

Федеральное государственное автономное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Нгуен Ныы Дам

**СОЗДАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ
МАРКИ 60Х2Н ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВЫПУСКАЕМЫХ
В РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ЖЕЛЕЗНЫХ ПОРОШКОВ**

Специальность: 05.16.06

Порошковая металлургия и композиционные материалы

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
Кандидат технических наук, доцент
В. Ю. Лопатин

Москва – 2020

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Порошковые стали различного состава давно заняли свое место как конструкционные материалы в машиностроении и автомобилестроении, однако исследования в этой области не прекращаются, в том числе и в направлении повышения плотности и соответственно относительной плотности после прессования и спекания с целью повышения эксплуатационных свойств.

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

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

Исходя из этого, перспективным решением могло бы быть использование в качестве мелкой фракции железных порошков, однако выделение из больших партий порошков двух фракций, со средними размерами, отличающимися примерно на порядок, либо невозможно исходя из гранулометрического состава таких партий, либо не целесообразно по экономическим соображениям. В принципе, указанное соотношение размеров могло бы быть обеспечено в смесях распыленных (восстановленных) и карбонильных железных порошков, но до недавнего времени карбонильные железные порошки были в основном представлены серией "Р", выпускаемой для электротехнической промышленности. Эти порошки характеризуются очень высокой твердостью вследствие большого содержания цементита, что не позволяет достигать высоких плотностей материалов при больших давлениях прессования.

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

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

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

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

1. Широко применяется при производстве изделий общемашиностроительного назначения.

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

В связи с вышесказанным, создание технологии получения порошковой стали 60Х2Н с повышенными механическими свойствами при использовании промышленно выпускаемых в Российской Федерации железных порошков является актуальной работой.

Цель работы

Разработка технологии получения порошковой стали 60Х2Н с повышенными прочностными свойствами за счет введения в ее железную основу карбонильного железного порошка с пониженным содержанием углерода.

Основные задачи

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

- Изучения влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на консолидацию порошковой стали 60Х2Н на базе распыленного железного порошка при прессовании и спекании.

- Изучение влияния добавок карбонильного железного порошка на механические свойства порошковой стали 60Х2Н.

- Определение оптимального количества карбонильного железного порошка, вводимого в основу порошковой стали 60Х2Н.

- Изучение влияния различных видов дополнительной обработки спеченной стали на ее механические свойства и структуру.
- Опробование разработанной технологии в промышленных условиях.

Научная новизна

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

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

Практическая ценность

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

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

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

Основные положения, выносимые на защиту

1. Закономерности влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на консолидацию порошковых материалов на основе распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 при прессовании и спекании.
2. Закономерности влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на прочность порошковых материалов на основе распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 после прессования и спекания.
3. Теоретическое обоснование обнаруженного эффекта снижения прочности прессовок при добавлении карбонильного железа и экспериментальное подтверждение этого обоснования.
4. Обоснование повышения прочности спеченных порошковых материалов на основе распыленного железного порошка при добавлении карбонильного железного порошка.
5. Закономерности влияния добавок карбонильного железного порошка марки ВК на механические свойства порошковой стали 60Х2Н после прессования и спекания, а также после дополнительной обработки давлением и термической обработки. Экспериментально установленное оптимальное содержание карбонильного порошка ВК в железной основе порошковой стали 60Х2Н.

Достоверность полученных результатов

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

Личный вклад

Соискатель осуществил поиск научно-технической информации по теме исследования, составил основной план проведения экспериментов, выполнил опыты по определению свойств исходных порошков, их смешиванию, прессованию, спеканию, термообработке спеченных материалов, изучил микроструктуру спеченных материалов после различных видов дополнительной обработки, выполнил эксперименты по подтверждению теоретического объяснения влияния карбонильного железного порошка на прочностные свойства неспеченных и спеченных материалов. Принял участие в анализе полученных результатов и подготовке публикаций с соавторами.

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

Апробация работы

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

Публикации

Основные результаты диссертации опубликованы в 3 печатных работах в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, 3 докладах конференций и 1 ноу-хау, зарегистрированном в НИТУ "МИСиС".

Структура и объем диссертации

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

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, сформулирована цель и поставлены задачи исследования, изложена научная новизна полученных результатов, их практическая ценность, представлены основные положения, выносимые на защиту, а также дано краткое описание структуры и объема диссертации, приведены сведения об апробации и достоверности результатов.

В первой главе представлен аналитический обзор опубликованных работ по теме диссертации. Рассмотрены основные достигнутые результаты по повышению эксплуатационных свойств спеченных порошковых сталей легированием железной основы, введением наноразмерных добавок, улучшающих структуру сталей, термической обработкой и повышением относительной плотности после формования и спекания. Рассмотрены современные технологические приемы для получения порошковых материалов с повышенными механическими и эксплуатационными свойствами.

По результатам проведенного литературного обзора сделан вывод, что достигнуть повышения уровня механических и эксплуатационных свойств спеченной порошковой стали

60X2Н на базе распыленного порошка ПЖРВ 2.200.26 можно за счет добавления в ее основу карбонильного железного порошка марки ВК.

Во второй главе описаны исходные порошки, использовавшиеся в работе, рассмотрены основные технологические приемы изготовления модельных материалов из смесей железных порошков и порошковой стали 60X2Н, а также методики определения основных свойств исходных порошков и консолидированных порошковых материалов. Представлены основные характеристики использованного технологического и исследовательского оборудования.

В качестве исходных материалов использовали промышленно выпускаемые в Российской Федерации распыленный железный порошок ПЖРВ 2.200.26 (ПАО "Северсталь"), карбонильные железные порошки ВК, Р-10 (ООО "Синтез – ПКЖ"), карбонильный никелевый порошок ПНК-0ТЗ (АО "Кольская Горно-металлургическая Компания"), порошок феррохрома ФХ025А (АО "НЗХС") и порошок карандашного графита ГК-3 (ООО ПКФ "Формула Графита"). В работе применяли твердые смазки в виде порошков стеаратов железа (ТУ 6-09-3738-74) и цинка (ТУ 6-09-17-316-96).

Для определения свойств исходных порошков использовали стандартные методы определения насыпной и пикнометрической плотности, текучести, гранулометрического состава, уплотняемости. Гранулометрический состав исходных порошков и их смесей определяли на лазерной установке FRITSCH ANALYSETTE 22 MicroTec plus, (Германия), пикнометрическую плотность – на гелиевом пикнометре AccuPyc II 1340 Micromeritics (Германия).

При определении уплотняемости порошков и смесей из них использовали двустороннее прессование в цилиндрической пресс-форме при давлениях прессования в 200, 400, 500, 600, 700 и 800 МПа по методике стандарта ISO 3927:2017.

