровня эксплуатационных свойств.

Целью данной работы являлось:

Исследование структурно-фазовых превращений в экономно-легированной стали с РАПЭ и выявление механизмов, определяющих процессы упрочнения и механические свойства, и разработка режимов разупрочняющей и упрочняющей деформационно-термической обработки стали с РАПЭ.

Для достижения данной цели необходимо решить следующие задачи:

- Изучение структурных превращений при отжиге экономно-легированной штамповой стали с РАПЭ и определение режимов

разупрочняющей обработки, способствующих наибольшему снижению твердости стали.

- Изучение процессов упрочнения при деформации и термической обработке и определение влияния структурных факторов на механизмы и степень горячего упрочнения стали с РАПЭ;

- Исследование процессов горячей деформации при сжатии и растяжении и определение режимов упрочняющей обработки, способствующих наибольшему упрочнению стали при высоких рабочих температурах;

- Разработка схем и режимов деформационно-термической обработки стали с РАПЭ, обеспечивающих высокую степень упрочнения стали при рабочих температурах.



## Глава 2. Материалы и методики исследования

### 2.1 Материалы исследования

Для исследования была выбрана экономно-легированная среднеуглеродистая (0,46 % С) штамповая сталь типа 4Х2Н3М2Г4ФТБ, разработанная на основе промышленной стали 4Х2Н5М3К5Ф (ЭП930), в которой никель был частично заменен марганцем, как элементом, снижающим критическую температуру  $A_{C1}$  и повышающим стабильность переохлажденного аустенита (патент RU 2744584). Исследуемая сталь также отличалась отсутствием кобальта и малыми добавками титана и ниобия. Химический состав стали показан в таблице 3.

Таблица 3 – Химический состав исследуемой стали

Массовая доля химических элементов, %												
Fe	C	Ni	Mo	Cr	Si	Mn	V	Nb	Ti	Cu	P	S
86,3	0,46	2,6	2,1	1,75	1,1	3,9	0,75	0,17	0,4	0,12	0,007	0,005

Сталь для исследования подвергалась выплавке в индукционной печи, потом разливали в слитки по 50 кг. Слитки подвергали горячей прокатке для получения прутков квадратного сечения размером 15×15 мм.

Твердость горячекатаных прутков составила примерно 53 HRC (~650 HV).

Сталь ЭП930, являющаяся прототипом исследуемой стали с РАПЭ, применялась для изготовления инструмента, работающего в жестких температурно-силовых условиях в диапазоне температур 700 – 800 °С, в том числе для штампов и пресс-шайб горячего прессования труднодеформируемых медных и никелевых сплавов.

## 2.2 Методики исследования

### 2.2.1 Пробоподготовка образцов

Резку образцов из исходного горячекатаного прутка для исследований и испытаний осуществляли с использованием:

- Абразивного отрезного станка Abrasimet 250 Buehler с водяным охлаждением (образцы для термической обработки);
- Электроэрозионного станка «АРТА 123» с латунной проволокой диаметром 0,25 мм и водяной ванной (образцы для дилатометрического анализа, для термомеханической обработки и для электронно-микроскопических исследований);
- Токарного станка серии СКЕ6130i с ЧПУ (образцы для термомеханической обработки и для растяжения).

Для качественного и количественного анализа микроструктуры объектов исследования их пробоподготовка была сделана по следующей схеме: готовили металлографические шлифы с использованием операций прессования, шлифования и полировки. Для изготовления шлифов образцы подвергались горячему прессованию в специальной смеси эпоксидной смолы. Процесс горячего прессования осуществляется на автоматическом прессе Simplimet 1000 при температуре 150 °С и давлении  $2 \times 10^7$  Па. Образец помещается на специальную площадку и покрывался смесью порошка эпоксидной смолы. Затем образец в смеси опускался в специальную камеру, где эпоксидная смола прессовалась и отверждалась. После прессования образцы подвергались шлифованию на шлифовально-полировальном станке путем непрерывного шлифования от менее дисперсной наждачной бумаги к более дисперсной. Шлифование проводилось на станке TWINPREP 5 с набором абразивной бумаги с разным размером зерна, от крупного (Р 400) до мелкого (Р 2500). Для окончательной полировки использовался круг с бархатом, на который наносили абразивную

суспензию Masterprep 0,05 мкм, затем образец полировался в течение 2 – 3 мин для достижения зеркальной поверхности шлифа с минимальным количеством царапин и следов.

### 2.2.2 Определение критических точек и построение диаграмм превращения

Для определения температур критических точек ( $A_{C1}$  и  $A_{C3}$ ) проводили исследование образцов штамповой стали на дилатометрической установке DIL 402C.

Использовали цилиндрические образцы диаметром 7 мм и длиной 25 мм, вырезанные из исследуемой стали квадратного сечения 15×15 мм, с исходной твердостью 53 HRC (~650 HV).

Образец, подготовленный для исследования в дилатометре, опускается на специальную подложку, а затем помещается в трубу из оксида алюминия, которая используется в качестве эталонного материала. Потом в держатель с образцом подавали платино-платино-родиевую термопару, а сборку проталкивали в печь, в которой была аналогичная термопара. На окончательном этапе подготовки к эксперименту аппаратно приближали измерительный прибор к торцевой поверхности образца на расстоянии до соприкосновения и сжатия с определенной силой; информация об изменении размера выборки передается через прибор на компьютер.

Требуемая скорость нагрева образца достигается путем изменения тока, подаваемого мощностью печи, на основе команд контролирующего терморегулятора. Линейное изменение размеров всех элементов системы, возникающих во время нагрева печи, – образца, держателя образца, толкателя, – регистрируется точным индукционным датчиком перемещения. Сигнал от датчика преобразуется в первую очередь в напряжение, а потом передается через ТА-контроллер на компьютер и отображается на экране в

виде графика зависимости относительного удлинения образца и держателя от температуры печи.

Производили охлаждение и нагрев образца в интервале температур 400 – 1000 °С при скорости нагрева образца 2 градуса/мин. По результатам анализа строили графики зависимости относительного удлинения образца от температуры печи.

Построение термокинетической диаграммы проводилось с использованием высокоскоростного деформационного дилатометра DIL-805 A/D, который позволяет исследовать кинетику распада переохлажденного аустенита в широком диапазоне температур и скоростей нагрева и охлаждения. Исследования проводились в диапазоне скоростей охлаждения от 0,2 до 10 °С/мин с температуры 900 °С на цилиндрических образцах диаметром 5 мм и длиной 10 мм.

### 2.2.3 Термическая обработка

Исходные прутки имели высокую твердость, 53 HRC (~650 HV), поэтому для дальнейших исследований их подвергали термической обработке для снижения твердости.

Для отработки режимов смягчающей термической обработки использовали образцы квадратного сечения 15×15 мм толщиной 5 мм.

Термическая обработка образцов проводилась в кварцевой трубке в электропечи. Температура контролировалась встроенными хромель-алюмелевыми термопарами с точностью до 2 градусов.

После термообработки образцы подвергали шлифованию и полировке на глубину 0,5 мм, чтобы удалить окалину и обезуглероженный слой и подготовить поверхность исследуемых образцов для металлографического анализа, а также рентгеноструктурного исследования и измерения микротвердости и твердости.

## 2.2.4 Термомеханическая обработка по схеме сжатия и растяжения

Для термомеханической обработки (ТМО) по схеме сжатия использовали цилиндрические образцы стали высотой 10 мм и диаметром 5 мм после разупрочняющей термической обработки (на твердость 320 – 340 HV). Чертеж образца приведен на рисунке 6. ТМО проводили на закалочно-деформационном дилатометре DIL 805 A/D.

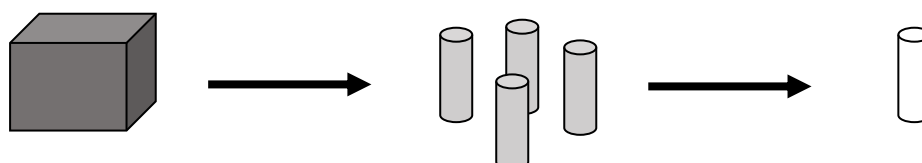


Рисунок 6 – Образец для ТМО на сжатие

Для ТМО по схеме растяжения использовали цилиндрические образцы стали общей длиной 60 мм и диаметром рабочей части 20 и 5 мм, соответственно, после разупрочняющей термической обработки (на твердость 320 – 340 HV). Чертеж образца приведен на рисунке 7. ТМО проводили на установке физического моделирования термомеханических процессов Gleeble 3800.

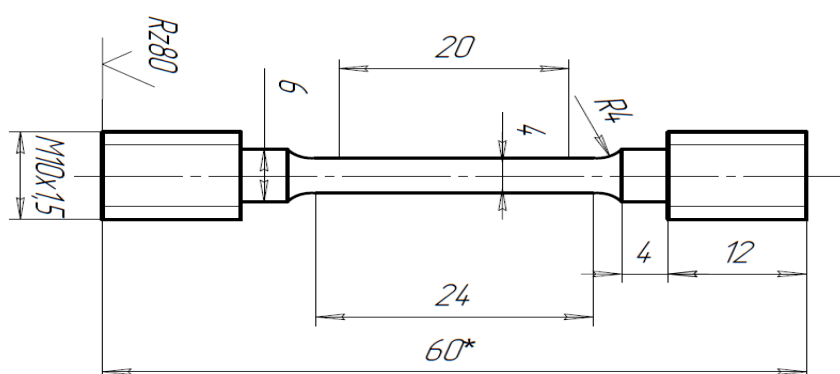


Рисунок 7 – Образец для ТМО на растяжение

ТМО состояла из следующих этапов:

(1) аустенизация при 850 или 1150 °С (гомогенизация для уменьшения степени неоднородности и растворения вторых фаз, присутствующих в стали в исходном состоянии);

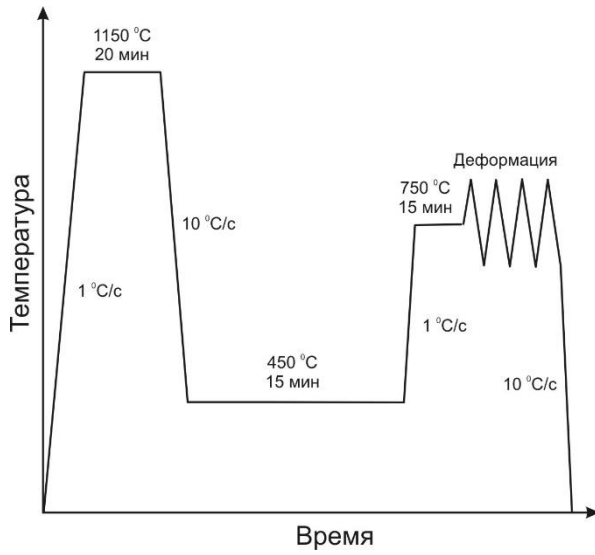
(2) охлаждение до 450 °С и выдержка при этой температуре в течение 15 минут с пластической деформацией и без пластической деформации (данный этап соответствует процессу охлаждения штампа между штамповками);

(3) медленный нагрев с скоростью 1 °С/с до 750 °С и выдержка при этой температуре в течение 15 минут с пластической деформацией, либо быстрый (100 °С/с) нагрев и деформация без предварительной выдержки (данный этап соответствует процессу штамповки).

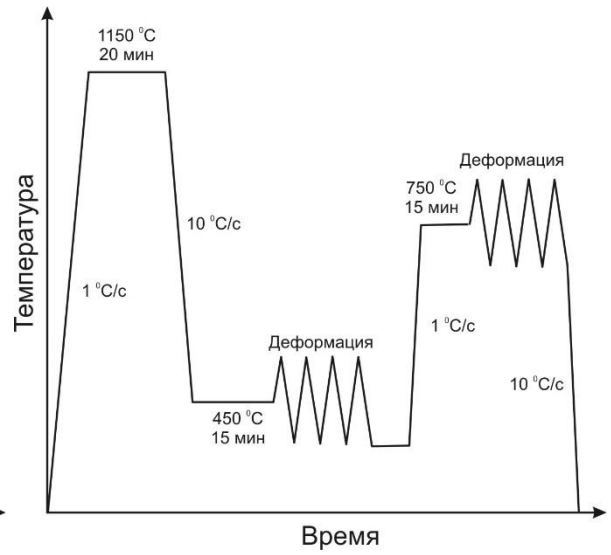
В ряде схем было реализовано промежуточное охлаждение с температуры 450 °С до комнатной температуры, после чего осуществлен быстрый (100 °С/с) нагрев до 750 °С и деформация без предварительной выдержки или медленный нагрев (1 °С/с) до 750 °С и деформация после предварительной выдержки в течение 15 минут.

Проведена деформация по схеме сжатия или растяжения (5 циклов, деформация на каждом цикле ~2 %, скорость деформации 0,1 с<sup>-1</sup>) с записью диаграмм деформации. Использовали по 3 образца на каждый режим ТМО.

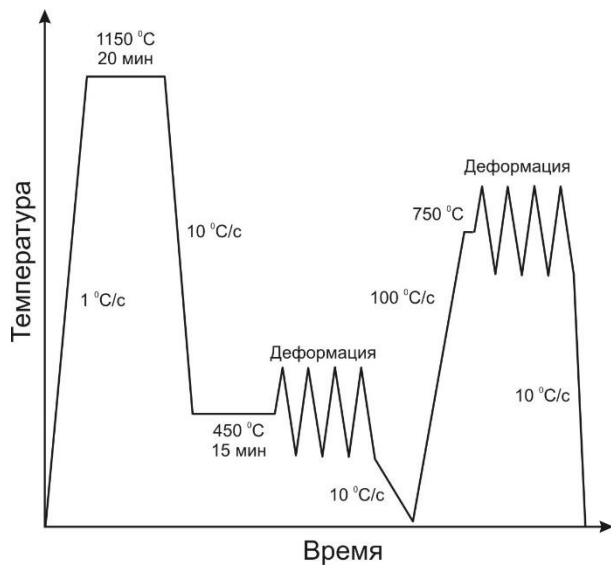
Всего было использовано 8 основных (ТМО-1; ТМО-2; ТМО-3; ТМО-4; ТМО-5; ТМО-6; ТМО-7; ТМО-8) и 2 дополнительных (ТМО-1а; ТМО-8а) схем ТМО. Диаграммы всех ТМО приведены на рисунках 8 и 9.



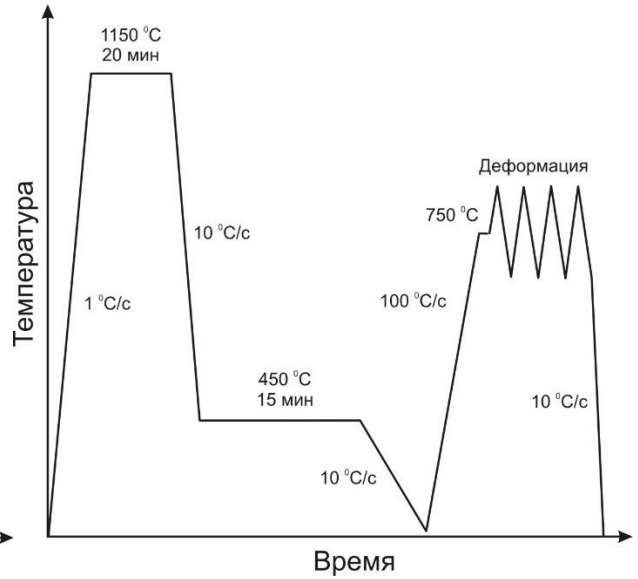
(а)



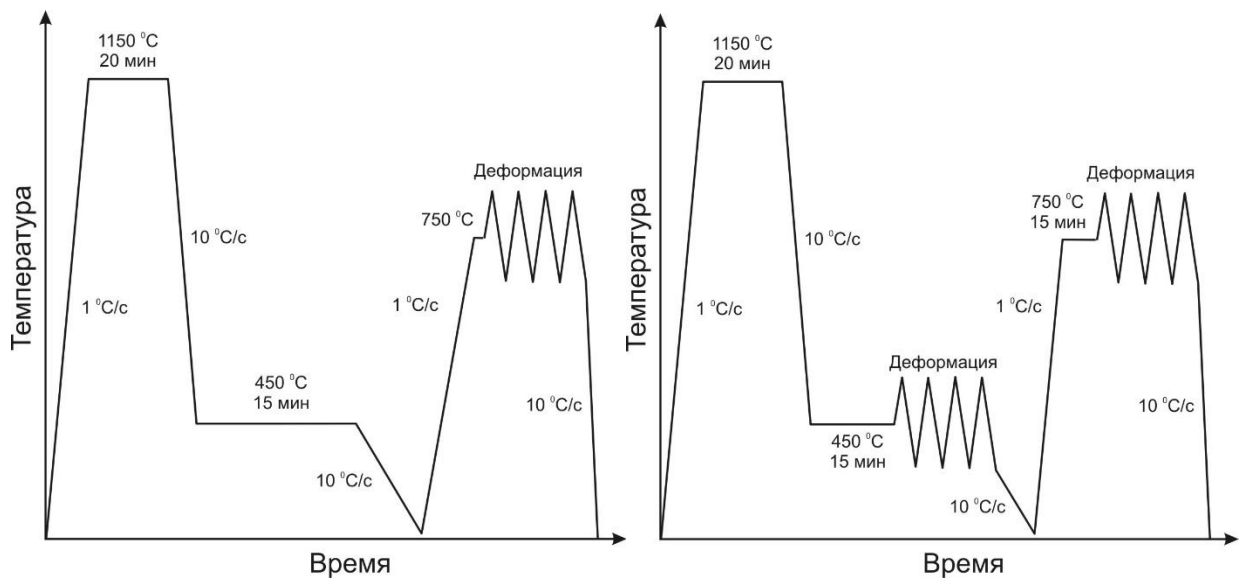
(б)



(в)

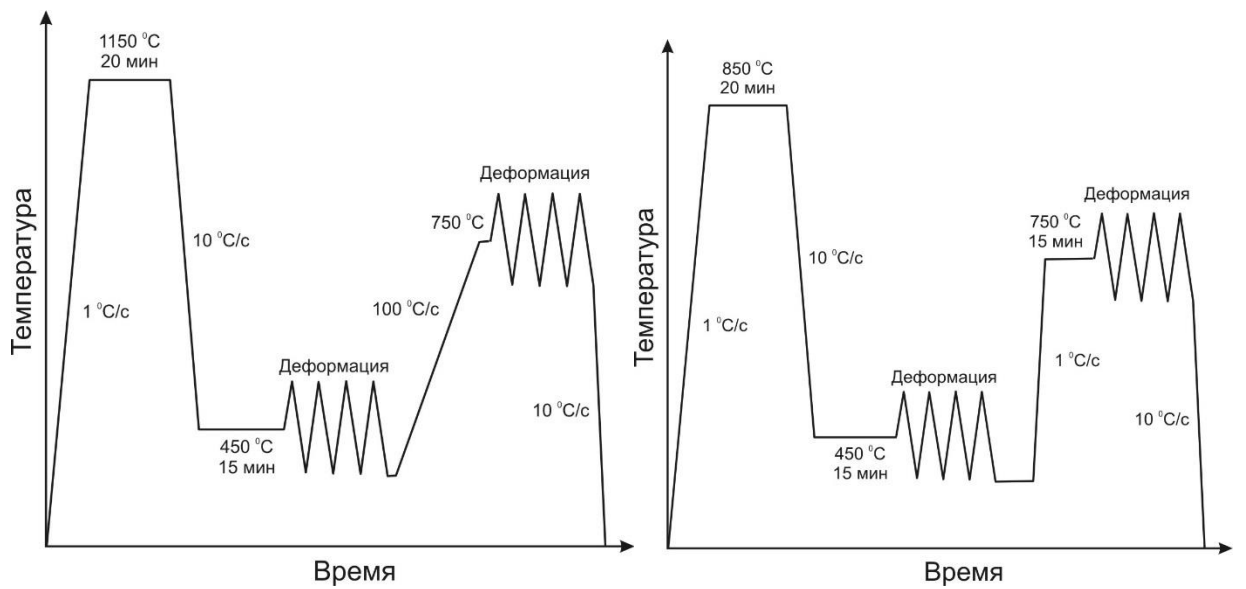


(г)



(д)

(е)



(ж)

(з)

Рисунок 8 – Основные диаграммы ТМО: а – ТМО-1; б – ТМО-2; в – ТМО-3; г – ТМО-4; д – ТМО-5; е – ТМО-6; ж – ТМО-7; з – ТМО-8



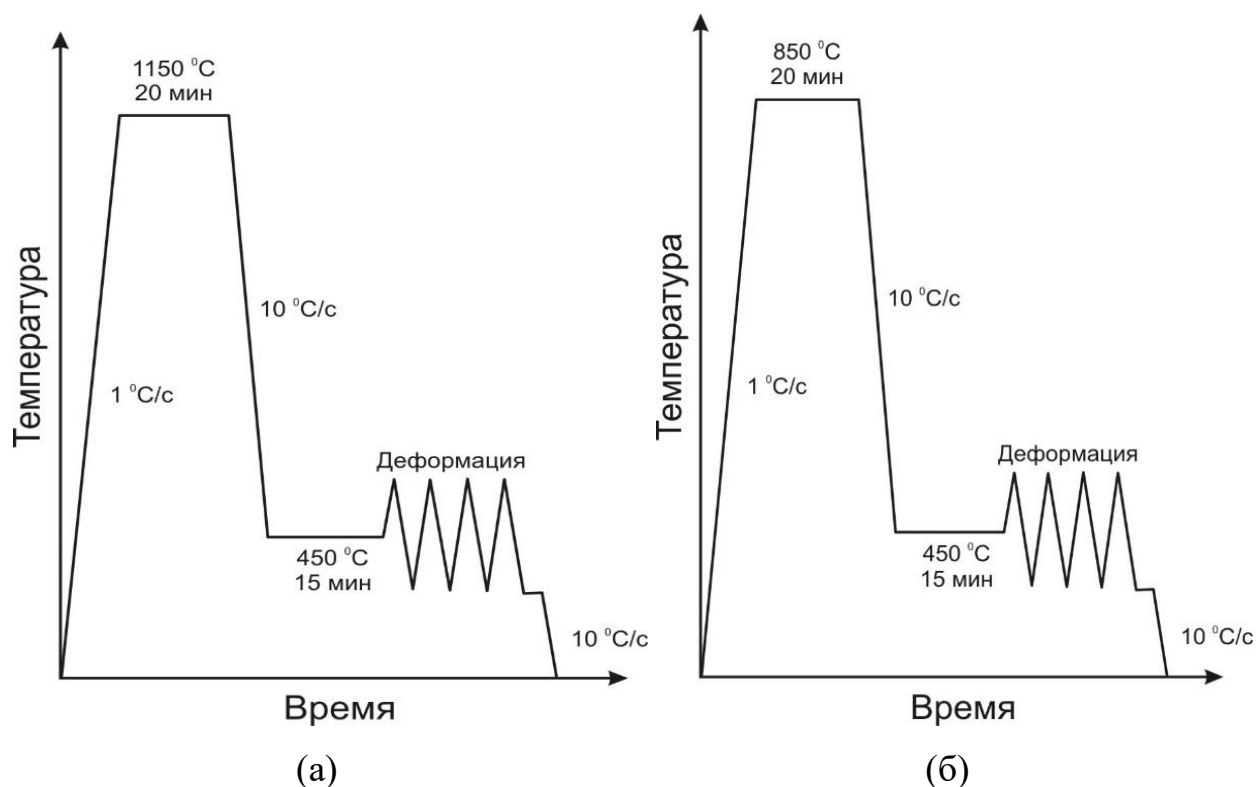


Рисунок 9 – Вспомогательные диаграммы ТМО: а – ТМО-1а; в – ТМО-8а

ТМО сжатием осуществляли по схемам 1 – 8, 1а и 8а, а ТМО растяжением – 1 – 4.

