

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ДГТУ)

На правах рукописи



Егоров Максим Сергеевич

НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРИНЦИПЫ МЕЖЧАСТИЧНОГО СРАЩИВАНИЯ
СПЕЧЁННЫХ И ГОРЯЧЕДЕФОРМИРОВАННЫХ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ,
МОДИФИЦИРОВАННЫХ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫМИ ЧАСТИЦАМИ

Специальность 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Диссертация на соискание учёной степени доктора технических наук

Научный консультант: д-р техн. наук Еремеева Жанна Владимировна

Ростов–на–Дону – 2024

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	6
ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР. ПОСТАНОВКА ЦЕЛИ И ЗАДАЧ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	18
1.1 Методы обработки давлением порошковых заготовок.....	18
1.2 Технология получения высокоплотных порошковых материалов.....	21
1.3 Механизмы межчастичного сращивания порошковых материалов.....	25
1.4 Строение и миграция границ зерен порошковых материалов.....	33
1.5 Влияние легирующих компонентов на механические характеристики порошковых сталей.....	38
1.6 Превращения в порошковых сталях при различных видах термической обработки.....	51
1.7 Влияние ультрадисперсных частиц на процесс сращивания в порошковых легированных сталях.....	57
1.8 Выводы по литературному обзору. Постановка целей и задач исследования.....	70
ГЛАВА 2 ИСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ, МЕТОДЫ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЙ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ.....	76
2.1 Характеристики исходных материалов.....	76
2.2 Технология изготовления образцов, оборудование и оснастка.....	89
2.2.1 Приготовление и смешивание порошковой шихты.....	92
2.2.2 Статическое холодное прессование пористых образцов.....	96
2.2.3 Нагрев и спекание порошковых заготовок.....	98
2.2.4 Динамическое горячее прессование спеченных порошковых материалов.....	99
2.2.5 Проведение термической обработки порошковых сталей.....	102
2.3 Применяемое оборудование и методы изучения свойств и структуры порошковых материалов.....	102
2.3.1 Определение гранулометрического состава.....	102
2.3.2 Определение относительной плотности и остаточной пористости спеченных и горячедеформированных образцов.....	103
2.3.3 Определение твердости.....	103
2.3.4 Испытания на растяжение.....	104
2.3.5 Определение ударной вязкости спеченных и горячедеформированных образцов.....	105
2.3.6 Определение модуля упругости образцов с использованием ультразвука.....	105
2.3.7 Оборудование, применяемое для исследований микроструктуры порошковых материалов.....	106
2.3.8 Оборудование, применяемое для рентгенофазового анализа.....	107
2.3.9 Метод Дебая-Шеррера.....	108
2.3.10 Электронная микроскопия.....	108
2.3.11 Оже-микроскопия горячедеформированных образцов.....	109

2.3.12 Трибологические испытания порошковых материалов.....	110
ГЛАВА 3 ЗАКОНОМЕРНОСТИ МЕЖЧАСТИЧНОГО СРАЩИВАНИЯ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ ПОРОШКОВЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА С УЛЬТРАДИСПЕРСНЫМИ ЧАСТИЦАМИ И ФОРМИРОВАНИИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОСЛЕ СПЕКАНИЯ....	111
3.1 Влияние спекания на межчастичное сращивание и структуру порошковых сплавов на основе железа. Развитие межчастичного сращивания при спекании металлической шихты.....	112
3.2 Развитие межчастичного сращивания при спекании формовок из металлической шихты с графитом.....	135
3.3 Влияние содержания углерода на структуру и свойства спеченных сплавов.....	151
3.4 Влияние ультрадисперсных частиц на структурообразование и межчастичное сращивание спеченных сталей.....	165
3.4.1 Влияние ультрадисперсных частиц нитрида кремния на структурообразование и межчастичное сращивание спеченных сталей.....	166
3.4.2 Влияние ультрадисперсных частиц оксида никеля на структурообразование и межчастичное сращивание спеченных сталей.....	177
3.5 Анализ формирования межчастичного сращивания при спекании.....	187
3.6 Исследование трибологических свойств спеченных порошковых сталей.....	193
3.7 Выводы по главе 3.....	200
ГЛАВА 4 ФОРМИРОВАНИЕ МЕЖЧАСТИЧНОГО СРАЩИВАНИЯ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ДОПРЕССОВКИ ПОРИСТЫХ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ С УЛЬТРАДИСПЕРСНЫМИ ЧАСТИЦАМИ.....	203
4.1 Развитие контактной поверхности при горячей допрессовки порошковой стали.....	204
4.1.1 Формирование контактной межчастичной поверхности при горячей допрессовки пористых заготовок из железных порошков.....	206
4.1.2 Влияние содержания углерода на формирование контактной межчастичной поверхности при горячей допрессовке.....	227
4.2. Влияние ультрадисперсных частиц на формирование межчастичного сращивания.....	246
4.2.1 Влияние модифицирования горячедеформированных порошковых сталей ультрадисперсными частицами нитрида кремния на формирование межчастичного сращивания.....	247
4.2.2 Влияние модифицирования горячедеформированных порошковых сталей ультрадисперсными частицами оксида никеля на формирование межчастичного сращивания.....	261
4.3 Определение движущей силы миграции межчастичной поверхности сращивания.....	276
4.4 Торможение миграции межчастичной поверхности сращивания.....	283
4.4.1 Торможение миграции межчастичной поверхности сращивания субмикропорами.....	283

4.4.2 Сегрегационное торможение миграции межчастичной поверхности срачивания.....	287
4.5 Выводы по главе 4.....	298
ГЛАВА 5 ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ С УЛЬТРАДИСПЕРСНЫМИ ЧАСТИЦАМИ.....	303
5.1 Термическая обработка спеченных порошковых сталей.....	303
5.1.1 Роль пористости в развитии фазовых превращений.....	303
5.1.2 Аустенитизация в спеченных порошковых сталях.....	311
5.1.3 Фазовые превращения в порошковых спеченных сталях при охлаждении.....	318
5.1.4 Мартенситное превращение при закалки спеченных сталей.....	328
5.1.5 Отпуск спеченных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами.....	335
5.2 Влияние режимов отжига на структуру и свойства горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами.....	348
5.3 Влияние режимов закалки и отпуска на структуру и свойства горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами.....	352
5.4 Выводы по главе 5.....	360
ГЛАВА 6. РЕАЛИЗАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ В ПРОМЫШЛЕННОСТИ.....	365
6.1 Промышленное применение технологии динамического горячего прессования.....	366
6.2 Классификация технологических процессов с использованием горячей штамповки.....	367
6.3 Технология изготовления синхронизатора коробки передач.....	370
6.4 Технология изготовления детали «Втулка» №СС42049 левой опоры шнека подборщика кормоуборочного ПЗ000.....	375
6.5 Технология изготовления детали «Кольцо упорное» №245КУ-АВ-50	388
6.6 Выводы по главе 6.....	391
ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ.....	392
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	395
Приложение А Технологическая инструкция ТИ № 245КУ–АВ–50–2023...	427
Приложением Б Технологическая инструкция ТИ № ПЗ000–СС42049.....	428
Приложение В Технологическая инструкция ТИ №С.22 ТМ78А411J.....	429
Приложение Г Акт о проведении испытаний ООО «ФОПРО-М».....	430
Приложение Д Акт о проведении испытаний АО «Клевер».....	431
Приложение Е Акт о проведении испытаний АО «Клевер».....	432
Приложение Ж Патент №2168392 РФ.....	433
Приложение З Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ №2021666831.....	434

Приложение И Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2022612686.....	435
Приложение К Свидетельство о регистрации базы данных № 2023620370.....	436
Приложение Л Свидетельство о регистрации базы данных № 2023620201.....	437
Приложение М Свидетельство о регистрации базы данных № 2023624747.....	438
Приложение Н Ноу–хау №1406–А зарегистрирован в ДГТУ 20.11.2023 года.....	439
Приложение О Ноу–хау № 1490–А зарегистрирован в ДГТУ 08.12.2023 года.....	440
Приложение П Ноу–хау №378 – А зарегистрирован в ДГТУ от 05.04.2024 года.....	441
Приложение Р Акт внедрения в образовательный процесс ДГТУ от 01.10.2023 г.....	442

Введение

В государственной программе Российской Федерации «Научно-технологическое развитие Российской Федерации», утвержденной постановлением Правительства Российской Федерации от 22.10.2021 года №1814, и Распоряжении Правительства РФ от 31.12.2020 года № 3684-р «Программа фундаментальных научных исследований в РФ на долгосрочный период (2021-2030 годы)» [1] было указано: «в части разработки научных основ создания новых материалов с заданными свойствами и функциями большое внимание уделяется ускорению научно-технического прогресса во многих областях промышленности» [1].

Согласно ГОСТ 17359-82 [2]: «Порошковая металлургия охватывает производство металлических порошков, изделий из них или их смесей с неметаллическими порошками. Отличительной чертой ПМ от других методов является то, что в рамках одного технологического процесса происходит как формирование порошкового материала (шихты), так и формообразование готового изделия из этого материала с последующей обработкой» [2]. Порошковая металлургия, на первый взгляд, представляет собой симбиоз разнонаправленных процессов, в которых монолитный материал сначала диспергируют в порошок, а затем этот порошок снова консолидируют в твердое тело. Однако данная технология остается жизнеспособной благодаря своим преимуществам по сравнению с другими методами [3-5].

В работе [3] автор приводит следующие достоинства порошковой металлургии и преимущества перед другими технологическими процессами, которые делают ее привлекательной и экономически выгодной для изготовления различных материалов и изделий с уникальными свойствами и высокой точностью.

Порошковая металлургия обладает рядом недостатков и ограничений, таких как повышенные затраты на материалы и оборудование, необходимость специфических операций и требований, а также то, что она является

оправданной только при крупномасштабном выпуске продукции. Эти недостатки и ограничения следует учитывать при выборе данной технологии для конкретного производства.

Технология порошковой металлургии, вопреки определенным недостаткам, активно используется в тех отраслях, где требуется крупносерийное или массовое производство изделий, так как в этих условиях ее преимущества перевешивают недостатки.

Порошковая металлургия прочно утвердилась как перспективная технология, позволяющая получать более дешевые, долговечные и ресурсоэффективные изделия по сравнению с традиционными методами, и ее развитие тесно связано с машиностроительными отраслями промышленности.

Изделия, выпускаемые порошковой металлургии востребованы во многих областях отечественной промышленности. Одним из главных потребителей деталей является автомобильная промышленность, которая нуждается в производстве спеченных и горячедеформируемых деталей, обладающих высоким эксплуатационными свойствами.

В Ростовской области одним из главных потребителей изделий порошковой металлургии является комбайновый завод Ростсельмаш и его дочерние предприятия АО Клевер, ООО «Новая Динамика», а также Ростовский литейный завод. Главным поставщиком сырья для этих предприятий является ОАО Северсталь (Череповец). Свыше 70 изделий из порошка сегодня используется в комбайнах завода Ростсельмаш. В мае 2024 года торжественно был открыт тракторный завод Ростсельмаш производственной мощностью 5000 машин в год. Уже сегодня идет технологическая проработка номенклатуры порошковых деталей на основе железа, алюминия, меди. Все это ведет к развитию порошковой отрасли на юге России.

Авторы в работах [3-10] отмечают значительное развитие порошковой металлургии в области создания специальных сталей и сплавов (жаропрочных,

инструментальных, обладающих высокой прочностью и свехпластичностью). Большой вклад в развитие порошковой металлургии внесли, такие выдающиеся ученые как: Бальшин М.Ю., Кипарисов С.С., Анциферов В.Н., Федорченко И.М., Андриевский Р.А., В.В. Скороход, Ковальченко М.С., Дорофеев Ю.Г. В своих трудах они рассматривают вопросы теории спекания порошковых сплавов, теории прессования, вопросы порошкового материаловедения, теоретических основ горячей обработки пористых материалов давлением, динамическое горячее прессование порошковых изделий и многое другое.

Конечно, отмеченные особенности не являются изолированными, они тесно связаны и переплетаются одна с другой, отражают в определенной степени общие черты развития науки и техники, а также руководствуются из известными преимуществами ПМ, а именно получения изделий с высоким коэффициентом использования материала, минимизацией обработки их резанием, а также возможность автоматизации производства данных изделий и получения изделий с уникальными свойствами.

Расширение области применения порошковых материалов связано с увеличением уровня их эксплуатационных свойств и с практически неограниченной возможностью конфигурационного формообразования уплотняемого порошка или пористой заготовки. Для решения первой задачи требуется формирование высокоплотных материалов. Наиболее перспективной технологией их производства является горячая обработка давлением пористых заготовок (ГОДПЗ).

Многочисленные исследования, проводимые в последние десятилетия, посвящены выявлению зависимостей между составом исходной шихты, параметрами технологии, структурой и свойствами получаемого материала. Осмысление полученных результатов заложило фундамент научных основ ГОДПЗ, учитывающих отличие явлений, сопровождающих формирование горячедеформированного порошкового материала (ГДПМ), от наблюдаемых при аналогичной обработке монолитных материалов и иных технологических

процессов ПМ.

Авторы в работах [3-8] сообщают об акцентировании внимания на методах динамического горячего прессования порошковых материалов на основе железа или их горячей штамповки как одних из наиболее важных методов получения изделий с минимальной остаточной пористостью и особо выделяемых среди прочих методов горячей обработки давлением, применяемых в порошковой металлургии.

ДГП позволяет создавать детали, не требующие дополнительной механической обработки или с применением отделочных технологических операций. Благодаря этому ДГП наиболее полно реализует возможности порошковой металлургии. Другие методы, например горячая прокатка, экструзия, применяют в основном для получения полуфабрикатов и заготовок и ограниченно - горячее взрывное прессование, статическое горячее прессование с длительной выдержкой под давлением [5,6].

Одним из основополагающих процессов формирования ГДПМ является сращивание материала частиц на уже имеющихся и вновь образующихся контактных поверхностях [5]. Понятие сращивания включает в себя всю совокупность процессов, в результате которых структура материала в области бывшей поверхности физического раздела соединяемых составляющих порошкового материала, приближается к зернограничной структуре монолитного материала.

Степень завершенности и, следовательно, качество сращивания зависят от внешних и внутренних условий протекания этих процессов.

В работе [4] отмечено, что порошковые детали, работающие в сложных, нагруженных условиях должны обладать высокими прочностными свойствами, достижение которых возможно при формировании качественного сращивания между частицами.

Очевидно, что какая бы ни была структура в объеме материала, окруженном бывшей поверхностью частицы порошка, до определенного

уровня сращивания свойства порошкового материала будут определяться не морфологическими структурными особенностями, а качеством сращивания [6,7]. Автор в работе [8] отмечает, что термин “межчастичное сращивание” обозначает формирование связей между атомами на контактных поверхностях.

Особенности получения высокоплотных изделий связано с изучением вопросов сращивания в условиях изменяющейся площади контактной поверхности между частицами под действием температуры и давления.

В работе [4] отмечено, что для получения качественных высокоплотных порошковых материалов необходимо учитывать сложное взаимодействие и оптимизировать соотношение между процессами уплотнения порошка и формированием прочных межчастичных контактов с внутрикристаллитным сращиванием.

Авторы в работах [9,10] вводят специальный термин "межчастичная поверхность сращивания" (МЧПС) для обозначения специфической области контактного взаимодействия частиц с образованием межзеренных границ и соответствующих дефектов структуры [9,10].

Проблемами межчастичного сращивания занимались исследователи из Новочеркасского политехнического института, Пермского политехнического института, так в ряде работ [9, 10] исследователями был введен термин "межчастичная поверхность сращивания" (МЧПС), который служит для определения характерной области контактного взаимодействия металлических частиц с формированием межзеренных границ и определенных дефектов структуры. Авторы отмечают о необходимости выделения и концептуального разделения межчастичной контактной поверхности от внутренних границ зерен в поликристаллических порошках. При этом подчеркивается, что зарождение и развитие контактной поверхности между частицами является многостадийным процессом, начинающимся на этапе

шихтоприготовления и продолжающимся на последующих операциях порошковой металлургии.

Данная работа направлена на получение научных результатов мирового уровня в области создания новых высокоплотных горячедеформированных порошковых сталей. Эти стали предназначены для повышения надежности и для достижения высокого уровня эксплуатационных характеристик и увеличения сроков службы ответственных деталей машиностроения.

Диссертационная работа обобщает результаты исследований по формированию качественного межчастичного сращивания спечённых и горячедеформированных порошковых материалов на основе исходных материалов отечественного зарубежного производства, выполненные автором за период с 2004 по 2024 год.

Актуальность работы подтверждается её соответствием:

– Указу Президента РФ от 7.07.2011 г. № 899 «Об утверждении приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в РФ и перечня критических технологий РФ» в части рационального природопользования и энергоэффективности [11];

– Указу Президента РФ от 1.12.2016 г. № 642 «О стратегии научно-технологического развития РФ» в части обеспечения перехода к передовым производственным технологиям и новым материалам [1];

– Распоряжению Правительства РФ от 31.12.2020 г. № 3684-р «Программа фундаментальных научных исследований в РФ на долгосрочный период (2021 - 2030 годы)» в части разработки научных основ создания новых материалов с заданными свойствами и функциями.

Научная новизна

1. Установлены закономерности межчастичного сращивания при формировании спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, заключающиеся в трансформации контактной поверхности в высокоугловую границу по механизмам поверхностной диффузии при спекании и миграции

межзеренной поверхности сращивания при горячей допрессовке.

2. Условием внутрикристаллитного сращивания является миграция межчастичной поверхности с отрывом от включений неметаллической фазы и микропор с установлением равновесной концентрации примесных и легирующих элементов. Движущая сила миграции зависит от уровня термомеханического воздействия на уплотняемый порошковый материал и составляет на стадии спекания $(0,1-1,3) \cdot 10^3$ Дж/м², а при горячей допрессовке $(4,2-12,6) \cdot 10^3$ Дж/м². При этом интервал значений сил сегрегационного торможения миграции границы при температуре допрессовки 950–1150°C для легированных порошков составляет 1,85–2,86 кДж/м², для чистого железа – 1,20–1,75 кДж/м². Введение ультрадисперсных частиц позволяет управлять процессом структурообразования на стадии развития контактной поверхности путем изменения соотношения движущей силы миграции межчастичной поверхности к силе её торможения.

3. Критерием формирования спеченных сталей является доля контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием. При значении критерия более 85% проявляется локализованная деформации при растягивающих напряжениях, и наблюдаются участки вязкого разрушения. Для горячедеформированных сталей максимальные значения механических свойств достигаются при развитии внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности.

4. Легирование порошковых сталей ультрадисперсными частицами нитрида кремния Si₃N₄ и оксида никеля NiO по-разному влияет на уплотняемость: твердые частицы Si₃N₄ ухудшают уплотняемость, поскольку внедряются в железо и препятствуют пластической деформации, а NiO её улучшает в результате заполнения микропор. Максимальный эффект упрочнения горячедеформированных сталей достигается при совместном легировании карандашным графитом ГК-1, ультрадисперсными частицами NiO и Si₃N₄ в количестве 0,5–0,8 %, 2% и 0,1%, соответственно.

5. Использование в качестве легирующих добавок ультрадисперсных NiO и Si₃N₄ позволяет сформировать горячедеформированные стали с внутрикристаллитным сращиванием на всей контактной поверхности без дополнительной пластической деформации, что обусловлено релаксационными процессами и фазовой перекристаллизацией на стадии последеформационного охлаждения. Показано, что в зоне межчастичного контакта образуется металлическая составляющая с повышенной степенью деформации, которая активизирует протекание динамических релаксационных процессов, способствуя росту механических свойств не менее чем на 10%.

Теоретическая и практическая значимость. Основные положения настоящей работы могут быть применены для разработки технологического процесса изготовления деталей из порошковых сталей при применении методов объемной деформации. На основе проведенных исследований и выявленных закономерностей межчастичного сращивания разработана технология изготовления высокоплотных деталей. Определены режимы различных методов объемной деформации и термической обработки, при которых улучшаются свойства получаемого материала, что наблюдается в случае завершения межчастичного сращивания на всей контактной поверхности.

1. Получен патент №2168392 РФ, МКИ В22F 7/02, 3/02. Способ изготовления беспористых порошковых изделий / С.Н. Егоров, М. С. Егоров, В.В. Синельщиков и др. – Заявл. 28.12.98; Оpubл. 10.06.2001, Бюл. №16.

2. Получено свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ №2021666831/ Расчет пористости ультразвуком / М.С. Егоров, Р.В. Егорова, А.В. Пузаренко, А.М. Егоров/ Оpubл.20.10.2021г.

3. Получено свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2342455120/ Расчет пористости геометрических тел / М.С. Егоров, Р.В. Егорова

4. Получено свидетельство о регистрации базы данных 2023620370,

25.01.2023. Заявка № 2022624025 от 29.12.2022./ Егоров М.С. Порошковая металлургия: Производство, обработка и применение

5. Получено свидетельство о регистрации базы данных 2023620201, 13.01.2023. Заявка № 2022623753 от 19.12.2022 / Егоров М.С. Адаптивные технологии: история, текущее состояние, перспективы;

6. Получено свидетельство о регистрации базы данных 2023624747, 19.12.2023. Заявка №2023624229/ Егоров М.С. Порошковая металлургия и композиционные материалы: формирование межчастичного сращивания спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными частицами;

7. Разработан способ получения порошковой легированной смеси на основе железа содержащей никель, медь, молибден, углерод и ультрадисперсную добавку оксид никеля (Ноу–хау №1406–А зарегистрирован в ДГТУ 20.11.2023 года);

8. Разработан способ повышения механических свойств порошковых сталей с ультрадисперсными добавками (Ноу–хау № 1490–А зарегистрирован в ДГТУ 08.12.2023 года);

9. Разработан способ получения порошковой смеси на основе железного порошка ПЖРВ 2.200.26» с добавлением ультрадисперсных частиц нитрида кремния и оксида никеля с добавлением углерода (Ноу–хау №378 – А зарегистрирован в ДГТУ от 05.04.2024 года);

10. Разработаны технологические режимы спекания материалов, обуславливающих формирование структуры зоны сращивания с долей контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, более 85%;

11. Разработаны технологические режимы горячей штамповки спеченных и не спеченных порошковых заготовок, при соблюдении которых не происходит разрушения контактной поверхности, сформированной на стадии спекания;

12. Определены технологические режимы горячей допрессовки с

использованием ультрадисперсных частиц нитрида кремния и оксида никеля, обеспечивающие формирование горячедеформированных сталей с внутрикристаллитным сращиванием на всей контактной поверхности без дополнительной пластической деформации, что обусловлено релаксационными процессами и фазовой перекристаллизацией на стадии последеформационного охлаждения;

13. Разработана технологическая инструкция на процесс получения изделия «Кольцо упорное» на основе порошкового материала Н4Д2М с добавкой 2% ультрадисперсного оксида никеля и 0,5% углерода. (ТИ № 245КУ–АВ–50–2023). По результатам испытаний технология изготовления детали № №245КУ–АВ–50 рекомендована взамен существующей и внедрена в производство на ООО «ФОПРО–М», что подтверждается актом внедрения;

14. Разработана технологическая инструкция на процесс изготовления «Втулки» средней опоры шнека подборщика кормоуборочного методом динамического горячего прессования из разработанного сплава ПЖРВ 2.200.26+0,8%С+2%NiO (ТИ № П3000–СС42049). По результатам испытаний технология изготовления «Втулки», разработанная в ДГТУ, рекомендована взамен существующей и внедрена в производство на ООО «Клевер», что подтверждается актом внедрения;

15. Разработана технологическая инструкция на процесс изготовления ««Синхронизатор С.22» первичного вала коробки передач» методом динамического горячего прессования из сплава Н4Д2М+0,5%С+2%NiO. По результатам испытаний технология изготовления «Синхронизатора коробки передач», разработанная в ДГТУ, рекомендована взамен существующей и внедрена в производство на ООО «Клевер», что подтверждается актом внедрения.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Установлено, что в основе формирования порошкового спеченного и горячедеформированного материала лежит реализация механизмов

образования качественного межчастичного сращивания, суть которого заключается в трансформации образовавшейся при механическом, термическом и термомеханическом воздействии на контактной поверхности межчастичной поверхности сращивания (МЧПС), характеризующейся наличием включений второй фазы, субмикропор и сегрегацией легирующих и примесных элементов, в высокоугловую межзеренную границу.

2. Сформулированы основные требования к ультрадисперсным частицам, вводимым в состав порошковых сталей. Исследованы ультрадисперсные частицы различной природы, которые оказывают влияние на процессы формирования структуры и свойств как нелегированных, так и легированных порошковых сталей в процессе их получения: прессования, спекания, горячей штамповки.

3. Закономерности формирования структуры зоны межчастичного сращивания порошковых сталей при деформации, которое сопровождается возникновением субмикропор, обусловленным формой частиц, а также закономерности формирования структуры и свойств при деформации порошковых сталей при введении в шихту ультрадисперсных частиц различной природы, формы и размеров.

4. Выявлены стадии формирования внутрикристаллитного сращивания, определяемые соотношением значения движущей силы миграции и сил сегрегационного торможения миграции МЧПС при спекании и горячей штамповке.

6. Закономерности протекания фазовых и структурных превращений в зоне межчастичного сращивания порошковых сталей при применении методов объемной деформации при проведении их последующей термической обработки.

Личный вклад автора в настоящую работу

Автор диссертационной работы лично участвовал и внес значительный вклад на всех этапах исследования, включая:

1. Постановку задачи исследования.
2. Выбор путей решения поставленной задачи.
3. Обработку полученных данных.
4. Анализ результатов исследования.
5. Обобщение выявленных закономерностей.
6. Формулирование выводов.
7. Подготовку научных статей для публикации в высокорейтинговых изданиях.
8. Оформление документов по защите результатов интеллектуальной деятельности.
9. Разработку технической документации.