Смеси порошков готовили в лабораторном двухконусном смесителе и смесителе типа "Турбула". Прессование проводили на лабораторном ручном гидравлическом прессе П-50 (Россия) и гидравлическом прессе LabEcon 600 с электрическим приводом гидроагрегата. Прессовки спекали в трубчатой лабораторной печи в среде водорода при температуре 1000 °С и камерной печи ВСл-16-22-У в вакууме или аргоне при температуре 1300 °С.

Для улучшения свойств спеченных порошковых материалов проводили дополнительные операции – горячую прокатку и термообработку. Горячую прокатку спеченных материалов осуществляли на электромеханических вальцах Chinetti LB120VS.

Термообработка включала в себя закалку с 850 °С в воду и отпуск при 300 °С в течение 45 минут с охлаждением на воздухе.

Прочность при изгибе и растяжении прессовок и спеченных заготовок определяли по ISO 3325-75 и ISO 2740-86 на универсальных испытательных машинах LF – 100кН (Швейцария) и MFL HUS-2010z (Нидерланды).

Твердость определяли по методике Бриннеля и Роквелла в соответствии с ISO 6506-1:2014 и ISO 6508-86 на твердомере ТОЧПРИБОР. Микротвердость частиц ПЖРВ 2.200.26 и ВК в спеченном материале определяли с помощью прибора Nano-Hardness Tester фирмы CSM (Швейцария).

Структуру полученных материалов и характер изломов изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-3400N с приставкой энергодисперсионного анализа, рентгенофазовый анализ проводили на рентгеновском дифрактометре общего назначения "ДРОН-2,0".

Для измерения сопротивления прессовок, использовали многофункциональный прибор с цепью измерения малых сопротивлений DT-5302.

В третьей главе представлены результаты исследования модельных материалов из смесей распыленного и карбонильного железных порошков. Физические, технологические свойства железных порошков ПЖРВ 2.200.26, ВК и Р-10 приведены в таблице 1, их средние размеры составляли 100 и 8 мкм, соответственно.

Таблица 1. Физические и технологические свойства железных порошков

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

Результаты определения уплотняемости порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК приведены на рисунке 1. Порошок Р-10 в использованном диапазоне давлений не формовался в силу своей высокой твердости.

Из рисунка 1 видно, что железные порошки ПЖРВ 2.200.26 и ВК имеют широкий диапазон формуемости с нижними пределами формуемости на уровне 100 МПа и хорошую уплотняемость в использованном диапазоне давлений.

Результаты определения уплотняемости смесей порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК приведены в таблице 2.

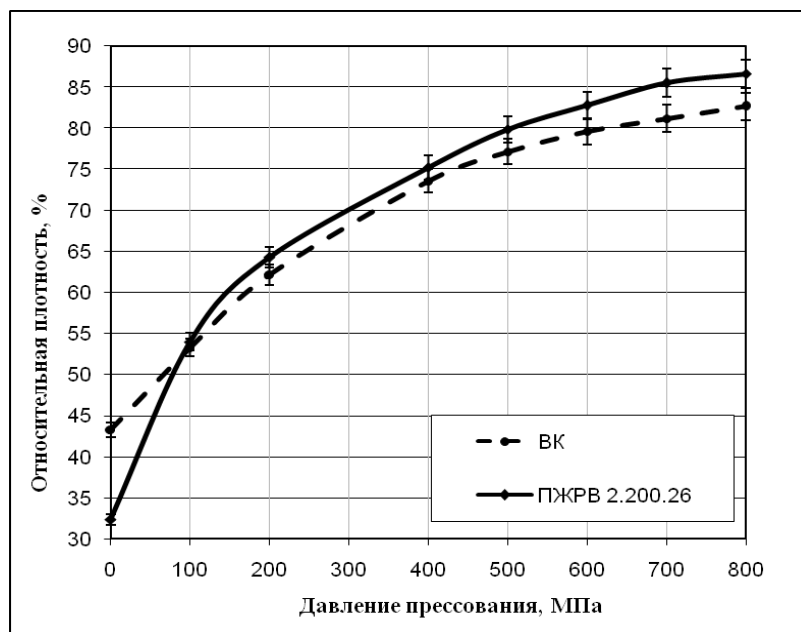


Рисунок 1. Зависимости относительной плотности железных порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК от давления

Таблица 2. Относительные плотности (%) смесей железных порошков при разных давлениях прессования

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

*) Относительная насыпная плотность смеси

Данные таблицы 2 показывают положительное влияние карбонильного порошка на плотность прессовок на основе распыленного порошка во всем интервале давлений за счет заполнения мелкими частицами пор между крупными. Некоторое снижение относительной плотности прессовок с 20 % порошка ВК можно объяснить повышенным упругим последствием в них.

Доказательством преимущественного расположения частиц карбонильного железа в порах между частицами распыленного железа служит изображение структуры неспеченной прессовки ПЖРВ 2.200.26 + 15% ВК, полученной при давлении 200 МПа (рисунок 2).

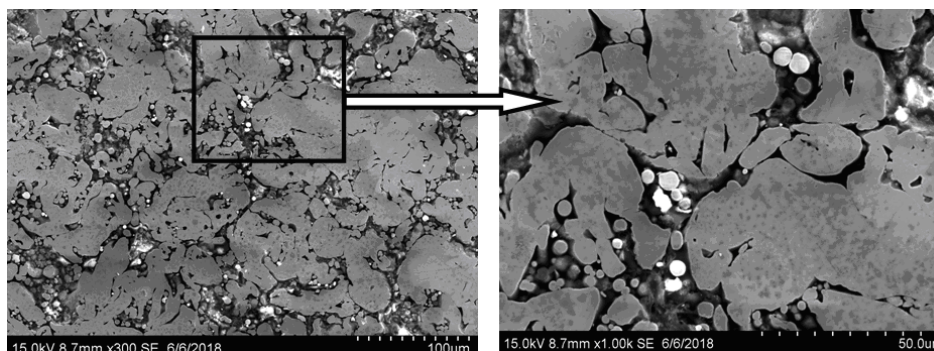


Рисунок 2. Структура неспеченной прессовки ПЖРВ+15ВК, полученной при давлении 200 МПа.

Результаты определения прочности при изгибе неспеченных образцов представлены в таблице 3.

Таблица 3. Прочность при изгибе σ_u прессованных образцов

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

Снижение прочности при изгибе неспеченных прессовок с увеличением содержания карбонильного железа в смеси можно объяснить тем, что частицы этого порошка, уменьшая объем порового пространства, препятствуют пластической деформации частиц распыленного железа, которая протекает, в том числе, и за счет перемещения части их объема в поры. Из-за тормозящего действия частиц порошка ВК суммарная площадь контактов между частицами порошка ПЖРВ 2.200.26 уменьшается, и тем сильнее, чем выше содержание ВК.

Для подтверждения предположения об уменьшении суммарной площади контактов между частицами распыленного железа при увеличении содержания в смесях карбонильного железа были проведены эксперименты по определению удельного электросопротивления прессовок.

Результаты расчета удельного электросопротивления представлены в таблице 4. и на рисунке 3, где для сравнения еще приведена зависимость прочности прессовок при изгибе от содержания карбонильного железного порошка.