Чтобы рассчитать показатель степени деформационного упрочнения диаграммы деформации в координатах напряжение  $\sigma = P/F_0$  ( $P$  – нагрузка,  $F_0$  – начальная площадь сечения образца) и деформация  $\varepsilon = \Delta l/l_0$  ( $l_0$  – база) до максимума нагрузки  $P$  перестраивали и истинные координаты  $S(\varepsilon)$ , где  $S = \sigma(1 + \varepsilon)$  и  $e = \ln(1 + \varepsilon)$ . Они соответствует уравнению  $S = Ke^n$ , параметры которого  $K$  и  $n$  определяли методом наименьших квадратов как коэффициенты уравнения регрессии  $\ln S = \ln K + n \ln e$ .

Диаграмму в логарифмических координатах «логарифм истинного напряжения – логарифм истинной деформации» аппроксимировали «прямой» по уравнению:  $y = nx + b$ , где  $n$  – это показатель степени деформационного упрочнения.

## 2.2.5 Металлографический анализ структуры

Металлографический анализ проводили на образцах после термической обработки, а также после ТМО (на поперечных шлифах).

В качестве раствора травления использовали реактив Каллинга с повышенной концентрацией соляной кислоты, в составе которого входят 100 мл  $C_2H_5OH$ , 100 мл  $H_2O$ , 100 мл  $HCl$ , 5 г  $CuCl_2$  [95]. После травления шлифов получали изображения структуры на оптическом микроскопе Leica DMI 5000 b при увеличении  $\times 500$  и  $\times 1000$ . При каждом увеличении на каждом шлифе получали по 3 фотографии структуры с помощью камеры, которая посредством подключена к компьютеру.

С помощью специализированного программного обеспечения NEXSYS ImageExpert Pro 3.7 проводился количественный анализ микроструктуры с использованием полученных фотографий изображений структуры. Фотографии были обработаны по следующим операциям: изменение размера фотографии, выбор масштаба, бинаризация, определение объекта исследования по цвету. Все фотографии структур были сделаны в одинаковых условиях яркости, резкости микроскопа и т. д. и обработаны в программном обеспечении по одним и тем же алгоритмам. Для определения процентного содержания бейнитной (темной) и ферритной (светлой) составляющей в структуре, изображения загружаются в программу, затем подвергаются спектральной и качественной фильтрации с целью подготовки изображений к последующей бинаризации. Бинаризация по цвету выполняется путем поиска минимума в распределении «Оттенок – Количество цветных пикселей» и, следовательно, приводит к заполнению областей с бейнитной (темной) фазой монохромным цветом, оставляя области с бесцветной (яркой) фазой феррита. Прямой расчет площадей (закрашенных и неокрашенных) производился в автоматическом режиме. Анализировали 5 полей зрения на каждое состояние стали.

## 2.2.6 Измерение твердости и микротвердости

Микротвердость образцов после термической обработки, а также после ТМО (на поперечных шлифах) измеряли с помощью тестера Buehler Micromet 5101, который автоматизирует процесс расчета твердости образца и подключенного к персональному компьютеру. Изображение через видеокамеру выводилось на экран монитора. Значение микротвердости в единицах HV измеряется по длине диагонали ромбического отпечатка, полученного на поверхности шлифа путем фотографирования. Расчет проводили с помощью программного обеспечения Image Expert Pro 3.0.

На образцах после каждого режима термической обработки случайным образом было выполнено 10 измерений с последующим вычислением среднего арифметического и стандартного отклонения. Параметры измерений: нагрузка – 300 грамм, время приложения нагрузки – 10 секунд, увеличение –  $\times 500$ .

После термообработки образец также подвергался измерению твердости на твердомере Buehler MicroMet 5101T, оснащенном светодиодным дисплеем и внутренним процессором, который автоматизирует процесс расчета твердости образца. По ГОСТ 9013-59 и ГОСТ 22975-78 производились замеры твердости образцов алмазном конусом с предварительным нагружением 10 кгс, обеспечиваемым ручным подъемом измерительного стола с образцами до значений 360 – 365 на индикаторе прибора, и основной нагрузкой 140 кгс, которая прикладывалась непосредственно устройством [96].

На образцах после каждого режима термической обработки случайным образом было сделано 10 измерения с последующим вычислением среднего арифметического и стандартного отклонения.

## 2.2.7 Механические испытания на растяжение

Испытание на растяжение проводили на цилиндрических образцах, аналогичных образцам для ТМО. Испытание на растяжение проводили на установке физического моделирования термомеханических процессов Gleeble 3800 по следующей схеме: нагрев до 1150 °С, выдержка 15 минут, охлаждение с печью до 750 °С выдержка 15 минут. А потом осуществили испытание на растяжение до разрушения со скоростью 5 мм/мин. Данный режим соответствует реальному процессу штамповки и необходим для определения механических свойств стали непосредственно при штамповке. Для проведения испытания всего использовали 3 образца.

Во время испытания на растяжение в автоматическом режиме записываются диаграммы деформации образца в координатах «напряжение – деформация». Следующие механические свойства определены из диаграммы: условный предел текучести, конечная прочность, относительная однородность и полное удлинение.

## 2.2.8 Рентгенографический анализ структуры

Метод рентгеновского дифракционного анализа применяется для изучения структуры и определения фазового состава материала, в том числе для получения и расшифровки уникальной системы дифракционных линий, присущих непосредственно данной кристаллической структуре [97, 98].

Рентгеноструктурный и фазовый анализ образцов штамповой стали проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М с использованием  $\text{CoK}\alpha$ -излучения в диапазоне углов  $2\theta$  от 96 до 103° с шагом измерения 0,2° с экспозицией в каждой точке 10 секунд. Построенная рентгенограмма выводилась на экран компьютера; автоматизирован процесс анализа линии.

Основные характеристики дифрактометра:

- Ускоряющее напряжение 20 – 50 кВ;

- Мощность рентгеновской трубки 2 кВт;
- Диапазон углов  $2\theta$ : от  $10^\circ$  до  $167^\circ$ ;
- Ток трубки 5 – 40 мА.

Чтобы идентифицировать фазы по дифрактограмме, значения межплоскостных расстояний  $d_i$ , деленные на порядок отражения  $n$  от данной плоскости определяли по формуле:

$$d_i / n = \lambda / 2\sin\theta, \quad (9)$$

где  $\theta$  – угол скольжения (угол между падающим лучом и отражающей плоскостью)  $i$ -го максимума на дифрактограмме;

$\lambda$  - длина волны характеристического излучения, в котором проведена съемка.

Экспериментальные значения  $d/n$  сравнивали с эталонными значениями  $d/n$  предложенных фаз. Сравнение началось с самых ярких линий. Если экспериментальные значения  $d/n$  совпадали со значениями  $d/n$  трех-четырех наиболее интенсивных линий предложенной фазы, приведенными в справочнике, то ее наличие в тестовой выборке считалось доказанным [99].

### 2.2.9 Электронно-микроскопические исследования структуры

После термообработки и после ТМО и охлаждения до комнатной температуры электронно-микроскопические исследования структуры образцов были проведены на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100 (JEOL) при увеличениях до  $\times 30000$  на тонких фольгах, вырезанных из образцов. Из-за невозможности исследования структуры непосредственно при температурах ТМО фиксирование дислокационной структуры осуществлялось ускоренным охлаждением до комнатной температуры.

Фольги для ПЭМ-анализа изготавливали из пластин, вырезанных электроискровым методом из исследуемых образцов в направлении, перпендикулярном приложенной нагрузке при деформации (для образцов после ТМО), и шлифовали до толщины ~ 100 мкм с помощью механического шлифования. Затем фольги были утонены методом струйной электрополировки в электролите Struers A2.

### Глава 3. Влияние режимов термической обработки на структуру и твердость стали с РАПЭ. Разработка режимов разупрочняющей термообработки для штамповой стали

Как было отмечено выше, исходные прутки имеют высокую твердость, примерно 53 HRC. Обычные режимы отжига не приводят к понижению твердости стали с РАПЭ из-за высокой стабильности переохлажденного аустенита в перлитной области. Поэтому прутки подвергали термообработке по новой схеме, обеспечивающей минимальную твердость (32 – 34 HRC), для последующей механической обработки для изготовления инструмента. Для этого требуется разработать оптимальные режимы термообработки, которые позволяют уменьшить твердость исходной горячекатаной стали за счет образования структуры «легированный феррит + карбиды (интерметаллиды)».

При длительной изотермической выдержке в промежуточной бейнитной области возможно получение структурного состояния стали с достаточно полным распадом переохлажденного аустенита. Но бейнит при этом обладает высокой твердостью более 44 HRC, поэтому сталь в этом состоянии плохо обрабатывается. В связи с этим сталь с бейнитной структурой необходимо подвергать дополнительной термообработке, уменьшающей твердость.

Определение режима разупрочняющей термообработки штамповой стали проводили путем анализа дилатометрических кривых, построения термокинетических диаграмм превращений, анализа структурно-фазового состава, измерения микротвердости и твердости образцов.

### 3.1 Определение температур фазовых превращений методом анализа дилатометрических кривых и построение термокинетических диаграмм превращений

На рисунке 10 представлена дилатометрическая кривая образца изучаемой штамповой стали (зависимость удлинения образца от температуры нагрева).

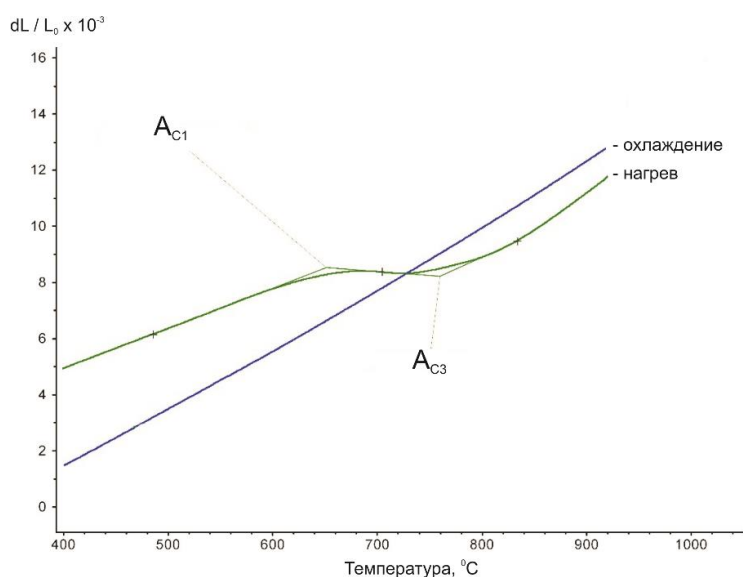


Рисунок 10 – Дилатометрическая кривая образца штамповой стали

Наблюдаемое отклонение зависимости от линейной является следствием прохождения в штамповой стали фазовых превращений. При температуре  $A_{C1}$  начинается  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращение. Критические температуры превращений рассчитывали следующими двумя методами:

1. Согласно методу перегиба, точка фазового перехода – это точка пересечения касательных, проведенных к точкам начала отклонения от линейной зависимости до и после участка перегиба. Рассчитанные температуры составили:  $A_{C1} - 650 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $A_{C3} - 760 \text{ }^\circ\text{C}$ ;

2. По точкам начала отклонения кривых от линейной зависимости. Рассчитанные температуры составили:  $A_{C1} - 610 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $A_{C3} - 790 \text{ }^\circ\text{C}$ .



Наблюдались некоторые различия в значениях критических температур превращения, которые определили этими двумя методами. За точку  $A_{C1}$  принимали минимальное значение температуры  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ , а за точку  $A_{C3}$  максимальное значение температуры  $790\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Также были проведены dilatометрические исследования с построением термокинетической диаграммы штамповой стали (рисунок 11).

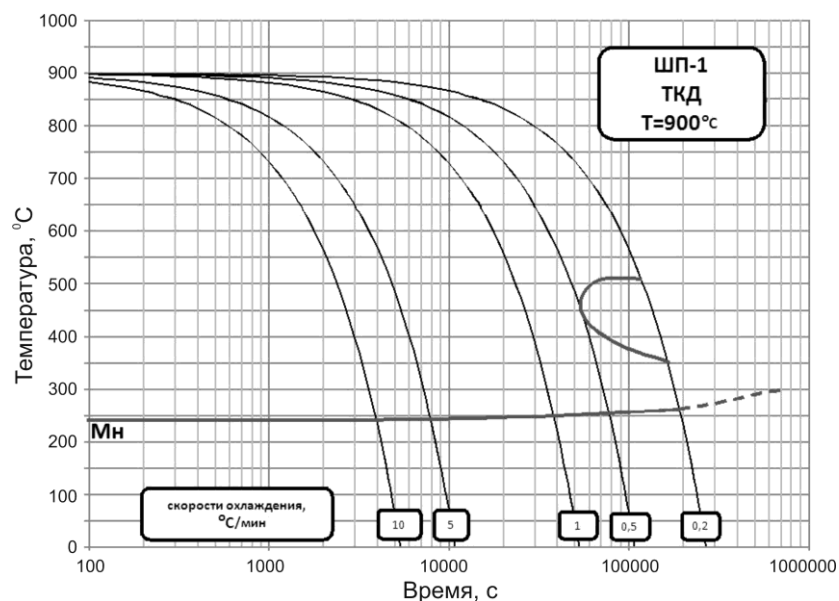


Рисунок 11 – Термокинетическая диаграмма исследуемой штамповой стали

На рисунке 11 видна С-образная область бейнитного превращения ( $330 - 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Проведение изотермической выдержки в этой области при температуре  $T_1$  приводит к выделению карбидов и интерметаллических соединений, что приводит к снижению стабильности переохлажденной аустенитной фазы. При последующем нагреве немного ниже  $A_{C1}$  (при температуре  $T_2$ ) происходит коагуляция выделившихся карбидов (интерметаллидов) и понижение твердости стали.

Таким образом, температура аустенитизации исследуемой стали должна быть значительно выше  $790\text{ }^{\circ}\text{C}$  для наиболее полного растворения легирующих элементов в аустените, но ниже температур интенсивного роста зерна. Рекомендуемый диапазон температур аустенитизации  $870 - 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Температура изотермической выдержки для распада аустенита должна находиться в диапазоне 330 – 450 °С и время выдержки не менее 20 ч.

### 3.2 Изменение микротвердости и анализ микроструктуры штамповой стали после разупрочняющей термической обработки

Режим разупрочняющей термической обработки состоял из следующих этапов: сначала образцы подвергались нагреву до температуры аустенизации с выдержкой 1 – 2 часа для максимального полного растворения частиц вторых фаз; затем их переносили в другую печь, разогретой до температуры  $T_1$ , соответствующей температуре интенсивного выделения карбидов (интерметаллидов) и выдерживали заданное время; После этого образцы нагревали до температуры  $T_2$  и выдерживали определенное время для коагуляции выделившихся карбидов (интерметаллидов). Окончательное охлаждение образцов после термообработки осуществляли вместе с печью.

В таблице 4 приведены все режимы термообработки штамповой стали, использованные в работе, а так же значения твердости и микротвердости образцов до и после термообработки по разным режимам.

Для определения оптимальных температур и времен выдержки образцов штамповой стали использовали критерий минимальной твердости образцов (32 – 34 HRC) после термической обработки с формированием структуры «феррит + карбиды (интерметаллиды)».

Из таблицы 4 видно, что выдержка штамповой стали в аустенитной области при 870 и 1050 °С с охлаждением с печью приводит к формированию преимущественно бейнитной структуры с твердостью 43 и 40 HRC, соответственно.

Таблица 4 – Твердость и фазовый состав штамповой стали после различных режимов термической обработки

Номер обработки	Обработка	Фазовый состав	Микротвердость, HV	Твердость, HRC	Уширение линии (211) $\alpha$
1	Исходный (горячекатанный)	$\alpha$ -фаза + $\gamma$ -фаза (~10 %)	677 $\pm$ 8	53 $\pm$ 1	1,53
2	Нагрев 870 °С (2 ч), охлаждение с печью	$\alpha$ -фаза (бейнит)	420 $\pm$ 9	43 $\pm$ 1	1,16
3	Нагрев 1050 °С (1 ч), охлаждение с печью	$\alpha$ -фаза (бейнит)	380 $\pm$ 10	40 $\pm$ 1	1,10
4	Нагрев 870 °С (2 ч), перенос в печь с 330-350 °С (25 ч), охлаждение с печью	$\alpha$ -фаза (бейнит)	452 $\pm$ 9	45 $\pm$ 1	1,29
5	Нагрев 1050 °С (1 ч), перенос в печь с 450 °С (25 ч), охлаждение с печью	$\alpha$ -фаза (бейнит)	380 $\pm$ 10	40 $\pm$ 1	0,99
6	Нагрев 870 °С, 2 ч, перенос в печь с 330-350 °С (25 ч), нагрев 550 – 570 °С (50 ч), охлаждение с печью	$\alpha$ -фаза (феррит) + $\gamma$ -фаза (~10 %)	338 $\pm$ 6	34 $\pm$ 1	0,76
7	Нагрев 870 °С, 2 ч, перенос в печь с 330-350 °С (25 ч), нагрев 550 – 570 °С (25+25 ч), охлаждение с печью	$\alpha$ -фаза (феррит) + $\gamma$ -фаза (~10 %)	320 $\pm$ 6	32 $\pm$ 1	0,66
8	Нагрев 1050 °С, 1 ч, перенос в печь с 450 °С (25 ч), нагрев 550-570 °С (25 + 25 ч), охлаждение с печью	$\alpha$ -фаза (феррит) + $\gamma$ -фаза (~5 %)	320 $\pm$ 5	32 $\pm$ 1	0,78

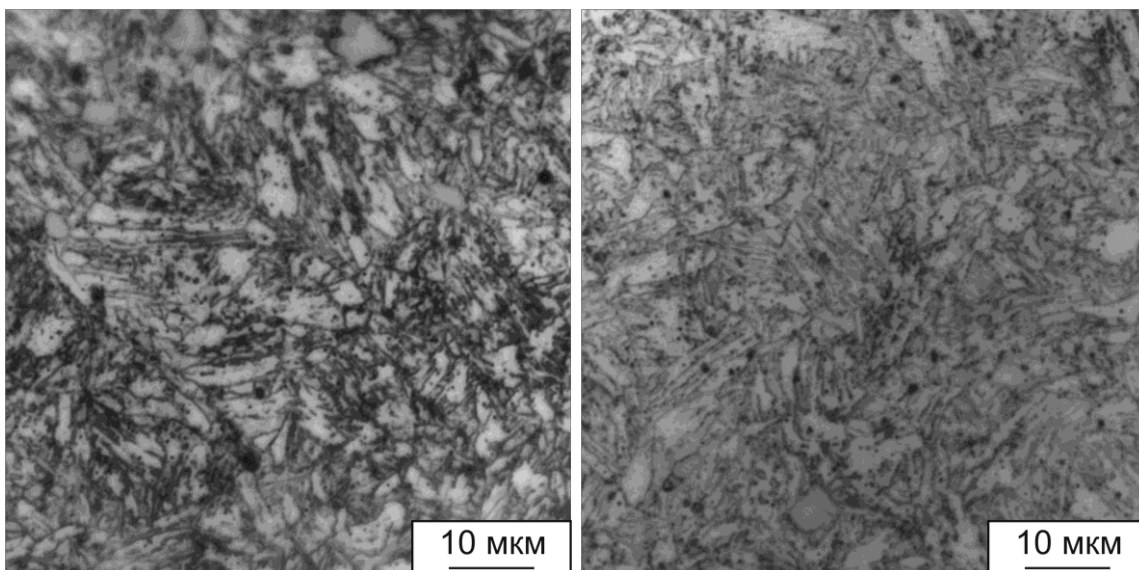
При нагреве штамповой стали до 870 – 1050 °С с 1 – 2-х часовой выдержкой и охлаждении до температуры  $T_1 = 330 – 350$  °С с длительной выдержкой (20 – 25 ч) происходит распад аустенита по бейнитному механизму. При этом твердость стали составляет 45 HRC (450 HV), что соответствует твердости бейнита. При повышении температуры  $T_1$  до 450 °С также формируется структура бейнита, однако твердость снижается до 40 HRC (380 HV), что может быть связано с большей долей выделившихся частиц вторых фаз и обеднением твердого раствора. При повышении температуры до  $T_2 = 550 – 580$  °С после выдержки в интервале температур 330 – 450 °С, значения твердости понижаются из-за коагуляции выделившихся карбидов (интерметаллидов).