Автор признателен директору НУЦ СВС заведующему кафедрой «Порошковая металлургия и функциональные покрытия», проф., д-р техн. наук Е.А. Левашову, научному консультанту д-р техн. наук., профессору кафедры «Порошковая металлургия и функциональные покрытия» Ж.В. Еремеевой, коллегам из НИТУ «МИСиС», коллегам кафедры «Технология машиностроения, технологические машины и оборудование» ЮРГТУ (НПИ) и лично проф., д – р техн. наук Дорофееву В.Ю., коллективу кафедры «Материаловедение и технологии металлов» ФГБОУ ДГТУ. Отдельная благодарность проректору ДГТУ по УР и МД д-р техн. наук., профессору Бескопыльному А.Н. и лично ректору ДГТУ д-р техн. наук., профессору Месхи Б.Ч. за помощь в подготовке диссертации.

ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР. ПОСТАНОВКА ЦЕЛИ И ЗАДАЧ ИССЛЕДОВАНИЙ

1.1. Методы обработки давлением порошковых заготовок

Особо важное место обработке давлением уделяется в технологии порошковой металлургии. При этом следует четко различать две области её использования: формование заготовок из порошковых шихт требуемого состава и повышение их плотности. В том и другом случае под действием внешнего давления происходит не только формование заготовок или готовых изделий, но и в определенной мере формирование самого порошкового материала благодаря уплотнению, возникновению связей на межчастичных контактных поверхностях и всем процессам, сопровождающим пластическую деформацию. Явления, присущие двум первым процессам, специфичны и наблюдаются только в технологии порошковой металлургии. Явления, присущие третьему процессу, имеют много общего с наблюдаемыми при обработке монолитных материалов. Однако существование значительной пористости определяет наличие многочисленных особенностей деформации такого материала и необходимостью всестороннего изучения этого процесса [12].

Классификация методов обработки давлением порошковых материалов может быть осуществлена в основном по признакам, характерным для обработки компактных материалов. Это температура процесса, схема действующих напряжений, способ обработки и его аппаратное оформление, скорости приложения нагрузки и деформаций, среда, в которой осуществляется нагрев заготовок и их деформация. Однако специфика обрабатываемого порошкового материала существенно влияет на особенности проведения этих процессов, расширяя или ограничивая их технологические возможности. Горячее прессование порошков осуществляли только в

технологии статического горячего прессования, когда холодные порошки загружались в нагреваемые (обычно графитовые) пресс-формы, а формование изделия и формирование его материала происходило в процессе достаточно длительной выдержки порошка под давлением [13]. Также наметилась определенная тенденция использования для обработки давлением предварительно нагретого порошка [14]. Наличие текучести порошков во всех случаях обеспечивает возможность получения из них формовок сложной конфигурации.

Весьма эффективно при обработке давлением пористых заготовок сочетание сжимающих напряжений со сдвиговыми, при котором обеспечиваются оптимальные условия структурообразования материала [15]. Повышение заданной плотности формовок из труднодеформируемых порошков может быть достигнуто за счет периодической переориентации действующих напряжений по отношению к уплотняемому материалу (например равноканальное угловое прессование).

В порошковой металлургии используются практически все способы, разработанные для обработки давлением компактных материалов. Наибольшее распространение при получении заготовок деталей из металлических порошков получило прессование в закрытых пресс-формах, а полуфабрикатов в виде полос, лент, прутков-прокатка и экструзия.

Используются также методы, присущие только технологии порошковой металлургии. Набор способов горячей обработки еще многообразнее. Применительно к динамическому горячему прессованию некоторые из них будут описаны ниже. Все большее применение находят комбинированные методы обработки, например осадка с элементами экструзии, двух и многостороннее прессование.

В ряде случаев с целью повышения плотности и изменения структуры горячепрессованные заготовки можно подвергать дополнительной обработке давлением, например прокатке [16]. Спеченные заготовки низколегированной

порошковой стали после горячей допрессовки до плотности $(6,7 - 7,8) 10^3 \text{ кг/м}^3$ подвергали прокатке с обжатием до 30 и 70 % с последующим охлаждением с различными скоростями. В результате прокатки наблюдалось сильное измельчение зерен и практически устранялась остаточная пористость.

В качестве примера способов, разработанных только применительно к технологии порошковой металлургии, можно привести холодное (ХИП) и горячее (ГИП) изостатическое прессование. ХИП осуществляют при комнатной температуре в эластичных оболочках при давлении до 600 МПа [15,17]. ГИП проводят обычно в оболочках из металла при давлениях до 200 МПа и температурах ниже температуры плавления матричного материала детали [13]. С применением ХИП изготавливают, например, трубчатые фильтры из коррозионностойкой стали, приводные валы для насосов аксиально–поршневого типа, самосмазывающиеся опорные втулки подшипников [18]. ГИП обычно используют для формирования заготовок и изделий из порошков высоколегированных сталей. Эта технология позволяет получить практически беспористые материалы с гомогенной мелкозернистой структурой. Большое влияние на результаты процесса обработки давлением порошковых материалов играет скорость приложения нагрузки. Поэтому можно условно различать статическое и динамическое прессование [19].

При динамических процессах основную роль играют мгновенные составляющие пластической деформации. Для холодной обработки пористых заготовок такой признак классификации оказывается, естественно, неприемлемым и основанием для разделения способов может служить по мнению авторов [19–21], только характер прикладываемой нагрузки: при плавном нагружении (например, на гидравлических прессах) обработку можно считать статической, при ударном (молотом)– динамической. Одновременно следует отметить, что динамическое уплотнение порошков в насыпном состоянии чрезвычайно затруднительно вследствие наличия больших объемов находящегося в порошковой засыпке воздуха и

невозможности обеспечения достаточно полного его удаления. В связи с поставленной в работе целью описать процессы получения высокоплотных порошковых изделий ниже приведены некоторые сведения об их осуществлении.

1.2 Технология получения высокоплотных порошковых материалов

Классический технологический процесс получения порошковых пористых деталей из соответствующих материалов используется повсеместно в производстве в настоящее время, и последовательность операций остается следующей: приготовление шихты, дозировка навески, формовка, спекание и окончательная обработка [3-12]. Особенностью производства пористых заготовок применяемых для изготовления деталей методом порошковой металлургии остается ограничение, связанное с износом поверхностей формующего инструмента под воздействием прессового давления в процессе получения материала с остаточной пористостью на уровне 5-8%. Метод многократного доуплотнения [22,23], основанный на повторении операций спекания и прессования позволяет снижать пористость до 3-5%, обеспечивая высокую размерную точность, но увеличивает производственные затраты. Применяя данную технологию для деталей сложной формы следует учитывать необходимость ориентации заготовки в матрице. Максимальное приближение к теоретической плотности порошковых изделий получают, применяя горячее компактирование, а при горячей обработке давлением возможно совмещение процессов спекания и прессования [24,25].

При статическом горячем прессовании (ГСП) усилие компактирования на деформацию порошковых частиц, повышение пластичности металлического порошка способствует снижению давления прессования, увеличивая плотностные характеристики заготовок. Увеличение длительности выдержки при низких давлениях в процессе ГСП обуславливает

качественное протекание процессов уплотнения и спекания в сравнении с холодным прессованием [20,21].

Метод горячего изостатического прессования относится к группе методов СГП, позволяющих устранять трение порошка за счет уплотнения в эластичной форме [26,27] с возможностью получения деталей из ограниченно уплотняющихся порошковых материалов. Эффективность метода проявляется в изготовлении крупных изделий [28] с остаточной пористости на уровне 0,5-1% при, отличающихся изотропностью свойств с сохранением прочности при температурах порядка 1000°С и не требующих последующей дополнительной механической обработки. Положительный эффект метода наблюдается при производстве изделий из быстрорежущей стали, однако, возрастают затраты, связанные с удалением герметичных оболочек (капсул), что снижает его технологичность.

Технология экструзии [29] как вида горячей обработки ПМ основана на продавливании пуансоном нагретой пористой заготовки из контейнера через конически сужающееся отверстие матрицы с возможностью получения равноплотных длинных заготовок, в то числе из порошков, тугоплавких и твердых металлов, интерметаллических соединений и материалов на основе оксидов железа [29,30].

Технология горячей прокатки позволяет получать равноплотные детали малой толщины с уменьшением потребляемой мощности оборудования, и, следовательно, себестоимости готового продукта. В работах [31-33] рассмотрены зависимости изменения плотности от времени уплотнения относительно текучести твердой фазы пористого тела и параметров удара, отражающие ухудшение уплотнения при горячей ковке в сравнении с ДГП, а также указывающие на улучшение условий уплотнения при увеличении веса ударника.

Технология горячей штамповки (ГШ) отличается возможностью получения материала с высокими механико-эксплуатационными свойствами с практически беспористой основой [28, 34,35]. После спекания заготовки,

полученные методом СХП, подвергаются кратковременному нагреву в защитных средах или вакууме с последующей допрессовкой в штампах под влиянием динамических нагрузок, измеряющихся долями секунд, и охлаждением с требуемой скоростью. Технология ГШ использует пресс-формы, изготовленные из стандартных штамповых сталей, т.к. температурная область деформирования совпадает температурами горячей деформации заготовок из компактных материалов. [28, 34,35].

Повышение экономических показателей производства изделий из порошкового титана рассмотрено в работах [36-38]. Технология сочетает технологии ПМ с горячей объемной штамповкой и последующей термической обработкой.

Технология теплого прессования, запатентованная компанией «Хеганес», позволяет получать улучшенные ударные и пластические характеристики за одну операцию уплотнения с уменьшением коэффициента межчастичного трения [27, 39] за счет использования специальной смазки «Kenolube». Технология теплого прессования проводится в нагретых металлических пресс-формах при температуре 200 – 250 °С и характеризуется малыми потерями порошка и сравнительной дешевизной, что способствует изготовлению изделий широкой номенклатуры по данным источников [40–41].

Вопрос, связанный с изучением негативных сил трения, снижение их и превращения в полезные рассмотрен в работе [27,40-42], где предложено комплексное решение в технологии деформирования пористых порошковых заготовок.

Развитие высокоэнергетических методов формовки связано с потребностью изготовления крупногабаритных порошковых деталей из порошков высокой твердости, в ситуации малоэффективности традиционных режимов [43–47]. Классификацию высокоэнергетических методов разделяют по аппаратному обеспечению процесса и трем типам машин: к первому типу относят [48,49] машины с нагружением посредством падающего ударника с управляемой кинетической энергией (копры, прессы, молоты); ко второму типу

- гидродинамические машины (ГДМ) с производительностью до 15 циклов в час обеспечивают высокие скорости формования в замкнутом объеме; к третьему типу – машины, использующие энергию бризантных взрывчатых веществ (ВВ) [50–54].

Метод высокоскоростного прессования (ВСП) позволяет изготавливать стальные детали (массой более четырех килограмм с конечной плотностью $(7,4–7,7) \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$), и реализуется при высокоэнергетическом ударе менее чем за 20 мс, с последующим доуплотнением, повторяющимся каждые 300 мс, многократными ударами.

Метод холодного и горячего прессования сверхвысокими давлениями (СВД) с аппаратом наковален с углублениями для спечённого порошкового молибдена изучены авторами работ [55-58], с установлением оптимальной величины давления прессования, и доказательством эффекта его деформационного упрочнения. В результате применения технологии СВД получают структуру мелкозернистого высокоплотного молибдена с прочностными характеристиками в 2 раза превышающими монолитный.

Метод высокоскоростного прессования с использованием ударного компактирования отмечен положительными эффектами в работах [59-61], с особенностью уплотнения металлического порошка в закрытой форме со скоростью 80–300 м/с приложения нагрузки к пуансону до относительной плотности 96-97% у заготовок [62, 63].

Метод электропластического уплотнения металлических порошков основан на совмещении операций прессования и спекания [64] за счет уплотнение шихты при прямом пропускании электрического тока через прессовку с варьированием временного, механического и электрического воздействий с получением остаточной пористости 1,5–5 % [65–67] и обеспечением механических свойствами достаточными для надежного применения в слабонагруженных условиях.

В настоящее время существуют и применяются различные методы и технологические процессы изготовления порошковых материалов, свойства которых определяются значением остаточной пористости. Методы ГСП и

СПП позволяют получать изделия, близкие к готовым деталям, но отличаются низкопроизводительностью и малоэкономичностью. Методы формования, позволяющие получать плотные изделия в сравнении с традиционными, связаны с высокими скоростями прессования, локализуя тепловую энергию в приконтактных зонах частиц, которая не успевает поглощаться стенками пресс-формы и вызывает нежелательное снятие внутренних напряжений, наклепа в этих зонах. В этой связи, к перспективному технологическому процессу относят динамическое горячее прессование формирующему механические и эксплуатационные свойства порошковых материалов на уровне ковких материалов с соответствующим химическим составом и структурой, обеспечивающей практически беспористое состояние.

1.3 Механизмы межчастичного сращивания порошковых материалов

Для получения горячедеформированных порошковых материалов и изделий с заданными свойствами необходимо тщательно подбирать технологические параметры процесса с учетом требований к материалам, их применения и качества исходных порошков, поскольку все эти факторы оказывают существенное влияние на конечную структуру и свойства продукции. В каждом конкретном случае такие параметры можно назначить априорно на основе имеющегося опыта или рандомизации на основе многофакторных экспериментов. Однако разнообразие свойств порошковых материалов и областей их применения затрудняет разработку обобщенных рекомендаций по выбору вариантов технологии.

Проблема заключается в создании условий для качественного сращивания частиц порошка путем инициации диффузионных процессов при высоких температурах в течение длительного времени спекания, что обеспечивает необходимую консолидацию порошкового материала. В случае,

когда уплотнение частиц порошка идет по схеме динамической нагрузки, то реализация условий, при которых создается качественное сращивание между частицами становится важнейшей задачей. Основная роль в этом случае принадлежит выбору технологических режимов прессования: усилие, температура нагрева перед прессованием, начальная пористость заготовки и многое другое. Изучение всех этапов данной технологии приводит к разработке необходимых условий прессования для спечённых и горячедеформированных материалов [3–10].

В своих экспериментах по сращиванию порошковых частиц ряд авторов в своих работах [5 – 10] проводили их на модельных образцах, т.к. возникали определенные трудности локализации зоны сращивания, а также для сужения явлений, которые возникают при уплотнении частиц и для изучения структурных процессов в зоне сращивания.

Авторами в работах [63-67] указывается уровень взаимодействия контактных поверхностей на уровне атомов. В дополнение к этому, следует отметить, что данный подход позволяет учесть возможные вариации в структуре материала, которые могут возникнуть при различных условиях обработки. Это особенно важно для материалов, обладающих сложной микроструктурой. Таким образом, использование микроструктурного анализа и механических испытаний является эффективным методом определения оптимальных условий обработки для достижения требуемых механических свойств материала. “Показано, что среди многих характеристик качества сращивания наиболее чувствительным из них остается относительное сужение (ψ , %). Отмечено, что между точками A_{c1} и A_{c3} при горячем уплотнении установлено снижение показателей пластичности при возрастании значений ψ %. Авторы объясняют это следующим: происходит рост зерен феррита через границу раздела частиц при перекристаллизации. Если температура, при которой происходит деформация небольшая, то не происходит залечивание микродефектов и разрушением материала сопровождается по границе раздела.”¹⁰⁰¹.

“Содержание кислорода на контактных поверхностях при сращивании ведет к формированию определенной структуры. Появление атмосфер Котрелла препятствует движению дислокаций, что в свою очередь улучшает контактное сращивание. Авторы в работах [8,20] проводили исследование межчастичного сращивания металлических одноморфных материалов и исключили влияние фазового превращения на процесс сращивания. Установлено следующая закономерность, что контактирующие зерна образуют между собой граничные мостики с субмикropорами в зоне границ раздела зерен. Исследования зоны излома таких материалов не установили мест разрыва на этих мостиках, что объясняется формированием атомных контактов. Повышение качества сращивания происходит в результате следующего явления: совместная деформация вместе с миграцией границ зерен.

В работах [68, 69] авторы отмечают следующие моменты:

1. При развитии контакта между частицами в процессе консолидации порошкового материала формируются специфические межчастичные поверхности сращивания (МЧПС).

2. На этих МЧПС могут присутствовать субмикropоры и неметаллические включения.

3. Характер взаимодействия, эволюция и структура МЧПС, наличие субмикropор и включений определяют степень сращивания частиц и, как следствие, механические свойства полученного материала.

Авторы отмечают, что для достижения высокой степени консолидации и улучшения механических характеристик порошковых изделий необходимо контролировать структуру и процессы, протекающие на межчастичных поверхностях сращивания в местах контакта частиц.“

Если степень термомеханического воздействия на формируемый материал не обеспечивает реализацию условий, необходимых для отрыва МЧПС от зернограничных дефектов, то сращивание является межкристаллитным. Внутрикристаллитное сращивание формируется при

освобождении мигрирующей МЧПС от субмикропор и неметаллических включений.

“По мнению авторов [67,68] снижение дефектов на границе зерен происходит за счет действия значительных движущих сил миграции и возникает переход от интеркристаллитного разрушения к вязкому излому, что по мнению авторов более предпочтительно.”¹⁰⁰¹.

Авторы в работе [69] описывают технологию твердофазного соединения металлов. Определяли значения относительной прочности и скорости их изменения при деформации с высокой температурой оценивали контактную площадь активных центров и частоту их появления. По полученным значениям могли судить о скорости приращения $S_{отн}$ физического контакта и энергию активации поверхности. Аналогичным критерием определения срачивания применяли авторы в работе [70] при ДГП железных порошков. Оценивая роль различных стадий обработки в процессе срачивания, авторы отмечают неравноценность температурных и механических факторов при различных условиях процесса.

Если при низких температурах затраты значительной механической энергии не приводят к существенному улучшению качества контакта, то при высоких приложении механической энергии оказывается более эффективным средством улучшения качества срачивания, чем повышение температуры.

Результаты показывают о наличии температурно–энергетическом минимуме взаимодействия на металлическую заготовку, позволяющий достигать максимального срачивания. Авторы [71] показывают о важном действии сдвиговой пластической деформации в получении качественного соединения.

В рамках этой теории срачивание рассматривается как бездиффузионный процесс образования очагов взаимодействия (активных центров) [72,73]. Рост этих очагов может происходить в волновом режиме, что объясняет получение прочных соединений при сварке взрывов.

Большинство производимых порошковых материалов на предприятиях России представляют собой поликристаллы. Для того чтобы различить межзеренную внутричастичную поверхность от поверхности, которая появляется при уплотнении порошковой шихты появляется понятие «межчастичная поверхность сращивания» (МЧПС). Образованная поверхность показывает зону сращивания как область деформационного формирования межзеренной поверхности с расположенными на ней зернограницными дефектами [8, 74].

Термин МЧПС, определяющий зону сращивания как область деформационного формирования межзеренной поверхности с расположенными на ней зернограницными дефектами [8, 74], позволяет отличить межзеренную внутричастичную поверхность от межчастичной образующейся при уплотнении порошкового тела.

Беря в расчет данное различие, в работе [21] была сформулирована задача сращивания, которая состоит в трансформации межчастичной поверхности сращивания в высокоугловую межзеренную границу. Исходя из этого рассматривается концепция взаимодействия МЧПС с характерными для неё зернограницными дефектами в различных условиях. А именно в условиях термического, деформационного и термодформационного воздействия.

Наличие загрязнений и окислов на контактных поверхностях приводит к значительному уменьшению металлических связей, свидетельством того могут служить результаты экспериментов по определению электро- и теплопроводности брикетов из металлической стружки холодного прессования без спекания и после него, а также получаемых ДГП. Отрицательное воздействие окисления на процесс сращивания при ДГП авторы отмечают в [75]. Причина образования на МЧПС оксидных включений может быть объяснена процессом окисления поверхностей закрытых пор кислородом, который содержится в замкнутых воздушных полостях, при нагреве пористой заготовки в среде с защитными свойствами. Эти окисленные поверхности пор могут в последующем соприкасаться при проведении

процесса горячего доуплотнения. Проведенные исследования позволили определить результаты режимов статического холодного прессования и спекания, которые позволяют достичь минимальной концентрации закрытой пористости [76]. Авторы в работе [77] предлагают проведение статического холодного прессования в вакууме при изготовлении горячедеформированных деталей ответственного назначения. При таком методе авторы не обнаружили окисленных поверхностей сращивания. В другой работе [78] авторы указали на следующий факт, что закрытые при статическом холодном прессовании в вакууме поры не герметичными, что приводит к выводу о необходимости перемещения таких заготовок также в вакууме или в защитной атмосфере.

Авторы работ [79,80] установили наличие субмикропор на межчастичной поверхности сращивания. Показано, что основным механизмом залечивания этих пор является механизм диффузии, при котором межчастичная поверхность сращивания увлекает за собой субмикропоры, что приводит к изменению их размеров.

Авторы работ [81-83] показали, что сращивание ГДПМ зависит от структуры и наличия легирующих элементов на поверхности частиц порошка. Были применены различные схемы получения образцов с изменением температуры и усилия уплотнения. По результатам проведенных исследований были изучены поверхности изломов образцов. Участки с вязким разрушением и участки скола могут образовываться в местах наиболее полного протекания процессов сращивания. Более рациональными являются места на поверхности излома пластически деформированных при статическом прессовании межчастичных контактов с повышенной свободной энергией. Предлагается классификация межчастичных поверхностей, сформированных при статическом прессовании заготовок, спекании, горячей допрессовке и последующей высокотемпературной обработке.

Авторы работ [82-85] определили, что на сращивание оказывает и неоднородность химического состава. Авторы указывают [82]: “В процессе сращивания конструкционных сталей в области бывшей поверхности

формируется структурная составляющая с увеличенной микротвердостью, которая обладает наследственностью и оказывает существенное влияние на характер разрушения.” [82]. Исследование химического состава данной зоны методом микрорентгеноспектрального анализа выявило повышенное содержание кремния и марганца.

Механические свойства спеченных порошковых образцов в значительной степени определяются уровнем межчастичной поверхности сращивания, которая в свою очередь определяется межчастичными границами [83-85]. Указано на взаимосвязь значений прочности от режимов спекания ($T_{\text{спекания}}$ ($^{\circ}\text{C}$) и $t_{\text{спекания}}$ (мин)) и размера частиц порошка при одинаковой объемной плотности [86]. Полученные результаты согласуются с исследованиями поверхности разрушения и сопоставлением данных о развитии микротрещин [87-90]. В работах [91-92] показано влияние межчастичных границ на механические свойства порошковых материалов, которое также ассоциируется с наблюдаемой независимостью вязкости разрушения от толщины исследуемого образца. Полученные результаты свидетельствуют, что наличие межчастичных границ является ключевым параметром, от которого зависит поведение частиц порошка при уплотнении и деформации. [93-94].

Согласованная пластическая деформация микрообъемов порошкового материала преимущественно без нарушения связности частиц по мнению авторов работ [95-96] , и есть уплотнение порошковых заготовок. В этих же работах показано, что особо пластическая деформация микрообъемов имеет место при повторном прессовании спеченных заготовок.

Авторы в работах [97,98] отмечают, что значительного разрушения границ между частицами при пластической деформации материала не наблюдалось. Как показано в исследованиях [99] при пластическом деформировании материала с заранее созданным некачественными контактами велика возможность разрушения границ частиц вместо их образования.

Авторами работ [100-102] было отмечено, что на ранних стадиях деформации возникает большая степень напряжений недалеко от выхода межчастичной границы, возникающая вблизи выхода межчастичной границы в пору, что дает интенсивную локализацию в данных границах пластического течения материала, которое обуславливает гораздо более быстрое растрачивание запаса пластичности

Меньшая интенсивность деформационного упрочнения порошковых материалов по сравнению с компактными объясняется авторами [102] следствием возникновения в порошковых материалах в процессе деформации новых внутренних поверхностей раздела, что дает повышенный сток дислокаций в этих материалах. Также в порошковых материалах помимо механизма релаксации идет еще и смещение частиц друг относительно друга, что говорит о реализации процесса межчастичного проскальзывания в порошковом теле.

Следует отметить, что сообщения в научных публикациях [93, 94, 97, 102] по данной проблематике говорят о том, что развитие межчастичных границ при деформировании порошковой заготовки многие исследователи считают ключевым параметром, который влияет на условия и качество формирования срачивания в порошковой заготовке. Как отмечено в работах [103-106] атомное строение межчастичных границ имеет много общего со строением высокоугловых межзеренных границ, но при этом сходстве на межчастичных границах имеет место появление разных дефектов строения при возникновении контактных поверхностей и интенсивно идут процессы сегрегации

1.4 Строение и миграция границ зерен порошковых материалов

Механизмы миграции кинетических процессов границ зерен и их строение остаются актуальными вопросами исследования и выработки принципов управления качественного формирования межчастичной

поверхности сращивания при получении горячедеформированных порошковых материалов.

Релаксационная подстройка атомов на обычных (неспециальных) границах имеет еще большее значение, чем на специальных, поскольку еще эффективнее понижает их поверхностную энергию.

В ряде научных работ дана классификация границ зерен, где за основу взята степень разориентации областей, которые находятся по разные стороны от границы зерна [107]. Малоугловыми считают границы с разориентацией соседних зерен менее $8-10^\circ$, а высокоугловыми считают границы с большей разориентацией. В источнике приведено описание малоугловой границы с помощью дислокационной модели, которая дает обобщённое представление о сочетании участков упругого сопряжения кристаллических решеток зерен-соседей с участками с несовершенной кристаллической решеткой в области ядер дислокаций. В работе [108] подробно приведены теории границ зерен. Отмечается, что субзерна в большинстве случаев разделяются малоугловыми границами, при этом их разориентация достигает $1-3^\circ$. Высокоугловыми границами чаще всего разделяются зерна поликристаллов.

В работе [108] освещена теория аморфного цемента. В этой теории описана концепция, о том, что кристаллы чистого металла, при определенной обработке давлением, окружены тонким слоем того же металла, находящегося в аморфном состоянии и которые обладают свойствами переохлажденного жидкого металла. Исходя из данной теории, имеет место объяснение повышения пластичности металла возникающее при нагреве при размягчением аморфных тонких металлических прослоек, которое приводит к упрощению смещения зерен. Теория переходной решетки, которая была высказана Джеффрисом и Арчером, предусматривает наличие пор между кристаллами, а также зоны аморфного металла и зоны, где имеются атомы принадлежащие обоим кристаллическим решеткам. Следует отметить, что

представленные теории не объясняют наличие зависимости характеристик границ зерен от угла их разориентировки.