Таблица 4. Удельное сопротивление прессовок с различным содержанием порошка ВК

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

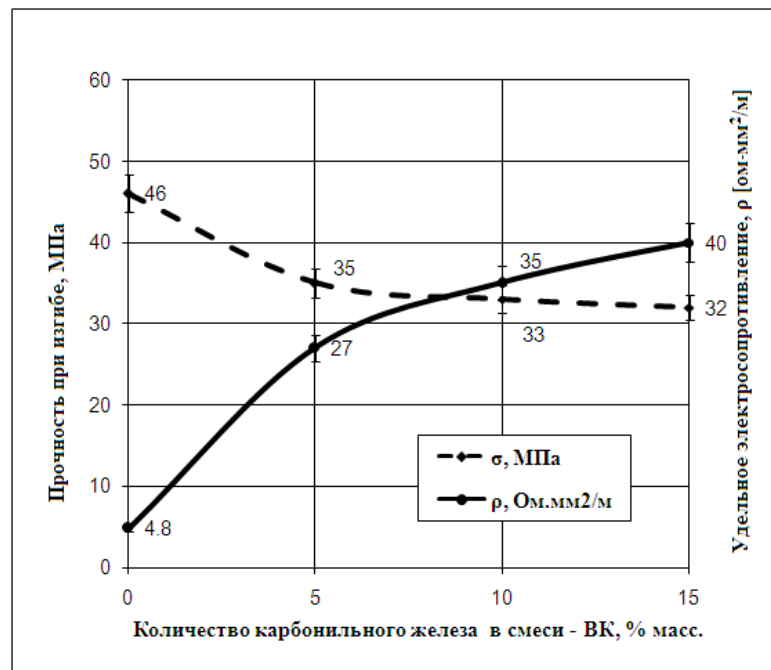


Рисунок 3. Влияние содержания порошка ВК на удельное электросопротивление и прочность при изгибе прессовок из смесей распыленного и карбонильного порошков

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

В качестве экспериментов сравнения была исследована уплотняемость смесей порошков ПЖРВ 2.200.26 и Р-10 (5 – 15 %). Эти эксперименты подтвердили результаты, полученные ранее другими исследователями, что добавление карбонильного электротехнического железного порошка не приводит к повышению относительной плотности прессовок (по сравнению с чистым распыленным порошком) при средних и высоких давлениях прессования. Максимальная относительная плотность прессовок с 15 % Р-10, полученная в ходе экспериментов, составляла 85 %. Это может быть следствием повышенной твердости частиц Р-10 и, соответственно, затрудненным их перераспределением в порах между частицами распыленного железа при приложении нагрузки.

Зависимости относительной плотности спеченных образцов (температура спекания 1300 °С, аргон, длительность изотермической выдержки 60 мин) от давления прессования и содержания карбонильного порошка приведена на рисунках 4 и 5.

Из рисунка 4 следует, что спекание не приводит к заметному изменению относительной плотности образцов, что ожидаемо для твердофазного спекания многокомпонентных материалов при относительных плотностях 90 – 92 % и выше. Однако разница между

относительными плотностями спрессованных и спеченных материалов превышает доверительный интервал эксперимента.

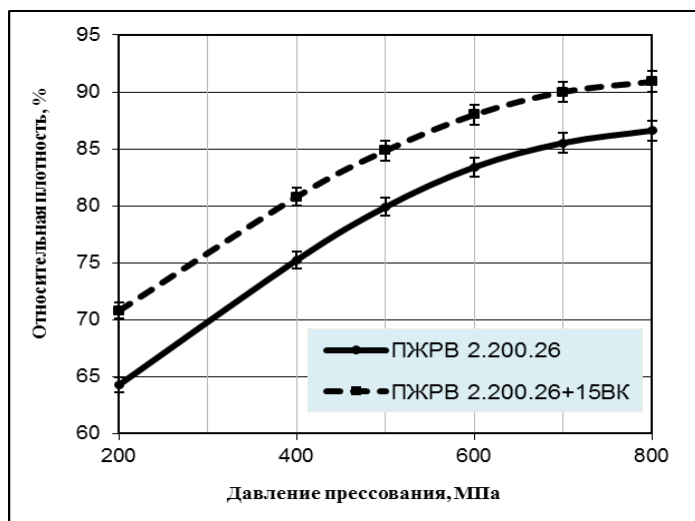


Рисунок 4. Зависимость относительной плотности спеченных образцов от давления прессования.

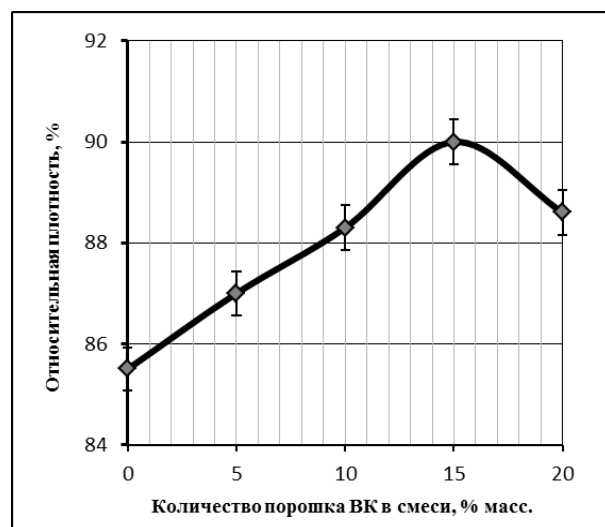


Рисунок 5. Зависимость относительной плотности спеченных образцов от содержания карбонильного порошка (давление прессования 700 МПа).

Прирост относительной плотности спеченного материала при увеличении содержания порошка ВК до 15 % (рисунок 5) в первую очередь связан с увеличением относительной плотности после прессования (таблица 2). Снижение относительной плотности спеченного материала, содержащего 20 % карбонильного железа, соответствует снижению относительной плотности этого материала после прессования (вызванному большим упругим последствием).

Прочность при изгибе образцов из смесей ПЖРВ 2.200.26 и ВК, спеченных в вакууме при температуре 1300 °С в течение 60 минут, приведена в таблице 5.

Данные таблицы 5 свидетельствуют о положительном влиянии добавки мелкого карбонильного порошка ВК на прочность спеченного материала на основе распыленного железа ПЖРВ 2.200.26. Увеличение прочности спеченных образцов с повышением содержания карбонильного порошка ВК в смесях можно объяснить формированием в порах разветвленных пространственных каркасов, повышающих устойчивость образцов к прикладываемой механической нагрузке (рисунок 6).

Из рисунка 6 следует, что частицы карбонильного железного порошка в основном припеклись к частицам распыленного порошка, хотя некоторая их часть сохранила свою индивидуальность, сформировав отчетливо видимые пространственные структуры.