На основании полученных данных (таблица 4) была определена схема разупрочняющей термической обработки: аустенизация при 870 °С с выдержкой 1,5 – 2 ч (или при 1050 °С с выдержкой 1 ч) для растворения в аустените вторых фаз (карбидов и интерметаллидов); охлаждение до температур 350 – 450 °С и выдержкой 20 – 25 ч для обеспечения выделения из аустенита карбидов (интерметаллидов). Дальнейший двойной нагрев до 550 – 580 °С с выдержкой 25 ч + 25 ч и медленным охлаждением способствует росту и коагуляции выделившихся частиц и дальнейшему снижению твердости стали.

Сравнивая полученные результаты для исследуемой стали и ее прототипа – стали марки 4X2H5M3K5Ф (ЭП930) [61], можно заметить, что корректировка химического состава стали, а именно частичная замена никеля марганцем, отсутствие кобальта, небольшие добавки титана и ниобия не привели к существенному изменению температур критических точек  $A_{C1}$  и  $A_{C3}$ , однако значительно увеличили устойчивость переохлажденного аустенита. Время превращения переохлажденного аустенита при изотермической выдержке в интервале температуры 330 – 450 °С составило 20 – 25 ч в исследуемой стали против 6 – 8 ч в стали ЭП930. Область бейнитного

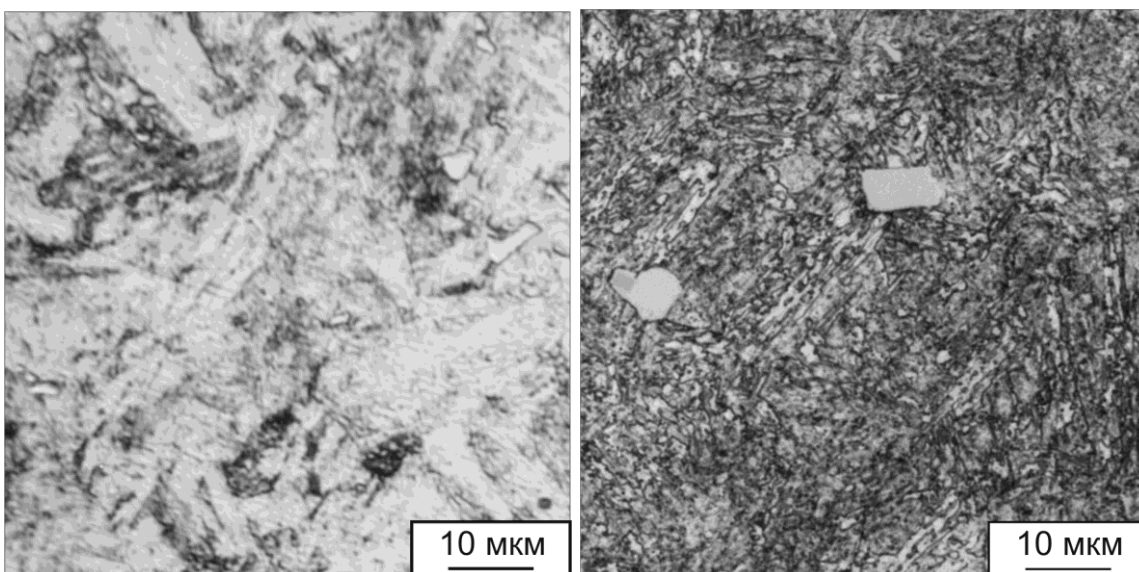
превращения в исследуемой стали смещена к более высоким температурам по сравнению со сталью ЭП930.

На рисунке 12 представлены фотографии микроструктуры образцов штамповой стали после разных режимов термообработки. Металлографический анализ образцов штамповой стали после выдержки при 870 и 1050 °С, а также после выдержки при 870 и 1050 °С, охлаждения до температуры  $T_1 = 330 - 450$  °С с длительной выдержкой (20 – 25 ч) показал наличие характерной структуры бейнита с присутствием крупных частиц размером до 10 мкм (рисунок 12 а, б, в).



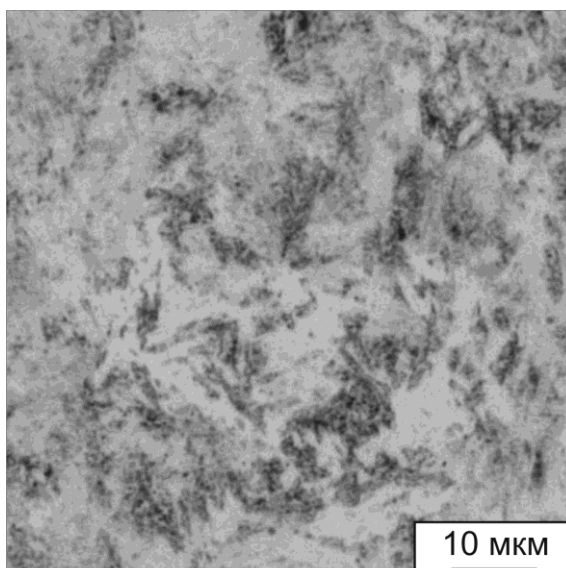
а

б



в

г



д

Рисунок 12 – Микроструктура образцов штамповой стали после термической обработки (оптическая микроскопия): а – обработка №1; б – обработка № 5; в – обработка № 8; г – обработка № 4; д – обработка № 7 (см. таблицу 4)

При сравнении микроструктуры образца после выдержки при температурах  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $330 - 350\text{ }^{\circ}\text{C}$  видно, что выдержка при  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  (обработка № 5) способствует получению менее дисперсной структуры. Это позволяет предположить снижение содержания бейнита при  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ , и становится главным фактором уменьшения значений твердости.

После нагрева до  $870 - 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  с выдержкой 1 – 2 часа, охлаждения до температуры  $T_1 = 330 - 450\text{ }^{\circ}\text{C}$  с длительной выдержкой (20 – 25 ч), нагрева до температуры  $T_2 = 550 - 570\text{ }^{\circ}\text{C}$  с длительной выдержкой (50 ч) и медленным охлаждением образцы характеризуются либо структурой «феррит + бейнит + карбиды (интерметаллиды)», либо структурой «феррит + феррито-цементитная смесь + карбиды (интерметаллиды)» (рисунок 12 в, д).

Сталь с структурой «феррит + бейнит + карбиды (интерметаллиды)» (обработка № 6) обладает твердостью 34 HRC, а со структурой «феррит + феррито-цементитная смесь + карбиды» (обработка № 7) – 32 HRC. Мелкие частицы второй фазы (карбидов размером не более 100 нм) в ферритно-бейнитной структуре штамповой стали хорошо видны на фотографиях,

полученных методом электронной просвечивающей микроскопии (рисунок 13).

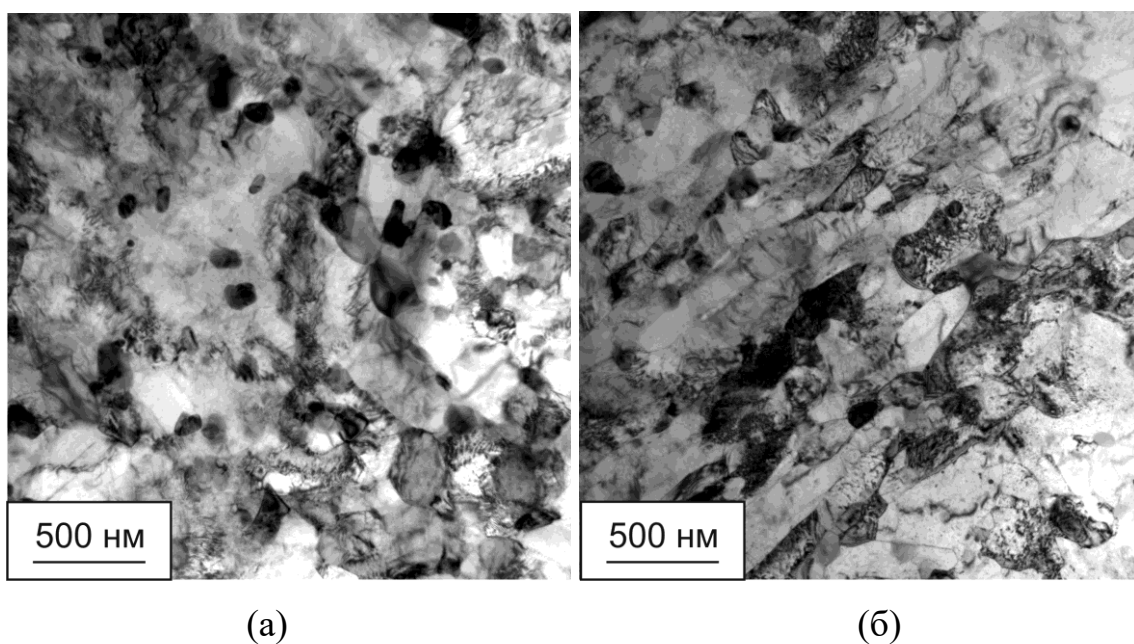


Рисунок 13 – Микроструктура образцов штамповой стали после термической обработки № 7 (нагрев 870 °С, 2 ч, перенос в печь с 330 – 350 °С (25 ч), нагрев 550 – 570 °С (50 ч), охлаждение с печью) (ПЭМ)

Доля бейнита (темной фазы) после количественного анализа микроструктуры в зависимости от режима термообработки образцов достигает  $14,6 \pm 0,2$  %. В структуре чем меньше содержание бейнита, тем ниже твердость образца.

### 3.3 Кинетика разупрочнения стали при термической обработке

Для определения влияния режима термообработки (в частности, изотермической выдержки) на структуру стали, проводили структурный анализ образцов методом рентгеновской дифрактометрии. Полученный фазовый состав и рассчитанные значения уширений рентгеновских линий приведены в таблице 4. Результаты анализа сравнивали с результатами анализа микроструктуры и измерения твердости. Видно, что наибольшее

уширение линии (211) $\alpha$  характерно для стали в исходном горячекатаном состоянии с максимальной твердостью. В этом состоянии структура стали состоит из  $\alpha$ -твердого раствора железа (бейнита или мартенсита) и небольшой доли  $\gamma$ -фазы (~10 %). Нагрев штамповой стали до 870 °С с 1,5-2-х часовой выдержкой, охлаждения до температуры  $T_1 = 330 - 350$  °С с длительной выдержкой (20 – 25 ч) приводит к уменьшению уширения линии (211) $\alpha$  на 15 %. При этом структура стали полностью состоит из  $\alpha$ -твердого раствора железа (бейнита). Наименьшее значение уширения линии (211) $\alpha$  характерно для штамповой стали с наименьшей твердостью после разупрочняющей термической обработки. В этом случае структура стали состоит из  $\alpha$ -твердого раствора железа (легированного феррита). Присутствие небольшого количества аустенита (около 5 – 10 %) в структуре стали можно связать с неравномерным распределением химических элементов в структуре стали из-за формирования вторых фаз. Это в свою очередь приводит к появлению областей в структуре, обладающих более низкой температурой  $A_{C1}$ , что способствует  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращению при выдержках при 550 – 580 °С.

Проведенный анализ показал, что для получения наиболее разупрочненного состояния штамповой стали рекомендуется двойной нагрев с выдержкой 25 ч + 25 ч и медленным охлаждением после каждой выдержки, т.к. такой режим обеспечивает минимальное количество остаточного аустенита (таблица 4).

Микрорентгеноспектральный анализ химического состава частиц и основного металла после аустенизации, проведенный на сканирующем электронном микроскопе, показал отсутствие титана в составе основного металла и его присутствие в крупных частицах (размером 5 – 8 мкм) в количестве 17 – 38 % (рисунок 14).



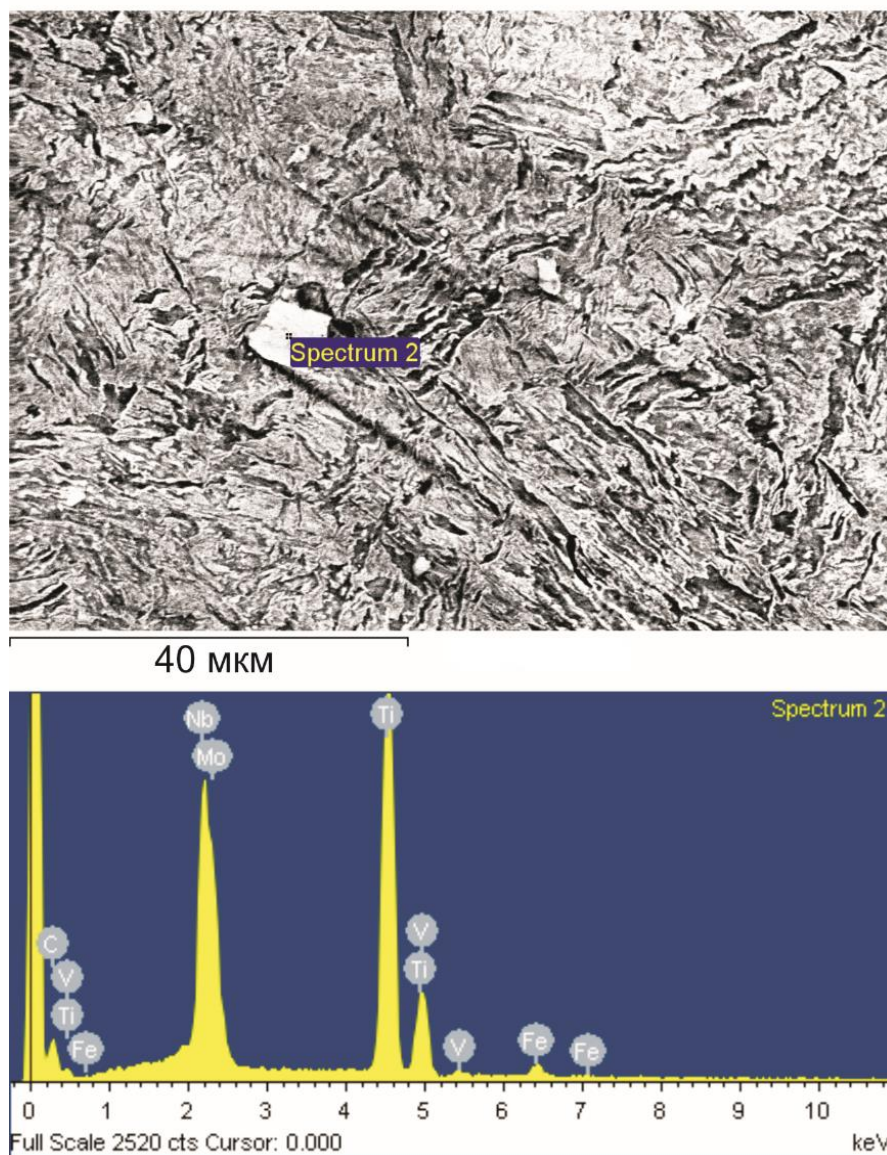


Рисунок 14 – Пример рентгеновского спектра частицы в структуре штамповой стали

В таблице 5 приведен химический анализ 7-ми произвольно выбранных частиц в структуре стали. Видно, что частицы также обогащены углеродом (12 – 23 %), ванадием (3 – 20 %), ниобием (6 – 25 %) и молибденом (9 – 27 %).

Эти частицы могут представлять собой сложные карбиды, которые состоят из ниобия, титана, молибдена и ванадия в различных долях [14]. Некоторые из этих карбидов могут существовать в стали исходного горячекатаного состоянии и не растворяться во время выдержки при

температурах аустенизации из-за их очень высокой термической стабильности.

Таблица 5. Результаты микрорентгеноспектрального анализа частиц в структуре штамповой стали

Спектр от частицы	Массовая доля химического элемента, %									
	C	Si	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	Mo
1	20,3	0,0	16,7	20,5	0,7	0,4	8,1	0,4	5,6	27,2
2	11,8	0,3	30,7	3,5	0,9	0,9	19,6	0,6	22,4	9,3
3	21,6	0,5	22,5	5,4	0,8	1,1	24,5	0,8	9,3	13,4
4	22,1	0,0	37,8	3,3	0,0	0,0	1,8	0,0	25,3	9,6
5	23,4	0,0	37,0	3,2	0,0	0,0	2,4	0,0	25,4	8,6
6	23,3	0,0	29,7	12,0	0,0	0,0	2,2	0,0	9,9	22,8
7	22,7	0,0	34,2	5,9	0,0	0,7	6,5	0,0	15,2	14,8

Отсюда следует, что схема и режим разупрочняющей термообработки штамповой стали с РАПЭ должны включать: аустенизацию (1050 °С, 1 ч); длительную выдержку при температурах интенсивного выделения карбидных (интерметаллидных) фаз (330 – 450 °С, 25 ч); двойной нагрев при температурах их коагуляции (550 – 580 °С) с выдержкой (25 + 25 ч) и охлаждение с печью. Такая термическая обработка способствует снижению твердости стали до минимального значения 32 HRC, что обеспечит хорошую технологичность штамповой стали, в частности, обрабатываемость резанием.

### 3.4 Влияние длительной выдержки в бейнитной области на структуру и твердость стали с РАПЭ

С учетом полученных результатов, были проведены детальные исследования структурно-фазовых превращений и твердости стали с РАПЭ при длительной выдержке в бейнитной области и последующем отжиге в

широком диапазоне температур. Для этого проводили термическую обработку образцов исследуемой стали по следующим режимам:

1) нагрев до температуры аустенизации 870 °С, 1,5 часа или 1050 °С, 1 ч, с охлаждением на воздухе и с печью;

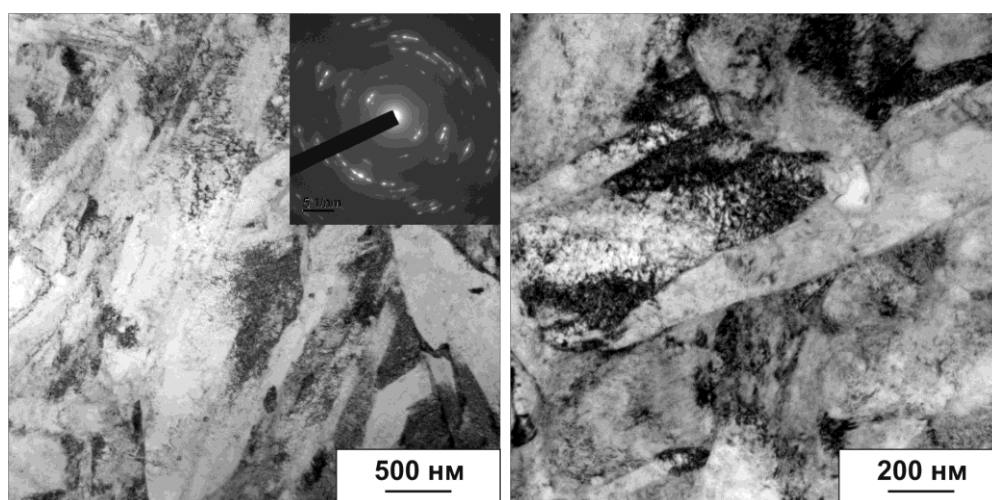
2) нагрев до температуры аустенизации 1050 °С, 1 ч, охлаждение до 450 °С на воздухе, изотермическая выдержка 25 ч, охлаждение с печью;

3) нагрев до температуры аустенизации 1050 °С, 1 ч, охлаждение до 450 °С на воздухе, изотермическая выдержка 25 ч, охлаждение с печью, нагрев до температур 500; 530; 580; 630; 680; 700; 730 и 780 °С, выдержка 25 ч, охлаждение с печью.

Выдержка стали в аустенитной области при 870 и 1050 °С с охлаждением с печью приводит к формированию бейнитной структуры с твердостью 400 – 420 HV (рисунок 15 *а, б*).

В случае охлаждения на воздухе в структуре появляется мартенсит, что приводит к повышению твердости стали до 550 – 630 HV (рисунок 16 *а*).

В обоих случаях рентгеновский фазовый анализ показывает наличие в структуре стали только  $\alpha$ -Fe (феррита, бейнита или мартенсита) (рисунок 16). Наличие мартенсита в структуре стали в случае охлаждения на воздухе с температур аустенизации подтверждается значительным уширением рентгеновских линий и высокой микротвердостью 600 HV (рисунок 17).