В описанной [109] островковой модели Мотта дается характеристика границы зерен, которая представлена в виде островков «хорошего» сопряжения решеток двух зерен. При этом островки «хорошего» сопряжения окружены при этом областями «плохого» сопряжения. Соотношение и между протяженностью этих областей и определяют основные свойства границы зерен. Островковая модель Мотта является основой современных моделей строения высокоугловых границ. Следует отметить, что среди имеющих распространение моделей строения высокоугловых границ также рассматриваются и специальные границы зерен, которые отличаются пониженной энергией и при этом имеющие особые кристаллографические разориентировки с соседними зёрнами. Решетка совпадающих узлов, её еще называют сверхрешеткой образована сеткой из узлов кристаллической решетки, которая принадлежит обоим зёрнам. В работе [109] даны оси и углы вращения для основных кристаллических сингоний, которые характеризуют с наибольшей плотностью совпадающих узлов.

Развитием модели специальных границ является модель релаксационной границы Глейтера–Чалмерса, образующуюся относительным смещением кристаллов из положения совпадающих узлов с сохранением периодичности сегмента повторяемости [110]. При небольших отклонениях взаимной ориентации решеток соседних зерен от особой периодичности строения границы, состоящей из небольших сегментов, постепенно изменяется, обуславливая плавное изменение энергии, подвижности и других свойств. Значительные отклонения от особых ориентаций можно получить, если представить границу, состоящей из сегментов разной длины, смешанных в разных пропорциях. Данная модель адекватно описывает высокоугловую границу с любыми углами разориентации.

В работе [108] выделены особенности миграционных механизмов зёрненных границ в условиях зернограничной диффузии, и определяют, во-первых, движущую силу перемещения атомов вдоль границы миграции; во-вторых, роль концентрации вакансий, зависящей от различных кристаллографических плоскостей, активизирующих диффузию, и в-третьих, заключается в изменении структуры границ вакансиями в ходе пластической деформации.

Влияние одиночных вакансий вряд ли существенно сказывается на процессе миграции, так как они аннигилируют при сравнительно низкой температуре. Более заметной может быть роль групп вакансий размером в несколько межатомных расстояний, образование которых подтверждается рентгенографическими наблюдениями [111].

Представляя обзор экспериментальных исследований, посвященных миграции границ зерен, авторы [112] выделяют несколько теорий этого процесса:

1. Теория группового процесса вытекает из исследований Мотта, результаты которых дают основание считать, что вязкость границ зерен равна вязкости жидкости при экстраполяции этих величин к температуре плавления. Предполагается, что основным механизмом миграции является одновременный перенос атомов из решетки одного зерна в разупорядоченное состояние на границе и перенос n атомов из неупорядоченного состояния на границе в кристаллическую решетку другого зерна. Расчеты энтропии и энергии активации миграции границы, выполненные в рамках этой теории, дают значения, намного превышающие экспериментальные.

2. Перемещение границ зерен происходит за счет перераспределения отдельных атомов, что соответствует теории единичного процесса.

3. Дислокационная модель миграции границы зерна основана на диффузии вдоль линии скольжения. По этой модели с повышением разориентации зерен растет пористость границы, и индивидуальные атомы

приобретают большую свободу движения внутри границы. В предельном случае, когда атомы имеют возможность перемещаться без участия вакансий всякий раз, когда они приобретают достаточную кинетическую энергию, энергия активации миграции границ зерен должна быть сравнима с таковой для поверхностной диффузии. По расчетам Ли при угле наклона 37° ядра дислокаций, образующих границу наклона, касаются друг друга, при этом атомы почти полностью свободны, и подвижность границы достигает максимума. Эти расчеты нашли подтверждение в экспериментальных работах Оста и Раттера [112].

4. Вакансионная модель, предложенная Шмиттенем и Феллер–Книпмейером, объясняет влияние вакансий на миграцию границ зерен. Атомы зерна, размеры которого уменьшаются, диффундируют вдоль границы по вакансионному механизму до тех пор, пока они не займут некоторые положения в решетке растущего зерна. Концентрация вакансий, адсорбированных границами, превышает термодинамически равновесную, что обеспечивает постоянный поток избыточных вакансий. Диффузия избыточных вакансий вдоль границы зерна способствует переносу атомов через границу и поэтому увеличивает скорость ее миграции. Для движения границы наиболее важна концентрация вакансий в зерне, размер которого уменьшается, поскольку предполагается, что процесс контролируется переносом атомов из уменьшающегося зерна в границу. Когда вакансия достигает поверхности уменьшающегося зерна, атомы, находящиеся вблизи этой вакансии, могут легко перейти в границу. Следовательно, чем выше концентрация вакансий в уменьшающемся зерне, тем выше подвижность границы.

5. Механизм ступенек основан на результатах просвечивающей электронной микроскопии, выявившей в большеугловых границах зерен структуру в виде тонких линий, представляющих собой ступеньки на поверхностях двух зерен, образующих границу. Миграция границ происходит посредством эмиссии атомов со ступенек на поверхности уменьшающегося

зерна и адсорбции того же количества атомов ступеньками растущего зерна. Когда граница абсорбирует вакансии, на ступеньках может образовываться больше изломов, которые, в свою очередь, увеличивают подвижность границы.

6. Авторами в работе [113] раскрывается основная проблема движения границ. Показано, что высокая концентрация атомов на границе не сильно влияет на их миграцию. Объемные изменения связаны с влиянием высокой концентрации полей напряжений, которые вызывают изменения в величине потенциала границы.

В работах [114,115] рассматривается зернограницное проскальзывание как механизм миграции границ зерен. Этот процесс связан с движением зернограницных дислокаций с вектором Бюргерса, параллельным плоскости границы. Такие зернограницные дислокации обладают свойствами уступа, движение которого приводит к проскальзыванию.

Роль зернограницного проскальзывания в условиях сверхпластичности рассматривалась авторами в работах [116,117]. Интенсивное проскальзывание объясняется переходом границы в жидкоподобное состояние по причине перестройки ее атомной структуры, вызванной делокализацией ядер решеточных дислокаций.

Выявлено следующее обстоятельство, что миграция границ зерен, которая не приводит к увеличению среднего размера зерна обнаруживается на протяжении всего деформационного упрочнения материала и зависит от движущей силы миграции.

Теоретическое представление структуры высокоугловых границ как неупорядоченное или упорядоченное расположение атомов, обеспечивающее согласование кристаллографических направлений соседних зерен, приводит к заключению об их менее плотной структуре по сравнению со структурой материала в объеме зерна. Признание наличия пористости в строении межзеренных поверхностей компактных материалов и ее влияние на их поведение позволяет проводить параллель между ними и зоной сращивания

порошковых материалов. Например, благоприятное влияние пористости на зернограничное проскальзывание отмечается авторами в [117]. Поры на стыке зерен облегчают аккомодационное перемещение зерен за счет изменения их формы и размеров.

1.5 Влияние легирующих компонентов на механические характеристики порошковых сталей

Специфика производства порошковых сталей отражается в особенности процесса их легирования в сравнении с литыми оказывая влияние на структуру и свойства материалов [118, 119].

К основным способам получения порошковых легированных сталей относят:

1. Способ приготовления поликомпонентной шихты из порошков железа с добавлением легирующих компонентов, получивший наибольшее производственное применение, что связано с малой трудоемкостью технологии. К недостаткам относят длительные температурные выдержки для формирования гомогенной структуры материала, однако, это не является критическим обстоятельством в случае, когда не требуется достижения комплекса свойств гомогенной структуры.

2. Способ использования легированных порошков железа с добавлением графита и дополнительных легирующих элементов. Стали, полученные таким образом имеют однородную структуру с равномерным распределением элементов и обладают наиболее высоким уровнем механических свойств, однако, наблюдается ограничение уплотняемости легированных порошков, что повышает стоимость технологического процесса изделия.

3. Способ пропитки жидкими металлами (диффузионное насыщение каркасов) применяется в поверхностном насыщении деталей легирующим компонентом, так как не обеспечивает равномерной концентрации по всему объему изделия.

Авторами в работах [119,120] показано, что в легированных сталях образуется ряд соединений железа с металлическими легирующими элементами— интерметаллиды. Наиболее часто встречаются σ -фазы, обнаруженные в целом ряде систем на основе железа: Fe–Cr, Fe–V, Fe–V–Co, Fe–Cr–Co, Fe–Mo–Co. Элементарная ячейка σ -фазы имеет тетрагональную сингонию и содержит 30 атомов. В распределении атомов нет строгой определенности, часть атомов распределяется статически. Это, по-видимому, обуславливает широкую область гомогенности существования σ -фаз (например, от 43 до 49% в системе Fe–Cr). Расстояние между атомными слоями в структуре σ -фазы системы Fe–Cr равно $2,28 \cdot 10^{-10}$ м, что значительно меньше кратчайших расстояний Fe–Fe в решетке α -железа ($2,48 \cdot 10^{-10}$ м) или Cr–Cr в решетке хрома [119,120].

Авторы отмечают, что σ – фаза образуется из α -твердых растворов или из δ -феррита высоколегированных хромистых сталей, содержащих Mn, Mo, Nb, Si. Образование σ -фазы сопровождается резким повышением твердости и хрупкости стали, снижением ее пластичности и поэтому в большинстве случаев является нежелательным [119,120].

Наиболее часто получают легированную порошковую сталь, добавляя 1–10% (по массе) меди к частицам железа. Добавление меди в качестве легирующего элемента к порошкам железа в порошковой металлургии преследует иные цели, чем в традиционной металлургии литых сталей. В порошковой металлургии медь оказывает упрочняющее действие на спеченный материал, а также увеличивает параметры кристаллической решетки железа за счет диффузии в него, что позволяет компенсировать усадку при спекании и получать изделия точных размеров (рис.1.1). Медь приводит к увеличению объема спеченных порошковых деталей вплоть до определенной концентрации - обычно 8-10% по массе.

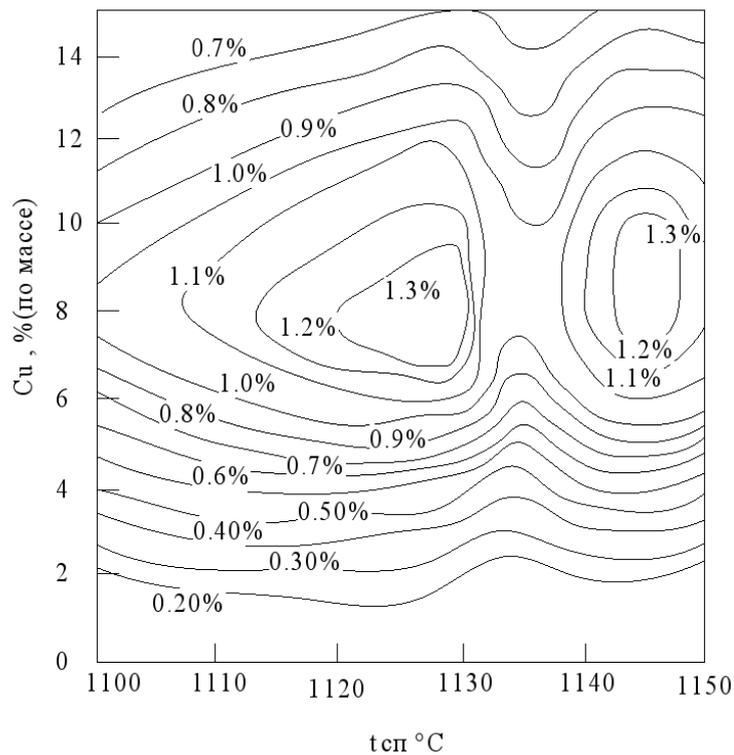


Рисунок 1.1 – Усадка железного порошка в зависимости от количества Cu (% масс) и температуры спекания $t_{сп}$

Высоколегированную медью порошковую сталь можно получать инфильтрацией предварительно спеченных пористых каркасов из железного порошка. Предварительное прессование железных каркасов до нужных размеров с последующей инфильтрацией медью дает возможность изготавливать детали высокой точности. Инфильтрация медью примерно вдвое повышает прочность спеченной стали. После дополнительной термической обработки (диффузионного отжига и отпуска) пропитанная 15% медью порошковая сталь с 1% углерода достигает очень высокого уровня прочности (1250 МПа) при сохранении пластичности (4-6% удлинения). Таким образом, инфильтрация спеченных железных каркасов медью является эффективным методом получения высокопрочных и высоколегированных медью порошковых сталей требуемой точности размеров.

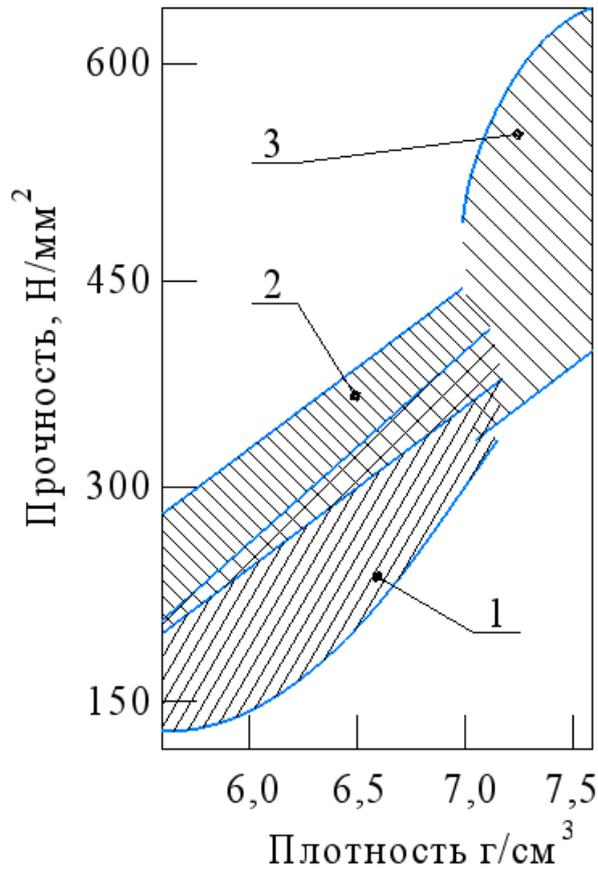


Рисунок 1.2 – Связь плотности и прочности при растяжении порошковой стали: 1—легирование медью; 2—легирование медью и углеродом; 3— инфильтрация медью

Легирование порошковой стали комбинацией меди и никеля позволяет дополнительно повысить ее прочностные свойства сверх суммарного эффекта от каждого из этих элементов по отдельности. В таблице 1.1 указаны ряд порошковых сплавов на основе железа с прочностью выше 500 МПа. Легирование медью и никелем совместно дает синергетический эффект по упрочнению порошковой стали, превышающий сумму эффектов от каждого легирующего элемента.

Авторы в работах [121,122] отмечают, что использование различных добавок в порошковую смесь позволяет варьировать коэффициент усадки спеченных деталей в процессе спекания и таким образом получать прочные порошковые сплавы с требуемыми размерными характеристиками. В работах

также отмечено, что добавление углерода способствует усадке при спекании, а добавки никеля и оксида вольфрама ограничивают растворимость меди в железе и соответственно снижают расширение/увеличение объема. Также сказано, что подбором состава добавок можно регулировать изменение размеров спеченных деталей в нужную сторону. Таким образом достигается получение прочных порошковых сплавов с удовлетворительным сохранением размерной точности деталей.

Таблица 1.1– Составы легирования порошковой стали на разную прочность

Легирующие добавки	Количество добавок, % (по массе), для достижения прочности σ_b		
	500 МПа	600 МПа	>650 МПа
Cu–Ni	3Cu, 2.5Ni	3Cu, 5Ni	4,5 Cu, 5Ni
Cr–Cu	6Cr, 2Cu	7Cr, 2Cu	9Cr, 4Cu
Cr ₃ C ₂	2,5Cr ₃ C ₂	3Cr ₃ C ₂	3,5 Cr ₃ C ₂
Mn	5Mn	7Mn	–
Mn–C	2Mn, 0,4C	2Mn, 0,8C	–
Mn–Cr	2Mn, 3Cr	2Mn, 3Cr	2Mn, 6Cr
Mn–Cr–C	2Mn, 2Cr, 0,2C	2Mn, 2Cr, 0,4C	2Mn, 2Cr, 0,6C
Mn–Cu–C	–	2Mn, 1Cu, 0,8C	2Mn, 1Cu, 0,8C
Лигатура Mn–Cr–Mo	1Mn–Cr–Mo, 0,5C	3Mn–Cr–Mo, 0,4C	4Mn–Cr–Mo, 0,3C

Применение оптимального соотношения меди и никеля при легировании высокоплотных порошковых сплавов на основе железа позволяет значительно повысить их прочность при растяжении до 750 МПа, однако это сопровождается заметным снижением пластичности по сравнению с порошковыми сталями, легированными только никелем. Авторы в работах [119-124] отмечают следующее:

1. Использование хорошо уплотняемых порошковых сплавов железа в сочетании с оптимальным соотношением меди и никеля как легирующих элементов обеспечивает повышение прочности при растяжении до 750 МПа.

2. Однако пластичность таких высокопрочных тройных (Fe-Cu-Ni) спеченных сплавов заметно ниже по сравнению со сталями, легированными только никелем (при 5% Ni пластичность около 16%).

3. У наиболее прочных тройных спеченных сплавов Fe-Cu-Ni удлинение при разрыве составляет лишь около 4%. 4. В работах подробно исследовались поведение при спекании промышленных медных и медно-никелевых порошковых сталей, образование сплавов, усадка и механические свойства этих материалов.

Авторы в работах [120-122] отмечают следующее: «названный уровень прочности тройных порошковых сплавов можно еще повысить, но за счет пластичности, если добавить в их состав углерод. Это обуславливает повышение требований к составу защитной среды или проведения спекания в вакууме, при этом стабилизирует значения усадки. Порошковые детали из материала на основе железа, содержащего 7% Ni, 2,5%Co и 0,7%C при плотности 7,2 г/см³, характеризуются следующими свойствами: $\sigma_b=640$ МПа и $\delta=3,5\%$ и твердость HRB 90; после закалки прочность возрастает до 1060 МПа, а твердость составляет HRC 44, удлинение снижается до 1–2%». [120-122].

В работах [125-129] авторы отмечают следующее «углерод важен при изготовлении прецизионных деталей из прочной, улучшаемой и хорошо прокаливающейся стали, содержащей $\leq 5\%$ Ni и $\leq 2\%$ Mo. Оба эти элемента относятся к наиболее эффективным легирующим компонентам, способствующим повышению прокаливаемости. Разработаны высокопрочные порошковые стали, содержащие $\approx 7\%$ Ni и 0,8%C, с пределом прочности при растяжении $\sigma_b=900$ МПа. Однако усадка этих сталей составляла $>2\%$, так что для претензионных деталей они были непригодны. Когда научились управлять усадкой и компенсировать ее легированием и калибровкой, никельмолибденуглеродным порошковым сталям нашли промышленное применение» [125-129].

Основной тип сплава Fe–Ni–Mo–C приобретает повышенный промышленный интерес потому, что в его составе нет легирующих элементов со значительным сродством к кислороду. Такие сплавы можно нагревать обычным способом, поэтому они пригодны для горячейковки.

Стремление к экономии легирующих элементов и к сокращению технологических операций вызвало ряд новых разработок по технике легирования [128]. Их успех всегда следует оценивать по достигаемым при этом свойствам материалов сравнительно с уже освоенными в порошковой металлургии и улучшению технологии (более низким температурам, меньшей длительностью спекания, экономии энергии). Необходимо учитывать также неизменяемость размеров деталей, во всяком случае воспроизводимую и незначительную усадку. Речь идет о легировании порошкового железа такими элементами, как фосфор, кремний, марганец, хром, ванадий, титан, молибден и олово, примешиваемых в виде порошков самих элементов или их лигатур, интерметаллических фаз или соединений с железом [128]. Общими для исследований является требования: сохранение для большинства сплавов (при однократном прессовании и спекании) предела прочности при растяжении 700МПа, содержание легирующих элементов $\leq 5\%$, также не должны повышаться температура и длительность спекания. Кроме того, большинство высокопрочных сплавов испытывает при спекании изменение размеров, что отражается на возможности изготовления прецизионных изделий.

Из неметаллических легирующих элементов практическое применение в порошковой технологии нашел пока лишь фосфор. В черной металлургии его считают нежелательным элементом: в стали он повышает склонность к ликвации и способствует образованию хрупких фосфидов. По соображениям вязкости содержание фосфора в порошковой стали ограничивают 0,3–0,6%. Для получения порошковых сплавов с фосфором предпочитают применять лигатуры или легированные распыленные сплавы, дающие при обычных промышленных условиях спекания материалы с пределом прочности при растяжении до

440МПа и удлинением $\approx 15\%$. Усадка деталей составляет при этом более 1% , в частности при содержании фосфора $\geq 0,4\%$. Поэтому такой способ легирования непригоден для изготовления деталей повышенной точности [128].

Автор в работе [128] описывает, что стремление к большему повышению прочности за счет совместного влияния фосфора и других легирующих элементов открывает интересные технологические возможности. «В некоторых тройных системах (Fe–Cu–P или Fe–Ni–P) уже при температурах, близких к 920°C , образуются жидкие фазы, ускоряющие спекание и образование сплавов. При определенных условиях, в частности в системе Fe–Ni–P [128], вследствие образования на ранней стадии спекания твердых растворов вместо усадки происходит расширение; его можно использовать для компенсации усадки этих сплавов. В таблице 1.2 приведены сведения об эффективности некоторых порошковых сплавов по прочности, пластичности и усадке. В числителе – показатели для образцов с максимальной прочностью, в знаменателе – для образцов с минимальной усадкой.

Таблица 1.2 – Влияние Cr и Ni на механические свойства и усадку спеченного железа с добавками фосфора и фосфида молибдена

Легирующие элементы	P			MoP		
	σ_b МПа	$\delta, \%$	$\Delta l/l, \%$	σ_b МПа	$\delta, \%$	$\Delta l/l, \%$
Cr	447/418	14/18	-4.7/-2.8	554/330	12/2	-4.4/+0.1
Ni	700/420	3/5	-2.0/-0.8	813/608	3/3	-3.9/-1.2
Cr–Ni	472/400	4/0	-2.4/+0.5	1011/750	2/4	-3.2/-0.5

Выбор оптимального варианта, отвечающего определенным требованиям, можно сделать, учитывая взаимосвязь прочности и пористости (рис. 1.3)

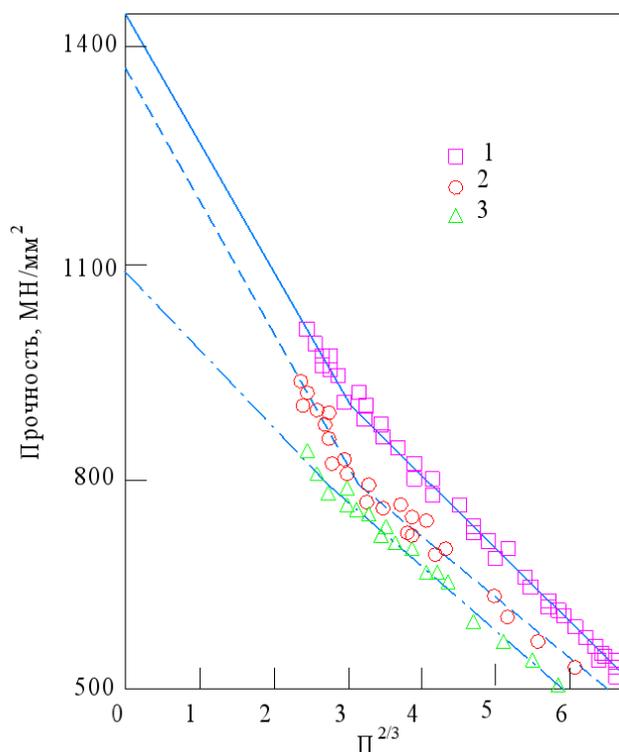


Рисунок 1.3 – Зависимость прочности при растяжении сплава Fe–Cr–Mo–Ni–P–S от пористости (давление прессования 400–800 МПа; спекание 2ч при 1100–1400°С: 1– 4Cr+4,5Mo+4Ni+0,5P; 2– 4Cr+4,5Mo+3Ni+0,5P; 3 – 2Cr+4,5Mo+4Ni+0,5P; Fe – остальное (Размерность физических величин сохранена в авторской редакции)

Предел прочности при растяжении $\sigma_{\text{в}}$ и пористость Π связаны уравнением:

$$\sigma_{\text{в}} = \sigma_0 \cdot (1 - k \cdot \Pi^{\frac{2}{3}}) \quad (1.1)$$

где: σ_0 – предел прочности при растяжении беспористого сплава;

k – постоянная данного материала

Уравнение получено при определенных упрощениях в отношении размера, формы и распределения пор, и оно применимо для большинства порошковых материалов. Из него также следует, что повышение прочности однократно спрессованной детали можно достигнуть увеличением плотности после спекания и упрочнением ее матричной фазы. При стабильности размеров деталей высокая плотность их после спекания предполагает и высокую

плотность прессованной заготовки, а это, как известно, имеет свой технический предел. На механические свойства порошковых сталей помимо пористости влияет содержание легирующих элементов, что позволяет оптимизировать состав для конкретных условий эксплуатации.

Высокое сродство хрома и марганца к кислороду затрудняет использование такой стали в промышленности. Оксиды хрома и марганца не только снижают эффективность легирования, но и ухудшают поведение материала при спекании. Возникая на межчастичных поверхностях, оксиды, подобно порам, снижают динамическую прочность материала [127-129].