Таблица 5. Прочность при изгибе спеченных образцов (σ_u)

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

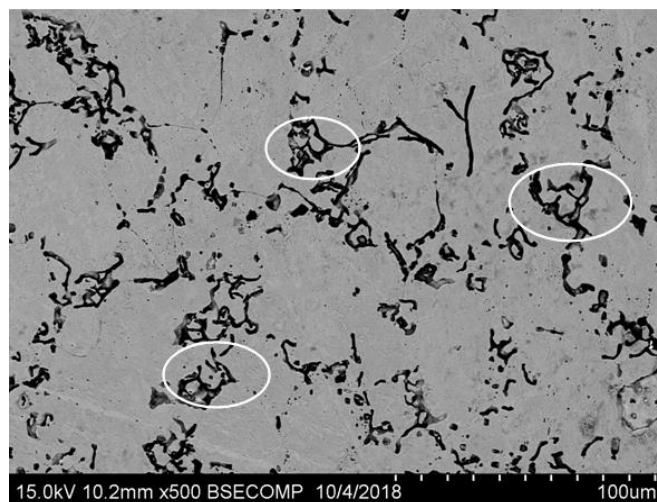


Рисунок 6. Структура образца ПЖРВ 2.200.26 + 15 % ВК, спеченного при 1300 °С в вакууме в течение 60 минут.

На рисунке 7 представлено изображение излома образца, спрессованного при давлении 700 МПа. На этой фотографии видно, что частицы распыленного порошка железа деформировались в направлении, перпендикулярном направлению приложения нагрузки, в то время как многие частицы порошка карбонильного железа почти не деформировались и, сохраняя свою первоначальную сферическую форму, формировали разветвленные каркасы в порах между крупными частицами распыленного порошка.

Эксперименты по наноиндентированию частиц порошков ПЖРВ 2.200.26 и ВК в структуре спеченного материала показали, что их твердость составляет 200 и 208 НВ, соответственно. Это позволяет объяснить тот факт, что смеси ПЖРВ + ВК уплотняются лучше, чем смеси ПЖРВ + Р-10, поскольку пространственные каркасы из порошка ВК в порах между частицами ПЖРВ (в отличие от каркасов из порошка Р-10) способны к некоторому перестроению за счет взаимного перемещения более пластичных частиц.

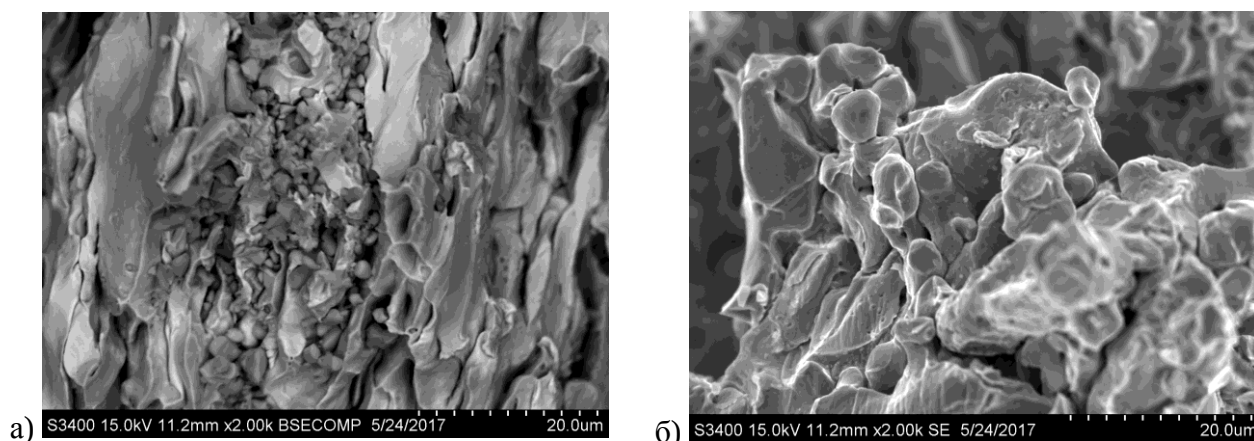


Рисунок 7. Излом спеченного материала смеси ПЖРВ + 15 % ВК (1300 °С, вакуум, изотермическая выдержка 60 минут)

В четвертой главе изложены результаты исследований по получению порошковой стали 60X2H.

Влияние добавки порошка ВК на механические свойства и структуру спеченной порошковой стали 60X2H изучали на 5 смесях, составы которых приведены в таблице 6.

Таблица 6. Состав шихты смесей СП60X2H, % масс.

Соотношение железных порошков ПЖРВ/ВК в основе стали, % масс	С	Ni	ФХ025А	ПЖРВ2.200.26	ВК
100/0	0,6	1,0	2,6	95,8	0,0
95/5	0,6	1,0	2,6	91,0	4,8
90/10	0,6	1,0	2,6	86,2	9,6
85/15	0,6	1,0	2,6	81,4	14,4
80/20	0,6	1,0	2,6	76,6	19,2

Было определено влияние введения карбонильного порошка на гранулометрический состав смесей для порошковой стали 60X2H с разным содержанием карбонильного порошка ВК, а также на ее текучесть и насыпную плотность. Данные по насыпной плотности и текучести приведены в таблице 7.

Таблица 7. Текучесть и насыпная плотность порошковой смеси стали 60X2H в зависимости от количества железного порошка ВК в ее основе.

Содержание порошка ВК в основе стали, % масс	Насыпная плотность, г/см ³	Текучесть, с
0	2,6 ± 0,02	50,2 ± 0,1
5	2,82 ± 0,02	53,5 ± 0,2
10	3,15 ± 0,02	56,4 ± 0,1
15	3,27 ± 0,01	58,3 ± 0,15
20	3,29 ± 0,01	60,2 ± 0,2

Как видно из представленных результатов добавление железного карбонильного порошка марки ВК приводит к монотонному увеличению насыпной плотности порошковой шихты стали 60Х2Н. Однако одновременно ухудшается текучесть из-за увеличения межчастичного трения в ней. При этом необходимо отметить, что время истечения 50 г шихты все же остается приемлемым для ее применения в промышленном производстве.

Влияние введения карбонильного порошка на уплотняемость порошковой стали 60Х2Н (давление 800 МПа) представлено на рисунке 8. Из этого рисунка следует, что при введении в состав смеси порошковой стали 60Х2Н карбонильного железного порошка ВК относительная плотность формовок увеличивается с 89 до 91 %, что примерно соответствует приросту относительной плотности в модельных экспериментах со смесями ПЖРВ + ВК.

Влияние введения карбонильного порошка на усадку порошковой стали 60Х2Н при спекании показано на рисунке 9. Видно, что объемная усадка увеличивается до 3,5 % при увеличении содержания карбонильного порошка до 15 % масс. и далее стабилизируется.