(а)

(б)

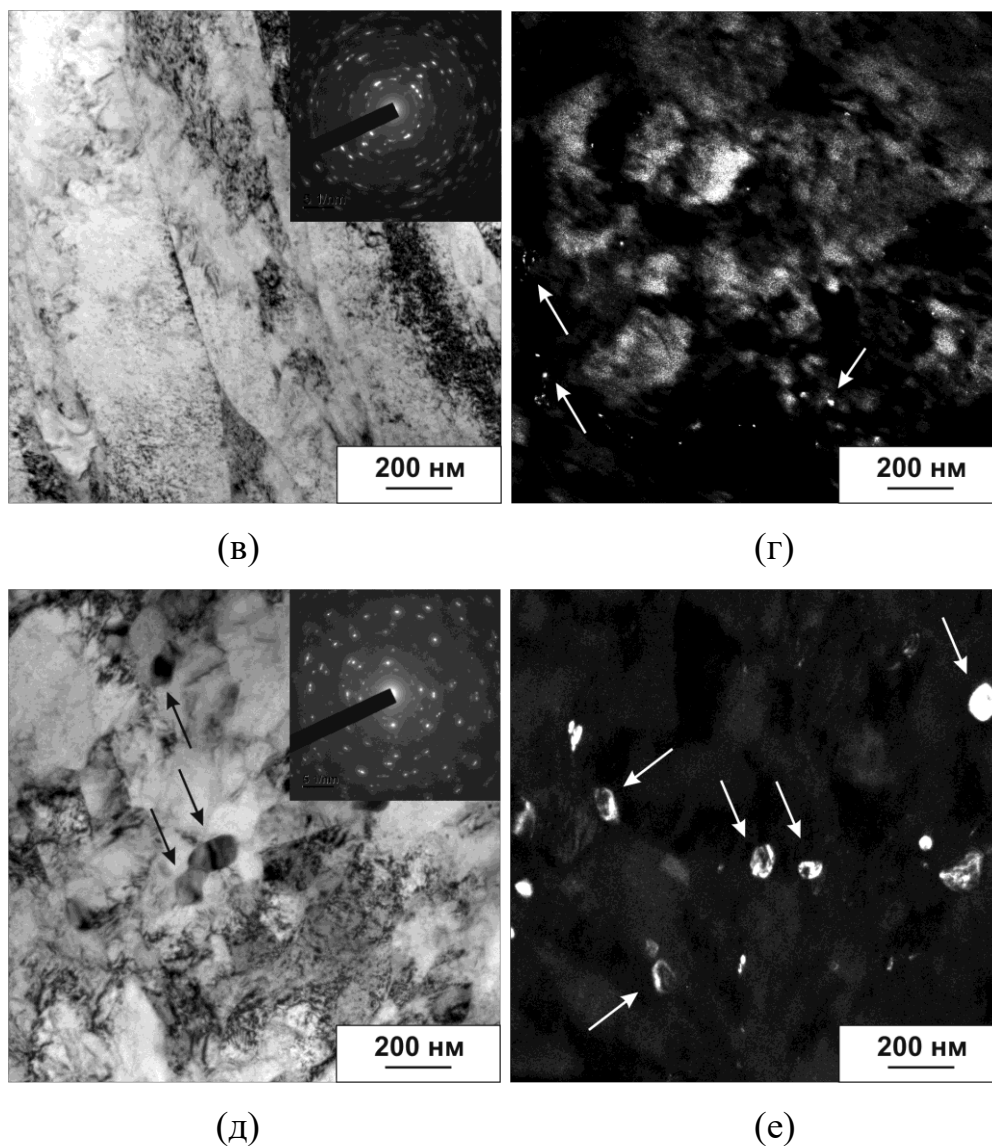


Рисунок 15 – Микроструктура образцов штамповой стали после термической обработки (ПЭМ): а, б – нагрев 1050 °С (1 ч), охлаждение с печью; в, г – нагрев 1050 °С, 1 ч, перенос в печь с 450 °С (25 ч), охлаждение с печью; д, е – нагрев 1050 °С, 1 ч, перенос в печь с 450 °С (25 ч), нагрев 630 °С (25 ч), охлаждение с печью (а, б, в, д – светлое поле; г, е – темное поле в рефлексах вторых фаз; стрелками указаны выделения вторых фаз)

При обработке с изотермической выдержкой 25 ч при температуре 450 °С и охлаждением с печью происходит более полный распад аустенита по бейнитному механизму (рисунок 15 в, г). При этом твердость стали существенно не изменяется и составляет 380 – 430 НV.

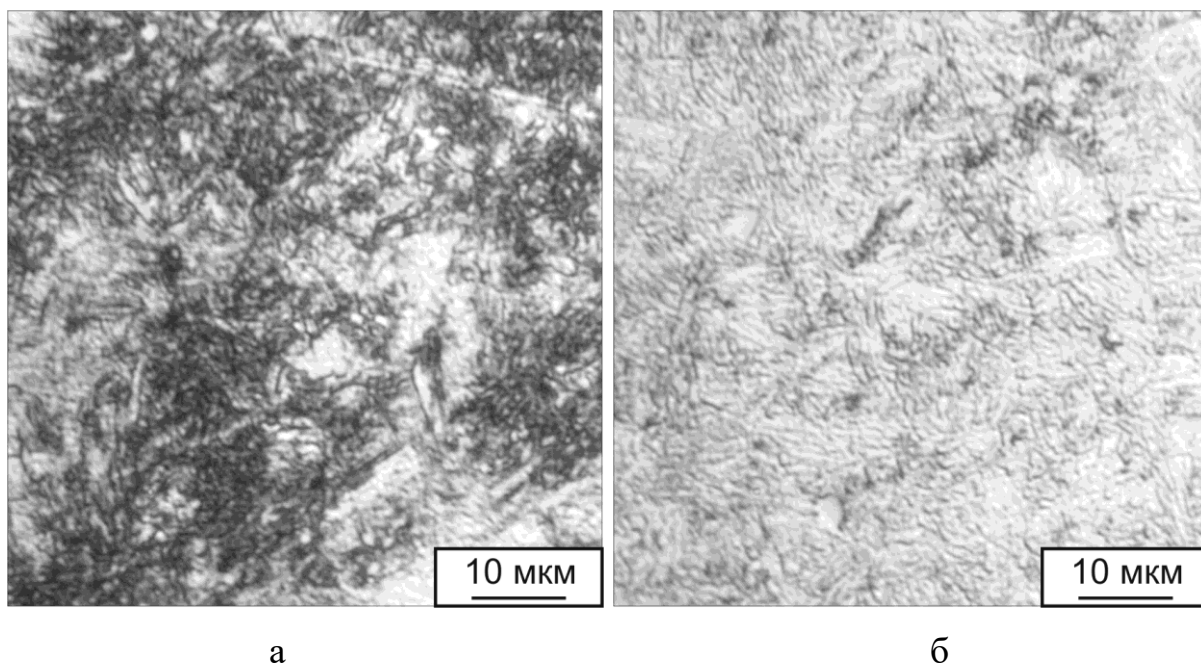


Рисунок 16 – Микроструктура образцов штамповой стали после термической обработки (оптическая микроскопия): а – нагрев 1050 °С (1 ч), охлаждение на воздухе; б – нагрев 1050 °С, 1 ч, перенос в печь с 450 °С (25 ч), нагрев 630 °С (25 ч), охлаждение с печью

Более сложные структурные и фазовые изменения происходят при последующем нагреве в интервале температур 500 – 780 °С и охлаждении с печью. Эти изменения приводят к нелинейному характеру изменения твердости стали при нагреве. Твердость стали вначале по мере повышения температуры отпуска до 580 °С понижается (до 300 HV), затем в интервале температур 630 – 680 °С изменяется незначительно и при нагреве до более высоких температур 700 – 780 °С существенно повышается до ~400 HV (рисунок 17).

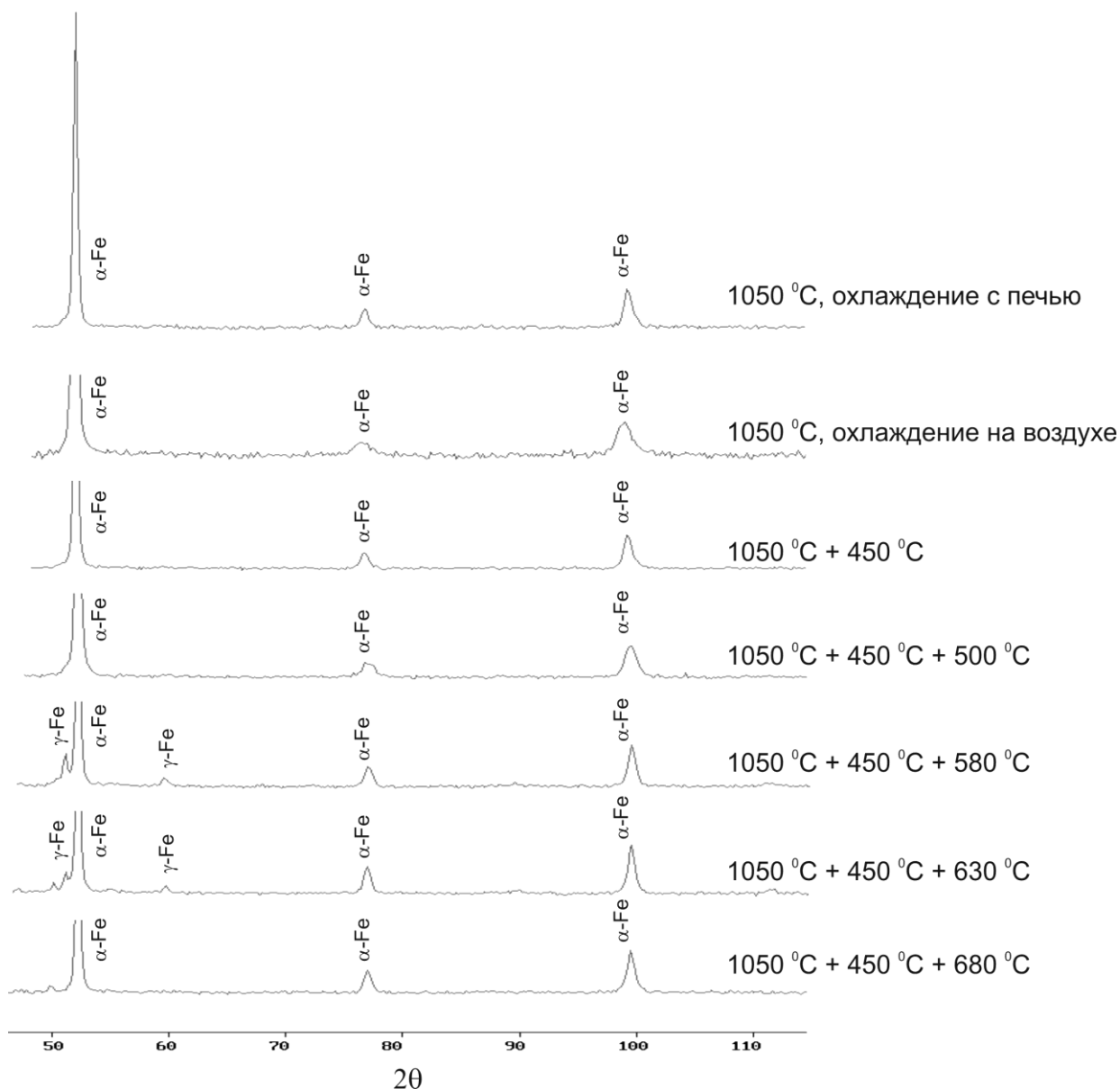


Рисунок 17 – Рентгеновские дифрактограммы штамповой стали после различной термической обработки

При температурах нагрева ниже  $A_{C1}$  ( $\sim 620$  °C) протекают структурные изменения в исходной бейнитной структуре: из  $\alpha$ -твердого раствора выделяются углерод и легирующие элементы, происходит коагуляция карбидных фаз. Указанные структурные изменения сопровождаются весьма существенным понижением твердости стали. При нагреве до температур 550 – 580 °C, т.е. ниже точки  $A_{C1}$ , и охлаждении с печью в структуре стали появляется аустенит с объемной долей до 10 %. При этом в объеме феррита продолжают происходить процессы коагуляции карбидов (интерметаллидов), что

способствует понижению твердости стали (рисунок 18). Появление аустенита может быть связано с тем, что сталь из-за повышенного содержания легирующих элементов склонна к ярко выраженной химической микронеоднородности после горячей деформации. Эта неоднородность в значительной степени сохраняется и после нагрева до температур аустенитизации и, следовательно, будет оказывать существенное влияние на кинетику бейнитного превращения.

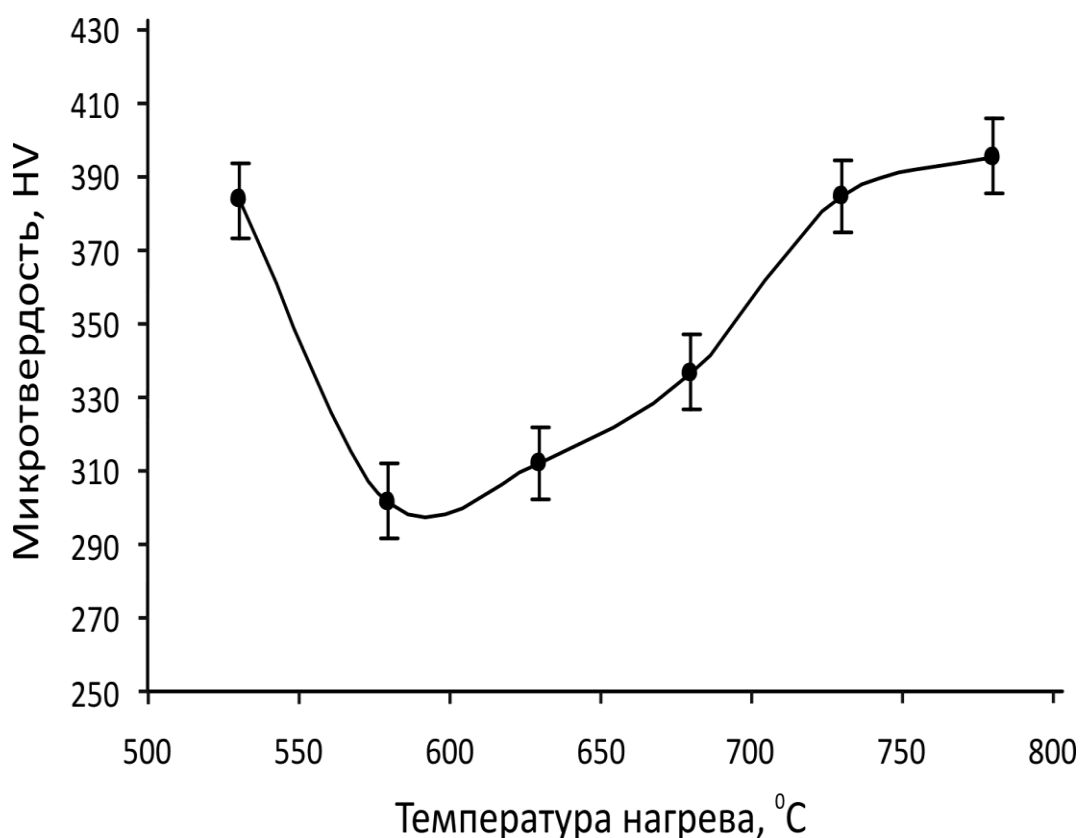


Рисунок 18 – Изменение твердости штамповой стали после изотермической выдержки при 450 °C в бейнитной области и нагрева при температурах от 530 до 780 °C

Бейнитное превращение начинается в микрообъемах аустенита, обедненных Mn, Ni и Cr. Участки с более высоким содержанием перечисленных элементов имеют большую продолжительность инкубационного периода и в них начинается бейнитное превращение постепенно по мере увеличения продолжительности изотермической

выдержки. Следовательно, сталь сохраняет химическую и структурную неоднородность после изотермической выдержки. Это, в свою очередь, оказывает существенное влияние на процесс  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения при последующем нагреве до температур 550 – 780 °С.

При повышении температуры нагрева до 630 – 780 °С вновь образовавшийся аустенит при последующем медленном охлаждении полностью распадается, что способствует повышению твердости стали. В этом же интервале температур на рентгенограммах появляется слабая линия  $2\theta \sim 50^\circ$  (рисунок 17), которую можно идентифицировать с фазой карбида. Точно идентифицировать указанную рентгеновскую линию затруднительно, ввиду сложного химического состава стали. Известно, что в сталях, легированных Fe, Mo, Cr, Ti, Ni, а также Ti, Nb, возможно выделение сложных карбидов, фаз Лавеса и иных сложных интерметаллидов, в т.ч. нестехеометрического состава.

Таким образом, твердость стали после нагрева в межкритическом интервале температур и последующего охлаждения будет зависеть от того, какой из отмеченных выше процессов преобладает. При температурах нагрева до 630 °С, когда количество новообразованного аустенита относительно невелико, свойства стали определяются в первую очередь структурными изменениями в бейнитных областях, а ее твердость постоянно снижается. При более высоких температурах нагрева количество аустенита резко увеличивается, а его последующий распад при охлаждении приводит к значительному увеличению твердости стали (рисунок 18).

Исследования показали, что минимальная твердость горячекатанной стали может быть достигнута в результате изотермического превращения аустенита при температурах 330 – 450 °С в бейнитной области и последующей частичной  $\alpha \rightarrow \gamma$  перекристаллизации при температурах 580 – 630 °С.



### Выводы по главе 3

1. Показано, что в стали с РАПЭ типа 4Х2Н3М2Г4ФТБ при изотермическом превращении аустенита в интервале температур 330 – 450 °С (20 – 25 ч) наблюдается выделение карбидов, вследствие чего понижается стабильность переохлажденного аустенита и происходит его распад по бейнитному механизму. Последующий нагрев стали до температуры ниже  $A_{C1}$  (550 – 580 °С) обеспечивает коагуляцию карбидных включений, при этом твердость стали понижается до 32 – 34 HRC.

2. Показано, что при температурах нагрева от 500 °С после изотермической выдержки в бейнитной области, когда количество вновь образующегося аустенита сравнительно мало, свойства стали определяются в основном структурными изменениями в бейнитных участках и ее твердость непрерывно понижается по мере увеличения температуры отпуска до 630 °С. При более высоких температурах от 650 до 780 °С количество аустенита резко возрастает, и его последующий распад ведет к существенному повышению твердости стали.

3. Предложена схема и режим разупрочняющей термической обработки штамповой стали с РАПЭ типа 4Х2Н3М2Г4ФТБ. Определен режим разупрочняющей термической обработки стали, который включает в себя аустенизацию (1050 °С, 1 ч) и последующую выдержку при температурах интенсивного выделения карбидных фаз – 330 – 450 °С (20 – 25 ч) их коагуляции – 550 – 580 °С (25 + 25 ч), обеспечивающий снижение твердости до 32 HRC. Разработанные режимы термообработки могут быть использованы непосредственно на производстве в технологическом процессе изготовления штампового инструмента.

## Глава 4. Явление горячего наклепа в штамповой стали в процессе термомеханической обработки

Явление горячего наклепа в стали изучали в процессе ТМО по схеме растяжения, как наиболее жесткой схеме механических испытаний.

Диаграмма деформации в координатах «условное напряжение – условная деформация» после испытания на растяжение образцов штамповой стали в аустенитном состоянии при температуре 750 °С показана на рисунке 19; определены значения условного напряжения и условной деформации.

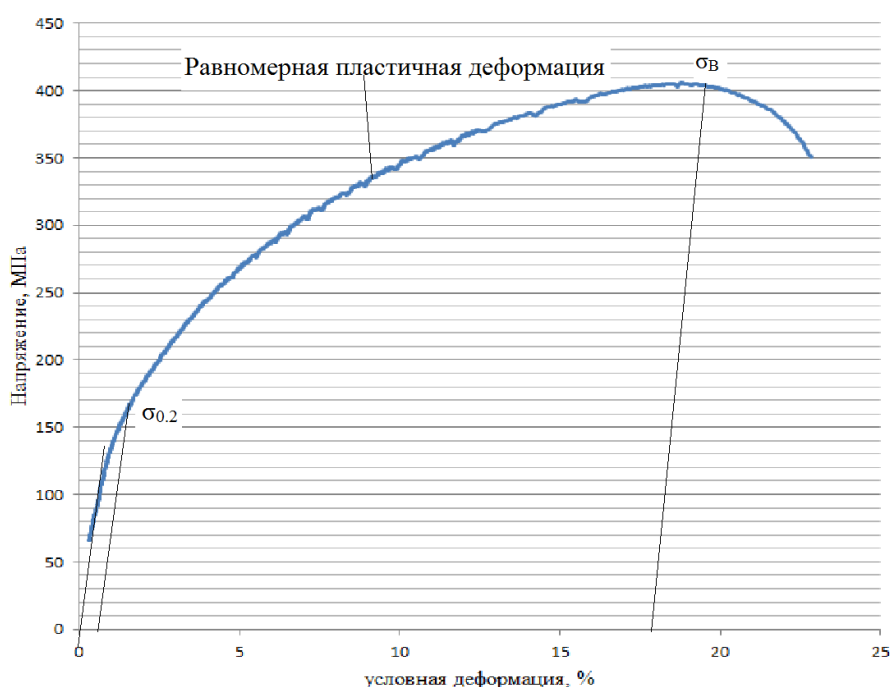


Рисунок 19 – Диаграмма деформации штамповой стали при 750 °С

Условный предел текучести достигает 173 МПа, а предел прочности – 406 МПа, относительное удлинение около 20 %.

На рисунке 20 представлена диаграмма деформации штамповой стали при 750 °С в истинных координатах.

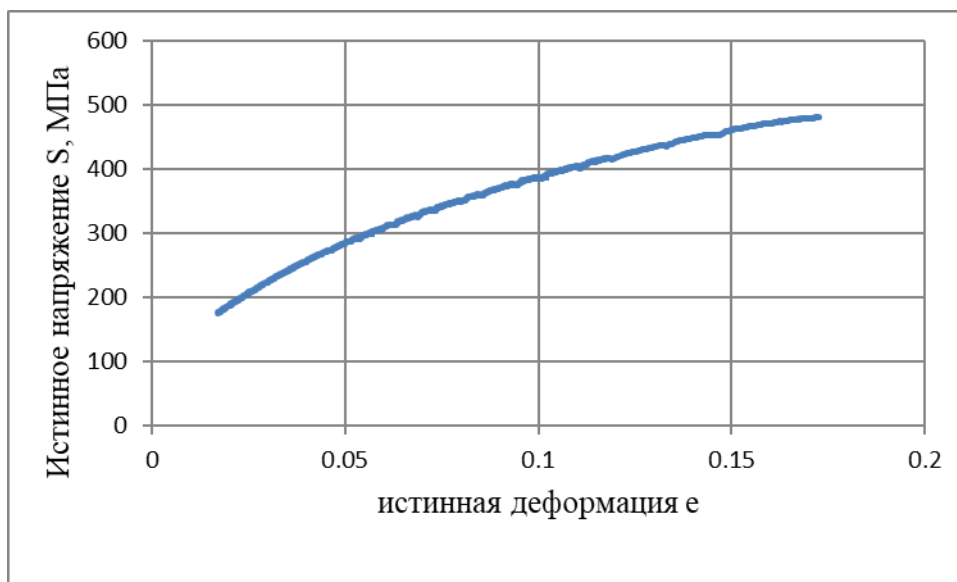


Рисунок 20 – Диаграмма деформации штамповой стали при 750 °С в истинных координатах

На рисунке 21 показана аппроксимация прямой в виде уравнения  $y = 0,45x + 7$ , где коэффициент  $n = 0,45$  – это показатель степени деформационного упрочнения.