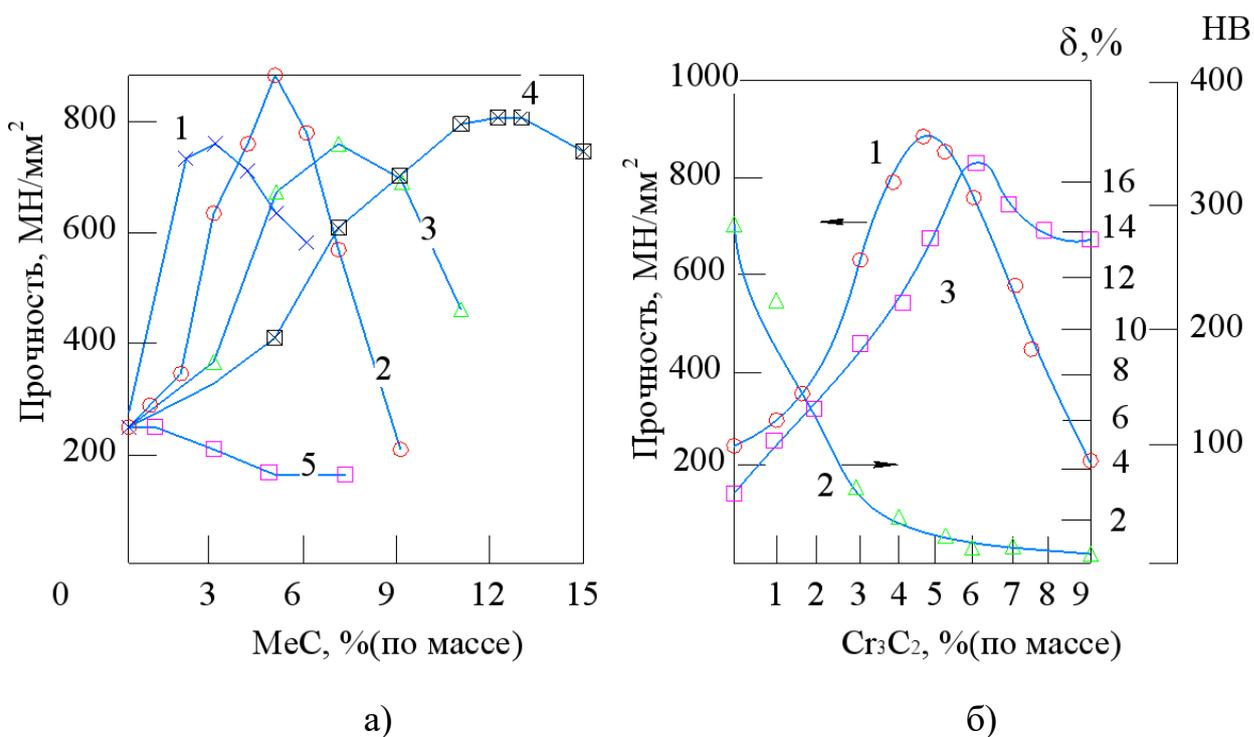


Рисунок 1.4 – Механические свойства порошковой стали в зависимости от содержания в ней карбидов металлов (спекание 90 мин при 1280°С)

а– изменение предела прочности при растяжении (1–VC; 2–Cr₃C₂; 3– Mo₂C; 4–WC; 5– TiC); б– изменение предела прочности при растяжении (1), удлинении (2) и твердости по Бринеллю (3)

Устранение негативного влияния оксидов имеет значение не только для производства спеченных деталей, но и для их изготовления методом горячейковки порошков в штампах. Первые попытки в этом направлении были проведены с распыленными лигатурами сплавов хрома или марганца,

добавляемыми совместно с графитом к частицам железа [119]. При этом обнаружилось, что активность при спекании таких смесей слишком мала и что в промышленных условиях спекания эти легирующие элементы все же окисляются. Более пригодны добавки ферритных сплавов Fe–Cr в количествах, вызывающих при спекании α – γ превращение; фазовые превращения повышают активность при спекании, и в сочетании с медью удается получить порошковые стали с пределом прочности при растяжении 700МПа и относительном удлинении \approx 4%.

Марганец как легирующий элемент заслуживает большого внимания и в порошковой металлургии; хорошо выражено его влияние на прокаливаемость стали. Марганец можно добавлять к частицам железа в виде измельченного ферромарганца или специальной лигатуры; например, 20% Cr, 20% Mn, 20% Mo, 23% Fe и 7%С. Для ускорения диффузии целесообразно спекать такой сплав при 1280°С, когда образуется жидкая фаза. Склонность системы Fe–Mn–С к усадке можно ограничить добавлением до 2% Cu. Улучшения свойств этого материала можно достигнуть, повышая их плотность двукратным циклом прессования и спекания или применяя горячую ковку [240]. На рисунке 1.5 представлено влияние плотности порошковой стали, содержащей 0,6%С и 4% лигатуры Mo–Cr–Mn на прокаливаемость. Другие свойства полученной по различным технологиям порошковой стали, легированной марганцем, представлены в таблице 1.3.

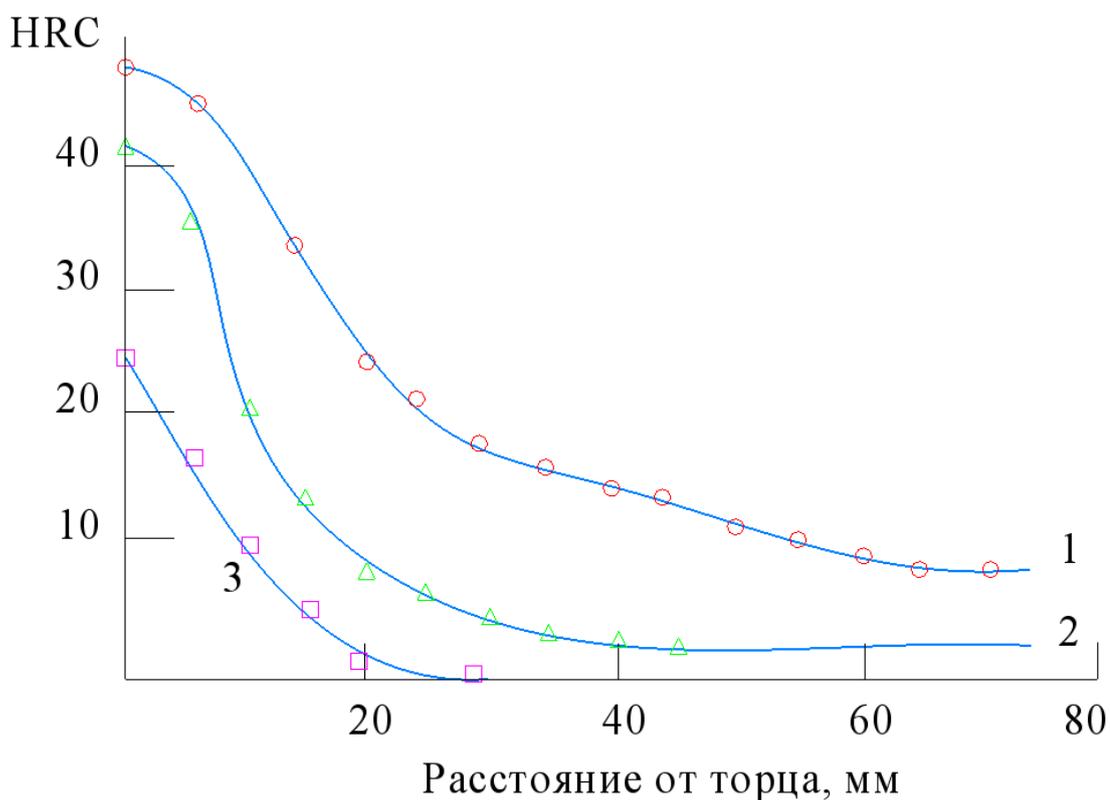


Рисунок 1.5– Влияние плотности на прокаливаемость сплава. Добавлено 2% лигатуры Mo–Cr–Mn и 0,6% С. Плотность, г/см³: 1–7,0; 2– 6,7; 3–6,3

По сравнению с другими видами порошковых сплавов, предназначенными для точных по размерам деталей, порошковая смесь с марганцем лучше прокаливается и дешевле. Однако для достижения рациональных свойств необходимы высокая температура (1280°С), осушенный защитный газ (диссоциированный аммиак) и дополнительное поглощение остатков газа с помощью геттера.

Таблица 1.3 – Сравнительные механические свойства оптимально легированных порошковых сталей, изготовленных разными технологиями

Легированная добавка, % (по массе)	Однократное прессование			
	ρ , г/см ³	σ_B , МПа	σ_T , МПа	
6Mn	6,81	610	450	
2Mn+0.8C	6,85	590	400	
2Mn+2Cr+0.6C	6,66	650	430	
2Mn+2Cu+0.6C	6,94	710	540	
5Mo–Cr–Mn(лигатура), 0,6C _{общ}	6,95	640	440	
Легированная добавка, % (по массе)	Двукратный цикл прессования и спекания			
	ρ , г/см ³	σ_B , МПа	σ_T , МПа	δ ,%
6Mn	6,94	690	520	2,6
2Mn+0.8C	6,93	680	460	2,8
2Mn+2Cr+0.6C	6,87	660	460	1,6
2Mn+2Cu+0.6C	–	–	–	–
5Mo–Cr–Mn(лигатура), 0,6C _{общ}	7,73	710	530	1,5
Легированная добавка, % (по массе)	Горячая ковка в штампах			
	ρ , г/см ³	σ_B , МПа	σ_T , МПа	δ ,%
6Mn	–	–	–	–
2Mn+0.8C	7,75	1180	660	7,0
2Mn+2Cr+0.6C	7,74	640	–	10,0
2Mn+2Cu+0.6C	7,75	1010	800	8,5
5Mo–Cr–Mn(лигатура), 0,6C _{общ}	7,73	1500	900	7,0

Порошковые стали с Mn, Cr, Ni, Cu, Mo, Si и другими элементами в сочетании с углеродом, можно получать спеканием в вакууме. Содержание в них легирующих элементов примерно то же, что и в литых (компактных) улучшаемых сталях. По сравнению со спеканием в защитном газе спекание в вакууме обеспечивает лучшую защиту от окисления и лучший контроль содержания углерода [128,129].

Порошковые детали из многокомпонентных сталей (в небольших масштабах) испытывали усадку $\geq 1\%$. После закаливания прочность при растяжении этих деталей может достигать 1100 МПа. Спеченная в вакууме метастабильная аустенитная порошковая сталь после закалки на мартенсит обладает пределом прочности при растяжении 900–1400 МПа при удлинении $\leq 4\%$. Получение точных по размерам деталей затруднено высокой усадкой (до 3%). Калибровка полученной диффузионным отжигом стали, и последующая ее закалка также не дают удовлетворительного решения. То же справедливо в случае присадки нескольких десятых процентов бора; это сокращает усадку, но снижает прочность до величины, меньшей 1000 МПа и составляет лишь 50% прочности соответствующих литых сталей [126].

1.6 Превращения в порошковых сталях при различных видах термической обработки

Влияние термической и химико-термической обработки на свойства порошковой стали является очевидным. В свою очередь эти технологические процессы зависят от нескольких параметров и прежде всего от остаточной пористости, а также от химической и структурной неоднородности материала.

В работах [130-134] было показано, что при термическом воздействии на образцы находящихся без защитной атмосферы, процессы окисления и обезуглероживания превосходят значительно быстрее, чем при её использовании. Это явление наблюдалось даже при нагреве у высокоплотных порошковых деталей. При нагреве менее плотных образцов (пористость более 13 %) процесс окисления и обезуглероживания происходит значительно быстрее и сопровождается разрыхлением и возможным отслоением частей образцов [131]. Авторы в указанных работах описывают, что обязательным условием является проведение термической обработки с использованием защитных сред. В работах [135,136] при термической обработке использовался

индукционный нагрев. В этом случае в виду больших скоростей нагрева окисление деталей не успевает произойти.

На теплопроводность порошковых сталей значительно влияет конечная плотность. Изменение пористости отражается на прокаливании материала [135]. Существенное влияние на снижение теплопроводности и температуропроводности порошковых сплавов помимо пористости оказывает содержание графита и легирующих элементов.

Авторы в работах [135-137] считают следующее «в порошковых сталях наследственное мелкое зерно является одним из важных структурных признаков. Известно, что зерна аустенита в структуре порошковых сталей обладают меньшей склонностью к росту, чем в литых компактных материалах. Установлено, что с уменьшением плотности склонность к росту зерен уменьшается. В работах показано, что поры и особая морфология контактных участков заметно снижают склонность к росту зерен аустенита. Исследования установили, что при длительной аустенитизации рост границ зерен, обусловленный миграцией границ, при встрече с порами замедляется» [135-137].

В процессе нагрева и охлаждения порошковых сталей большое влияние на структуру и свойства оказывает пористость образцов. Авторами работы [138] показано, что уменьшение плотности порошковых сталей приводит к снижению критических точек перлитного превращения. Обратный эффект наблюдается при нагреве- происходит увеличение значений критических точек. Также снижается разница теплового гистерезиса. Отчетливо наблюдается эта закономерность при значительных скоростях охлаждения и нагрева порошковых сталей. Установлено, что плотность порошковых сталей смещает начало мартенситного превращения к более высоким температурам [135,139].

В работах [139, 140] указывается, что помимо плотности порошковых сталей существенное значение на температуру фазовых превращений играет

гранулометрический состав порошков. Авторы находят объяснения этого явления в том, что все же остаются дефекты (поры, неметаллические включения, сегрегационная атмосфера) в местах бывших границ частиц порошка. Эти дефекты не залечиваются до конца. Чем меньше размер частиц, тем более протяженность межчастичной поверхности.

Возникновение новых фаз и их зародышей начинаются по местам увеличенного скопления сегрегаций, различных примесей, по границам раздела фаз, а также в местах со всевозможными дефектами. Это достаточно подробно описывается авторами в работе [141].

Кинетика распада аустенита при постоянной температуре и при охлаждении также подвержена влиянию пористости порошковых сплавов.

Авторы в работе [142] установили, что образцы из сплава ЖГр 0,8 с пористостью 10% и с пористостью 25% имели разную устойчивость переохлажденного аустенита. У образцов с повышенной пористостью устойчивость снижается. Также показано, что С-образные кривые имеют тенденцию к смещению влево, а зона минимальной устойчивости аустенита смещается в область больших температур. Следовательно, это приводит и к уменьшению продолжительности изотермического распада аустенита.

Авторы работы [139] использовали стали с содержанием углерода 0,5% и 0,8%. Ими также было обнаружено схожие закономерности при охлаждении. Проведенное микроструктурное исследование с измерением микротвердости, и анализ диаграмм изотермического распада аустенита позволил сформулировать вывод, что плотность порошковых сталей, а также морфология структуры существенно влияют на процесс превращения переохлажденного аустенита.

В работе [131] также установлено заметное влияние размера частиц исходных порошков на процессы превращения переохлажденного аустенита. При уменьшении плотности порошковых сплавов установлено снижения влияния размера частиц на процессы превращения аустенита.

В работах [138,143,144] проведен анализ превращения аустенита при непрерывном охлаждении с использованием термокинетических диаграмм. На основе этих диаграмм для образцов, выполненных из стали ЖГр0,8 с различной пористостью, показана зависимость устойчивости аустенита от пористости образцов.

Авторами в работе [140] показано, что «с уменьшением плотности время инкубационного периода уменьшается, а область минимальной устойчивости аустенита смещается в сторону более высоких температур. При этом сокращается и общее время превращения» [140].

При охлаждении образцов эвтектоидной стали с пористостью 5-10% со скоростями 120-360 °С/с превращение происходит при температурах 685-670°С при времени инкубационного периода 22-33 с. Время превращения составляет 45-65 с. При исследовании образцов той же стали, но с пористостью 25-30% и охлажденные с той же скоростью, то установлено, что превращение происходит в области больших температур (720-700°С), время инкубационного периода составляет 7-11 сек и продолжительность превращения равно 11-23 сек. Аналогичные процесс можно наблюдать для сталей с содержанием углерода 0,5% и 1,2%.

Также как и в изотермических условиях при непрерывном охлаждении с увеличением дисперсности частиц порошков уменьшаются инкубационный период и продолжительность превращения аустенита, температура минимальной устойчивости сдвигается в область повышенных температур.

Исследуя закаливаемость порошковых сплавов, авторы работ [145,146] установили, что после закалки эти сплавы имеют большой разброс твердости, вызванный образованием немартенситных структурных составляющих

Как уже отмечалось ранее в работе [139], увеличение плотности влияет на значения твердости. Исследования, проведенные на закаленных углеродистых сталях, показали рост значений твердости по мере уменьшения пористости. В структуре закаленной стали с пористостью 15-18 %

наблюдаются небольшие зоны с ярко выявленными участками мартенситно-трооститной структуры около пор. С увеличением пористости образцов при одинаковых режимах нагрева и охлаждения доля участков с трооститом увеличивается. Такие структурные зоны не наблюдаются у компактных сталей, закаленных при аналогичных режимах. Также авторы в работе [139] показали связь температуры нагрева пористых образцов для закалки от плотности.

При исследовании прокаливаемости порошковой углеродистой стали установлено, то образцы, содержащие 0,8%С, независимо от пористости после закалки имеют мартенситную структуру на глубину 2 мм [139]. Если образцы из компактной стали У8 на глубине 4 и 6 мм после закалки в воду имеют структуру мартенсит, то в случае пористых железобитумных образцов с увеличением толщины сечения и пористости мартенситная зона резко уменьшается, а структура переходит в трооститную и даже сорбитную.

Существенную роль при закалке порошковых сталей играет закалочная среда. Автор в работе [139] отмечает, что для эвтектоидных порошковых сталей с пористостью 25-30% закалка в соляном водном растворе увеличивает твердость по сравнению с закалкой в масло. Однако использование соляной ванны приводит к окислению поверхности образцов.

Влияние многих факторов на процесс закалки порошковых сталей (среда закалки, температура, наличие барботажного устройств в закалочном баке, добавление углерода в шихту (% по массе) и т.д.) отмечается в работе [135], в которой большое внимание уделяется вопросу наличия легирующих элементов и их равномерного распределения по объему образцов.

В работах [147-150] установлено, что оптимальной температурой нагрева под закалку порошковых конструктивных сплавов, легированных хромом, никелем и молибденом, является температура $A_{c3} + (50-80^{\circ}C)$. Нагрев в атмосфере водорода и диссоциированного аммиака значительно лучше предохраняет от обезуглероживания и окисления, чем засыпки древесным

углем, чугунной стружкой и смесью отработанного и свежего карбюризаторов и позволяет получать более стабильные механические характеристики.

Выбор того или иного легирующего элемента определяется не только закаливаемостью материала, но также и возможностью достижения равномерного распределения по структуре порошковой сплаве. Это прежде всего зависит от метода введения легирующего элемента в сталь. Введение легирующих элементов путем механического смешивания порошков не дает такой степени гомогенности твердого раствора, которая достигается в случае применения легированного порошка. Это в свою очередь оказывает влияние на закаливаемость стали. Так, критическая скорость закалки для стали, полученной путем смешивания порошков и содержащей 2%Ni; 0,5%Mo; 0,9%C, остальное железо, оказалось равной $19 \pm 1,3$ град/с, в то время как у сплаве того же состава, но полученной из гомогенизированного легированного порошка, критическая скорость закалки составляет $2,25 \pm 0,07$ град/с.

В работе [139,148] исследовали механические свойства и структуру спеченных сплавов, содержащих (в масс.%) Cu 1,5;Ni 4;Mo 0,5; C0,7, полученных распылением расплава (сплав Distaloy AE) и смеси элементарных порошков Fe, карбонильного никеля и молибдена, электролитической меди и природного графита. Образцы, полученные из легированных порошков, имели после термообработки более высокую прочность, которая медленнее снижалась с увеличением температуры отпуска. Полученные результаты авторы объясняют больше структурной неоднородностью, обусловленной более равномерным распределением легирующих элементов, в первую очередь никеля. Как показано в работе [148] закалка непосредственно в газостате позволяет уменьшать затраты и получать более мелкозернистую структуру заготовок по сравнению с традиционной технологией. При давлении 2000 бар можно охлаждать заготовки со скоростью до $500^\circ\text{K}/\text{мин}$.

1.7 Влияние ультрадисперсных частиц на процесс срачивания в порошковых легированных сталях

Добиться равномерного распределения в металлической матрице ультратонких частиц упрочняющей фазы достаточно сложно, так как эта техническая задача не может быть решена с помощью применения классических методов выплавки и литья. Опыт показывает [151], что введение тонких частиц тугоплавких металлов с применением ультразвуковой техники не обеспечивает равномерного распределения упрочняющей фазы по объему. Поэтому для получения дисперсноупрочненных сплавов применяются исключительно твердофазные методы.

Наиболее изучен метод внутреннего окисления. Исследования на образцах малого сечения, полученных этим методом, позволили выявить эффективность упрочнения многих металлов дисперсными окислами, что способствовало решению ряда теоретических вопросов [152]. Применительно к тугоплавким металлам изучен аналогичный внутреннему окислению метод внутреннего азотирования [153].

Методы внутреннего окисления и азотирования как разновидности химико-термической обработки находят применение для упрочнения деталей машин и механизмов, причем в зависимости от их размеров характерная для дисперсноупрочненных сплавов микрогетерогенная двухфазная структура может быть получена не только в поверхностных слоях, но и по всему сечению. Вместе с тем, даже при малых толщинах макронеоднородность в дисперсности и распределении упрочняющей фазы становится весьма существенной. Принципиальные масштабные ограничения не позволяют рассматривать изделия, упрочненные внутренним окислением или азотированием, как «дисперсноупрочненные сплавы».

Для получения некоторых композиций с дисперсной упрочняющей фазой опробован метод гальванического осаждения, при котором

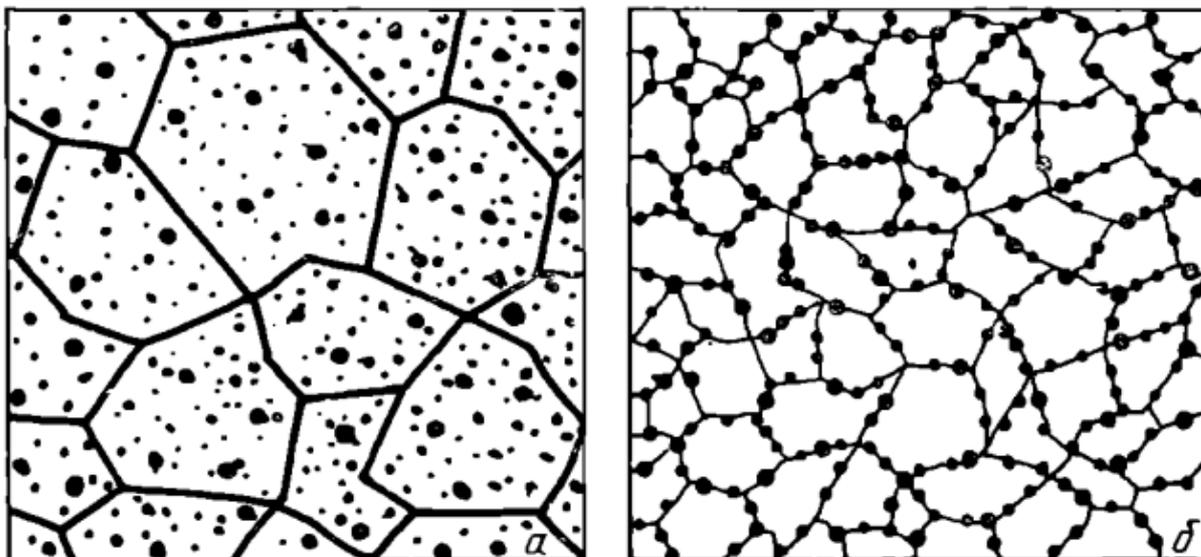
упрочняющие частицы в форме порошка необходимой степени дисперсности образуют устойчивую суспензию в электролите и захватываются катодным осадком в процессе электролиза [154]. В дальнейшем катодные осадки в виде пластин могут подвергаться прокатке и другим видам деформационной обработки [155]. Следует отметить, что из-за повышенного газосодержания катодных осадков и ряда других факторов, удовлетворительных свойств на образцах, изготовленных этим методом, пока не получено.

Авторы в работе [157] отмечают: «методы получения композиций со структурой дисперсноупрочненных сплавов позволили выявить особенности тонкой структуры этих сплавов, а также определить некоторые физические и механические свойства их. Однако, применяя указанные методы, нельзя получить достаточно крупные полуфабрикаты. Поэтому в промышленности полуфабрикаты из дисперсноупрочненных сплавов изготавливают преимущественно методами порошковой металлургии, позволяющими получить компактный материал, минуя расплавление, как в описанных методах, однако без принципиально масштабных ограничений» [157].

Автор в [157] описывает разработку дисперсноупрочненного сплава, которая включает:

1. Выбор упрочняющей фазы и ее объемного содержания.
2. Выбор способа введения упрочняющей фазы в матрицу
3. Получение компактных заготовок в форме, пригодной для последующей деформационной обработки.
4. Разработку рациональных режимов деформации и термической обработки и получения полуфабрикатов.

При выборе упрочняющей фазы исходят из ее термодинамических свойств, диффузионной подвижности компонентов упрочняющей фазы в матрице и других параметров с учетом условий эксплуатации материала [157].



а)

б)

Рисунок 1.6 – Типы структур в дисперсноупрочненных сплавах:

а – дисперсная; б – агрегатная [157]

Объемное содержание упрочняющей фазы, отвечающее оптимуму свойств, в значительной мере связано с технологическими возможностями равномерного распределения частиц заданной дисперсности.

Автор в работе [157] сообщает: «Способ введения упрочняющей фазы в матрицу выбирают на стадии получения порошковых смесей. Для дисперсноупрочненных сплавов характерны два типа – агрегатная и дисперсная (рис. 1.6). В агрегатной структуре частицы упрочняющей фазы окружены несколькими зёрнами матрицы, имеющими различную кристаллографическую ориентацию, в дисперсной же структуре каждая частица упрочняющей фазы полностью окружена одинаково ориентированной матрицей» [157].