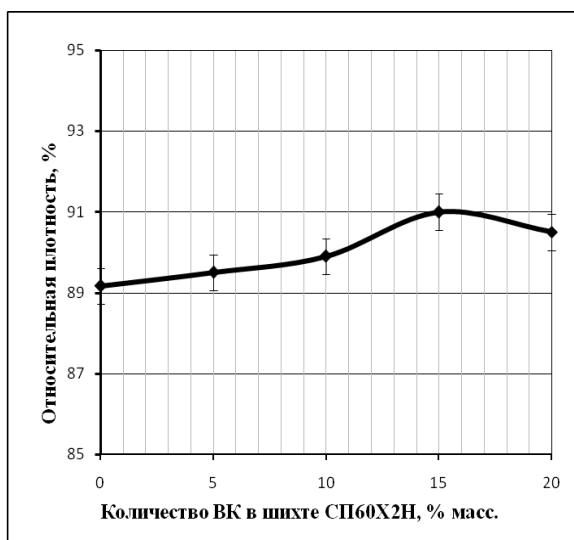


Рисунок 8. Зависимость относительной плотности прессовок от содержания ВК в шихте СП60Х2Н (давление 700 МПа)

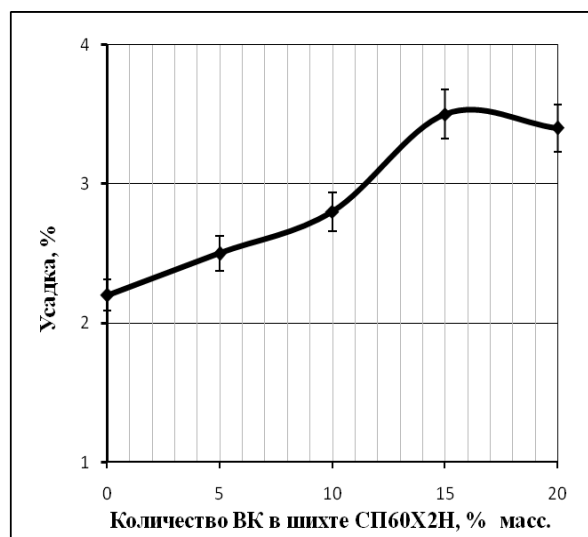


Рисунок 9. Зависимость объемной усадки при спекании от содержания ВК в шихте СП60Х2Н

Небольшое увеличение объемной усадки при спекании с увеличением содержания карбонильного железного порошка может объясняться его активирующим действием.

Результаты испытания прочности при изгибе и при растяжении спеченных образцов СП60Х2Н приведены на рисунках 10 и 11.

Из этих рисунков следует, что добавление порошка карбонильного железа в основу порошковой стали значительно повышает прочностные характеристики по сравнению с контрольными образцами, содержащими только распыленное железо. Максимально

зафиксированные величины прочности при изгибе и при растяжении у образцов СП60Х2Н с добавкой 15% ВК составляют, соответственно, 718 и 482 МПа. Прирост прочности по сравнению образцом СП60Х2Н на базе чистого порошка ПЖРВ составляет в обоих случаях примерно 15,5 %.

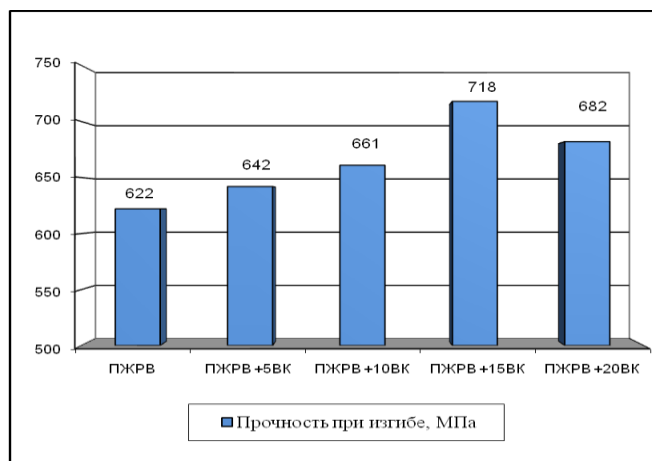


Рисунок 10. Прочность при изгибе спеченной порошковой стали 60Х2Н

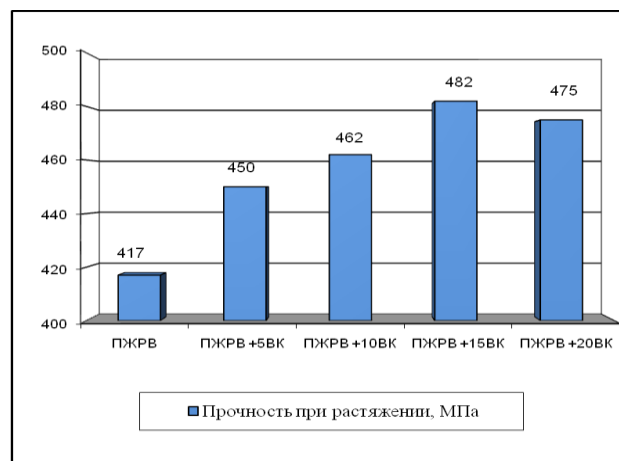


Рисунок 11. Прочность при растяжении спеченной порошковой стали 60Х2Н

Прирост прочности можно объяснить так же, как и в случае модельных материалов ПЖРВ + ВК, а именно формированием в порах между частицами распыленного порошка разветвленных каркасов из мелких частиц. Существенное увеличение прочности при изгибе у образцов стали 60Х2Н по сравнению с модельными материалами с тем же содержанием карбонильного железа объясняется ожидаемым действием легирующих элементов. Предположение о формировании разветвленных каркасов в случае порошковой стали подтверждается фотографией структуры спеченного образца с 15 % ВК (рисунок 12), где отчетливо видны зоны с такими каркасами из мелких частиц карбонильного железа.

В этих зонах наблюдаются преимущественно небольшие сфероидизированные поры. Наличие каркасов, состоящих из мелких частиц карбонильного железа, также подтверждается микрофотографией излома образца того же состава (рисунок 13).

Энергодисперсионный анализ образца СП60Х2Н с добавкой 15% ВК показал, что легирующие элементы (никель и хром) находятся преимущественно в перлите. Результаты РФА показывают, что структура образца представляет собой легированный феррит и легированный перлит.

Влияние горячей прокатки на свойства спеченной стали 60Х2Н приведено в таблице 8. Данные этой таблицы подтверждают сохранение положительного влияния добавок порошка ВК на механические свойства стали 60Х2Н после обработки ее давлением. Прирост прочности при

растяжении у образца горячекатанной стали 60X2H с 15% ВК по сравнению с образцом без ВК составляет примерно 10 %.