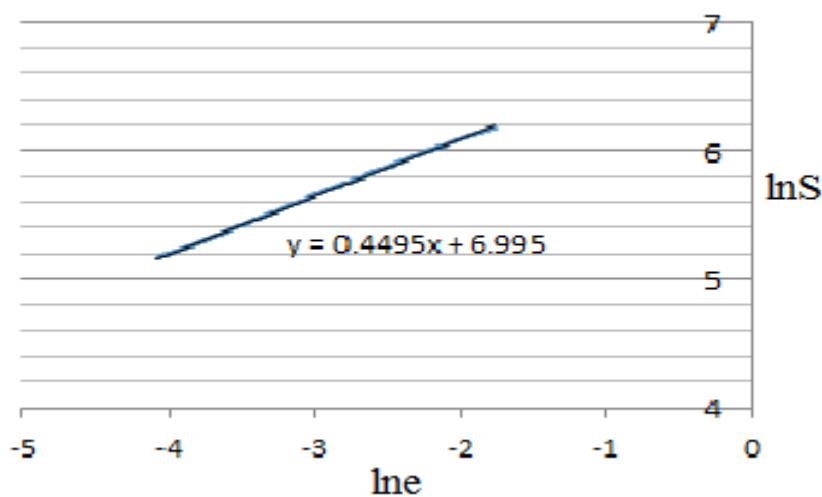


Рисунок 21 – Зависимость логарифма истинного напряжения от логарифма истинной деформации при испытании штамповой стали при температуре 750 °С

Видно, что исследуемая штамповая сталь характеризуется большим значением показателя степени деформационного упрочнения, что говорит о ее существенном упрочнении при температуре 750 °С. Это является одним из критериев склонности исследуемой стали к горячему наклепу.

Для изучения горячего наклепа в стали с РАПЭ использовали четыре схемы ТМО (ТМО-1, ТМО-2, ТМО-3 и ТМО-4), диаграммы которых приведены на рисунке 8.

Согласно данным дилатометрического анализа, после гомогенизации при температуре 1150 °С и охлаждения до 450 °С сталь сохраняет структуру 100 % аустенита. Таким образом, деформация стали при 450 °С осуществлялась в полностью аустенитном состоянии.

Кривые «напряжение-деформация» для разных схем ТМО приведены на рисунке 22. Видно, что многократная (5 циклов) пластическая деформация при 450 °С (ТМО-2) обеспечивает существенное упрочнение аустенита – максимальное напряжение цикла  $S_{\max}$  повышается с 217 до 330 МПа (рисунок 22 а и таблицу 6). Зависимость максимального напряжения цикла  $S_{\max}$  от деформации  $e$  на этой стадии ТМО описывается уравнением:  $S_{\max} = -e^2 + 35e + 175$  (коэффициент детерминации  $R^2 = 0,9998$ ). Показатель деформационного упрочнения  $n = 0,3$ . В дальнейшем после медленного нагрева до температуры 750 °С прочность стали сначала понижается до  $S_{\max} = 305$  МПа (на первом цикле, что на 8 % ниже значения  $S_{\max}$ , достигнутого за счет деформации при 450 °С), а при последующих 4-х циклах деформации повышается до 361 МПа. Зависимость  $S_{\max}$  от  $e$  на этой стадии ТМО описывается уравнением:  $S_{\max} = -2.3e^2 + 27.3e + 285$  ( $R^2 = 0.998$ ). Показатель деформационного упрочнения  $n = 0.1$ . Достигнутый при 750 °С максимальный уровень упрочнения почти на 10 % больше, чем при 450 °С.

Таким образом, наклеп в исследуемой стали хорошо проявляется как при деформации при 450 °С, так и при 750 °С. Рентгеновский фазовый анализ образцов стали после ТМО-1 и охлаждения до комнатной температуры выявил присутствие в структуре стали приблизительно 10 % аустенита.

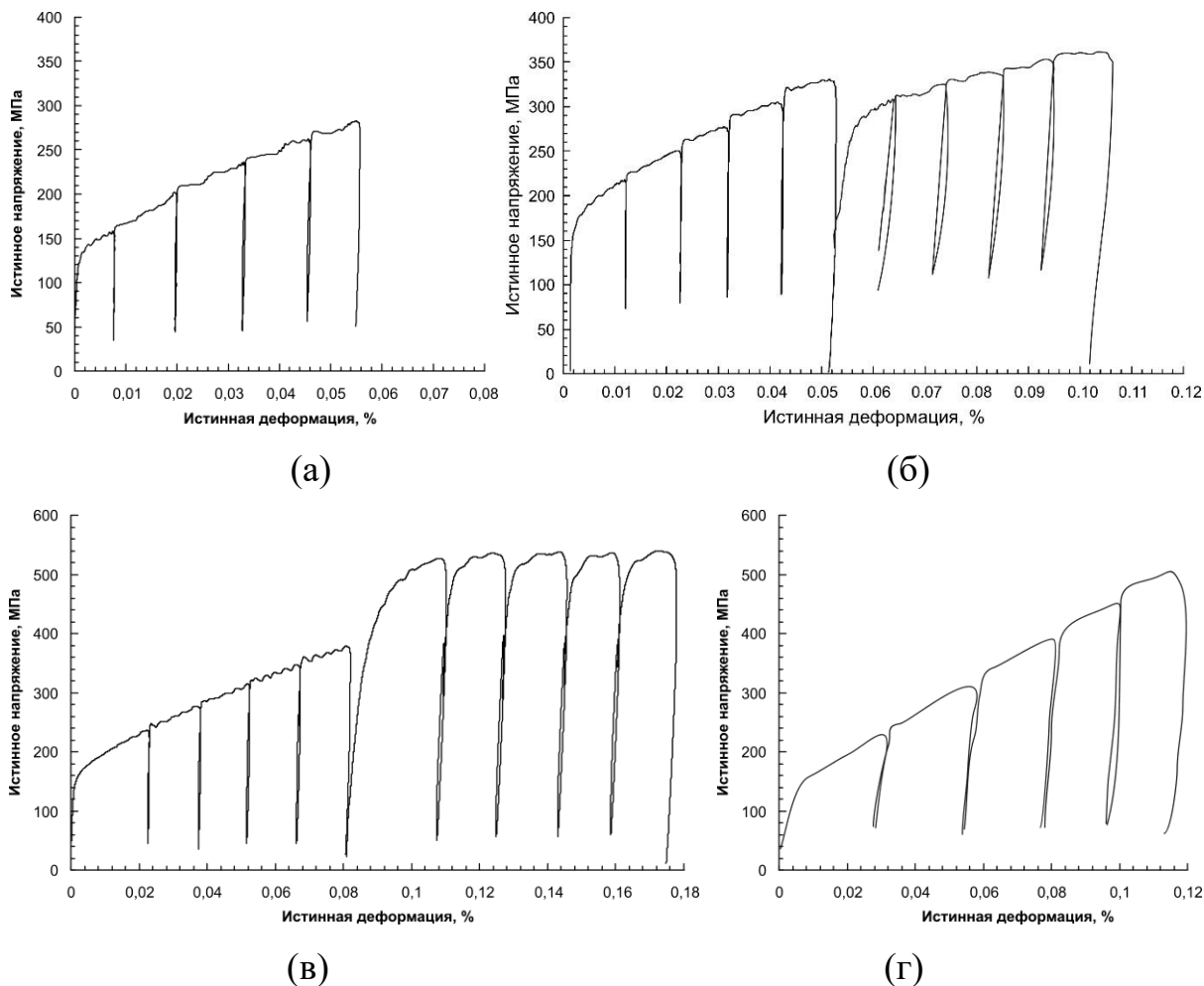


Рисунок 22 – Кривые «напряжение – деформация», полученные с использованием разных схем ТМО: а – ТМО-1; б – ТМО-2; в – ТМО-3; г – ТМО-4

При реализации схемы ТМО-1 без предварительной деформации при 450 °С, упрочнение стали в процессе деформации при 750 °С проявляется значительно слабее –  $S_{\max}$  повышается только до 283 МПа, однако склонность к деформационному упрочнению выше, чем для ТМО-1 (показатели деформационного упрочнения  $n$  для ТМО-2 и ТМО-1 на этой стадии деформации составили 0,1 и 0,31 соответственно) (рисунок 22 б и таблица 6). Зависимость  $S_{\max}$  от  $e$  на этой стадии ТМО можно описать уравнением:  $S_{\max} = -0.86e^2 + 33.6e + 132$  ( $R^2 = 0,9986$ ). При этом количество аустенита в

структуре образцов после охлаждения до комнатной температуры после ТМО-1 было таким же, как после ТМО-2, и составило приблизительно 10 %.

Таблица 6 – Количественные характеристики механических свойств стали с РАПЭ в процессе ТМО по схеме растяжения

Номер цикла	ТМО-1		ТМО-2		ТМО-3		ТМО-4	
	$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %	$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %	$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %	$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %
450 °С								
1	-	-	217	1.0	234	2.0	-	-
2	-	-	250	1.0	274	1.4	-	-
3	-	-	277	0.8	313	1.4	-	-
4	-	-	305	1.0	345	1.4	-	-
5	-	-	330	0.9	377	1.4	-	-
750 °С								
1	158	0.8	305	0.8	526	2.0	218	1.8
2	202	1.3	325	0.9	535	1.7	301	1.8
3	236	1.3	340	1.0	537	1.8	377	1.8
4	257	0.8	355	1.0	537	1.6	444	1.9
5	283	0.9	361	1.0	540	1.4	502	1.9

Иное поведение стали наблюдается при реализации схемы ТМО-3 с промежуточным охлаждением до комнатной температуры после деформации при температуре 450 °С, с последующим быстрым (100 °С/с) нагревом до

750 °С. В этом случае уже на первом цикле деформации при 750 °С уровень упрочнения ( $S_{\max} = 526$  МПа) значительно превышает уровень упрочнения, достигнутый на последнем цикле в процессе деформации при 450 °С ( $S_{\max} = 377$  МПа) (таблица 6). При последующих 4-х циклах деформации при 750 °С уровень упрочнения слабо повышается до 540 МПа (показатель деформационного упрочнения  $n = 0,02$ ). Таким образом, предварительная деформация при 450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и быстрым нагревом до 750 °С стабилизирует состояние горячего наклепа при последующей деформации при 750 °С (рисунок 22 в).

Следует отметить, что после деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры в структуре стали присутствует только около 10 % аустенита. Следовательно, последующая деформация при 750 °С осуществляется в двухфазной ( $\alpha+\gamma$ ) области, т.к. ускоренный нагрев препятствует полному  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращению, что позволяет за счёт этого достичь максимального упрочнения 540 МПа. Эта ситуация отличается от ТМО-1 и ТМО-2, при которых деформация при 750 °С осуществляется в аустенитном состоянии после медленного нагрева с 450 до 750 °С. При этом уровень прочности составил, как уже отмечалось,  $S_{\max} = 361$  МПа при ТМО-2 и  $S_{\max} = 283$  МПа при ТМО-1.

В отсутствии предварительной деформации при 450 °С (ТМО-4), упрочнение стали в процессе циклической деформации при 750 °С также наблюдается и достигает 502 МПа, что немного меньше, чем в случае реализации схемы с предварительной деформацией при 450 °С (рисунок 22 г и таблица 6). Причем склонность к деформационному упрочнению существенно выше (в 2,24 раза), чем для ТМО-3 (показатели деформационного упрочнения  $n$  для ТМО-3 и ТМО-4 составили 0,02 и 0,5 соответственно). Зависимость  $S_{\max}$  от  $e$  на этой стадии ТМО можно описать уравнением:  $S_{\max} = -1.5e^2 + 54.6e + 124$  ( $R^2 = 1$ ). Таким образом, без предварительной деформации при 450 °С, кривая «напряжение-деформация» при 750 °С характеризуется высоким показателем упрочнения ( $n = 0,5$ ).

Рентгеновский фазовый анализ образцов стали в обоих случаях (после ТМО-3 и ТМО-4) выявил ~15 % аустенита.

Сравнивая уровень упрочнения при 750 °С после одинаковой накопленной степени деформации (~5 %) для ТМО-4 (с промежуточным охлаждением) и ТМО-1 (без промежуточного охлаждения), видно, что  $S_{\max}$  составило 370 МПа (~3 цикл) для ТМО-4, что в 1,3 раза выше, чем для ТМО-1 ( $S_{\max} = 283$  МПа) (см. рисунки 22 б и з).

Таким образом, степень наклепа, полученная в ходе деформации при 450 °С в структуре аустенита, в ходе последующей деформации при температуре 750 °С усиливается (ТМО-2). Полученный эффект горячего наклепа обеспечит повышение прочности инструмента непосредственно в процессе горячего прессования. Это позволяет его использовать для эффективного управления ресурсом штампового инструмента.

Промежуточное охлаждение до комнатной температуры после деформации при 450 °С с последующим быстрым нагревом до 750 °С и деформацией при этой температуре (ТМО-3) приводит к стабилизации состояния горячего наклепа и обеспечивает наибольшее упрочнение стали при высоких температурах (рисунок 22). Без деформации при 450 °С уровень упрочнения при 750 °С также выше в случае промежуточного охлаждения после деформации при 450 °С (ТМО-4) (рисунок 22).

#### Вывод по главе 4

1. Экспериментально показано явление горячего наклепа для экономно-легированной штамповой стали с РАПЭ в ходе термомеханической обработки в диапазоне температур 450 – 750 °С.

2. Степень наклепа в стали с РАПЭ, полученная после гомогенизации при температуре 1150 °С и циклической деформации растяжением при 450 °С, усиливается при последующей циклической деформации растяжением при температуре 750 °С.



3. Схема ТМО с гомогенизацией при температуре 1150 °С, предварительной деформацией при 450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и быстрым нагревом на температуру деформации 750 °С стабилизирует состояние горячего наклепа и способствует максимальному упрочнению.

## Глава 5: Механизмы горячего наклепа и факторы упрочнения в штамповой стали с РАПЭ

### 5.1 Упрочнение стали в процессе термомеханической обработки

Исследование структуры и упрочнения стали при горячей деформации изучали в процессе ТМО по схеме сжатия, имитирующей реальный процесс штамповки. Выбор основных схем ТМО был сделан с учетом результатов, полученных при испытаниях по схеме растяжения (см. главу 4).

Кривые «напряжение-деформация», полученные для разных схем ТМО, приведены на рисунке 23, из которых видно, что при реализации схемы ТМО-1 многократная (5 циклов) пластическая деформация при 450 °С обеспечивает существенное упрочнение аустенита – максимальное напряжение цикла  $S_{\max}$  повышается с 257 до 456 МПа (в 1,8 раз). Зависимость  $S_{\max}$  от деформации  $e$  на этой стадии ТМО описывается уравнением (коэффициент детерминации  $R^2 = 1$ ):

$$S_{\max} = -1.2e^2 + 42.3e + 181 \quad (3)$$

Показатель деформационного упрочнения  $n$  составил 0,38. Достигнутый при 450 °С уровень упрочнения сохраняется на первом цикле последующей деформации при 750 °С и усиливается при последующих 4-х циклах –  $S_{\max}$  повышается до 490 МПа (на 7 %). Зависимость  $S_{\max}$  от  $e$  на этой стадии ТМО описывается уравнением ( $R^2 = 0.994$ ):

$$S_{\max} = -0.5e^2 + 9.7e + 446 \quad (4)$$

Показатель деформационного упрочнения  $n$  составил 0,05. Таким образом, степень наклепа, полученная после деформации при 450 °С не

только сохраняется при нагреве до 750 °С, но и усиливается в ходе деформации при этой температуре.

В отсутствии предварительной деформации при 450 °С по схеме ТМО-2, упрочнение стали в процессе деформации при 750 °С проявляется значительно слабее –  $S_{\max}$  повышается с 228 до 385 МПа. Зависимость  $S_{\max}$  от  $e$  на этой стадии ТМО описывается уравнением ( $R^2 = 0,999$ ):

$$S_{\max} = -0.9e^2 + 28.7e + 206 \quad (5)$$

При этом склонность к упрочнению при 750 °С существенно выше, чем при реализации схемы ТМО-1, о чем свидетельствует больший показатель деформационного упрочнения  $n = 0,22$ .

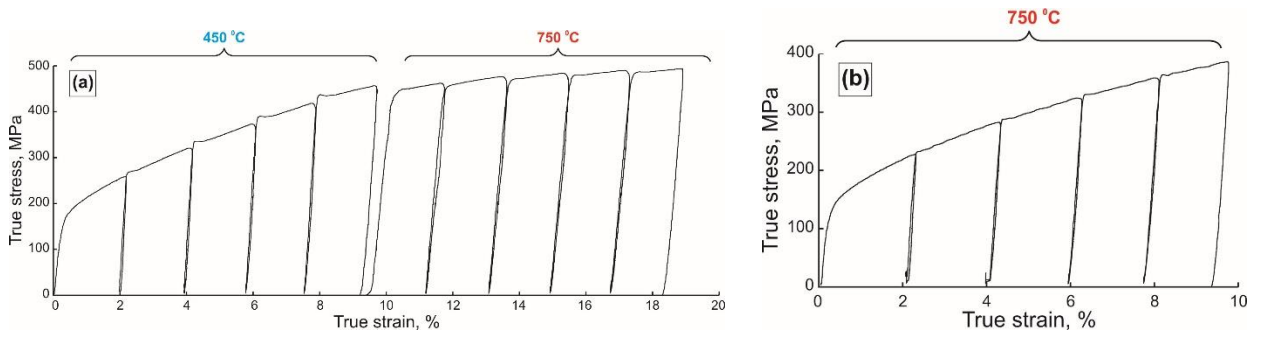
При реализации схемы ТМО-7, когда после деформации при 450 °С осуществлялся быстрый (100 °С/с) нагрев до температуры 450 °С и немедленная деформация, прочность стали сначала понижалась до  $S_{\max} = 379$  МПа (на первом цикле, что на 14 % ниже значения  $S_{\max}$ , достигнутого за счет деформации при 450 °С), а при последующих 4-х циклах деформации повышалась до 469 МПа. Зависимость  $S_{\max}$  от  $e$  на этой стадии ТМО описывается уравнением ( $R^2 = 1$ ):

$$S_{\max} = -0.6e^2 + 21.3e + 347 \quad (6)$$

Достигнутый при 750 °С максимальный уровень упрочнения на 6 % больше, чем при 450 °С. В то же время показатель деформационного упрочнения  $n$  составил 0,14, что больше, чем при использовании схемы ТМО-1 с медленным нагревом.

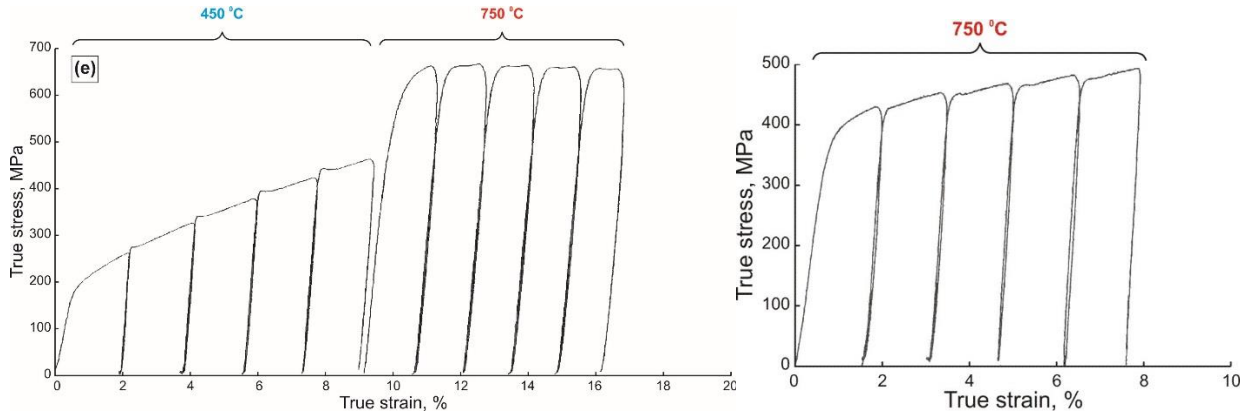
Таблица 7 – Количественные характеристики механических свойств стали с РАПЭ в процессе ТМО по схеме сжатия

Режим ТМО	Т, °С	Номер цикла									
		1		2		3		4		5	
		$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %	$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %	$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %	$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %	$S_{\max}$ , МПа	$e$ за цикл, %
ТМО-1	450	257	1.9	321	1.8	374	1.7	419	1.6	456	1.6
	750	461	1.8	476	1.8	483	1.8	490	1.8	494	1.7
ТМО-2	450	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	750	228	2.0	282	2.0	322	2.0	357	1.8	385	1.8
ТМО-3	450	257	1.9	320	1.8	370	1.7	417	1.6	467	1.6
	750	656	1.5	660	1.4	657	1.4	654	1.3	651	1.3
ТМО-4	450	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	750	432	1.6	454	1.6	471	1.6	484	1.6	495	1.5
ТМО-5	450	263	2.0	328	1.9	379	1.8	423	1.7	463	1.7
	750	511	1.6	518	1.4	520	1.4	519	1.3	516	1.3
ТМО-6	450	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	750	361	1.6	409	1.6	442	1.6	474	1.6	503	1.5
ТМО-7	450	235	2.0	304	1.8	358	1.7	401	1.6	442	1.6
	750	379	1.6	407	1.5	430	1.4	450	1.4	469	1.4
ТМО-8	450	500	1.6	571	1.6	621	1.4	657	1.4	686	1.4
	750	421	1.5	418	1.5	414	1.3	412	1.3	409	1.4