Указанные структуры в реальных сплавах сосуществуют. Преобладание одной из них непосредственно связано с применяемым способом получения порошковых смесей, определяя в дальнейшем поведение сплава при деформационном упрочнении и стабильности его свойств.

При выборе способа введения упрочняющей фазы следует стремиться к получению дисперсной структуры, что, однако, не всегда достижимо, особенно в случае упрочнения химически активных металлов.

Перевод порошковых смесей в компактное состояние осуществляется формированием, спеканием с дегазацией и горячей деформацией. В компактной заготовке должен быть сохранен, по возможности, уровень дисперсности и характер распределения упрочняющей фазы, определяемый условиями получения порошковых смесей. Более того, в ряде случаев за счет изменения морфологии и измельчения частиц упрочняющей фазы при деформации удастся существенно улучшить структурные параметры по сравнению с исходными порошковыми смесями.

В общем случае компактная заготовка может и не обладать необходимым уровнем свойств из-за отсутствия в ней оптимальных дислокаций субструктуры, однако очень часто получение товарного сплава заканчивается переводом порошковых заготовок в компактное состояние.

Высокий запас пластичности, связанный с относительно небольшим объемным содержанием упрочняющей фазы, позволяет путем деформации и термической обработки заготовок (сутуночная полоса, пруток, трубная заготовка и др.) сформировать в процессе получения полуфабрикатов стабильную дислокационную субструктуру и добиться многократного, по сравнению с заготовкой, повышения прочности.

Конкретные пути решения перечисленных задач будут подробнее описаны в последующих главах. Однако совершенно очевидно, что решать их следует с учетом взаимосвязи и взаимовлияния, хотя каждая из них и имеет самостоятельное важное значение. [157]

Присутствие в металлической матрице дисперсных фаз повышает сопротивление материала пластической деформации (эффект дисперсного упрочнения). Различают дисперсноупрочненные и дисперсионнотвердеющие (старяющиеся) сплавы. Автор в работе [158] описывает процесс старения

материала, который характеризуется выделением и последующим растворением дисперсных частиц в основном твердом растворе при изменении температуры, с прохождением через различные структурные состояния метастабильной фазы.

Для достижения полной совместимости (несмачиваемости) дисперсной фазы с матрицей, она должна быть представлена либо тугоплавкими оксидами, либо другим металлом, нерастворимым в металле матрицы. Примером такого сплава является система Ni-Ag, где никель нерастворим в серебряной матрице и образует отдельную дисперсную фазу.

При взаимной нерастворимости дисперсной фазы и матрицы в дисперсноупрочненных сплавах достигается стабильность распределения упрочняющих дисперсных включений даже при повышенных температурах вследствие сильного подавления процессов их агломерации.

Напротив, выделившиеся частицы в стареющих сплавах при соответствующей температуре могут расти в процессе диффузии.

Неодинаковая термодинамическая стабильность дисперсных частиц позволяет по-разному использовать прочностные свойства материалов. Так, прочность стареющих сплавов полностью проявляется только при низких температурах ($<0,5T_{пл}$); в то же время сплавы надежно работают и выдерживают долговременные нагрузки.

На основании сказанного можно сделать вывод, что по сравнению со стареющими разработка дисперсно-упрочненных спеченных материалов предпочтительнее.

Авторами в [128] отмечено, что наличие в шихте ультрадисперсных частиц сказывается на механические свойства порошкового материала, что объясняется с механизмами движения дислокаций. Если кристаллическая решетка ультрадисперсных частиц взаимосвязана с решеткой железой матрицы, то отмечено, что плоскость скольжения дислокаций может пройти через частицу. Этому процессу можно помешать разнообразными способами.

В работе [128] показано, что в технические сплавы могут добавлять различные добавки.

Если кристаллографическая взаимосвязь структур железного или легированного порошка и вводимой ультрадисперсной частицы относительно невысока, то вокруг частиц возникает поле напряжений, которое тормозит движение дислокаций. Для того, чтобы дислокация преодолела действие этих напряжений необходимо в несколько раз увеличить внешнее воздействие, чтобы дополнительное напряжение дислокации повысилось на величину движения дислокаций на значение $\sigma_j' - \sigma_{eff}$ (рис.1.7) [128].

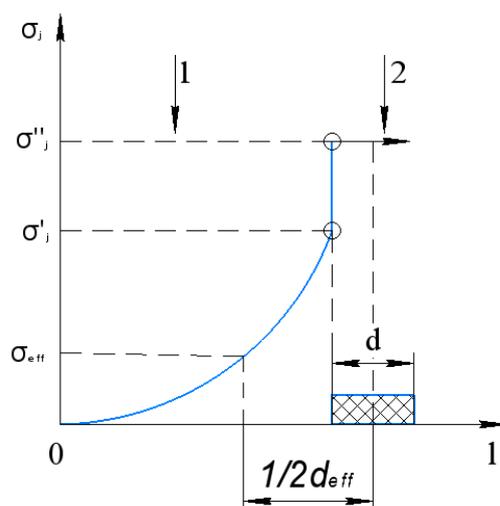


Рис.1.7 – Характер изменения внутренних напряжений, возникающих вокруг частицы от расстояния: 1- матрица материала; 2- ультрадисперсная частица

Размер поля напряжений по отношению к дислокациям описываю так, чтобы размер ультрадисперсных частиц приближался до эффективного размера d_{eff} .

Для того чтобы дислокация имела возможность войти в кристаллическую решетку частицы, прикладываемая сила- напряжение должна быть примерно увеличена на значение $\sigma_j'' - \sigma_j'$. Возникает вероятность возникновения антифазных поверхностей раздела на границе ультрадисперсная частица - матрица (Рис. 1.8).

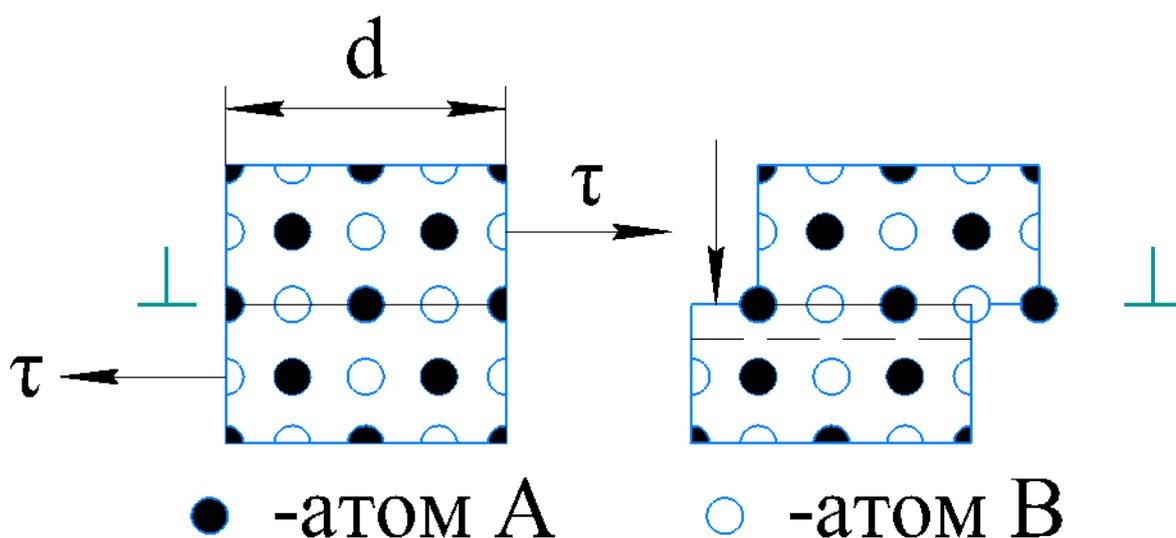


Рисунок 1.8 – Схема создания плоскостей раздела по границе ультрадисперсная частица-железная матрица и внутренних противофазных границ (штриховая линия) при срезании дислокациями частиц с более упорядоченной структурой

Перерезание ультрадисперсных упорядоченных частиц дислокациями матрицы требует дополнительных энергетических затрат и сопровождается образованием новых дефектов (дислокационных пар) внутри самих частиц вследствие сдвига их упорядоченной структуры. Это означает, что упрочнение такими дисперсными частицами более эффективно по сравнению с неупорядоченными частицами, так как на их перерезание требуются более высокие напряжения и энергии активации процесса. (рис. 1.9).

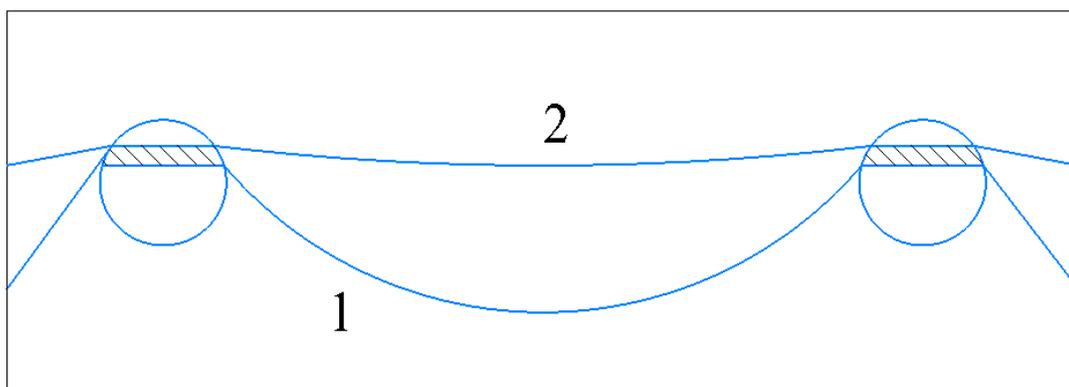


Рисунок 1.9 – Образование и действие (переход из 1 в 2) дислокационной пары

Авторы в работе [129] отмечают следующее: в случае несоответствия систем скольжения в дисперсной частице и матрице может происходить процесс перерезания частицы дислокациями матрицы. Для этого необходимо выполнение следующих условий:

1. Поля напряжений, создаваемые скоплениями дислокаций в матрице вокруг дисперсной частицы, должны быть достаточными для инициирования систем скольжения внутри самой частицы.

2. Индуцированные напряжения должны превышать критическое напряжение сдвига в частице.

3. В результате перерезания частицы дислокации матрицы могут поглощаться частицей с одной стороны и возникать вновь с другой стороны частицы.

При высоком сопротивлении сдвигу дисперсных частиц процесс их перерезания дислокациями матрицы затруднен. В этом случае дислокации предпочитают огибать частицы, а не перерезать их. Формируется линия огибания частиц дислокациями. Линия огибания постепенно искривляется между частицами с увеличением радиуса кривизны. При достижении

критического радиуса кривизны ближайшие сегменты дислокаций начинают двигаться и аннигилировать. Таким образом, высокое сопротивление сдвигу дисперсных частиц способствует не их перерезанию, а огибанию дислокациями с формированием изогнутой линии огибания между частицами. Этот процесс продолжается до тех пор, пока локальные напряжения не станут достаточными для движения и аннигиляции сегментов дислокаций матрицы. (рис. 1.10)

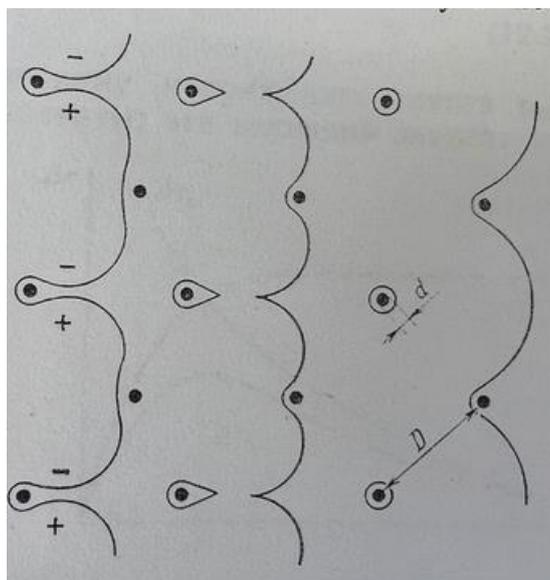


Рисунок 1.10 – Процесс прохождения линии дислокации через ультрадисперсные частицы (механизм Орована)

На схеме четко можно увидеть, что после огибания частиц или препятствия остаются дислокационные петли.

Для адекватного описания упрочнения дисперсно-упрочненных материалов на разных стадиях пластической деформации необходимо привлекать разные модели и учитывать различные механизмы взаимодействия дислокаций с дисперсными частицами, помимо модели Орована для начальных стадий деформации.

Спрос на высокопрочные спеченные детали и фрикционные материалы, выдерживающие большие нагрузки (прежде всего в автомобилестроении),

дал толчок к энергичному производству изделий из дисперсионнотвердеющих сплавов, получаемых методом порошковой металлургии. В случае, когда при изготовлении спеченных материалов необходимо использовать эффект спекания с образованием твердого раствора, учитывая связанную с ним деформацию, применяют порошковую смесь из заранее легированных компонентов; в другом случае используют готовые легированные порошки.

В работе [129] приведены сведения о разработке дисперсноупрочненных материалов. По опубликованным работам можно судить, что авторам удалось получить из алюминиевого порошка спеченную заготовку, прочность которой была значительно выше прочности чистого алюминия и оставалась постоянной при высоких температурах. Этот материал, названный исследователями САП (спеченный алюминиевый порошок), явился прототипом дисперсноупрочненных сплавов, которые изготавливаются самыми разными способами.

Спеченные дисперсные сплавы представляют собой металлическую матрицу с оксидным (редко карбидным или чисто металлическим) дисперсоидом (фазой-упрочнителем). Различные сочетания матриц с фазами-упрочнителями из других материалов находятся на стадии исследования.

В отличие от старения, где фаза-упрочнитель зарождается в самом материале в процессе термообработки, в данном случае частицы фазы-упрочнителя диаметром 10^{-5} — 10^{-4} мм специально добавляются в порошок основного металла. Основные способы получения легированных порошков представлены в табл. 1.4. Дальнейшая их обработка осуществляется, как правило, по обычной технологии порошковой металлургии: прессование, спекание, а в данном случае и горячее прессование.

Таблица 1.4 – Способ получения дисперсноупрочненных спеченных материалов

Исходное состояние матрицы	Диспергированная фаза	Способ получения	Пример
Механическая смесь порошков	Порошок	Размол в высокопроизводительных мельницах (механическое легирование)	Cu-Al ₂ O ₃ Al-C (смесь) Al-Al ₄ C ₃ (материал)
Химически и электрохимически осаждаемый раствор солей	Раствор солей	Осаждение нерастворимых соединений; селективное восстановление металлической матрицы	Ag-Ni Ni-Al ₂ O ₃ Ni-ThO ₂ Ag-CdO
	Золь оксида или тонкодисперсная суспензия	Осаждение нерастворимых соединений с примесью суспензии; селективное восстановление	Ni-ThO ₂
	Тонкодисперсная суспензия	Электролитическое осаждение порошка с одновременным созданием суспензии	Ni-SiC Pb-Cu Ni-Al ₂ O ₃
Осаждение из расплава	Тонкодисперсный порошок	Диспергирование расплава с помощью ультразвука	Al-B ₄ C
	Растворение в расплаве	Осаждение второй фазы путем кристаллизации или распылением порошка	Al-AlNi ₃ Al-AlFe ₃
Осаждённые в твердом состоянии порошок или компактная заготовка	Твердый раствор в матрице	Окисление выделений второй фазы путем диффузии кислорода в матрицу (внутреннее окисление)	Cu-Al ₂ O ₃ Ag-CdO
Осажденный в твердом состоянии порошок	Поверхностное окисление	Распыленный или размолотый порошок подвергается дальнейшему размельчению для повышения доли оксидов и равномерного их распределения	Al-Al ₂ O ₃ Pb-PbO

Для получения высокоплотных и прочных спеченных материалов необходимо учитывать влияние тонкодисперсных фаз на пластическую деформацию порошковых заготовок при спекании и включать в технологический процесс операцию горячей деформации, а также использовать дисперсные частицы, стабилизирующие мелкозернистую структуру. При этом для различных групп материалов требуется разработка специальных технологий изготовления спеченных изделий.

Разработка количественной теории упрочнения при деформации и термической обработке представляет чрезвычайно сложную задачу. Которая удовлетворительно не решена еще даже для однофазных сплавов.

В работе [159] авторами предложена модель, исходящая из того, что накопление в процессе деформации остаточных дислокационных петель вокруг частиц в результате действия механизма Орована создает обратное напряжение, которое должны преодолевать дислокации, движущиеся в плоскостях скольжения, где расположены остаточные петли. Однако проведенные в соответствии с этой моделью расчеты не согласуются с экспериментальными данными, поэтому в настоящее время для описания эффекта упрочнения при деформации и термической обработке чаще пользуются качественными представлениями [159].

Автором в работе [160] предложена энергетическая модель, согласно которой упрочнение определяется накоплением энергии в результате деформации. При этом также, как и в чистых металлах, результатом накопления энергии является повышение плотности дислокаций и формирование субструктуры, состоящей из ячеек, разделенных стенками с высокой плотностью дислокаций. В отличие от чистых металлов накопленная энергия деформации полностью не выделяется при рекристаллизации благодаря повышенной устойчивости структуры [160].

В ряде исследований сообщается, что при обработке с высокими степенями деформации в дисперсноупрочненных сплавах на границе раздела

частица – матрица вследствие образования мощных скоплений дислокаций возникают микропоры. В работе [161] автор при электронно – микроскопических исследованиях фольг сплавов ТД-никель ($\text{Ni}+2.0\%\text{ThO}_2$) и ТД- нихром ($\text{Ni}+20\%\text{Cr}+2\%\text{ThO}_2$) показал, что после прокатки поры имеют форму эллипсоида и вытянуты в направлении деформации [161].

Автор в работе [161] отмечает, что «поры вокруг частиц внутри зерна значительно меньше, чем поры вокруг частиц на границе зерен. В последнем случае, вероятно, облегчается диффузионный рост пор. Образование пор наблюдается не только при холодной, но и при горячей деформации. Последующий нагрев приводит к залечиванию пор, однако, например, в ТД- никеле многие поры сохраняются до 1315°C » [161].

На образование пор не может не влиять дисперсность упрочняющей, так как с увеличением размера частиц значительно возрастают напряжения, необходимые для генерирования дислокаций [162]. Поэтому в одинаковых по составу сплавах, имеющих разные размеры частиц и неодинаковый характер их разделения, условия образования пор могут быть различными.

Подробный анализ литературы [128, 151-162] показал, что для формирования структуры дисперсноупрочненных сплавов в процессе деформации и термической обработки характерно следующее:

1. присутствие дисперсных частиц упрочняющей фазы затрудняет формирование ячеистой структуры при деформации;
2. структура дисперсноупрочненных сплавов в деформируемом состоянии характеризуется высоким уровнем упругих микроискажений решетки, которые весьма устойчивы и не снимаются высокотемпературным отжигом;
3. закрепление дислокаций на частицах тормозит формирование центров рекристаллизации;
4. процесс первичной рекристаллизации развивается при более высокой, чем для чистых металлов, температуре. Число зародышей очень велико, в

результате чего первичная рекристаллизация протекает по механизму, сходному с возвратом;

5. В определенных условиях возможен аномальный рост зерен (вторичная рекристаллизация). Образующиеся крупные зерна имеют тонкую субструктуру с большой плотностью высокоугловых и малоугловых границ.

Указанные особенности позволяют путем рационального подбора условий деформации и термической обработки формировать структуру, в максимальной степени отвечающую требованиям эксплуатационных свойств сплавов.

1.8. Выводы по литературному обзору. Постановка целей и задач исследования

На основании анализа технической и научной литературы сформулированы следующие выводы.

Порошковая металлургия представляет собой, эффективный и рациональный метод производства изделий, обладающий существенными преимуществами по сравнению с традиционными машиностроительными производствами, выраженными в уменьшении трудоемкости и энергозатратности, в повышении производительности. Порошковая металлургия, основываясь на научных достижениях, постоянно развивается, что выражается как в совершенствовании существующих, так и в появлении новых технологических процессов, в расширении номенклатуры исходных материалов.

Горячая штамповка пористых порошковых изделий обеспечивает производство высокоплотных изделий сложной формы и высокой точности, материал которых обладает комплексом высоких механических и эксплуатационных характеристик, что ставит её в ряд наиболее эффективных методов для производства широкой номенклатуры деталей. При этом следует

отметить, что теоретические положения горячей штамповки пористых формовок отличаются от деформационных зависимостей, установленных для монолитных материалов.

Качество горячедеформированных порошковых материалов в значительной мере определяется степенью завершенности межчастичного сращивания на контактных поверхностях, сформированных на различных технологических стадиях процесса их получения. Отличительной чертой зоны сращивания является её морфология, характеризуемая наличием особенностей, отличающих её от зернограничной границы поликристаллического монолитного материала. К ним относятся включения второй фазы, субмикропоры и неравновесные сегрегации примесных и легирующих элементов. Введение понятия межчастичной поверхности сращивания методологически оправдано структурными особенностями зоны сращивания. Ее взаимодействие со структурными дефектами этой зоны в условиях термдеформационного воздействия на уплотняемый порошковый материал определяет условия преобразования в межзеренную границу.

Поведение межчастичной поверхности сращивание можно рассматривать с позиций описания большеугловых границ зерен, несмотря на то, что состояние теории строения и миграции границ зерен следует оценить как дискуссионное.

Для достижения высокого уровня физико–механических свойств порошковых сталей используются рациональное комплексное легирование и термическая и химико–термическая обработки. Однако, теоретические основы комплексного легирования конструкционной стали к настоящему времени в полном виде еще не созданы, что затрудняет анализ поведения стали в процессе формирования структуры, термической обработки и механической нагрузки. Недостаточны сведения о протекании фазовых превращений и изменении механических свойств порошковых сталей, легированных более чем двумя элементами, хотя даже имеющиеся немногочисленные результаты

позволяют утверждать, что на прочностные характеристики спеченных сталей комплексное легирование оказывает благоприятное влияние.

Термообработка порошковых сталей требует специальных подходов и разработки особых режимов и технологий, поскольку прямой перенос известных методов термообработки с литых/кованных сталей на порошковые затруднен или невозможен из-за их уникальных свойств и особенностей структуры.

Авторы отмечают, что пористость, присущая порошковым сталям, является ключевым фактором, определяющим особенности протекания различных процессов при их термической обработке, поэтому изучение влияния пористости на эти процессы является центральной темой исследований в данной области.

Однако большая часть этих работ посвящена исследованию особенностей термообработки простых углеродистых спеченных сталей и в меньшей степени – легированных. Практически нет работ по термообработке порошковых легированных горячедеформированных сталей. Среди них особое место занимают молибденовые и никельсодержащие стали. Молибден упрочняет сталь, повышает устойчивость сталей против отпуска, особенно после закалки с высоких температур, что обусловлено выделением в критической области тонкодисперсных специальных карбидов. Никель является одним из немногих элементов, при введении которых в сталь повышаются одновременно как прочностные характеристики, так и сопротивление хрупкому разрушению. Никель повышает устойчивость переохлажденного аустенита, повышая закаливаемость стали. Совместное легирование этими элементами, а также с медью позволяет повысить механические свойства стали. При этом повышается не только прочность, но и ударная вязкость сталей.

Из анализа литературных данных следует, что добавки ультрадисперсных порошков металлов, концентрация которых у разных

авторов изменяется от 0,01 до 10,0 %, в ряде случаев существенно ускоряют уплотнение при значительном уменьшении температуры и времени спекания порошковых материалов. Это явление объясняется взаимодействием добавляемых металлов с основными, в результате которого в структуре частиц спекаемого порошка повышается концентрация вакансий, обуславливающая увеличение текучести материала.

Добавление в шихту порошков вольфрама, молибдена, никеля и меди, и углерода совместно с любым из перечисленных материалов в состоянии ультрадисперсных частиц показано, что гомогенизация материалов происходит при более низкой температуре.

Отмечено, что при восстановительном отжиге порошковых сталей, содержащих элементы никеля и молибдена, происходит взаимодействие введенных элементов с частицами железа, что приводит к улучшению структуры и повышению механических свойств спеченных образцов.

Анализ представленных работ показывает, что важным технологическим этапом является подготовка шихты, в которой содержатся ультрадисперсные частицы. Правильно подобранные режимы шихтоприготовления благоприятно сказываются на следующие параметры: увеличение плотности, формирование качественного контакта между частицами, равномерное распределение компонентов в структуре.

Проведение научных работ, посвященных исследованию процессов формирования качественного межчастичного сращивания спеченных и горячедеформированных материалов из легированных и чистых железных порошков, является одним из приоритетных направлений порошковой металлургии.

Подробный анализ работ, связанных с формированием межчастичного сращивания, показал, что полное представление одного из самого важного процесса как межчастичное сращивание, строится не на единичном факторе, а учитывает в совокупности многообразие наблюдаемых явлений.

Таким образом, анализ и обобщение имеющихся знаний о процессе сращивания частиц в горячедеформированных порошковых сталях позволит четко определить задачу и направление дальнейшего исследования в рамках диссертационной работы.

Целью работы является разработка научно–технологических принципов формирования межчастичного сращивания спеченных и горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами при применении методов объемной деформации для достижения высокого уровня функциональных свойств.

В соответствии с указанной целью в работе поставлены следующие задачи:

1. Исследовать и теоретически проанализировать кинетику образования контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием при различных уровнях деформационного, термического и термодформационного воздействия на технологических стадиях получения спеченной и горячедеформированной порошковых сталей.

2. Выявить механизмы развития межчастичного сращивания на стадиях формирования спеченной и горячедеформированной порошковых сталей и исследовать влияние степени его завершенности на уровень механических свойств.

3. Исследовать влияние ультрадисперсных частиц на процессы, сопровождающие формирование спеченной и горячедеформированной порошковых сталей, и определить их оптимальное содержание.

4. Определить влияние морфологических особенностей структуры зоны сращивания на характер разрушения спеченной горячедеформированной порошковых сталей.