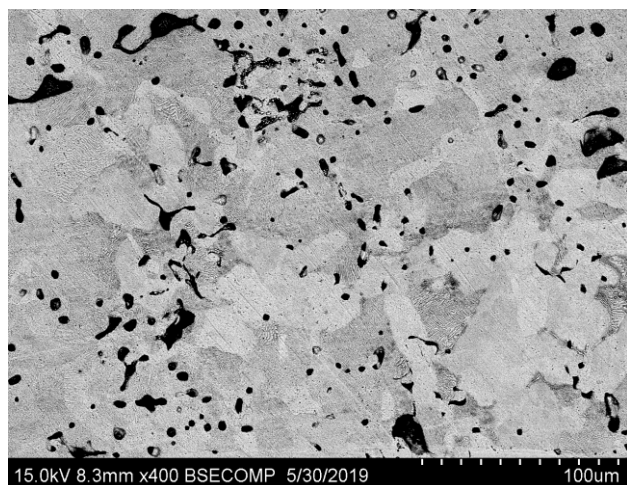


Рисунок 12. Структура образца СП60Х2Н с 15 % ВК в основе

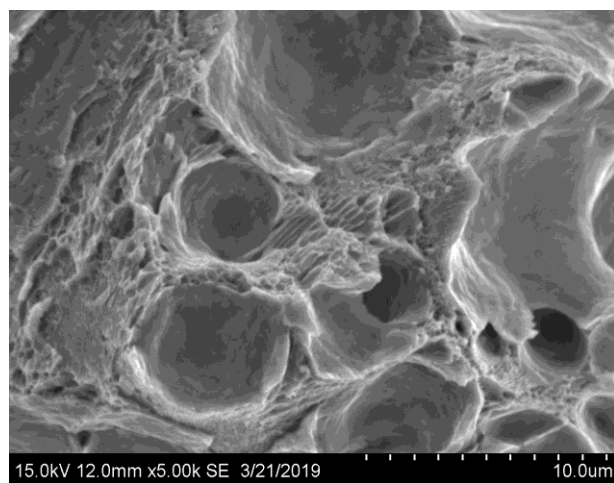


Рисунок 13. Излом образца СП60Х2Н с 15 % ВК в основе

Таблица 8. Свойства порошковой стали 60X2H после спекания и горячей прокатки.

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

Структура образцов после горячей прокатки представлена на рисунке 14.

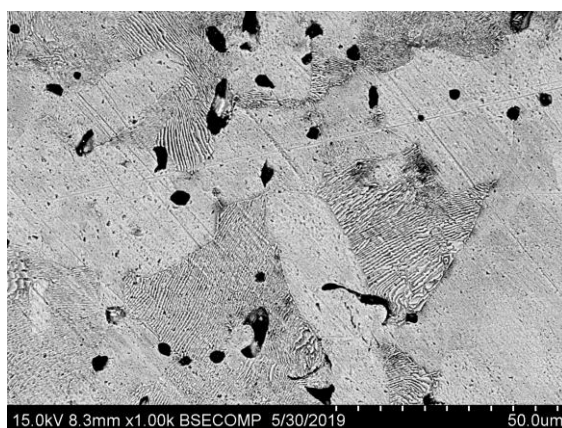


Рисунок 14. Структура СП60Х2Н с добавлением 15% ВК после горячей прокатки

На рисунке 14 видно, что в структуре преобладают небольшие равноосные поры, положительно влияющие на прочностные свойства стали.

Влияние термической обработки на структуру и механические свойства спеченной порошковой стали 60X2H с комбинированной основой изучали на образцах, составы которых приведены выше (таблица 6).

При реализации традиционной технологии (смешивание, прессование, спекание) для исходных материалов, содержащих порошок ВК в количестве 0, 5, 10, 15, 20 % масс. была достигнута остаточная пористость 9 – 12 %. В структуре стали практически не наблюдалось свободного углерода.

Результаты определения твердости стали 60X2H с различным содержанием карбонильного порошка ВК после закалки (с предварительной горячей прокаткой и без нее) приведены в таблице 9.

Таблица 9. Твердость образцов порошковой стали 60X2H с различным содержанием карбонильного порошка ВК в ее основе после различных видов обработки.

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

1* – прессование + спекание; 2* – прессование + спекание + горячая прокатка;

3* – прессование + спекание + закалка.

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

Результаты рентгенофазового анализа порошковой стали СП60X2H без порошка ВК и с 15 % ВК после спекания, горячей прокатки и закалки показали, что в структуре присутствуют три фазы в разных количествах (таблицы 10 и 11).

Таблица 10. Результаты РФА СП60X2H без порошка ВК после закалки.

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

Таблица 11. Результаты РФА СП60Х2Н с 15 % ВК после закалки

Фаза	Об. доля, %	Масс. доля, %
γ -Fe	$16,4 \pm 0,1$	$16,6 \pm 0,1$
Мартенсит	$76,4 \pm 0,1$	$76,3 \pm 0,1$
Fe_3C	$7,2 \pm 0,1$	$7,1 \pm 0,1$

Из приведенных данных видно, что с увеличением содержания карбонильного порошка ВК в исходной шихте после закалки увеличивается содержание мартенсита и снижается содержание цементита при сохранении примерно на одном уровне содержания γ -Fe. Это можно объяснить тем, что в случае введения в шихты порошка ВК структуры спеченного материала становится более мелкозернистой, что способствует повышению температуры начала мартенситного превращения и, соответственно, более полному его протеканию.

Результаты исследования влияния отпуска после закалки и количества введенного порошка ВК на твердость СП60Х2Н представлены в таблице 12.

Таблица 12. Твердость образцов СП60Х2Н после отпуска, HRC.

Содержание порошка ВК в основе стали, % масс.	Варианты обработки	
	Прессование + спекание + закалка + отпуск	Прессование + спекание + горячая прокатка + закалка + отпуск
0	$38 \pm 3,5$	$36 \pm 2,5$
5	$40 \pm 2,5$	$39 \pm 2,8$
10	$41 \pm 2,8$	$40 \pm 2,4$
15	$42 \pm 2,5$	$42 \pm 3,2$
20	$39 \pm 2,8$	$39 \pm 2,5$

Таблица 12 показывает практически полное отсутствие влияния содержания карбонильного порошка в основе стали на ее твердость после отпуска. Также твердость после отпуска не зависит от того, была ли в технологической цепочке горячая прокатка или ее не было. Вместе с тем, горячая прокатка оказывает положительное влияние на другие механические свойства порошковой стали 60Х2Н, которую после этой прокатки подвергли закалке и отпуску (таблица 13).

Структура материалов после горячей прокатки, закалки и отпуска приведена на рисунке 15. Для порошковой стали 60Х2Н с добавкой 15% масс. ВК характерно более мелкоигольчатое строение, что объясняется наследованием мелкоигольчатого мартенсита после закалки.

Изображения изломов образцов спеченных порошковых сталей после закалки и отпуска представлены на рисунке 16.

Таблица 13. Механические свойства порошковой стали 60X2H после закалки и отпуска.