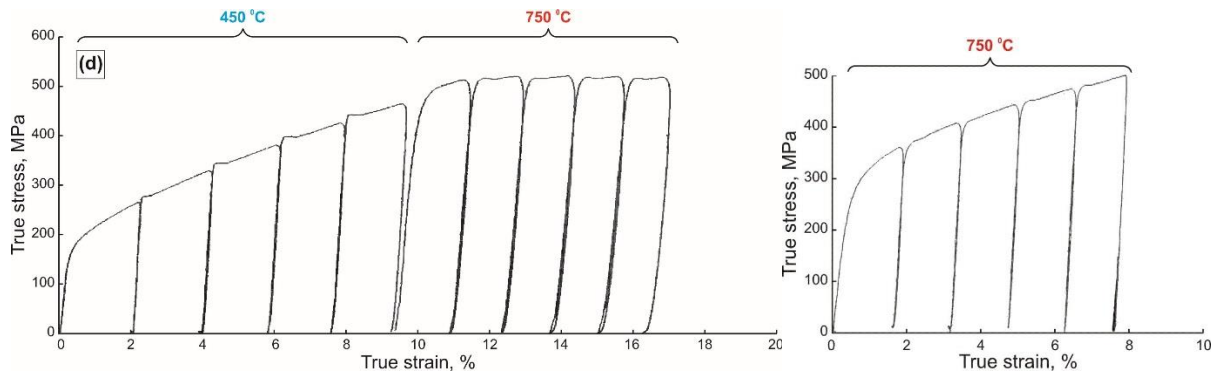
(a)

(б)



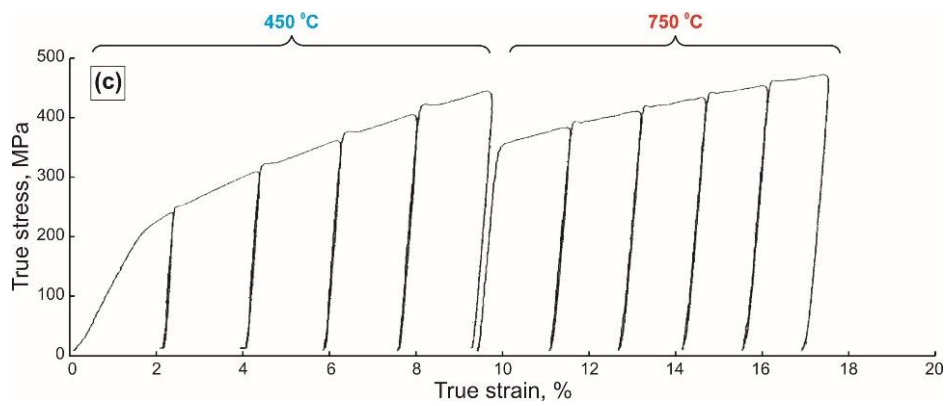
(B)

(Г)

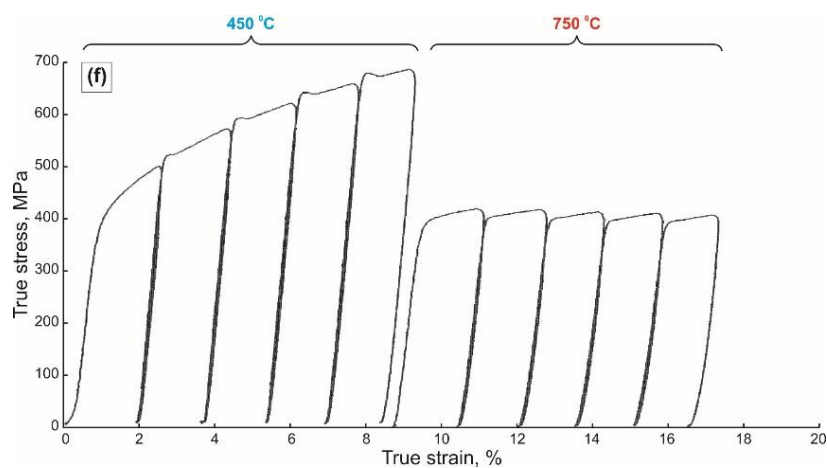


(Д)

(e)



(И)



(к)

Рисунок 23 – Кривые «напряжение – деформация», полученные с использованием разных схем ТМО: а – ТМО-1; б – ТМО-1а; в – ТМО-2; г – ТМО-2а; д – ТМО-3; е – ТМО-4; ж – ТМО-5; з – ТМО-6; и – ТМО-7; к – ТМО-8

Иное механическое поведение стали наблюдается при реализации схемы ТМО-5 с промежуточным охлаждением до комнатной температуры после деформации при температуре 450 °С, с последующим медленным (1 °С/с) нагревом до 750 °С и выдержкой при этой температуре в течение 15 минут. В этом случае уже на первом цикле деформации при 750 °С уровень упрочнения ( $S_{\max} = 511$  МПа) превышает (на 10 %) уровень упрочнения, достигнутый на последнем цикле в процессе деформации при 450 °С ( $S_{\max} = 463$  МПа). При последующих 4-х циклах деформации при 750 °С уровень упрочнения остается практически неизменным (показатель деформационного упрочнения  $n$  близок к нулю). Таким образом, предварительная деформация при 450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и медленным нагревом до 750 °С стабилизирует состояние горячего наклепа при последующей деформации при 750 °С.

В отсутствие предварительной деформации при 450 °С (ТМО-6) не наблюдается стабилизации состояния горячего наклепа в процессе деформации при 750 °С. Происходит горячее упрочнение –  $S_{\max}$  повышается с

432 до 495 МПа. Достигнутое значение  $S_{\max}$  на 5 % ниже, чем в случае предварительной деформации при 450 °С.

Как было показано в Главе 4, максимальный уровень упрочнения при 750 °С можно существенно повысить, используя схему ТМО-3, отличающуюся от схемы ТМО-5 охлаждением до комнатной температуры после деформации при температуре 450 °С, быстрым (100 °С/с) нагревом до 750 °С и немедленной деформацией. В этом случае уже на первом цикле деформации при 750 °С уровень упрочнения ( $S_{\max} = 656$  МПа) существенно (на 40 %) превышает уровень упрочнения, достигнутый на последнем цикле деформации при 450 °С ( $S_{\max} = 467$  МПа). При этом  $S_{\max}$  для схемы сжатия на 20 % выше, чем для схемы растяжения. При последующих 4-х циклах деформации при 750 °С уровень упрочнения остается практически неизменным (показатель деформационного упрочнения  $n$  близок к нулю). Таким образом, предварительная деформация при 450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и быстрым нагревом до 750 °С усиливает и стабилизирует состояние горячего наклепа при последующей деформации при 750 °С.

При обработке без предварительной деформации при 450 °С (ТМО-6), также как и для ТМО-4, не наблюдается стабилизации состояния горячего наклепа в процессе деформации при 750 °С. Происходит горячее упрочнение –  $S_{\max}$  повышается с 461 до 503 МПа. Показатель деформационного упрочнения  $n$  выше, чем для ТМО-4. Достигнутое значение  $S_{\max}$  на 29 % ниже, чем в случае предварительной деформации при 450 °С.

Понижение температуры аустенизации с 1150 до 850 °С (ТМО-8) приводит к большему максимальному упрочнению в процессе многократной деформации при 450 °С: –  $S_{\max}$  повышается с 500 до 686 МПа (в 1,4 раз). Зависимость  $S_{\max}$  от  $e$  на этой стадии ТМО описывается уравнением ( $R^2 = 1$ ):

$$S_{\max} = 2.9e^2 + 57.8e + 415 \quad (7)$$

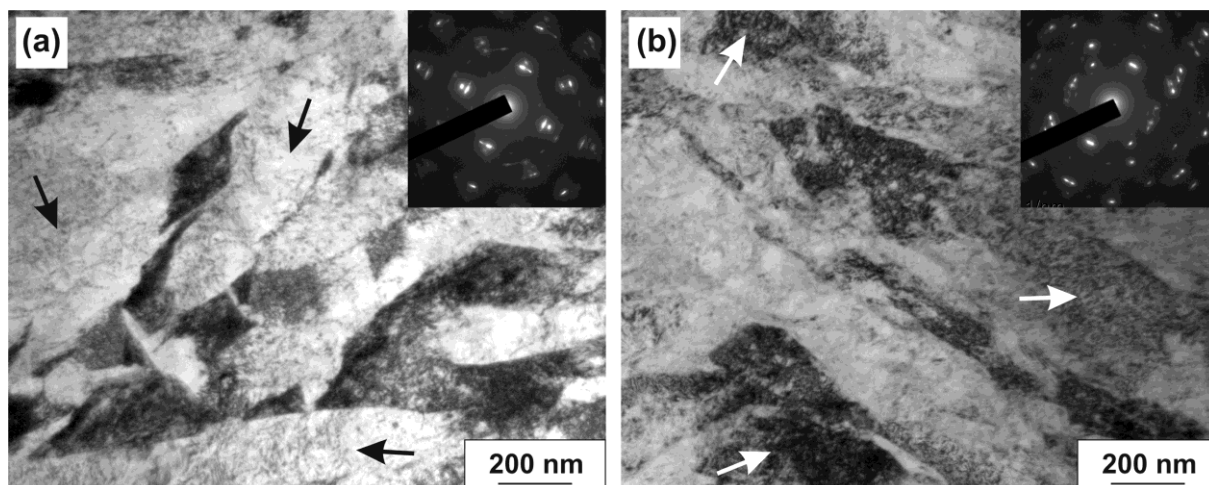
При этом показатель деформационного упрочнения  $n = 0,21$ , что почти в 2 раза меньше, чем для температуры аустенизации 1150 °С. Однако в отличие от схем ТМО с аустенизацией при температуре 1150 °С, в процессе последующей деформации при 750 °С происходит существенное уменьшение уровня упрочнения: на первом цикле деформации при 750 °С уровень упрочнения ( $S_{\max} = 421$  МПа), что почти на 40 % ниже достигнутого деформацией при 450 °С. При следующих четырех циклах деформации наблюдается дальнейшее разупрочнение:  $S_{\max}$  уменьшается до 409 МПа. Таким образом, температура аустенизации 850 °С не обеспечивает состояния горячего наклепа в исследуемой стали.

Близость результатов ( $\pm 4$  МПа при одинаковой величине деформации), полученных в пределах одной серии образцов свидетельствует об очень хорошей воспроизводимости процесса.

## 5.2 Изменение структуры стали в процессе термомеханической обработки

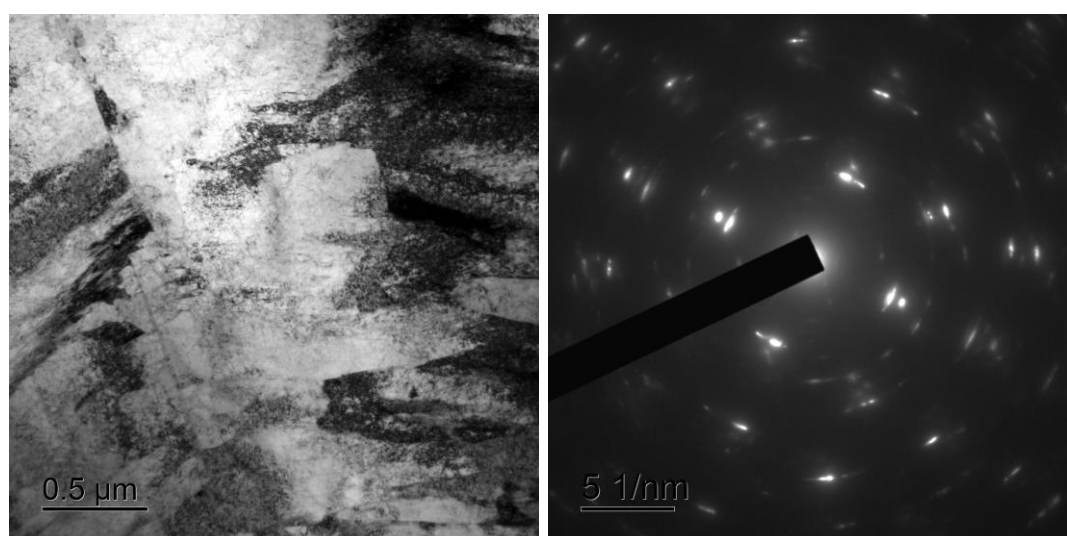
Сформированную при ТМО дислокационную структуру стали фиксировали при ускоренном охлаждении образца стали до комнатной температуры. После аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры на ПЭМ-изображениях стали наблюдается субструктура бейнита различной морфологии с большой плотностью дислокаций. В структуре видны как отдельные дислокации, так и скопления дислокаций (рисунок 24). По данным рентгеновского фазового анализа после постдеформационного охлаждения с температуры 450 °С до комнатной в структуре стали присутствует  $\alpha$ -Fe-твердый раствор и остаточный аустенит (около 15 %).





а

б



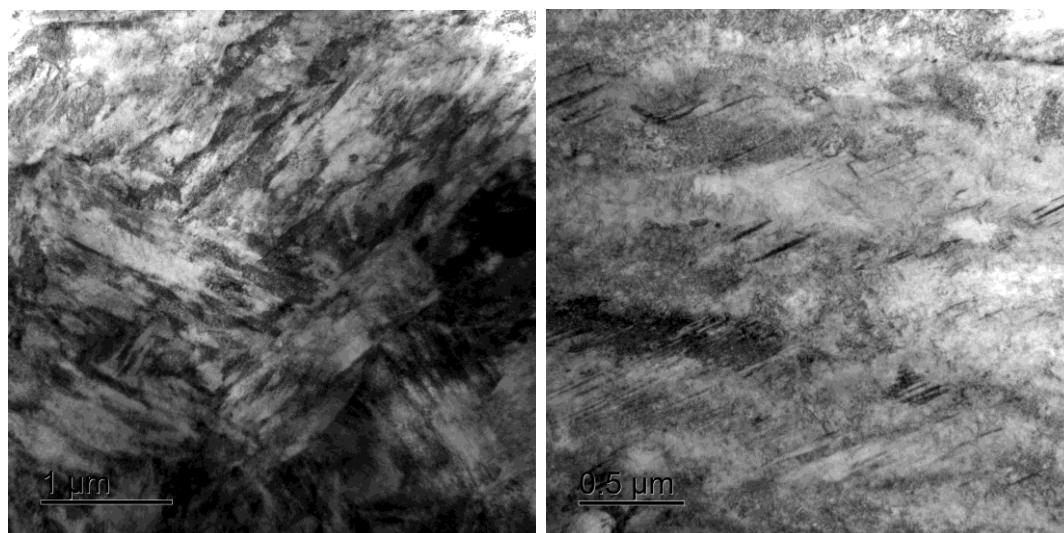
в

г

Рисунок 24 – Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-1а)

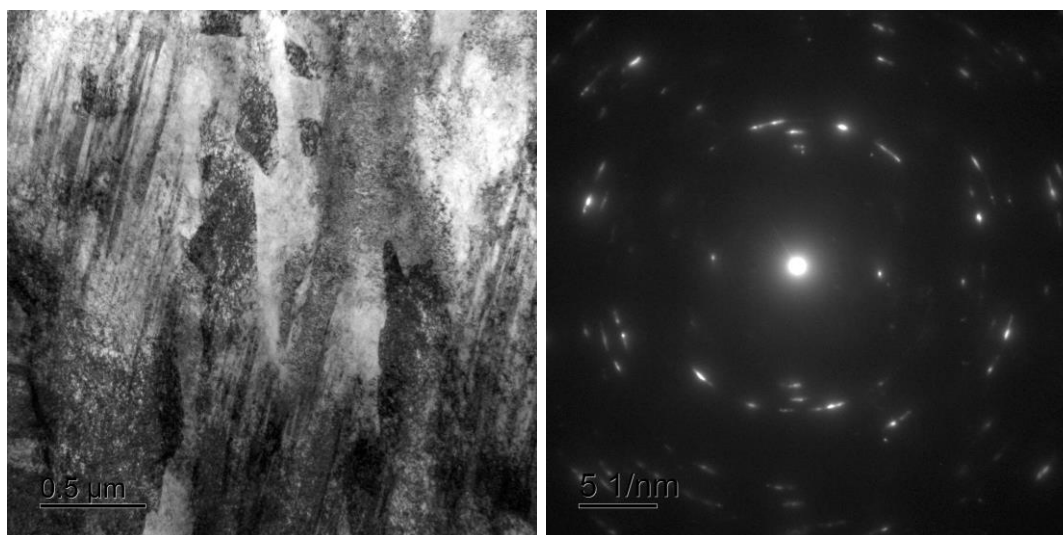
После медленного нагрева до температуры 750 °С, деформации и охлаждения до комнатной температуры на ПЭМ-изображениях стали наблюдается субструктура с участками мартенсита и бейнита различной морфологии с большой плотностью дислокаций (рисунок 25). Качественная оценка свидетельствует о большей плотности дислокаций после постдеформационного охлаждения с температуры 750 °С по сравнению с состоянием после деформации при температуре 450 °С. В структуре также

наблюдаются очень тонкие пластинчатые частицы толщиной 10 – 20 нм. Образование такой ультрадисперсной бейнитной структуры может быть результатом распада аустенита в нижней области температур бейнитного превращения. Количество остаточного аустенита в структуре стали в этом состоянии не превышает 5 %.



а

б



в

г

Рисунок 25 – Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 и 750 °С и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-2)

В структуре стали после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С, охлаждения, быстрого нагрева до 750 °С, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-3) выявлены многочисленные наноразмерные выделения фаз Лавеса на основе тугоплавких элементов – Nb, V, Ti и Mo и сложных карбидов размером 20 – 50 нм, а также нанокластеры размером менее 5 нм (рисунок 26 и 27).

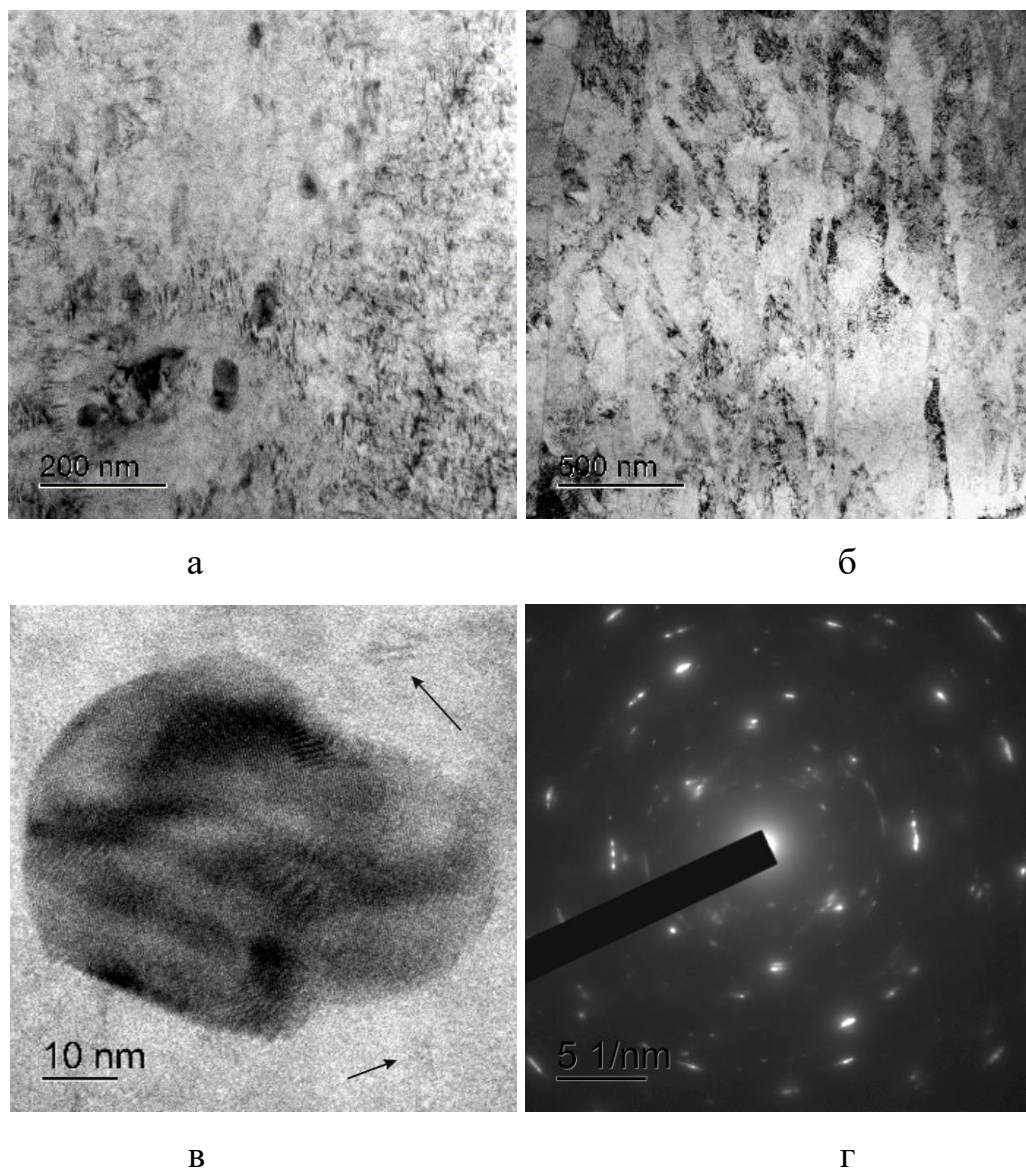


Рисунок 26 – Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С, охлаждения, быстрого нагрева до 750 °С, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-3) (ПЭМ): а, б – участки микроструктуры; в – нанофазные частицы и нанокластеры (указаны стрелками)