5. Исследовать кинетику фазовых превращений при термической обработке спеченной и горячедеформированной порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными добавками.

6. Разработать принципы оптимизации технологии получения спеченной и горячедеформированной порошковых сталей с заданным уровнем функциональных свойств, промышленные технологии изготовления изделий, реализованные в производственных условиях.

ГЛАВА 2 ИСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ, МЕТОДЫ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЙ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ

2.1 Характеристики исходных материалов

В работе использовались железные порошки производства ПАО «Северсталь» (Россия) и фирмы «Хёганес» (Швеция) (таблица 2.1). Железные порошки производства ПАО «Северсталь» выпускаются согласно ТУ 14-5402-2002 и ТУ 14-5365-98 [163,164]. Характеристика порошков Хёганес приведена в [165].

Таблица 2.1– Применяемые порошки, способы их получения и страна изготовитель [163-165]

Марка порошка	Страна и предприятие изготовитель	Способ получения порошка
ПЖРВ 2.200.26 ТУ 14–1–5365–98	Россия, ПАО «Северсталь»	Распыление потоком сжатого воздуха, восстановительный отжиг
ПЛ–Н4Д2М ТУ 14 –5402 2002		Отжиг диффузионно–восстановительный распыленного порошка
ABC100.30	Швеция, фирма «Höganäs»	Распыление водой расплава
Astaloy 0,85Mo		Распыление водой легированного расплава, содержащего 0,85% Мо [165]
Distaloy HP–1		Диффузионное легирование порошка Astaloy 0,85Mo:1,5% Мо+4% Ni,2% Cu [165]

Данные порошки используются на отечественных предприятиях, для изготовления изделий различного назначения, изготовленных по технологиям порошковой металлургии. В настоящей диссертационной

работе рассматривается влияние морфологии частиц, наличие на их поверхности примесных и легирующих элементов на протекание процессов гомогенизации и формирования межчастичного сращивания в получаемых сталях.

Химический состав исходных порошков представлен в таблице 2.2 [163,164] и [165].

Таблица 2.2– Химический состав исходных порошков [163-165]

Марка порошка	Содержание элементов, масс. %								
	C	O	Mo	Ni	Cu	Mn	Si	S	P
ПЖРВ2.200.26	0,02	0,25				0,15	0,05	0,015	0,02
ПЛ–Н4Д2М	0,02	0,25	0,4– 0,5	3,6– 4,4	1,3– 1,7	0,15	0,05	0,02	0,02
ABC 100.30	0,001	0,04	–	–	–	0,06	0,007	0,01	0,004
Astaloy 0,85Mo	<0,01	0,07	0,85	–	–	0,06	0,008	0,02	0,005
Distaloy HP–1	0,01	0,08	1,5	4	2	0,08	0,005	0,03	0,003

Согласно источнику [165]: Более низкое содержание молибдена в порошке Astaloy Mo по сравнению с порошком Astaloy 0,85Mo улучшает уплотняемость, но отрицательно сказывается на прокаливаемость сформированной стали.

Согласно источнику [165]: Спеченный материал из порошка Distaloy HP–1 характеризуется минимальной усадкой. При однократном прессовании и спекании добавление графита позволяет повысить предел прочности до 950 МПа .

Согласно источнику [165]: «ABC100.30 представляет собой распыленный железный порошок с отличной уплотняемость и химической чистотой. Его использование в первую очередь направлено на производство конструкционных деталей высокой плотности. Значения плотности до 7,4 г/см³. ABC100.30 также используется в технологиях формирования магнитомягких материалов». [165]

ТУ 14-5402-2002 [163]: «Порошок марки ПЛ-Н4Д2М производства компании Северсталь содержит 4% никеля, 1,5% меди и 0,5% молибдена разработан специалистами ЦНИИчермет им.Байкова. В его основе железный порошок линейки ПЖРВ. Конечный продукт представляет собой частично – легированную смесь, с отличной уплотняемостью (при давлении прессования 600МПа значения плотности составляют не менее 7,1 г/см³) [163]».

Морфология исследуемых порошков представлена на рисунке 2.1.

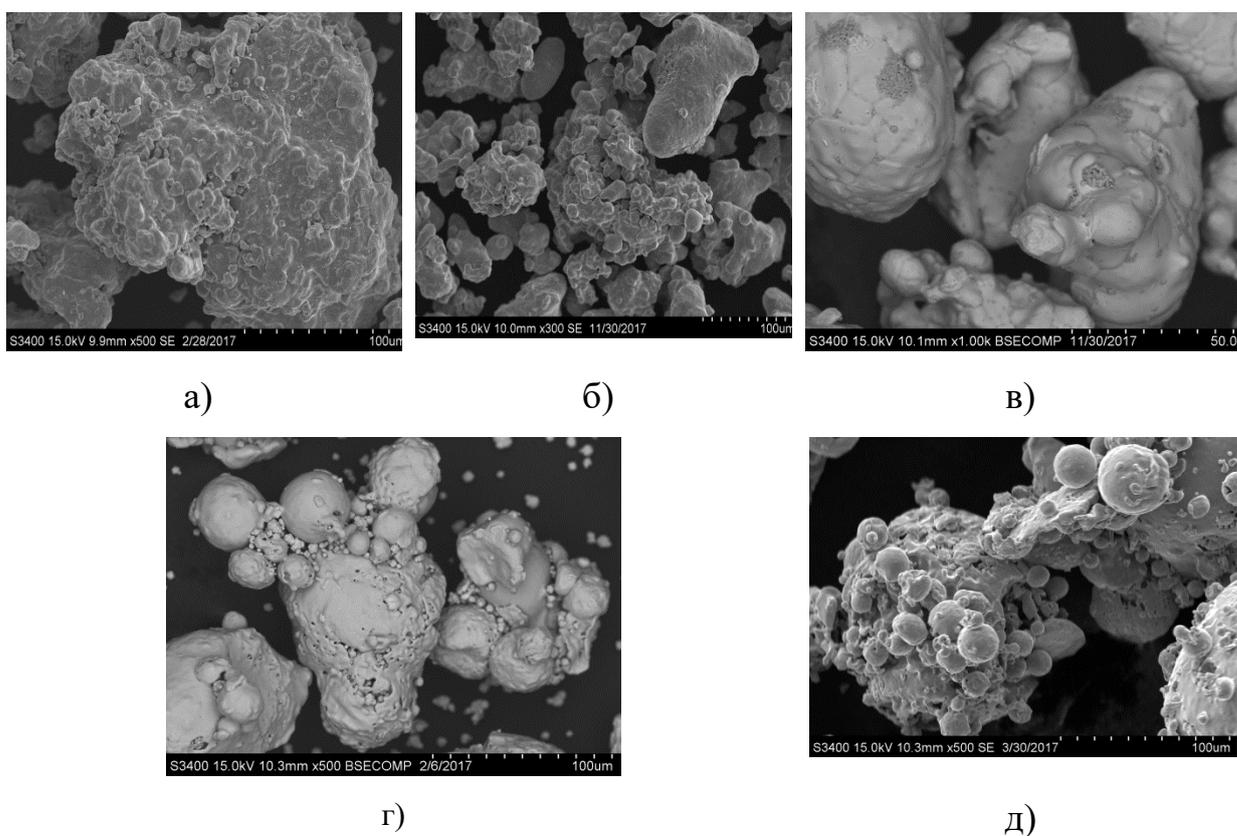


Рисунок 2.1 –Частицы порошка:

- а) Distaloy НР–1; б) Astaloy 0,85 Мо; в) АВС100.30;
 г) ПЛ–Н4Д2М; д) ПЖРВ 2.200.26

Согласно работам [8, 21, 83] концентрация легирующих и примесных элементов в поверхностных слоях частицы выше, чем в её объеме.

Химический анализ участков частиц металлического порошка и изломов спеченных и горячештапованных порошковых сталей анализировался с помощью Оже–электронной спектроскопии (ОЭС) на Оже–спектрометре

модели РНЖ–680 фирмы «Physical Electronics» [8, 166]. В аналитической камере Оже-спектрометра давление остаточных газов составляет $(1-2,4) \cdot 10^{-7}$ Па. Химический состав поверхностных слоев исследуемых порошков приведен в таблице 2.3.

Таблица 2.3 – Химический состав поверхностных слоев порошков

Марка порошка	Атомное содержание компонентов, %								
	Mo	Ni	Cu	C	O	P	S	Mn	Si
ПЖВ 2.200.26	–	–	–	25	19	8	8	5	6
ПЛ–Н4Д2М	0,4	1	0,5	28	18	8	7	6	8
ABC100.30	–	–	–	8	11	8	6	4	5
Astaloy 0,85Mo	5	–	–	12	16	10	11	4	6
Distaloy НР–1	10	0,8	0,5	11	17	8	7	4	5

Исследуемые порошки в виде шихты подвергались вдавливанию в прокатаную полосу индия (рис.2.2а). Для исследования консолидированных материалов разрушение образцов происходило непосредственно в камере Оже–спектрометра. Камеру вакуумировали и проводили охлаждение исследуемых образцов перед разломом жидким азотом (рис. 2.2б).

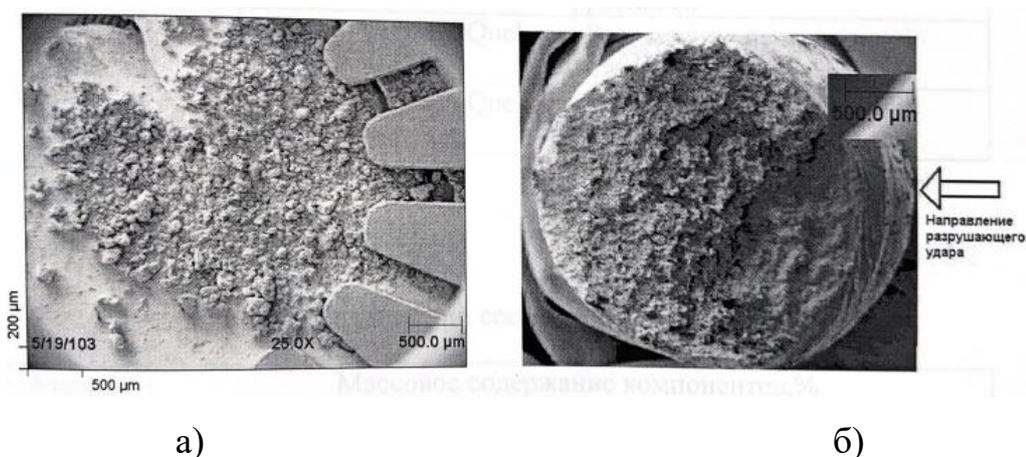


Рисунок 2.2 – Снимки порошковых образцов в аналитической камере Оже–спектрометра: а) металлическая шихты; б) излом образца после горячей штамповки

С целью получения полной информации по распределению легирующих и примесных элементов в объеме частицы порошка проводили распыление поверхностных слоев его частиц ионами аргона при количестве энергии ионного пучка 10-15 кэВ, которая сопоставима со скоростью травления 10^{-8} м/мин [166,167]. В результате данного анализа выявлены для каждого исследуемого порошка зависимости распределения элементов на поверхности его частиц. Полученные результаты представлены на рисунках 2.3–2.7.

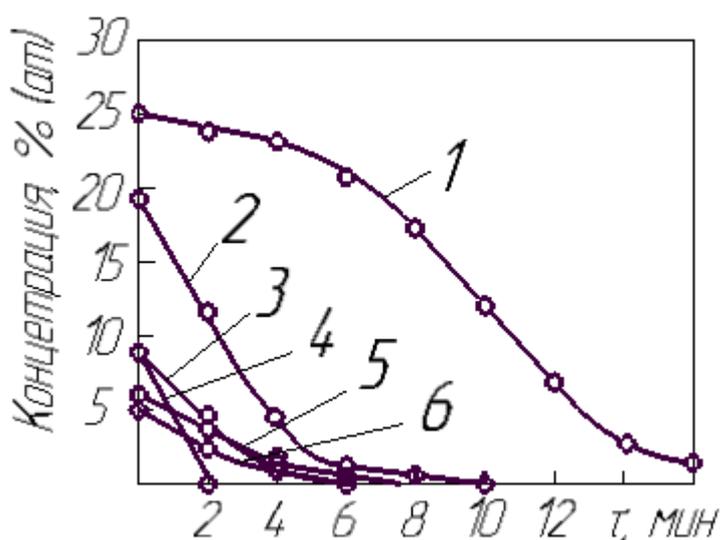
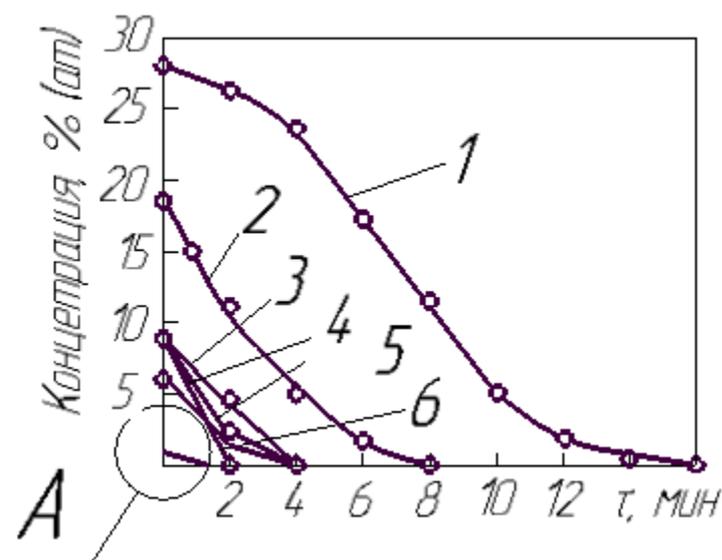


Рисунок 2.3– Распределение элементов на поверхности частиц порошка ПЖРВ2.200.26: 1–С; 2–О; 3–Р; 4–S;5–Si; 6–Mn



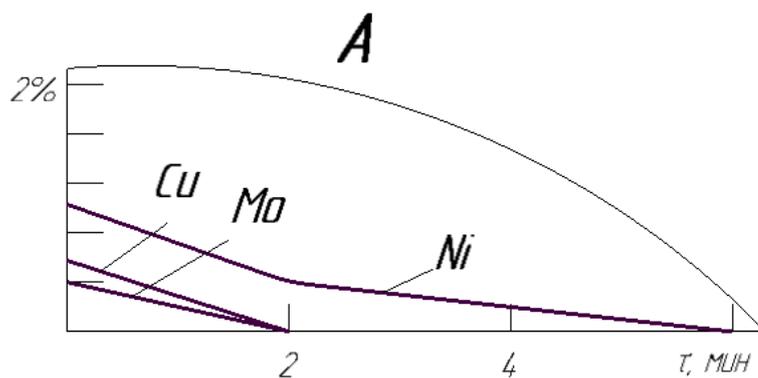


Рисунок 2.4 – Распределение элементов на поверхности частиц порошка ПЛ-Н4Д2М: 1-С; 2-О; 3-Р; 4-С; 5-Si; 6-Mn

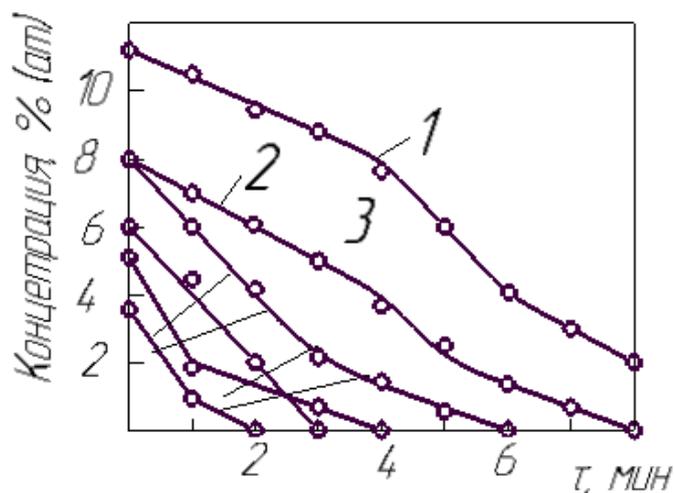


Рисунок 2.5 – Распределение элементов на поверхности частиц порошка АВС100.30: 1-О; 2-С; 3-Р; 4-С; 5-Si; 6-Mn

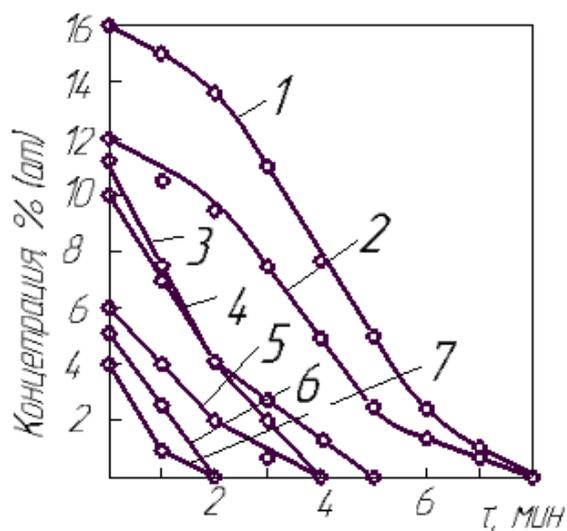


Рисунок 2.6 – Распределение элементов на поверхности частиц порошка Astaloy 0,85Mo: 1-О; 2-С; 3-S; 4-Р; 5-Si; 6-Mo; 7-Mn

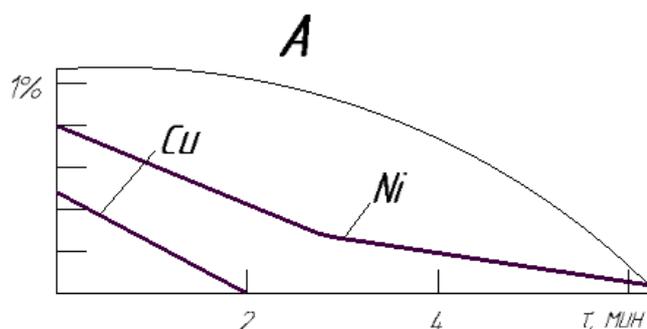
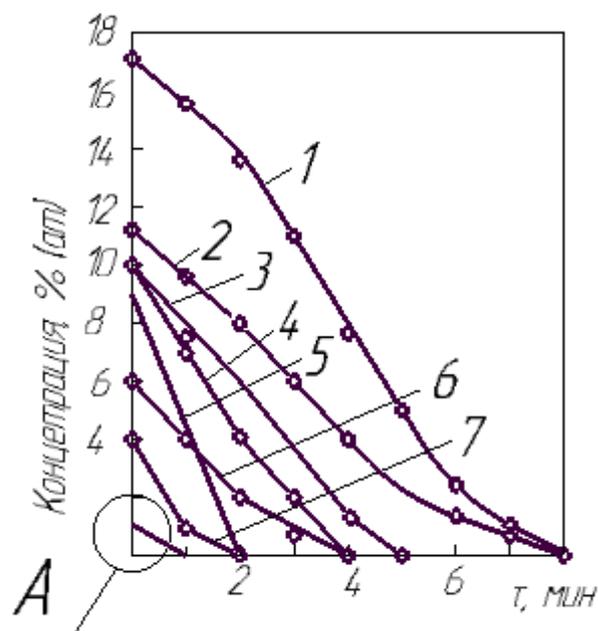


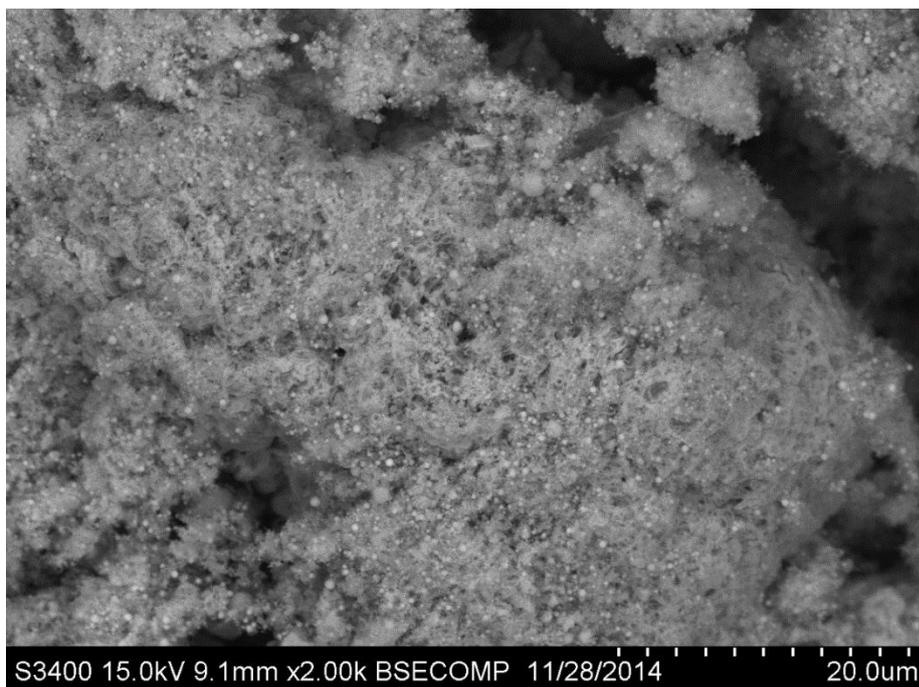
Рисунок 2.7 – Распределение элементов на поверхности частиц порошка Distaloy HP-1: 1–O; 2–C; 3–P; 4–S; 5–Mo; 6–Si; 7–Mn

Различия в распределении элементов связаны с технологией их получения.

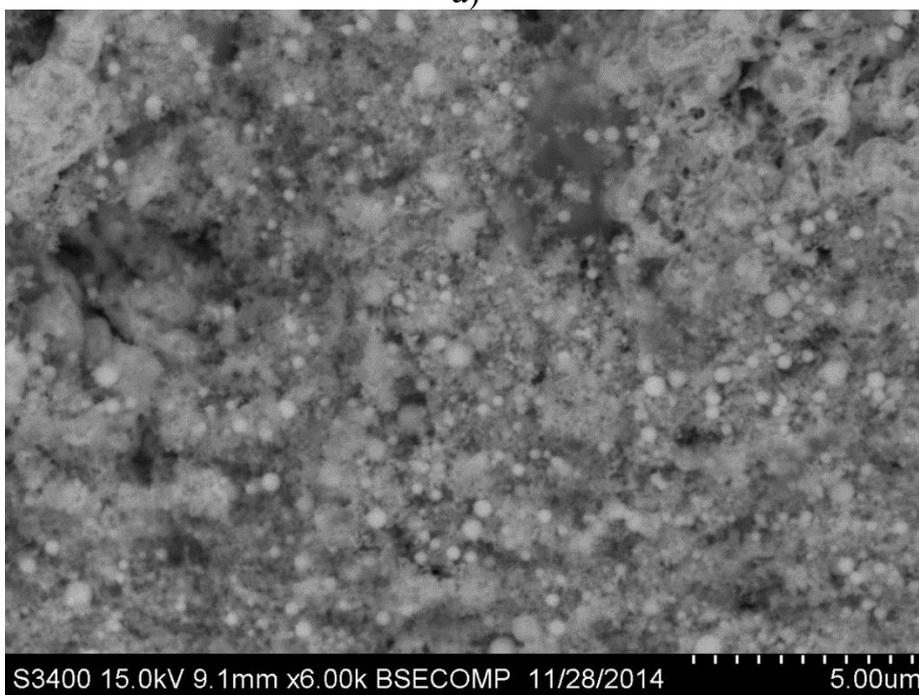
Характеристика ультрадисперсных частиц.

В работе были использованы 2 добавки в виде ультрадисперсных частиц: NiO и Si₃N₄. Представленные частицы изготовлены в организации «Плазмотерм» [169].