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

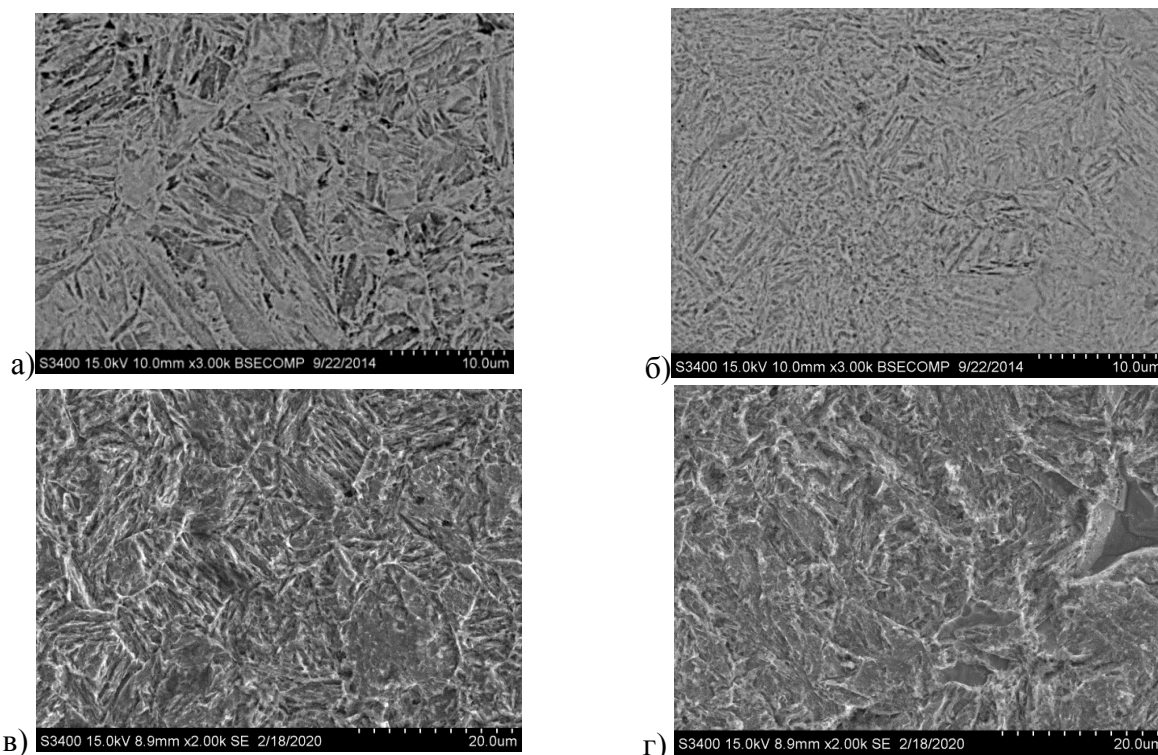


Рисунок 15. Структура СП60Х2Н: а – без ВК, б – с 15% ВК после спекания, закалки и отпуска; в – без ВК, г – с 15% ВК после спекания, горячей прокатки, закалки и отпуска.

Из рисунка 16 видно, что вместо зоны с крупнокристаллическим строением поверхности разрушения, характерной для закаленных образцов, формируются фасетки межкристаллитного разрушения, которые перемежаются с участками мелкочечного рельефа. Пores имеют округлую или овализированную форму, мелкие и равномерно расположены в объеме порошковых заготовок. Для излома стали с добавкой 15% ВК после отпуска характерен более мелкозернистый излом, чем для излома стали на основе чистого распыленного порошка.

Из результатов исследований модельных смесей порошков ПЖРВ и ВК, а также смесей для стали 60X2H можно сделать вывод, что оптимальным соотношением распыленного и карбонильного порошка в ее основе является 85/15.

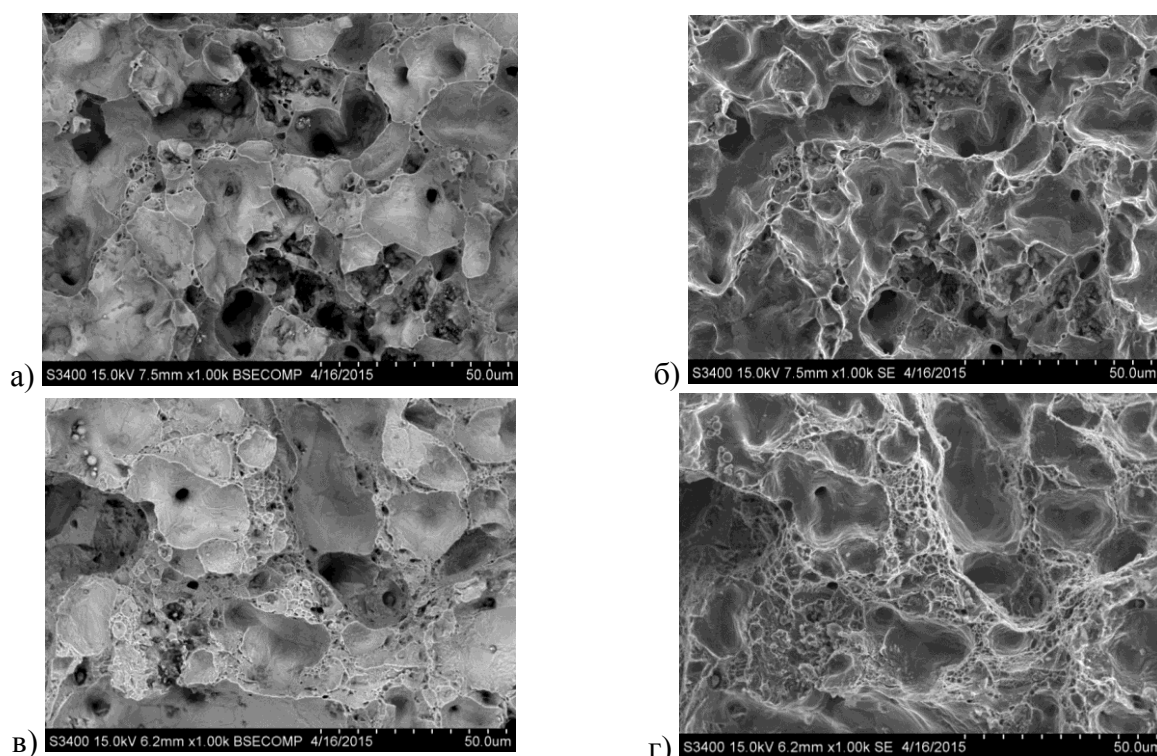


Рисунок 16. Фотография излома стали СП60Х2Н после закалки в воду и отпуска.

а, б – без ВК; в, г – с 15% ВК.

Полученные результаты позволили определить основные технологические операции получения порошковой стали 60Х2Н с повышенными механическими свойствами (рисунок 17).