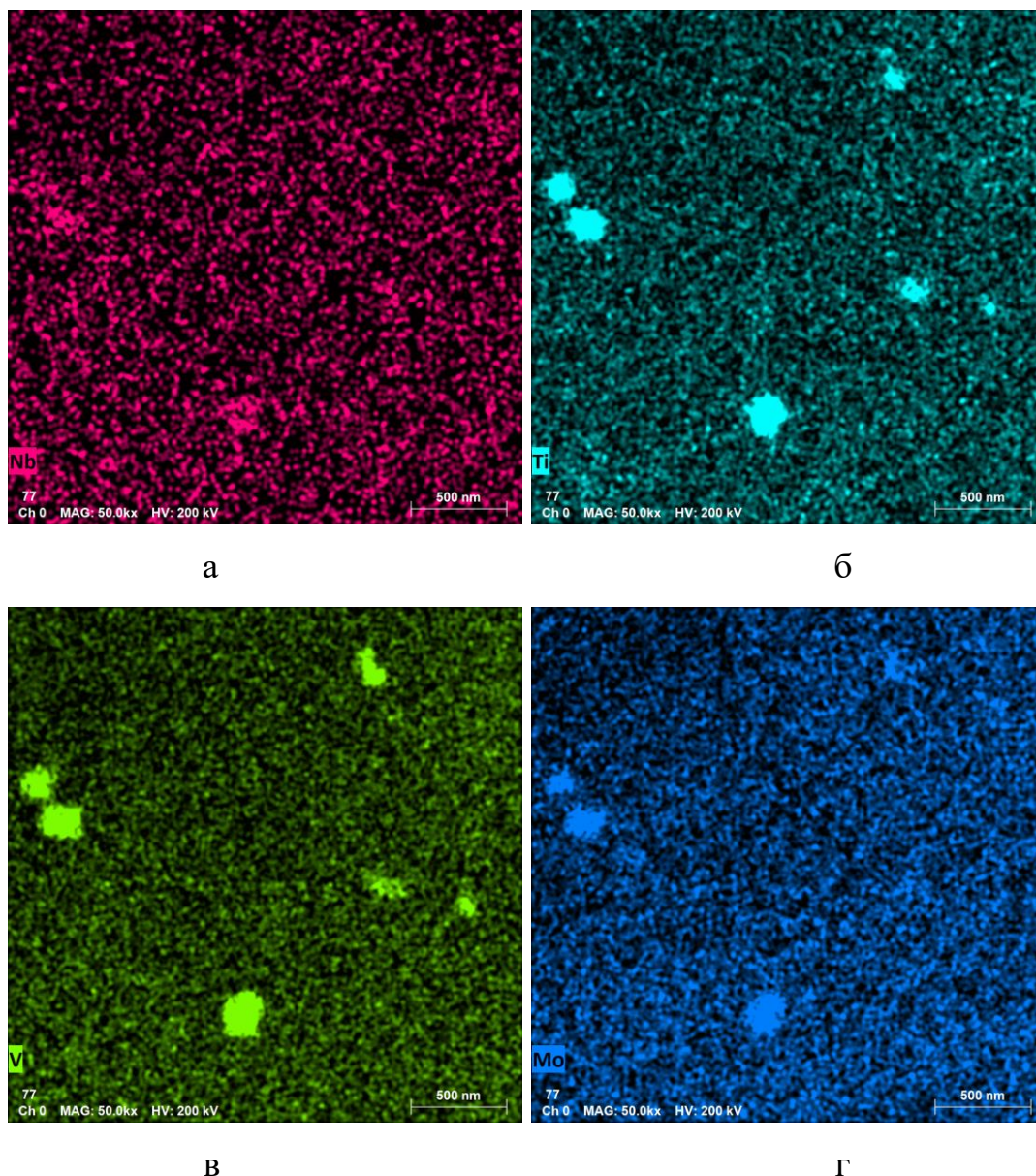
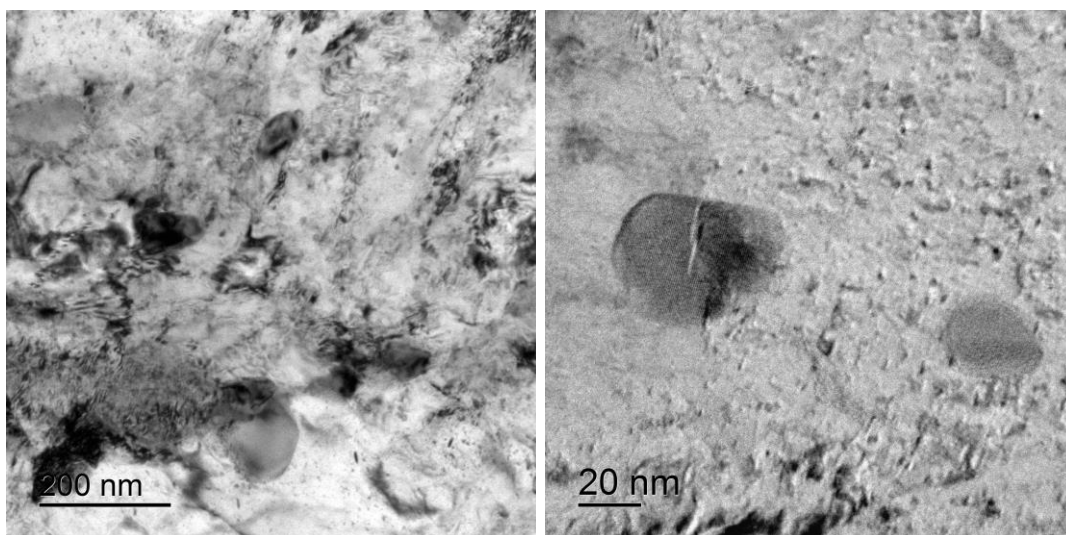


Рисунок 27 – Карты распределения химических элементов в стали с РАПЭ после ТМО: а – Nb; б – Ti; в – V; г – Mo

Такие же частицы выявлены в структуре стали после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С, охлаждения, медленного нагрева до 750 °С, выдержки, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-5) (рисунок 28).

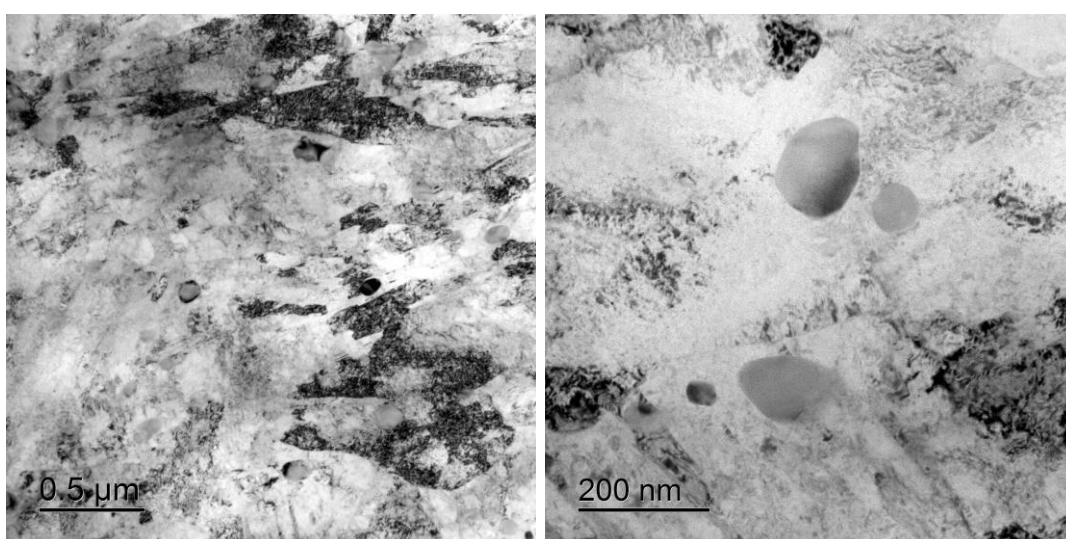
В структуре стали после аустенизации при 850 °С, деформации при 450 °С, нагрева до 750 °С, выдержки, последующей деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-8) выявлены многочисленные частицы карбидов размером 20 – 150 нм (рисунок 29).



а

б

Рисунок 28 – Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С, охлаждения, медленного нагрева до 750 °С, выдержки, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-5) (ПЭМ)



а

б

Рисунок 29 – Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 850 °С, деформации при 450 °С, нагрева до 750 °С, выдержки, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-8) (ПЭМ)

Эти карбиды, по-видимому, присутствовали в структуре стали в исходном состоянии и не растворились в процессе аустенизации.

### 5.3 Факторы и механизмы упрочнения штамповой стали

Для оценки состояния горячего наклепа предлагается использовать 3 критерия его проявления:

(1) отсутствие спада нагрузки на кривой «напряжение-деформация» при высоких температурах;

(2) величина показателя деформационного упрочнения  $n$  при высоких температурах: чем выше  $n$ , тем больше склонность к горячему наклепу и угол наклона кривой «напряжение-деформация»;

(3) неизменность уровня упрочнения при нагреве до более высоких температур. В этом случае близость к нулю значения показателя деформационного упрочнения свидетельствует о стабилизации состояния горячего наклепа.

Проведенные исследования структурно-фазовых превращений в исследуемой стали в процессе ТМО позволили выявить основные процессы и факторы, обеспечивающие горячее упрочнение стали.

Согласно полученным результатам, определяющим фактором, влияющим на наличие/отсутствие горячего наклепа в исследуемой стали является температура аустенизации. Согласно дилатометрическим исследованиям, в процессе нагрева до 1150 °С сталь претерпевает  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращение и полностью переходит в аустенитное состояние. При этом происходит растворение карбидов и интерметаллидов, присутствовавших в стали исходного состояния (кроме наиболее труднорастворимых фаз). Это приводит к обогащению аустенита легирующими элементами и стабилизации переохлажденного аустенита. За счет этого при последующем охлаждении до 450 °С в стали отсутствуют фазовые превращения, т.е. сталь сохраняет аустенитную структуру. Обратное  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение начинается только при снижении температуры до ~250 °С. Таким образом пластическая деформация стали при температуре 450 °С происходит в полностью аустенитном состоянии. Эта стадия деформации соответствует аналогичному процессу

НТМО. Аустенит при таких температурах хорошо деформируется, при этом сильно возрастает плотность дислокаций, что обеспечивает наклепанное состояние. Очевидно, что наблюдаемая после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры дислокационная структура стали унаследована  $\alpha$ -фазой (бейнитом) от горячедеформированного аустенита.

Согласно полученным результатам, в стали с РАПЭ степень наклепа, полученная в ходе деформации при 450 °С в структуре аустенита, сохраняется и в дальнейшем усиливается в ходе последующей деформации при температуре 750 °С, что обуславливает высокое сопротивление пластической деформации стали с РАПЭ при температуре 750 °С.

В процессе ТМО на участке 750 °С предполагается прохождение 2-х противоположных процессов: разупрочнение за счет полигонизации и рекристаллизации и упрочнение за счет повышения плотности дислокаций от деформации. Однако, проявление горячего наклепа в исследуемой стали свидетельствует о стабилизации деформированной дислокационной субструктуры при нагреве и о задержке процессов полигонизации и динамической рекристаллизации, и тем самым о превалировании процесса упрочнения над разупрочнением. Об этом свидетельствуют ПЭМ-изображения структуры, полученные после охлаждения до комнатной температуры с температуры 750 °С (в структуре сохраняется очень высокая плотность дислокаций). При этом структуры подобны как в случае выдержки перед деформацией при 750 °С, так и в случае ее отсутствия. Это подтверждает сохранение наклепанного при 450 °С состояния при последующем нагреве до 750 °С (независимо от времени выдержки при этой температуре). Напротив, выдержка перед деформацией только усиливает горячий наклеп.

Снижение температуры аустенизации с 1150 до 850 °С не обеспечивает растворение всех вторых фаз и обогащения аустенита легирующими элементами до необходимого уровня. Это приводит к частичному распаду

аустенита при его охлаждении до температуры 450 °С. Следовательно, пластическая деформация стали при температуре 450 °С в этом случае осуществляется в ( $\alpha + \gamma$ )-состоянии. Это, с одной стороны, приводит к большему максимальному упрочнению стали при температуре 450 °С, с другой стороны, не способствует сохранению упрочненного состояния при последующих нагревах на более высокие температуры.

Можно предположить, что примесные атомы тугоплавких в сильно легированном аустените оказывают основное влияние на устойчивость наклепанного при температуре 450 °С состояния к последующим нагревам. Для этого они должны быть равномерно распределенными в объеме стали. При этом среднее расстояние между ними должно быть меньше величины среднего расстояния свободного пути пробега дислокаций. При выполнении этих условий примесные атомы будут эффективно сдерживать дислокации при температуре 750 °С, тем самым затрудняя процессы полигонизации и динамической рекристаллизации.

Таким образом, влияние температуры аустенизации на горячий наклеп заключается в стабилизации переохлажденного аустенита и обеспечении условий для выделения упрочняющих фаз в процессе термомеханической обработки.

Очевидно, что после деформации при 450 °С и последующего нагрева до 750 °С, как медленного (ТМО-1), так и быстрого (ТМО-7), в стали сохраняется структура аустенита, и пластическая деформация стали при температуре 750 °С осуществляется полностью в однофазной  $\gamma$ -области. Однако для ТМО-1 и ТМО-7 наблюдается различие кривых «напряжение-деформация» при температуре 750 °С. А именно, медленный нагрев с последующей выдержкой перед деформацией способствует сохранению горячего наклепа, в то время как быстрый нагрев приводит вначале к снижению уровня упрочнения. Независимо от скорости нагрева, последующая деформация приводит к повышению уровня прочности до сопоставимого уровня. Можно предположить влияние термически



активируемых процессов, т.к. время воздействия температуры перед деформацией при 750 °С для схемы ТМО-1 существенно больше (~1200 °С), чем для ТМО-7 (~6 с). Малое время воздействия температуры для ТМО-7 не способствует дополнительному выделению упрочняющих фаз, что приводит к некоторому разупрочнению стали при нагреве до температуры 750 °С. В то же время, по-видимому, основное количество упрочняющих дисперсных фаз (наблюдаемых в структуре) выделяются при выдержке при этой температуре перед деформацией. По-видимому, именно эти фазы оказывают влияние на устойчивость наклепанного при температуре 450 °С состояния к последующим нагревам. Для этого они должны быть устойчивы к растворению и коагуляции при нагреве до температуры 750 °С. Таким образом, выдержка стали с РАПЭ при высоких температурах (750 °С) не ускоряет, а наоборот затрудняет процессы разупрочнения.

Уменьшение количества аустенита в структуре стали после охлаждения с температуры 750 °С объясняется снижением его стабильности в результате выделения частиц из твердого раствора в процессе ТМО.

Помимо этого, согласно полученным результатам, промежуточное охлаждение с температуры 450 °С до комнатной температуры с последующим нагревом до температуры 750 °С, оказывает существенное влияние на горячий наклеп, а именно приводит к его стабилизации. При этом стабилизация состояния горячего наклепа наблюдается независимо от скорости нагрева. Увеличение скорости нагрева с 1 до 100 °С/с вызывает дополнительное повышение уровня прочности стали при 750 °С.

Согласно полученным результатам, после деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры в структуре стали присутствует только 15 % аустенита. Следовательно, при быстром нагреве 750 °С последующая деформация при 750 °С осуществляется в двухфазной ( $\alpha+\gamma$ ) области, т.к. ускоренный нагрев препятствует полному  $\alpha\rightarrow\gamma$  превращению. В случае медленного нагрева, очевидно, успевает пройти  $\alpha\rightarrow\gamma$  превращение, следовательно, деформация при 750 °С осуществляется в полностью

аустенитном состоянии, так же и для схем ТМО без промежуточного охлаждения с температуры 450 °С. Таким образом, можно отметить следующий факт:

Промежуточное охлаждение вызывает стабилизацию горячего наклепа при температуре 750 °С с показателем деформационного упрочнения  $n \sim 0$  независимо от деформации в  $\gamma$ - или  $(\gamma + \alpha)$ -области.

Можно предположить, что в случае медленного нагрева важную роль играет фазовый наклеп от  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения. В то же время деформация при температуре 750 °С в двухфазной  $(\gamma + \alpha)$ -области способствует большему максимальному упрочнению стали по сравнению с деформацией в однофазной  $\gamma$ -области. Это связано с наличием межфазных границ, которые затрудняют деформацию и способствуют большему упрочнению.

Таким образом, выделение упрочняющих фаз, может происходить:

- (1) в процессе выдержки при температуре 750 °С перед деформацией;
- (2) непосредственно в процессе деформации при 750 °С.

При этом деформация в двухфазной  $(\gamma + \alpha)$ -области способствует более интенсивному выделению частиц, чем деформация в однофазной  $\gamma$ -области.

Итак, можно выделить следующие механизмы, оказывающие влияние на горячий наклеп в стали с РАПЭ:

(1) Деформационное и дисперсионное упрочнение аустенита при температурах 450 и 750 °С ( $\Delta_{\text{дисп}}$  и  $\Delta_{\text{деформ}}$ , соответственно, на рисунке 30) Определенное распределение примесных атомов легирующих элементов, а также выделяющиеся при выдержке при 750 °С перед деформацией или в процессе самой деформации дисперсные (в т.ч. наноразмерные) частицы затрудняет перемещение дислокаций и прохождение процессов полигонизации и динамической рекристаллизации, тем самым обеспечивая сохранение упрочненного состояния при 750 °С;

(2) Фазовый наклеп при  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращении, реализуемый за счет охлаждения до комнатной температуры после деформации при 450 °С и

медленного нагрева до температуры 750 °С, обеспечивающее стабилизацию наклепанного состояния ( $\Delta_{\alpha \rightarrow \gamma}$  на рисунке 30);

(3) Деформация в двухфазной ( $\gamma + \alpha$ )-области, реализуемая за счет охлаждения до комнатной температуры после деформации при 450 °С и быстрого нагрева до температуры 750 °С, обеспечивающее дополнительное упрочнение наклепанного состояния ( $\Delta_{\gamma + \alpha}$  на рисунке 30);

Полученные результаты позволили количественно оценить вклад структурных факторов в горячее упрочнение стали при температуре 750 °С (рисунок 30 и таблица 8).

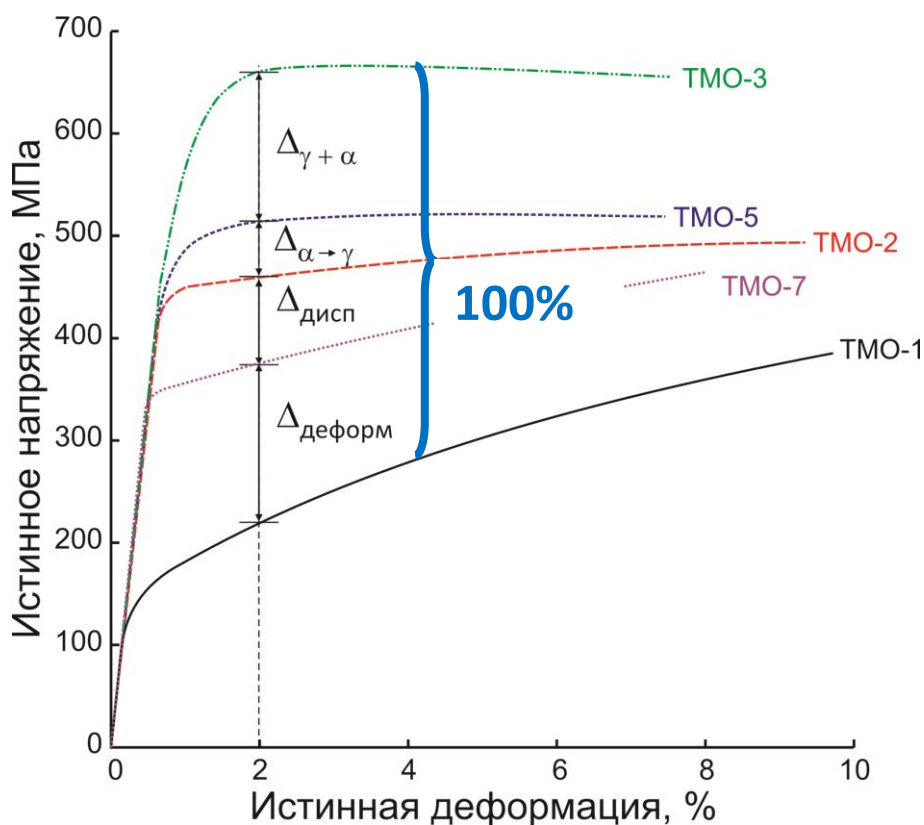


Рисунок 30 – Вклад различных механизмов в горячее упрочнение стали при температуре 750 °С

Таблица 8 – Оценочный вклад структурных факторов в горячее упрочнение стали при температуре 750 °С

Фактор	Вклад*, %
Базовый уровень	0
Деформационное упрочнение	37
Дисперсионное упрочнение	19
Упрочнение при $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения	13
Упрочнение при деформации ( $\gamma + \alpha$ )-структуры	31

\*для степени деформации 2 %

Таким образом, при общей истинной деформации равной 2 % основной вклад в горячий наклеп стали с РАПЭ вносит деформационное упрочнение (31 % от общего вклада), а также упрочнение при деформации в двухфазной ( $\alpha + \gamma$ )-области (37 % от общего вклада), дисперсионное упрочнение (19 % от общего вклада) и упрочнение от  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения (13 % от общего вклада).

#### Выводы по главе 5

По результатам систематического исследования изменения структуры и упрочнения при горячей деформации сжатием штамповой стали с РАПЭ в интервале температур 450 – 750 °С сделаны следующие выводы:

1. Предложены критерии проявления горячего наклепа для стали с РАПЭ: отсутствие спада нагрузки на кривой «напряжение-деформация» при высоких температурах; величина показателя деформационного упрочнения  $n$  при высоких температурах; неизменность уровня упрочнения при нагреве до более высоких температур.

2. Выявлены механизмы и структурные факторы, обеспечивающие горячее упрочнение стали в аустенитном состоянии и проведена количественная оценка их отдельного вклада в общее упрочнение. К факторам, обеспечивающим горячее упрочнение стали, относятся:

деформационное упрочнение; дисперсионное упрочнение; фазовый наклеп при  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращении и упрочнение при деформации в двухфазной ( $\gamma + \alpha$ )-области.

3. Показано, что основной вклад в упрочнение при горячей деформации стали вносят деформационное упрочнение и упрочнение при деформации в двухфазной ( $\gamma + \alpha$ )-области).