На рисунке 2.8. представлено РЭМ-изображение ультрадисперсных частиц оксида никеля. В таблице 2.5 приведены свойства частиц оксида никеля (NiO). Порошок имеет широкое распределение частиц по размерам и представляет собой индивидуальные частицы сферической формы [169].



a)



б)

Рисунок 2.8 – Снимки с РЭМ ультрадисперсных частиц NiO

Фазовый состав ультрадисперсных частиц NiO представлен на рис. 2.9

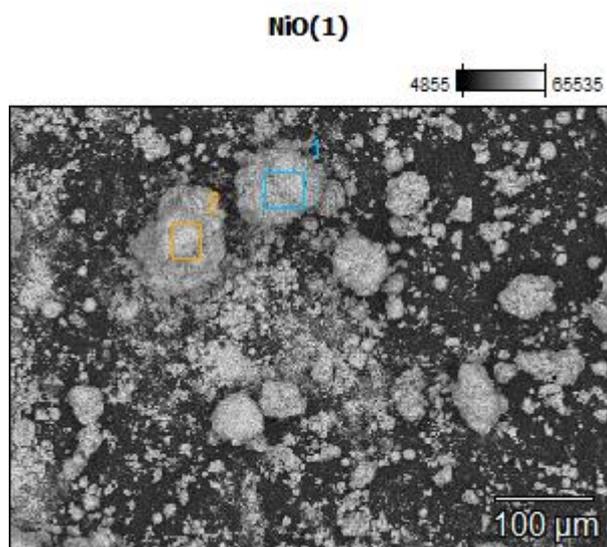
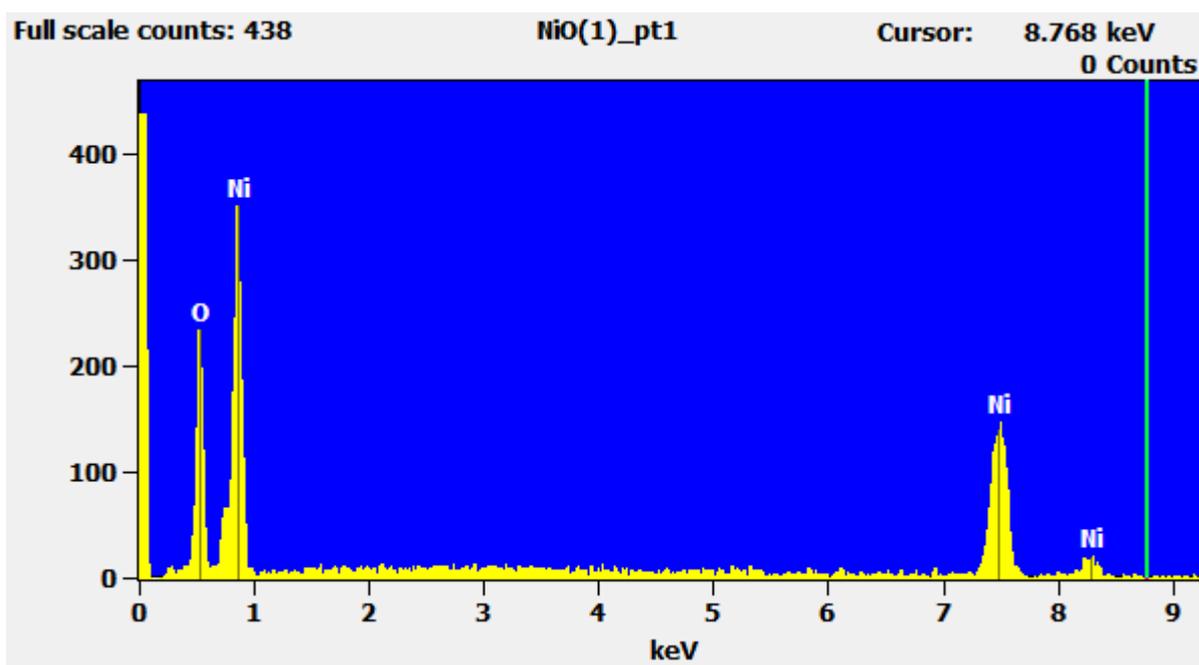
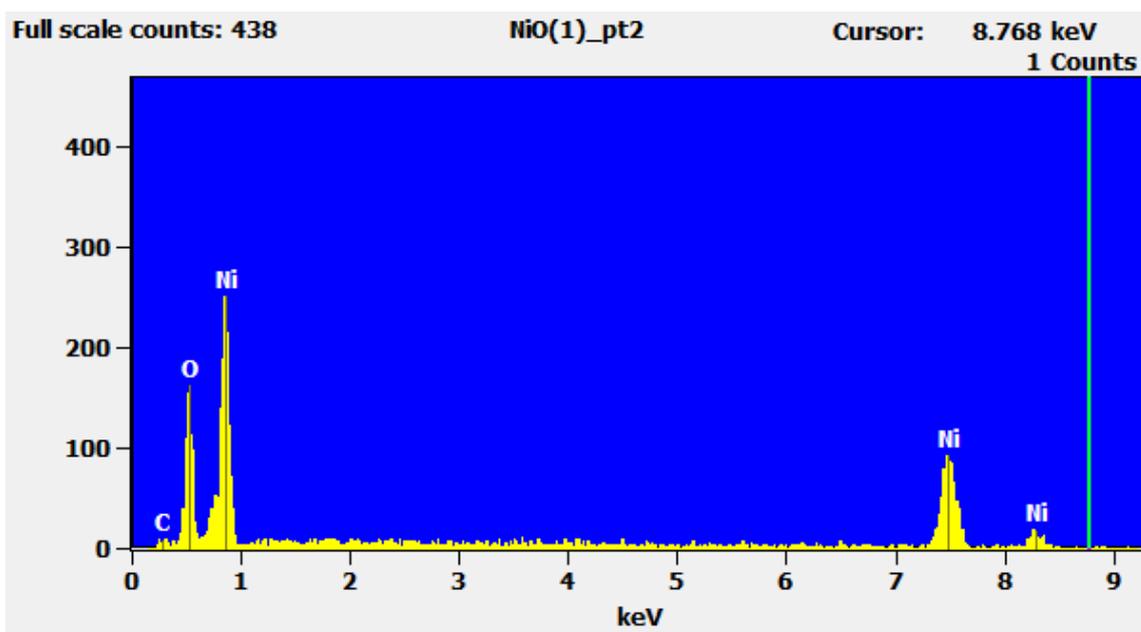


Рисунок 2.9 – РЭМ-изображение участков, с которого проводился фазовый анализ ультрадисперсного порошка NiO



a)



б)

Рисунок 2.10 – Фазовый состав ультрадисперсного порошка NiO

а) на участке 1; б) на участке 2

Таблица 2.4 – Фазовый состав ультрадисперсного порошка NiO

Весовые, %	O-K	Ni-K
NiO участок 1	13,6	86,4
NiO участок 2	14,6	85,4
Атомные, %		
NiO участок 1	36,6	63,4

Таблица 2.5 – Основные свойства и характеристики ультрадисперсного порошка оксида никеля

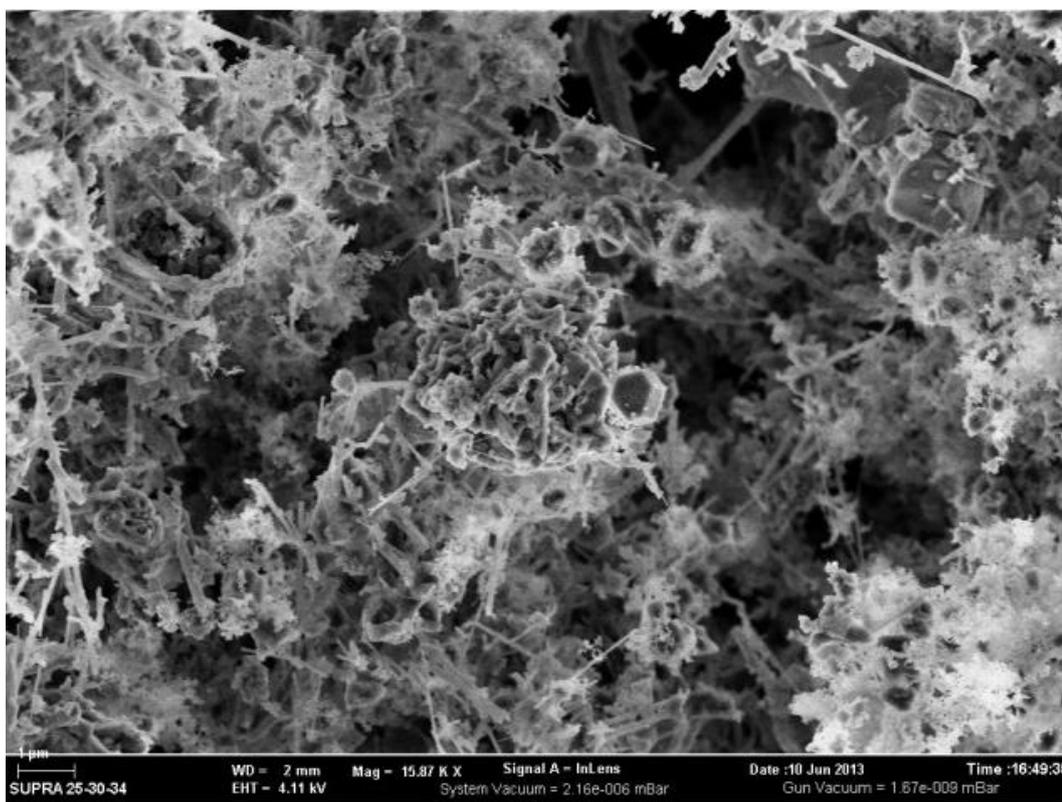
Технология получения	Плазмохимический синтез
Цвет порошка	черный
Размер частиц, нм	50–85
Средний размер агломератов, мкм	30-80
Удельная поверхность, м ² /г	5–20
Содержание основного компонента, %	99,8

Характеристики ультрадисперсного порошка нитрида кремния представлены в таблице 2.6 [169].

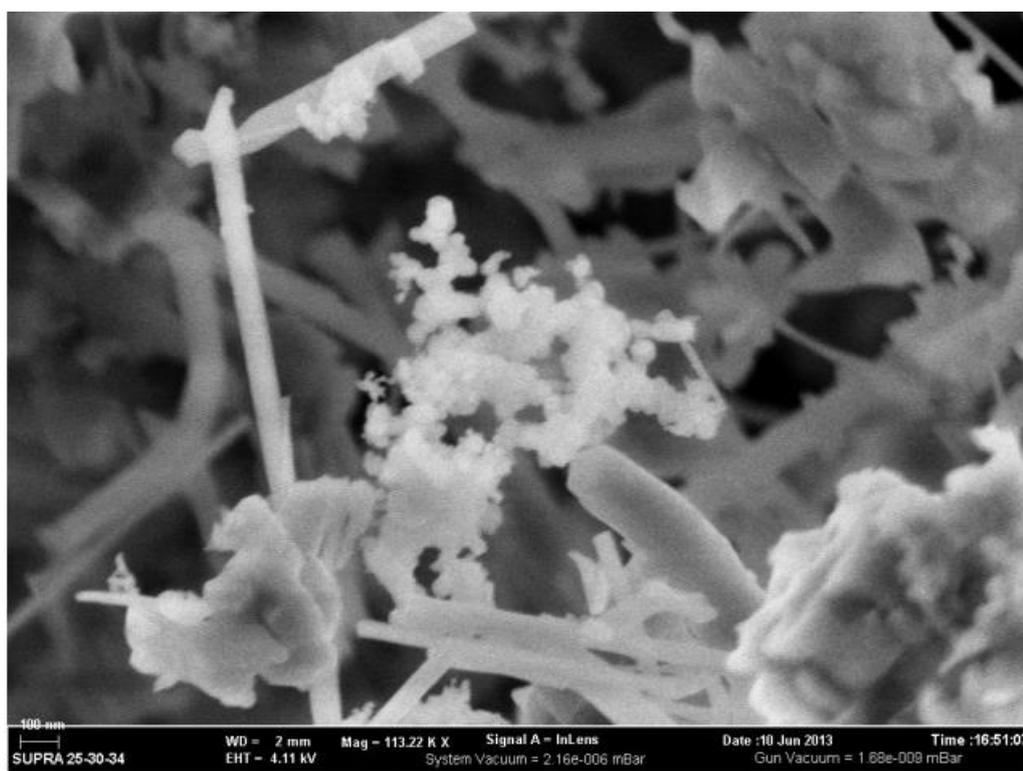
Таблица 2.6 – Характеристики ультрадисперсного порошка нитрида кремния

Параметр	Значение
Размер частиц, нм	10–30
Удельная геометрическая поверхность, м ² /г	50–140
Содержание основного компонента, %	99,75

Ультрадисперсные частицы имеют форму игл (рис.2.11). Как следует из информации, предоставленной производителем частиц, они образуют ворсистые хлопья после контактирования с водой и имеют постоянный размер частиц после ультразвуковой обработки.



a)



б)

Рисунок 2.11 – РЭМ снимок ультрадисперсных частиц Si_3N_4

“Поскольку ультрадисперсные частицы характеризуются развитой поверхностью, их поверхностная энергия очень велика и, следовательно, они имеют склонность к агрегатированию, перед использованием была проведена проверка гранулометрического состава сплава на анализаторе субмикронных частиц Beckman COULTER №5 с предварительной обработкой ультразвуком в среде изопропилового спирта. Результат показан на рисунке 2.12 [171].”

Образец: Si3N4	Модуль диспергирования: Hydro 2000S (A)	Модель анализа: General purpose	Плотность: 1.000 г/см ³
Коэффициент преломления частиц: 2.020	Поглощение: 0.1	Размерный диапазон: 0.020 - 2000.000 мкм	Затемнение: 4.86 %
Название дисперсанта: Water	Коэффициент преломления: 1.330	Взвешенная невязка: 0.823 %	Невязка: 1.174 %
Объемная концентрация: 0.0005 Объемных %	d (0.1) : 0.473 мкм	Средний арифметический диаметр: D(1,0) : 0.47 μm	
	d (0.5) : 1.195 мкм	Средний объемный диаметр: D(4,3) : 3.85 μm	
Тип распределения: Volume	d (0.9) : 6.712 мкм	Средний (по площади поверхности) диаметр: D(3,2) : 0.98 μm	
		Удельная поверхность: 6.1 м ² /г	

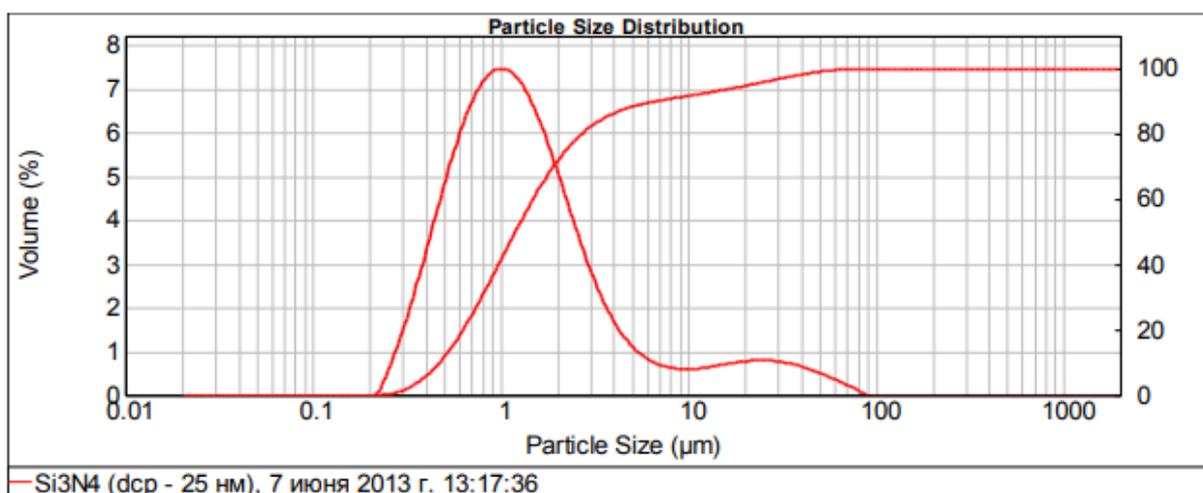


Рисунок 2.12 – Распределения (дифференциальная кривая и кривая накопления) ультрадисперсных частиц нитрида кремния по размерам

В шихту порошковых материалов вводили карандашный графит ГК-1 для получения порошковых сталей. Графит вводили в различных пропорциях (0,2-1,2%С). Основные его характеристики приведены в таблице 2.7.

Таблица 2.7 – Характеристики карандашного графита ГК–1

Показатель	Значение
Содержания углерода, мас. %,	98
Содержание золы, мас. %,	≈1
Прочие летучие соединения, мас. %,	≈0,5
Массовая доля влаги, мас. %,	≈0,5
Размер частиц порошка, мкм	50-80

2.2 Технология изготовления образцов, оборудование и оснастка

Порошковая металлургия позволяет выпускать широкий спектр деталей с различным уровнем нагруженности, при этом чем выше требования к нагрузочным параметрам, тем более сложной становится технология производства этих деталей (рис. 2.13) [170].

Технология изготовления деталей работающих при средних нагрузках сочетает в себе стадии прессования, гомогенизирующего спекания порошковых материалов, при этом, в зависимости от заданной пористости образцов, изменяют давления прессования в рабочих диапазонах от 400 до 900 МПа, диапазон температуры спекания составляет от 950°С до 1150°С. Увеличение стойкости к коррозии малонагруженных деталей выполняют операцию поверхностной обработки, при этом термическая обработка технологического процесса отсутствует.

Структура порошковых материалов, включающая различные фазы (феррит, феррито-перлит, перлит) и характерные для порошковой металлургии поры, является определяющим фактором, влияющим на прочностные свойства порошковых конструкционных изделий.

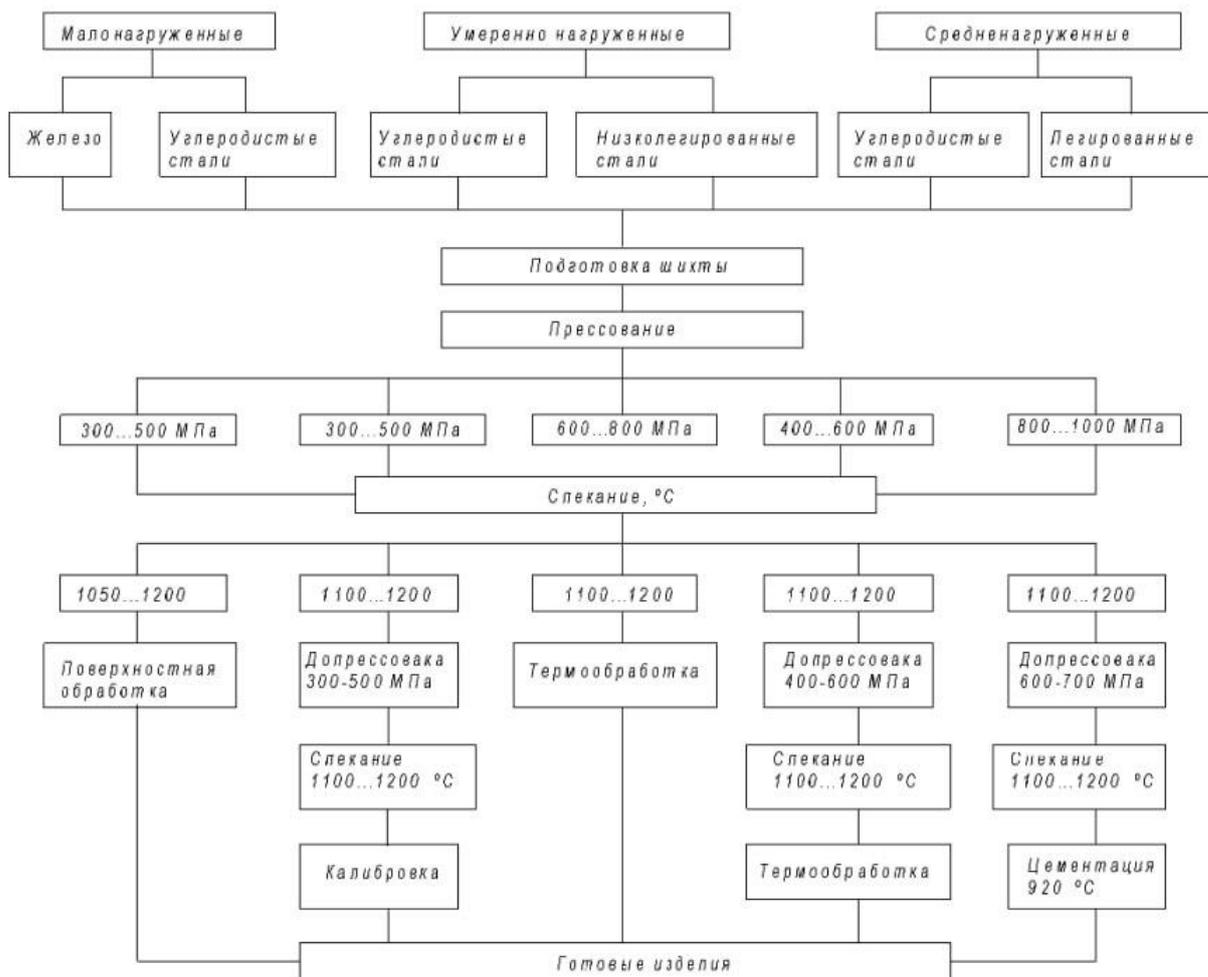


Рисунок 2.13 – Технологическая схема изготовления изделий из порошковых конструкционных материалов

Форма пор влияет на прочностные характеристики и определяется формой части исходного порошка с учетом влияния операций прессования и спекания на процесс порообразования. Резко снижают прочность детали поры, форма которых имеет острые углы в своем объеме. Форма пор в порошковых деталях зависит от исходной формы порошинок и условий их консолидации: сферические порошинки приводят к тетраэдрическим порам в прессовках и сферическим порам после спекания.

Неправильная форма пор характерна для изделий, получаемых из восстановленного металлического порошка, острые кромки притупляются при спекании, но маленькая плотность ($6,0-6,5 \text{ г/см}^3$) замедляет получение больших механических свойств. Изменение содержания графита ($0,1-1,0\%C$)

сильно не влияет, при этом σ_v равен 100-125МПа, твердость НВ 520-850. Для производства малонагруженных порошковых деталей применяют материалы СП 10-1, СПЗО-1, СП70-1, СП90-1 [170].

Использование двойного прессования и спекания с промежуточной допрессовкой применяется для изготовления плотных умеренно нагруженных порошковых деталей из сталей при сниженных давлениях для увеличения ресурса оснастки.

Структура и механические свойства (прочность, твердость) умеренно нагруженных порошковых деталей определяются проведением термической обработки и уровнем остаточной пористости материала. Структурные составляющие и параметры прочности могут варьироваться в широких пределах.

Комплекс технологических операций производства среднегруженных порошковых деталей обеспечивает формирование структуры с низкой пористостью и высокими прочностными характеристиками за счет термообработки [24].

Анализ технологических схем получения конструкционных порошковых деталей различной степени нагруженности показывает, что формирование структуры и свойств материала зависит от выбора технологии ее изготовления. В этой связи, в процессе изучения формирования межчастичного сращивания порошковых материалов на каждом технологическом этапе, предлагается технологическая схема проведения исследований (рис. 2.14).

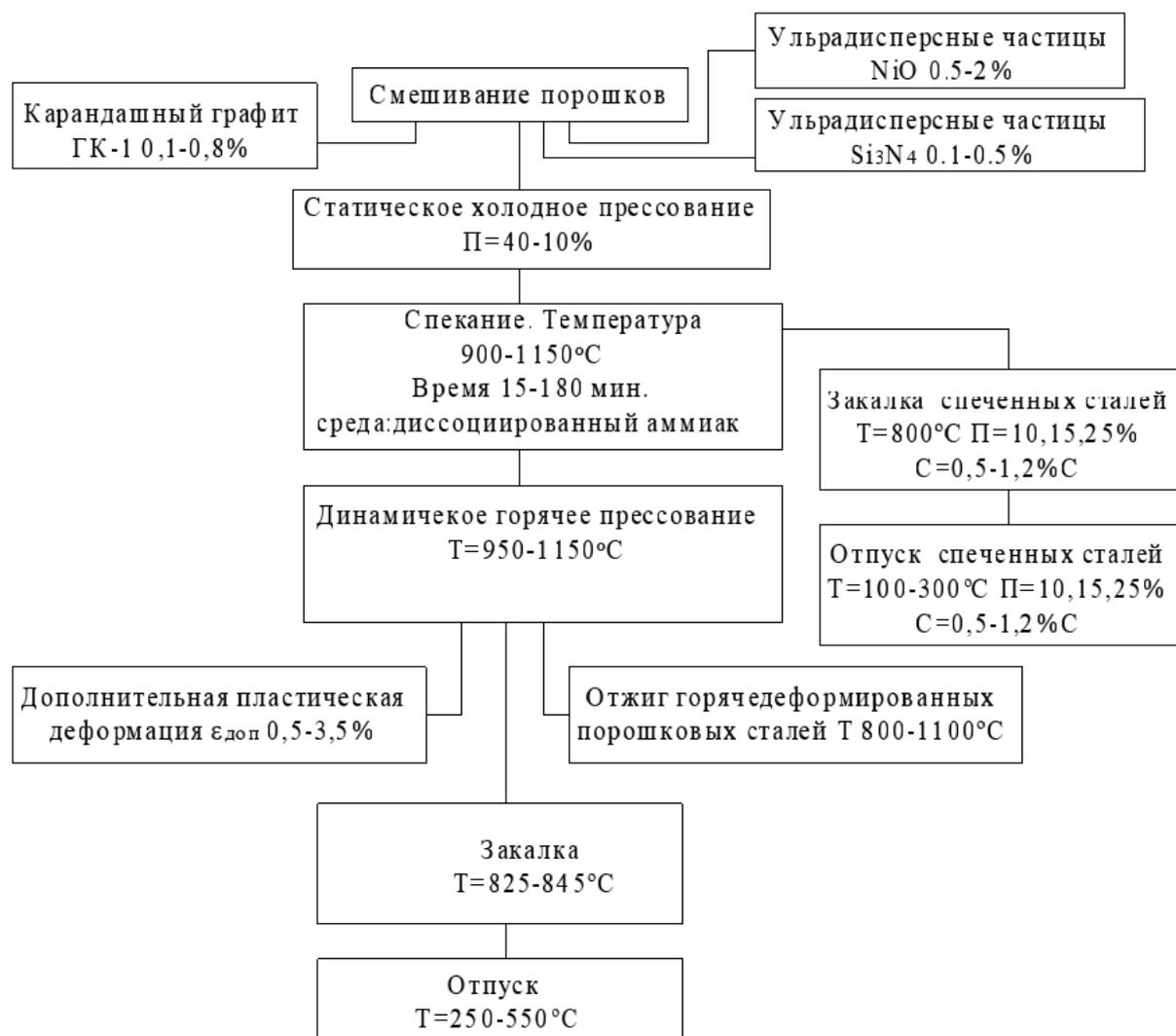


Рисунок 2.14 – Технологическая схема формирования спеченных и горячедеформированных сталей

2.2.1 Приготовление и смешивание порошковой шихты

Авторы в работах [26,27] отмечают следующие моменты этой технологической операции:

1. Смешивание компонентов порошковой шихты – одна из важнейших технологических операций
2. От однородности смеси (шихты), получаемой при смешивании, зависят механические и физические свойства готовых изделий.

3. Достижение хорошей однородности шихты позволяет сократить продолжительность и температуру последующих операций спекания заготовок или отжига изделий, снижая производственные затраты.

4. На качество шихты и, следовательно, на однородность влияют гранулометрический и химический состав порошков, их физико-химические свойства.

5. От качества шихты зависят производительность и эффективность всего процесса порошковой металлургии, включая объемы производства.

Операция смешивания порошковой шихты во многом определяет ее технологические свойства, а также оказывает значительное влияние на формуемость шихты и гомогенность материала после проведения процесса консолидации, а также оказывает значительное влияние на производительности технологического процесса изготовления изделий.