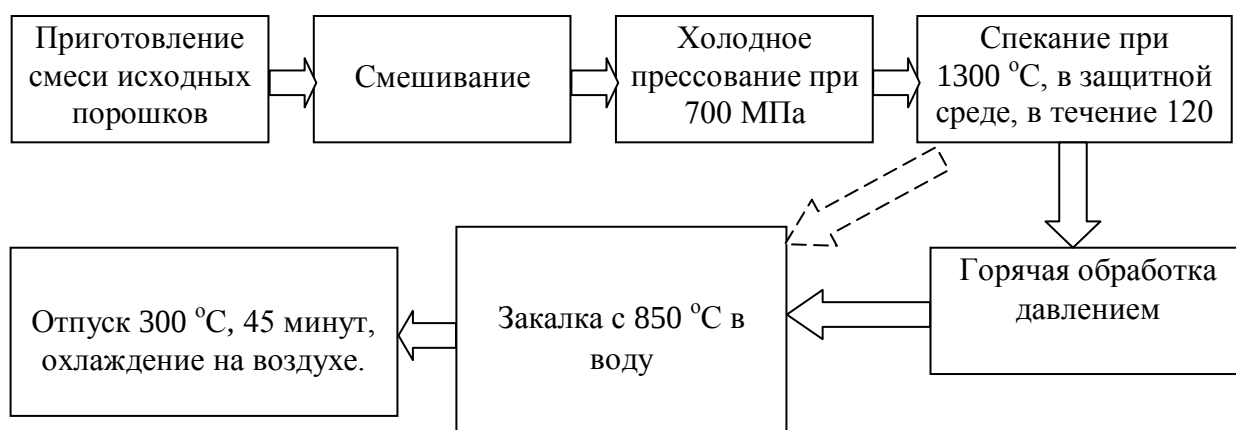


Рисунок 17. Технологическая схема получения порошковой стали 60Х2Н с повышенными механическими свойствами. Пунктирной стрелкой показан альтернативный вариант.

Основные свойства порошковой стали 60Х2Н на комбинированной железной основе, содержащей распыленный порошок ПЖРВ 2.200.26 и карбонильный порошок ВК в соотношении 85/15 %, которая была получена в ходе проведенной исследовательской работы, представлены в таблице 14.

Таблица 14. Основные свойства порошковой стали 60X2H на комбинированной основе

Параметр	Значение
Пористость, %	8 – 9 (третья группа порошковой стали)
Твердость, HRC	42
Прочность при растяжении, МПа	805
Предел пропорциональности 0,04 %, МПа	720
Е, ГПа	160
Предел текучести, $\sigma_{тек}$, МПа	780

В пятой главе изложены результаты промышленного опробования разработанного способа в ООО НПФ «УМГ» (г. Озёрск). Учитывая специфику предложенной технологической цепочки, для опробования была предложена деталь "упорное кольцо".

Деталь имеет достаточно широкие допуски на размеры и значения шероховатости, получить которые смешиванием-прессованием-спеканием заготовок из порошковой смеси стали СП60X2H не представляет трудностей. Однако посадочные размеры требуют окончательной обработки на шлифовальных станках.

При переходе на порошковую технологию коэффициент использования материала возрос с 0,56 до 0,98, при этом высвободилось станочное оборудование – токарные станки. Кроме того, переход на порошковую сталь 60X2H позволил повысить прочностные характеристики по сравнению с ранее использованной литой сталью 60X.

Разработанный способ получения порошковой стали 60X2H с комбинированной основой может быть применен в различных отраслях машиностроения, использующих для производства деталей технологию порошковой металлургии.

Основные выводы и результаты работы

1. Показана возможность повышения относительной плотности порошковой стали 60X2H за счет введения в ее состав карбонильного железного порошка ВК.
2. На модельных материалах установлена зависимость прочностных свойств прессовок и спеченных заготовок на основе распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 от содержания карбонильного железного порошка ВК.
3. Предложено объяснение зависимости прочностных свойств прессовок и спеченных заготовок от содержания карбонильного железного порошка ВК.
4. Установлено, что добавление карбонильного железного порошка ВК в шихту порошковой стали 60X2H повышает ее прочностные свойства после спекания на 15 %.

5. Показано, что горячая прокатка порошковой стали 60X2H, а также ее термическая обработка в виде закалки и отпуска значительно повышает ее прочностные свойства по сравнению со спеченной сталью, не проходившей дополнительную обработку.

6. Установлено, что оптимальным соотношением распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26 и карбонильного железного порошка ВК в основе порошковой стали 60X2H является 85/15 % масс.

7. Разработана технология получения порошковой стали 60X2H с повышенными прочностными свойствами при использовании железных порошков, промышленно выпускаемых в Российской Федерации.

8. Разработанная технология прошла опробование в промышленных условиях.

СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК

1. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Изучение влияния карбонильного железного порошка ВК на уплотняемость и прочностные характеристики спеченного распыленного железного порошка ПЖРВ 2.200.26. Перспективные материалы, 2019, № 7, с. 51 – 58. <https://doi.org/10.30791/1028-978X-2019-7-51-58>.
2. Lopatin V. Yu., Zh. V. Eremeeva, and N. D. Nguyen. The influence of carbonyl iron powder, grade VK, on compactability and strength properties of sintered atomized iron powder, grade PZhRV 2.200.26. ISSN 2075-1133, Inorganic Materials: Applied Research, 2020, Vol. 11, No. 2, pp. 403–407. © Pleiades Publishing, Ltd., 2020. Russian Text © The Author(s), 2019, published in Perspektivnye Materialy, 2019, No. 7, pp. 51–58.
3. В. Ю. Лопатин, Ж. В. Еремеева, Н. Д. Нгуен. Исследование влияния добавок карбонильного железного порошка ВК на свойства порошковой стали 60X2H. Материаловедение, №3, 2020, с. 3-6. DOI: 10.31044/1684-579X-2020-0-3-3-6.

Свидетельство о регистрации «ноу-хау»

1. Ноу-хау «Состав и способ получения порошковой стали СП60X2H с повышенной прочностью после спекания». Нгуен Ныы Дам, Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., НИТУ "МИСиС". Зарегистрировано в Депозитарии «ноу-хау» НИТУ "МИСиС", № 10-340-2019 ОИС от 08 ноября 2019 г.

Публикации в материалах научно-технических конференций

1. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Исследование влияния добавок карбонильных железных порошков на уплотняемость и спекание материалов на основе распыленного железного порошка. Доклад 11-го Международного симпозиума «Порошковая металлургия:

инженерия поверхности, новый порошковые композиционные материалы. Сварка», г. Минск, Беларусь, 2019, с. 306-315.

2. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Повышение механических характеристики свойств порошковой стали 60X2H за счет комбинированной железной основы. Сборник статей XI Международной научно-технической конференции "Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ-2019)", Курск, 2019. С. 176-178, ISBN 978-5-6040045-1-7.
3. Лопатин В. Ю., Еремеева Ж. В., Н. Д. Нгуен. Влияние карбонильного железного порошка на прочность материалов на базе распыленного железного порошка. Сборник тезисов XI Конференции молодых специалистов "Перспективы развития металлургических технологий", ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва, 27 февраля 2020 г., с. 11-12.