## Выводы

1 Предложен режим разупрочняющей термической обработки штамповой стали с РАПЭ типа 4Х2Н3М2Г4ФТБ включающий: аустенизацию (1050 °С, 1 ч), длительную выдержку при температурах 330 – 450 °С (25 ч) для интенсивного выделения карбидных (интерметаллидных) фаз, двойного отжига при температурах 550 – 580 °С с выдержкой (25 + 25 ч) для их коагуляции и охлаждение с печью. Такая термическая обработка приводит к формированию структуры на основе феррита и обеспечивает снижение твердости штамповой стали до 32 HRC;

2 При температурах отпуска от 500 до 630 °С после изотермической выдержки в бейнитной области, когда количество вновь образующегося аустенита сравнительно мало, свойства стали определяются в основном структурными изменениями в бейнитных участках и ее твердость непрерывно понижается по мере повышения температуры отпуска. При более высоких температурах отпуска от 650 до 780 °С количество аустенита резко возрастает, и его последующий распад при охлаждении приводит к существенному повышению твердости стали;

3 Экспериментально показано явление горячего наклепа в стали с РАПЭ при температуре 750 °С при использовании жесткой схемы нагружения растяжением;

4 Установлены особенности поведения стали с РАПЭ при горячей деформации по схеме сжатия, имитирующей процесс штамповки:

- степень наклепа в стали, полученная после гомогенизации при температуре 1150 °С и циклической деформации при 450 °С, сохраняется и усиливается при последующей циклической деформации при 750 °С;

- гомогенизация при температуре 1150 °С, предварительная деформация при 450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и быстрым нагревом на температуру деформации 750 °С

усиливает и стабилизирует состояние горячего наклепа и способствует максимальному упрочнению стали при высоких температурах;

5 Выявлены механизмы, обеспечивающие упрочнение при горячей деформации стали с РАПЭ: деформационное упрочнение; дисперсионное упрочнение; фазовый наклеп при  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращении; упрочнение при деформации в двухфазной ( $\gamma + \alpha$ )-области), и проведена количественная оценка их отдельного вклада в общее упрочнение. Основной вклад в «горячий наклеп» стали с РАПЭ вносит деформационное упрочнение, а также упрочнение за счет деформации в двухфазной ( $\alpha + \gamma$ )-области;

6 Разработаны схемы деформационно-термической обработки, обеспечивающие максимальное упрочнение стали с РАПЭ при горячей деформации, что позволяет их использовать в качестве материала штампового инструмента для рабочих температур до 750 °С.

## Список использованных источников

1. Геллер, Ю.А. Инструментальные стали /. – М.: Metallurgy, 1968. – 568 с.
2. Геллер, Ю.А., Рахштадт, А.Г. Материаловедение /– М.: Metallurgy, 1975. – 448 с.
3. Лебедева Н.В. Повышение стойкости инструмента для прессования труднодеформируемых цветных сплавов из сталей с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации. Диссертация. Санкт-Петербургский Государственный Морской Технический Университет. 2005, – 166 с.
4. Гармаева И.А., Мосоров В.И., Мижитов А.Ц., Лыгденов Б.Д., Гурьев А.М. Упрочнение поверхности штампов из литой стали // Современные наукоемкие технологии. 2007. № 6. С. 32–33.
5. Костин Н. А., Трусова Е. В. и др. Рост зерна аустенита при нагревании штамповых сталей //Новая наука: современное состояние и пути развития. Сборник статей междунардн. науч.-практ. конф. Научный центр «АЭТЕРНА». Уфа. 2016. № 3. С. 145–148.
6. Озерский А.Д., Кругляков А.А. Штамповые стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации Л., ЛДНТП, 1988, 28с.
7. Кругляков А.А., Лебедева Н.В., Солнцев Ю.П. Исследование процессов упрочнения в сталях с регулируемым аустенитным превращением для прессового инструмента. – Металлы. – 2006. – № 1. – С. 76-79.
8. Лебедева Н.В. Современные штамповые стали для горячего прессования // Балтийские металлы. – 2003. – № 1. – С. 7-9.
9. А.А. Krugljakow, S.A. Nikulin, S.O. Rogachev, V.M. Khatkevich, N.V. Lebedeva. Effect of thermomechanical treatment with multiple plastic deformation on the nanophase hardening of die steel with regulated austenitic transformation // Scientific proceedings of the scientific-technical union of mechanical engineering. – 2015. – V. 19/182. – P. 10-15.



10. Новиков И.И. Теория термической обработки. М.:Металлургия, 1986. 480 с
11. Журавлев В.Н. Штампы для горячего деформирования, режимы и способы их изготовления. М.: ЦНИИТЭИтракторсельмаш, 1976. 55 с.
12. ГОСТ 5950-2000. Прутки, полосы и мотки из инструментальной легированной стали. Общие технические условия
13. Карасев М.А., Баранов И.В., Блик Ф.С., Сошников В.С. Кузнечно-прессовое оборудование Уралмашзавода. – «Марат». – Екатеринбург: Уральский центр ПР и рекламы, 2004. – 480 с.
14. Бельский Е. И. Стойкость кузнечных штампов. – Минск: Наука и техника, 1975. – 240 с
15. Xiaodong Li, Ying Chang, Cunyu Wang, Ping Hu, Han Dong. Comparison of the hot-stamped boron-alloyed steel and the warm-stamped medium-Mn steel on microstructure and mechanical properties // Materials Science & Engineering A679. 2017. С. 240-248
16. М. Иванцов, Н. С. Вохомский, В. М. Костюченко. Инструментальные стали и сплавы / Г.– Магнитогорск: МГМИ, 1973. – 80 с
17. Дудецкая Л.Р., Орлов Ю.Г., Дешук Н.А., Галкина А.В., ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЛИТЫХ ВСТАВОК ШТАМПОВ ДЛЯ ГОРЯЧЕГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ – М: Литье и металлургия. 2009. № 3 (52). С. 132-135.
18. Березин Д.Т., ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ШТАМПОВЫХ СТАЛЕЙ В УСЛОВИЯХ ТЕРМИЧЕСКОЙ УСТАЛОСТИ. – М: Инновационная наука. 2015. Т. 1. № 3. С. 152-156.
19. Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали. – М.: Металлургия, 1985. – 408 с.
20. Колокольцев В.М., Иванова И.В. Литейная сталь для горячего деформирования – М: Вестник МГТУ им Г.И. Носова, 2019 №4 – 15-17
21. Позняк Л.А., Скрынченко Ю.М., Тишаев С.И. Штамповые стали. – М.: Металлургия, 1980. – 244 с.

22. Довнар С.А. Термомеханика упрочнения и разрушения штампов объемной штамповки. М., Машиностроение, 1975, 256 с.
23. Штамповые стали и режимы их обработки для инструмента горячей и холодной объемной штамповки. – Воронеж: ЭНИКМАШ, 1971. – 60 с.
24. Гольдштейн М. И. Специальные стали. – М.: МИСИС, 1999. – 408 с.
25. Крылова С. Е., Фирсова Н. В. Влияние процессов термической обработки на структуру и износостойкость штамповой стали / Вестник Оренбургского государственного университета. – 2011. – № 4, апрель. – С. 192-195.
26. Физическое металловедение / Под ред. Р. Канна; пер. с англ. – М.: Мир, 1968. – Вып. II. – 490 с.
27. В. Н. ФЕДУЛОВ., ВЛИЯНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ СТАЛЕЙ ДЛЯ ГОРЯЧЕГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ НА УРОВЕНЬ ИХ УПРОЧНЕНИЯ – М: Литье и Металлургия. 2015. № 3. С 123-131
28. Собачкина Л.Д., Бутыгин В.Б., Демидов А.С., ПУТИ ПОВЫШЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ СТАЛЯХ., В сборнике: СОВРЕМЕННАЯ ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИИ: ПРОБЛЕМЫ, СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ Материалы V Всероссийской научно-практической конференции. 2015. С. 182-185.
29. Гольштейн М.ИЮ, Грачев С.В., Векспер Ю.Г. Специальные стали. М: Металлургия. 1985. 408 с
30. Мамедов З.Г., Каграманов И.К. Структура и свойства штамповых сталей, легированных титаном и ниобием. //Технология электротехнического производства, 1978, вып.9(112), С.5-7.
31. Мамедов З.Г., Ахмедов Т.К., Аббасов Д.И. и др. Применение высокоуглеродисто-ванадиевых сталей в производстве штампов. //АзНИИНТИ, сер."Машиностроение", 1973, №8,6 С.

32. Шукюров Р.И., Качанов Н.Н., Мамедов З.Г. Влияние молибдена на прокаливаемость стали X1,5CG. //Металловедение и термическая обработка металлов, 1973, №2, С.68-69.
33. Шукюров Р.И., Качанов Н.Н., Мамедов З.Г. и др. Влияние молибдена и ванадия на свойства хромистой стали. //Изв.ВУЗ-ов "Черная металлургия", 1975, №9, С. 152-155.
34. Меськин В.С. Основы легирования стали. М.: Металлургия, 1964. - 684 с.
35. Бигеев А.М. Металлургия стали. -М.Металлургия, 1988. 480
36. Березовская В.В., Костина М.В., Блинов Е.В., Банных И.О., Боброва В.Е., Мельник В.П. Коррозионные свойства аустенитных Cr-Mn-Ni-N-сталей с разным содержанием марганца Металлы, №1,2008г, с.1-6
37. Собачкина Л.Д., Бутыгин В.Б., РАЗРАБОТКА ШТАМПОВЫХ СТАЛЕЙ РАЗЛИЧНОЙ ТЕПЛОСТОЙКОСТИ. – М: Ползуновский вестник. 2015. № 3. С. 28-30.
38. Околович Г. А. Штамповые стали для холодного деформирования металлов. – 2-е изд., перераб. и доп. – Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 2010. – 202 с.
39. Лахтин Ю.М. Материаловедение: Учебник. – М.: Металлургия, 1990. – 528 с.
40. Геллер Ю.А. Инструментальные стали. – М.: Металлургия, 1975. – 584 с
41. Гадалов В.Н., Емельянов С.Г., Романенко Д.Н., Розина Т.Н. Износ и повышение стойкости штампов // Новые решения в области упрочняющих технологий. Т.1. – Курск: ЗАО «Университетская книга», 2016. С. 46 – 48.
42. Гармаева И.А., Мосоров В.И., Мижитов А.Ц., Лыгденов Б.Д., Гурьев А.М. Упрочнение поверхности штампов из литой стали // Современные наукоемкие технологии. 2007. № 6. С. 32–33.
43. Геллер Ю. А. Инструментальные стали / Ю. А. Геллер. – М. : Металлургия, 1983. – 526 с.

44. Позняк Л. А. Инструментальные стали. Справочник / Л. А. Позняк, С. И. Тишаев, Ю. М. Скрынченко и др. – М.: Металлургия, 1977. – 168 с.
45. Mustafa Sabri Gök., Yılmaz Küçük., Azmi Erdoğan., Mecit Öge., Erdoğan Kanca., Ali Günen. Dry sliding wear behavior of borided hot-work tool steel at elevated temperatures // Surface and Coatings Technology, 2017. С 54-62.
46. Гордиенко Л. К. Структурное упрочнение металлов и сплавов. – М.: Наука, 1973. – 224 с.
47. Готлиб Б.М., Сергеев Р.Ф., Вакалюк А.А. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ШТАМПОВЫХ СТАЛЕЙ. – М: Современные проблемы науки и образования. 2013. № 6. С. 35.
48. Белов А.Ф., Розанов Б.В., Линц В.П. Объемная штамповка на гидравлических прессах. – М.: Машиностроение, 1971. – 214 с.
49. Готлиб Б.М., Крещенко И.Н., Сергеев Р.Ф. Интеллектуализация процессов обработки металлов давлением: концептуальное проектирование технологических процессов и систем управления // Интеллектуальные системы управления: коллективная монография. – М.: Машиностроение, 2010. – С. 272-287.
50. Л. Р. Дудецкая, Юрий Орлов. Материалы и технологии изготовления литого штампового инструмента. // Издательский дом “Белорусская наука”, 2010. с.42-43
51. Озерский А.Д., Кругляков А.А., Панова Г.А. Структурно-фазовые превращения и механические свойства стали ЭП930 при закалке и отпуске / Технология судостроительного производства: Сб. научн. трудов. Л.: Изд. ЛКИ, 1984. С. 82-90.
52. Озерский А. Д. О выборе стали для матриц горячего прес-сования медных сплавов / А. Д. Озерский, А. А. Кругляков, А. Н.Данилов // Цветные металлы. – 1981. – № 8. – С. 83–84.
53. Озерский А. Д. Упрочнение стали ЭП930 для матриц горячего прессования медных сплавов / А. Д. Озерский // Цветные металлы. – 1984. – № 10. – С. 76–78.

54. Озерский А.Д., Кругляков А.А. Штамповые стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации. – Л.: ЛДНТП. 1998, – 28 с.
55. Озерский А.Д., Кругляков А.А., Данилов А.Н. О выборе стали для матриц горячего прессования медных сплавов. – Цветные металлы, 1981, №8, с. 83–84.
56. Лебедева Н.В., Солнцев Ю.П., Зворыгин Р.Г. Повышение эксплуатационной стойкости штамповых азотсодержащих сталей с регулируемым аустенитным превращением. /Материалы международной конференции "Актуальные проблемы прочности" – Витебск, Беларусь, 2004. Ч1. С.146-152..
57. Ю.Г. Орлов, Л.Р. Дудецкая. Материалы и технологии изготовления литого штампового инструмента. – Минск: Беларуская Навука, 2010. – 171 с.
58. Позняк Л.А. Инструментальные стали. Киев: Наукова думка, 1996. 488 с.
59. Сидорчук О.М. Фазово-структурний стан сталі 40ХЗН5МЗФ в процесі перекристалізації. – Вісник приазовського державного технічного університету, 2013, № 26, с. 186 – 188.
60. Никулин С.А., Кругляков А.А. Структура и особенности деформационного упрочнения штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением. – Деформация и разрушение материалов. – 2004. – №11. – С. 23-25.
61. Озерский А.Д., Кругляков А.А. Штамповые стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации. – Л.: ЛДНТП. 1998, – 28 с.
62. Torry A. Cast die inserts. Casting by the «Tru-process» method // Metal Treatment and Drop Forming. — 1962. — Vol. 29. N 206. — P. 451—460
63. Изготовление штампов для холодной и горячей штамповки литыми в керамические формы / Light Metals and Metal industry. — 1964. — December. — P. 42—44.
64. Кругляков А.А. Влияние легирующих элементов на упрочнение штамповых сталей в аустенитном состоянии при высокотемпературной

пластической деформации // Деформация и разрушение материалов. 2019. № 3. С. 28-32

65. Лебедева Н.В., Солнцев Ю.П. Пути упрочнения штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением. /В сб. трудов 6-ой международной научно-технической конференции "Современные металлические материалы, технологии и их использование в технике" – СПб., 2004. С.273-274

66. Логинов Ю.Н., Инатович Ю.В. Инструмент для прессования металлов. 2-е изд., исправленное и дополненное. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014, 224 с.

67. Assoc. Prof. Dr Alexander Krugljakow , Prof. DSc Alexander Ozerski. NEW CLASS OF HOT-WORK TOOL STEELS WITH REGULATED AUSTENITE TRANSFORMATION DURING EXPLOITATION (RATE STEELS) // SCIENTIFIC PROCEEDINGS VIII INTERNATIONAL CONGRESS "MACHINES, TECHNOLOGIES, MATERIALS". 2011. С. 46-49

68. Кругляков А.А. Влияние легирующих элементов на дисперсионное упрочнение штамповых сталей в аустенитном состоянии // Деформация и разрушение материалов. 2019. № 4. С. 10-13

69. Пат. 1013500 РФ. Способ упрочняющей обработки инструмента штамповых сталей / Кругляков А.А., Озерский А.Д., Изаков Р.П., Панова Г.А. // БИ, 1983, №15. Оpubл. 23.04.83.

70. Marashi J., Yakushina E., Xirouchakis P., Zante R., Foster J. An evaluation of H13 tool steel deformation in hot forging conditions // Journal of Materials Processing Technology. 2017. V. 246. P. 276-284

71. Deirmina F., Pellizzari M., Federici M. Production of a powder metallurgical hot work tool steel with harmonic structure by mechanical milling and spark plasma sintering // Metallurgical and Materials Transactions A. 2017. V. 48. P. 1910-1920

72. T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, J.J. Jonas, Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions, *Prog. Mater. Sci.* 60 (2014) 130–207

73. R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, Current issues in recrystallization: a review, *Mater. Sci. Eng. A*, 238 (1997) 219–274

74. S.M. Abbasi, A. Shokuhfar, Prediction of hot deformation behaviour of 10Cr–10Ni–5Mo–2Cu steel, *Mater. Lett.* 61 (2007) 2523–2526

75. J. Marashi, E. Yakushina, P. Xirouchakis, R. Zante, J. Foster, An evaluation of H13 tool steel deformation in hot forging conditions, *J. Mater. Process. Technol.* 246 (2017) 276–284

76. R.K. Rai, J.K. Sahu, Mechanism of serrated flow in a cast nickel base superalloy, *Mater. Lett.* 210 (2018) 298–300

77. Романовский В.П. Справочник по холодной штамповке. – М.–Л.: Машиностроение, 1965. – 788 с.

78. Бернштейн М. Л., Капуткина Л. М., Прокошкин С. Д., Добаткин С. В. Анализ диаграмм горячей деформации сталей. – Известия вузов. Черная металлургия, 1979, № 9, с. 97 – 100.

79. Zhou H., Zhu G., Li Q., Chen Q. Microstructure and Properties of a New Cr – Mn Steel without Boron Additions for Use in Hot Stamping // *Metal Science and Heat Treatment*. 2015. V. 57. P. 339-343

80. М. М. Перепелкина, В. Я. Грабовский. Выбор эффективного легирования новых штамповых сталей из аустенитными превращениями при эксплуатации // Новые материалы и технологии в металлургии для машинооборудования. 2016. - №1. – с. 13 – 14

81. Жуков А.А., Постнова А.Д., Немтырев О.В., Березин Д.Т. Коррозионно-стойкая сталь для пресс-форм литья под давлением // *Литейное производство*. – 2001. - №8. - с. 14 – 15

82. Федулов В.Н. Влияние количественного легирования инструментальных сталей для горячего деформирования на уровень их упрочнения // Литье и металлургия. 2015. № 3. С. 123-131.
83. Горбатюк С.М., Морозова И.Г., Наумова М.Г // Черная металлургия. 2017. Том 60. № 5. С. 410 – 415.
84. Zhou H., Zhu G., Li Q., Chen Q. Microstructure and Properties of a New Cr – Mn Steel without Boron Additions for Use in Hot Stamping // Metal Science and Heat Treatment. 2015. V. 57. P. 339-343
85. Макаров А.В., Коршунов Л.Г., Малыгина И.Ю., Солодова И.Л. Повышение теплостойкости и износостойкости закаленных углеродистых сталей фрикционной упрочняющей обработкой // Металловедение и термическая обработка металлов. 2007. № 3. С. 57–62.
86. Смирнов М.А., Счастливец В.М., Журавлев Л.Г. Основы термической обработки стали. М.: Наука и технологии, 2002. 519 с.
87. Стеблов А.Б., Ленартович Д.В., Понкратин Е.И. Новая сталь для штампов горячего деформирования // Металлург. 2006. № 2. С. 41–43.
88. Гольдштейн М.И., Попов В.В. Растворимость фаз внедрения при термической обработке стали. М.: Металлургия, 1989.
89. Л. Р. Дудецкая, Ю. Г. Орлов, В. И. Кравченко, Г. А. Костюкович, Н. А. Дешук, А. В. Галкина; Литейная форма для изготовления отливок из стали: пат. 3435 Респ. Беларусь, МПК В 22D 15/00/ Физ.-тех. ин-т Нац. акад. наук Беларуси, Откр. акц. общ. «Белкард. – № и 20060590; за и 20060590; за 20060590; за явл. 14.09.2006; опубл. 01.03.2007 // Афіцыйны бюл. / Нац. цэнтр інтэ лектуал. уласнасці. – 2007. –№2.– С. 198–199.
90. Колокольцев В.М., Иванова И.В. Литейная сталь горячего деформирования // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2009. № 4. С. 15–17.
91. Тополянский П.А., Тополянский А.П., Ермаков С.А., Соснин Н.А. Повышение стойкости инструмента для холодной объемной штамповки //



Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2014. № 3. С. 22 – 32.

92. Гармаева И.А., Мосоров В.И., Мижитов А.Ц., Лыгденов Б.Д., Гурьев А.М. Упрочнение поверхности штампов из литой стали //Современные наукоемкие технологии. 2007. № 6. С. 32–33.

93. Костин Н. А., Трусова Е. В. Влияние температурного режима при отпуске штамповых сталей // Auditorium. Электронный научный журнал Курского государственного университета. Курск. 2016. № 2.

94. Винокур Б.Б., Пилюшенко В.Л. Прочность и хрупкость конструкционной легированной стали. Киев: Наукова Думка, 1983. 283 с.

95. Кругляков А.А., Никулин С.А., Рогачев С.О., Лебедева Н.В., Панова Г.А., Нгуен Хоан Суан, Сериков Е.В. Влияние отжига на структуру и твердость штамповой стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации // Металлы. 2019. № 6

96. Жеков О.Ж. Свойства после газового карбонитрирования инструментальных сталей с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации. – Машиностроительная техника и технология, 2003, №4, с. 63-66.

97. Перепёлкина М.Н., Грабовский В.Я. Выбор эффективного легирования новых штамповых сталей с аустенитным превращением при эксплуатации // Новые материалы и технологии в металлургии и машиностроении. №1. 2016. С. 11-15

98. Способы металлографического травления: Справ. изд.: Пер. с нем. Беккерт М., Клемм Х. – М.: Металлургия, 1988, с. 132 – 135.

99. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н.: Учеб. пособие для вузов.- 4-е изд. доп. и перераб.- М.: МИСИС, 2002. - 360 с