“С целью проведения исследований для получения порошковых материалов требуемого состава и свойств приготавливали шихту, состоящую из рассматриваемых порошков с добавлением карандашного графита ГК-1 в количестве 0,5 – 1,2% (от общей массы шихты), ультрадисперсных добавок нитрида кремния и оксида никеля в количестве 0,1-0,5% и 0,5-2,0% соответственно.”

Для приготовления порошковой шихты использовалось специальное высокоэффективное оборудование - двухконусный смеситель RT-NM05S производства Тайвань (рис.2.15), который обеспечивает качественное перемешивание компонентов с экономией энергии и времени.

“Двухконусные смесители содержат емкость в виде двух соединенных конусов из нержавеющей стали AISI304, установленные на раме с отполированными внешними и внутренними поверхностями. В комплекте установки имеется пульт управления с регулировкой частоты вращения, таймер для контроля времени смешивания и система автоматики. [161].”



Рисунок 2.15– Двухконусный смеситель RT-NM05S

Таблица 2.8 – Технические характеристики смесителя

Модель	Мощность, кВт	Напряжение, В	Масса загрузки, кг	Рабочий объем, л	Общий объем, л	Частота вращения, об/мин	Масса, кг	Габаритные размеры, Д×Ш×В, мм
RT-NM05S	0,18	220	5	8	16	15-30	38	808×400×602

Приготовление шихты производилось с применением ультразвуковой станции для просеивания и смешивания порошка с ультрадисперсными частицами Assonic SPC производства Китай (рис.2.16). Компактная конструкция установки легко размещается в рабочей зоне лаборатории, полностью герметичная рабочая камера исключает контакт с порошком и соответствует самым строгим требованиям безопасности. Установка имеет размер в 10 раз меньший чем аналогичные по производительности и высокую скорость просеивания за счет особого сочетания высоко и низкочастотных колебаний. Технические характеристики представлены в таблице 2.9.



Рисунок 2.16– Ультразвуковая станция для просеивания и смешивания порошка SPC

Таблица 2.9 – Технические характеристики ультразвуковой станции SPC

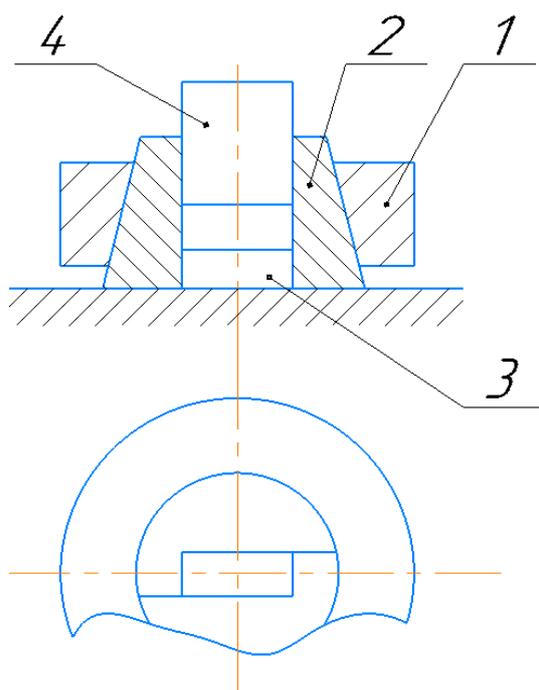
Базовое управление среднечастотными колебаниями	управление колебаниями	Ручное базовое управление или встроенное в процесс (S7)
Базовое управление среднечастотными колебаниями	управление колебаниями	
Варианты подачи		Бункер из нержавеющей стали или вакуумная система подачи
Материал сита		Нержавеющая сталь в соответствии с ISO 3310-1
Источник ультразвуковых колебаний		Цифровой генератор с регулируемой частотой
Размеры оборудования, (ШхГхВ), мм		700x1200x2150
Требования к электропитанию		230В/ 50 Гц
Ультразвуковая мощность		50 Вт эфф. с учетом экрана и продукта
Частотный диапазон		30-38 кГц

В данном смесительном устройстве порошки подаются через контейнер или напрямую при помощи вакуумного питателя для проведения смешивания, после чего порошок поступает в изолированный отсек для просеивания, в данном отсеке происходит фракционирование. В данном устройстве возможно проведение смешивания и фракционирования в среде инертного газа. [4, 170]. Установка Assonic SPC характеризуется высокой точностью смешивания порошков в строго заданной пропорции. Смешивание происходит за счет высокоточных дисковых клапанов.

2.2.2 Статическое холодное прессование пористых образцов

Перед операцией прессования матрицу с порошковой шихтой помещали на вибростол модели JT-51 - Yuyao Jintai Machine Factory (КНР) для утряски шихты.

Операцию прессование проводили с использованием лабораторных пресс-форм и гидравлического пресса модели TS0500-6 (Китай) с максимальным усилием 50 тонн. Заготовки призматической формы формовали в пресс-форме, представленной на рисунке рис.2.17. Данная пресс-форма состоит из обоймы 1, двух полуматриц 2, пуансона 3, вставки 4, которые изготовлены из инструментальных сталей У8, У10А, твердость которых после проведения термической обработки достигала 55–62 HRC. Стеарат цинка применялся как смазка при прессовании, и его наносили на рабочие поверхности пресс-формы. Остаточная пористость образцов после прессования в зависимости от приложенного давления была 10–40%. Заготовки призматической формы после формования имели размеры 9,5x54,3 мм. Эти же образцы были подвергнуты динамическому горячему прессованию и из них вытачивались образцы для испытания на растяжение. определения предела прочности при растяжении после этой технологической операции [172].



а)



б)

Рисунок 2.17 – Пресс-форма для холодного прессования (а) призматических образцов (б)

На рисунке 2.18 представлена пресс-форма для изготовления образцов для испытаний на предел прочности при растяжении.



Рисунок 2.18– Лабораторная пресс-форма изготовления образцов для испытания на растяжение по ГОСТ 18227-98 для холоднопрессованных и спеченных образцов

2.2.3 Нагрев и спекание порошковых заготовок

Как отмечено во многих учебниках и статьях по исследованию процессов консолидации порошковых заготовок после проведения данной технологической операции, которая является одной из основных, изделия приобретают требуемые прочностные и структурные характеристики. Дорофеев Ю.Г. и исследователи его научной школы проводили спекание порошковых заготовок для обеспечения более равновесной структуры порошковых заготовок перед ДГП. Технологические параметры процесса консолидации выбираются исходя из марки спеченной стали, используемого железного и легированного порошка, а также легирующих компонентов.

Время и температура спекания зависит от многих факторов: химического и гранулометрического состава шихты; способа формования и пористости заготовок; характеристик защитных или нейтральных сред. Поэтому разработать обобщенные рекомендации по оптимизации режима нагрева крайне сложно и в каждом конкретном случае его устанавливают на основе экспериментальных данных. По мнению авторов [8,21] не всегда целесообразно использовать рекомендации по режимам, оптимальным при спекании, так как гомогенизирующее спекание можно проводить и при более высоких температурах и исходной пористости. Такие показатели как усадка, коробление, остаточная пористость, микро- и субструктура, характеризующие свойства и качество спеченных изделий, не являются основными для заготовок, подвергаемых после спекания ДГП.

Спекание производили в лаборатории термической обработки кафедры «Материаловедение и технология металлов» ДГТУ в камерной электропечи с защитной атмосферой ПКЗ – 1,0-7 Россия (рис. 2.19, табл. 2.10) в диапазоне температур 900-1150°C в среде защитного газа- диссоциированного аммиака. Время спекания лежит в диапазоне 15-180 минут.

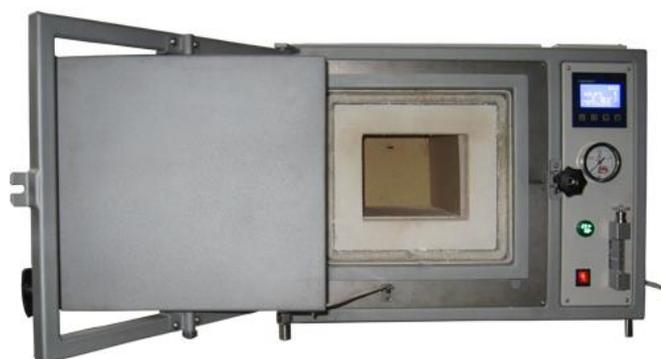


Рисунок 2.19– Лабораторная камерная электропечь с защитной атмосферой
ПКЗ -1,0-7

Таблица 2.10 – Технические характеристики электропечи

Тип	$T_{\text{макс}}$, °C	Расход газа, л/мин	Рабочее пространство шир×выс×глуб, мм	Габаритные размеры шир×выс×глуб, мм	Мощность/напряжение, кВт/В
ПКЗ- 1,0-7	1300	4,1	150×180×290	795×585×605	2,5/220

2.2.4 Динамическое горячее прессование спеченных порошковых материалов

Технология горячей штамповки пористой заготовки (ГШПЗ) является развитием метода статического горячего прессования (СГП) разработана профессором Ю.Г. Дорофеевым и учеными Новочеркасской школы порошковой металлургии [4-10].

В работах [3,5,7] авторы приводят следующее:

“1. В технологии ГШПЗ заключительным этапом является уплотнение нагретой пористой заготовки под воздействием динамических нагрузок.”

“2. При СГП основную роль в формировании структуры порошкового материала играют процессы высокотемпературного спекания, а внешняя механическая нагрузка лишь способствует их протеканию.”

“3. В технологии ГШПЗ процессы структурообразования определяются скоростно-силовым режимом приложения уплотняющей нагрузки.”

4. Температура при ГШПЗ назначается из условия обеспечения необходимой пластичности материала для уплотнения под нагрузкой» [3,5,7],

Авторы подчеркивают главное отличие ГШПЗ от СГП состоит в том, что при ГШПЗ определяющую роль в формировании структуры играют параметры приложения уплотняющей нагрузки, а не процессы высокотемпературного спекания, как при СГП.

Технология ГШПЗ, несмотря на длительное промышленное применение, продолжает совершенствоваться для удовлетворения растущих требований к материалам и изделиям, получаемым этим методом.

С целью дальнейшего усовершенствования технологии горячей штамповки порошковых изделий и повышения их качества и свойств проводилась данная работа, результаты которой позволят расширить номенклатуру выпускаемой по данной технологии изделий, выбрать более рациональные технологические режимы прессования, спекания и горячей допрессовки. В работе были выбраны новые подходы по совершенствованию существующей технологии, а именно:

- 1) Введение активирующих процесс консолидации добавок;
- 2) Смешивание порошковой шихты с использованием ультразвука
- 3) Виброутряска шихты перед холодным прессованием

Данные технологические подходы могут быть реализованы при внедрении и способствовать управлению структурообразованием горячедеформированных материалов.

Динамическое прессование заготовок осуществляли на прессе кривошипном простого действия модели К2232 (Россия), который

представлен на рисунке 2.20. Технические характеристики представлены в таблице 2.11.



Рисунок 2.20 – Пресс кривошипный модели K2232

Таблица 2.11 – Технические характеристики пресса кривошипного

Номинальное усилие, кН	160
Ход ползуна, мм	160
Расстояние между столом и ползуном, мм	480
Мощность двигателя, кВт	12,5
Размер стола: ширина/длина, мм	670/1000
Габариты станка: длина/ширина/высота, мм	1765/2060/3560
Масса, кг	13500

Потери работы на пластическое и упругое деформирование инструмента, на трение падающих частей по направляющим и др. при исследовании не учитывалось. Нагрев порошковых заготовок перед ДГП осуществлялся в муфельной электрической печи сопротивления в среде

диссоциированного аммиака, температура в печи контролировалась платинопалладиевой термопарой, температура составляла 950-1150°C.

После ДГП проводили операцию дополнительной пластической деформации с различной степенью деформации (0,5-3,5%).

2.2.5 Проведение термической обработки порошковых сталей

Для проведения термической обработки спеченных и горячедеформированных порошковых сталей (отжиг, закалка, отпуск) использовали камерную электропечь с защитной атмосферой ПКЗ-1,0-7. Закалку проводили в двух средах: вода при температуре 18°C и минеральное масло. Отпуск спеченных образцов производили при температуре $T=100-300^{\circ}\text{C}$. Температура отпуска горячедеформированных порошковых сталей составляла $T=250^{\circ}\text{C}-550^{\circ}\text{C}$. Отжиг горячедеформированных сталей производили при температуре $T=800^{\circ}\text{C}-1000^{\circ}\text{C}$ с шагом 100°C также в камерной электропечи с защитной атмосферой.

2.3 Применяемое оборудование и методы изучения свойств и структуры порошковых материалов

2.3.1 Определение гранулометрического состава

Гранулометрический состав исходных порошков и порошковых смесей определялся на лазерном микроанализаторе FRITSCH ANALYSETTE 22 MicroTec plus (рис. 2.21) [173].



Рисунок 2.21– Лазерный анализатор частиц Fritsch Analysette 22
microtec plus

2.3.2 Определение относительной плотности и остаточной пористости спеченных и горячедеформированных образцов

В работе определялась остаточная пористость образцов и их плотность по ГОСТ 18898—89 [174].

2.3.3 Определение твердости

Измерения твердости проводили по ГОСТ 9013-59 [175] на твердомере Роквелла ТК-2М (заводской номер 1225, свидетельство о поверке № С-ВР/03-10-2022/190063458 выданное ФБУ «Ростовский ЦСМ» действительно до 02.10.2023) с помощью индентирования алмазным конусом при общей нагрузке 1471 Н. Также твердость согласно ГОСТ 9012-59 [176] измерялась на твердомере Бринелля ТШ-2М (заводской номер 70, свидетельство о поверке № С-ВР/03-10-2022/190063459 выданное ФБУ «Ростовский ЦСМ») с помощью индентирования закаленного стального шарика диаметром 5 мм при общей нагрузке 7358 Н. Предварительно проводился контроль приборов с целью определения точности их

показаний с помощью эталонной плитки твердости для учета соответствующей поправки

2.3.4 Испытания на растяжение

Испытания на растяжение спеченных порошковых сталей согласно ГОСТ 18227- 98 [177] производили по на сервогидравлической напольной разрывной машине МГС-В 15 (рис. 2.22, табл. 2.12) в автоматическом режиме с помощью персонального компьютера. Испытательная машина МГС-В-15 в напольном исполнении с высокой жесткостью и точной геометрией рамы нагружения. Предназначена для статических испытаний на растяжение, сжатие и изгиб образцов из различных материалов. Оснащена актуатором двойного действия с сервоклапаном, смонтированным в верхней части траверсы и увеличенным ходом поршня для испытаний образцов.



Рисунок 2.22 – Разрывная машина МГС-В 15

Таблицы 2.12 – Технические характеристики

Максимальная нагрузка, кН	150
Конструктивное исполнение	Напольная, двухколонная рама
Тип испытания	Статические
Тип привода	Сервогидравлический
Минимальная нагрузка, кН	0,75
Точность измерений, %	0,5
Вид испытаний	Растяжение, сжатие, изгиб, срез
Перемещение траверсы, мм	До 400

2.3.5 Определение ударной вязкости спеченных и горячедеформированных образцов

Испытания порошковых спеченных и горячедеформированных образцов проводили по ГОСТ 26528-85 [178].

2.3.6 Определение модуля упругости образцов с использованием ультразвука

Ультразвуковые исследования порошковых сталей проводились согласно методике, описанной в работах [179, 180] и состояли из двух этапов. Измерения проводились при комнатной температуре в диапазоне частот 0,2 – 50 МГц. На исследуемых образцах первоначально измеряли скорость звука в продольном направлении v_l универсальным толщинометром Krautkramer DMS2, а на следующем этапе производили замеры скорости звука в поперечном направлении v_t дефектоскопом Krautkramer USM 25. В качестве контактной смазки использовался глицерин.

Модули упругости определялись по соотношениям, указанным в работе [180]:

$$E = 2 \cdot G \cdot (1 + \mu), \quad (2.1)$$

$$G = \rho \cdot v_t^2, \quad K = \frac{E}{3 \cdot (1 - 2 \cdot \mu)}, \quad (2.2)$$

$$\mu = \frac{1 - 0,5 \cdot (v_l/v_t)^2}{1 - (v_l/v_t)^2} \quad (2.3)$$

где: E – модуль упругости МПа; G – модуль сдвига, K – коэффициент всестороннего сжатия, μ – коэффициент Пуассона.

Максимальная относительная погрешность определения модуля Юнга в применяемом оптико–акустическом методе составляет $\delta E=6\%$, модуля сдвига $\delta G=4\%$, коэффициента Пуассона – $\delta \mu=5\%$.

2.3.7 Оборудование, применяемое для исследований микроструктуры порошковых материалов

При исследовании структуры спеченных и горячедеформированных образцов использовался оптический металлографический микроскоп Neophot-21 фирма Carl Zeiss Jena (Германия) представленный на рисунке 2.23.



Рисунок 2.23 – Оптический металлографический микроскоп Neophot–21 фирма Carl Zeiss Jena, Германия

Также микроструктура спеченных и горячедеформированных образцов изучали на металлографическом микроскопе «МЕТАМ РВ-22»

(заводской номер ХХ0009, сертификат о калибровке № К05.419966.22 выдан ФБУ «Ростовский ЦСМ») при увеличениях от $\times 100$ до $\times 1000$ крат. Исследования структуры проводили на специально подготовленных металлографических шлифах. Для оценки масштаба изображения использовался объект-микрометр (заводской номер 722593, сертификат о калибровке № К05.485495.23 выдан ФБУ «Ростовский ЦСМ» 17.04.2023), который фотографировался при том же увеличении, что и анализируемая структура.

Полирование осуществлялось на автоматическом станке LaboPol-2 фирмы Struers с использованием в качестве абразивного вещества пасты ГОИ.

2.3.8 Оборудование, применяемое для рентгенофазового анализа

Рентгенофазовый анализ проводился на рентгенофазовом дифрактометре ДРОН–2, Данный дифрактометр имеет характеристики, приведенные в таблице 2.13.

Таблица 2.13 – Основные характеристики дифрактометра ДРОН–2

Параметр	Значение
Диапазон углов поворота блока дифракции детектирования	100...168°
Минимальный шаг перемещения блока детектирования	0,001°
Допустимое соединение блока детектирования от заданного угла поворота	$\pm 0,015^\circ$;
Основная аппаратурная погрешность измерения счета импульсов рентгеновского измерения	не более 0,4%.
Транспортная скорость гониометра	820°/мин;

2.3.9 Метод Дебая-Шеррера

С помощью метода Дебая-Шеррера по дифракции рентгеновских лучей были проведены исследования горячедеформированных образцов и получены их дебаеграммы.

В камере прибора плоскую пленку располагают перпендикулярно относительно к пучку рентгеновских лучей. При этом не имеющий при прохождении через исследуемый материал дифракции луч попадает в центр пленки. В этом случае можно зафиксировать кривую пересечения дифракционного конуса с пленкой, т.е. можно получить дебаевское кольцо. Таким образом можно изучать преимущественную ориентацию кристаллитов.

2.3.10 Электронная микроскопия

В работе был использован растровый электронный микроскоп модель ZEISS SUPRA 25, Германия для изучения поверхности разрушения спеченных и горячедеформированных образцов, изучение проводилось по методике, описанной в работе [179]. Данный микроскоп представлен на рисунке 2.24.



Рисунок 2.24 – Растровый электронный микроскоп модели ZEISS SUPRA 25

Также были проведены исследования микроструктуры спеченных и горячедеформированных образцов на кафедре порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ МИСИС с использованием электронного микроскопа марки S - 3400N фирмы HitachiHigh – Technologies Corporation (Япония), оснащенный рентгеновским энерго - дисперсионным спектрометром NORAN.

2.3.11 Оже-микроскопия горячедеформированных образцов

Методом Оже–электронной спектроскопии на спектрометре модели РНІ–680 фирмы “Physical Electronics, США были исследованы горячедеформированные порошковые образцы.



Рисунок 2.25 – Оже-электронный спектрометр РНІ-680

2.3.12 Трибологические испытания порошковых материалов

Трибологические испытания проводились согласно методике описанной в работе [181] по схеме трения «палец-диск» для инденторов из спеченного порошкового материала (диаметр 6 мм, длина 11 мм) и контртел (диски диаметром 25,4 мм, высотой 10 мм) из стандартных конструкционных сталей марок 20, 45 и 30ХГСА. Начальная шероховатость поверхностей трения составляла R_a 0,11- 0,15 мкм. Эксперименты проводились на

трибометре Т-11 (Польша) (рис. 2.26), в ходе опытов фиксировалась сила трения F , время проведения эксперимента T и величина сближения индентора с вращающимся контртелом Y .



Рисунок 2.26 – Трибометр Т-11

Шероховатость поверхностей трения на инденторе и контртеле после экспериментов на профилометре Abris-PM7 (Россия). Опыты для каждой пары трения проводились при постоянной нагрузке $P=10$ Н и скорости скольжения $V=0,25$ м/с не менее 5 раз для различных значений пути трения. Измерение массы образцов осуществлялось на весах ЛВ 210-А, степень точности которых рекомендована для оценки износостойкости образцов при выбранной схеме трибологических испытаний. Результаты экспериментов подвергнуты статистической обработке при помощи стандартных функций MathCAD по методике [181].

ГЛАВА 3 ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ МЕЖЧАСТИЧНОГО СРАЩИВАНИЯ, СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЕЧЕННЫХ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ С УЛЬТРАДИСПЕРСНЫМИ ЧАСТИЦАМИ

В порошковом материаловедении конструкционные материалы подразделяются на высокопористые, средне- и малопористые, что предполагает использование различных технологических процессов их изготовления. В работе [182, 183] отмечено, что широкое применение в промышленности находят спеченные детали, полученные с использованием традиционных и новых исходных материалов. К последним можно отнести частично-легированные порошки, ультрадисперсные частицы. Появление новых исходных материалов требует продолжения исследования процессов формирования консолидированных материалов на всех технологических этапах. Основным недостатком частично-легированных материалов является сложность гомогенизации металлической матрицы. В случае неоднородной по химическому составу структуры материала наблюдаются нестабильность механических свойств вследствие различия структурообразования по всему объему заготовки. Независимо от производителя в составе исходных порошков отсутствует углерод, содержание которого определяется при разработке технологии формования конкретной детали. Согласно рекомендациям, описанным в [46,47] состав шихты подбирался таким образом, чтобы в результате проведенных технологических операций содержание углерода сплавах соответствовало традиционному содержанию этого элемента в качественных конструкционных сталях (0,45–0,55 % (по массе)).

3.1 Влияние спекания на межчастичное сращивание и структуру порошковых сплавов на основе железа. Развитие межчастичного сращивания при спекании металлической шихты

Спекание является одной из наиболее важных и сложных технологических операций производства сплавов, от правильности выбора параметров которой зависят свойства изделий.

Целесообразно рассматривать процесс спекания, состоящим из двух этапов: образования и роста межчастичных контактов (начальная стадия) и повышения плотности спекаемого тела вследствие уменьшения числа и объема пор (промежуточная и заключительная стадии). В реальных условиях оба этих процесса нельзя полностью разделить, они переплетаются и в значительной мере протекают параллельно [17].

По мнению авторов [183-186] спекание является как окончательной, так и промежуточной операцией в технологии получения изделия. В первом случае консолидация материала заканчивается на этой стадии. Процесс спекания, помимо структурных изменений, происходящих в материале, способствует снятию остаточных напряжений после прессования, изменению физических и механических свойств материала, восстановлению оксидов, рекристаллизации и т.д. Определяющими технологическими параметрами спекания прессовок являются температурный режим, продолжительность спекания, параметры предварительной обработки частиц материала давлением и др. Во втором случае последующее термомеханическое воздействие играет существенную роль в структурообразовании материала, и в работе [4] спекание рассматривается как подготовительная стадия, основное назначение которой состоит в гомогенизации металлической основы.

В теории спекания значительное внимание уделяется развитию межчастичных контактов [182-186]. Проводя подробный литературный анализ и ссылаясь на классические работы авторов [182-186], а также последующие

исследования, рассматривается суть интенсивности и эффективности процесса спекания как ключевых показателей, влияющих на изменение размеров и структуры, а также на свойства полученных спеченных материалов.

Запишем классическую формулу прессования, которая авторами работ [27, 180] рассматривается как условием прессования порошковых материалов:

$$\log P_{max} - \log P = L \cdot (\beta - 1) \quad (3.1)$$

где P_{max} – давление прессования, соответствующее максимальному уплотнению;

P - текущее значение давления прессования;

β - относительный объем прессовки;

L -фактор прессования.

“Автор в работе [8] отмечает, что указанная зависимость (3.1) в теории и практике прессования выведена с учетом допущений: неизменное контактное давление обуславливает отсутствие упрочнения материала при пластической деформации; справедливость закона Гука в условиях пластической деформации; близость к одноосному сжатию напряженного состояния материала в зоне контакта; отсутствие межчастичного проскальзывания[8]”¹.

Данные допущения ограничивают использование уравнения (3.1) для анализа процесса формирования контактной поверхности. В последующих работах, в частности в [21], была установлена зависимость величины относительного контактного сечения (α_k) от характеристик пористого тела [25]:

$$\alpha_k = \Theta^2 \cdot \Delta\Theta / \Pi_0, \quad (3.2)$$

где Θ - относительная плотность прессовки;

$\Delta\Theta$ - приращение относительной плотности прессовки при уплотнении;

P_0 - начальное значение пористости.

В выражении (3.2) величина $\Delta\Theta/P_0$ характеризует увеличение относительной площади единичного контакта, общее число контактов пропорционально квадрату относительной плотности.

Авторы в работе [27] вывели формулу, которая описывает связь между величиной контактной поверхности и плотности образца:

$$\alpha_k = \theta^2 \cdot \frac{\log(\beta_0 \cdot \theta)}{\log \beta_0} \quad (3.3)$$

где β_0 – относительный объем насыпки.

“Выражения (3.1- 3.3) имеют физический смысл, так как при начальном краевом условии $\Theta=\Theta_0$ $\alpha_k=0$, а при конечном $\Theta=1$ $\alpha_k=1$. По мнению авторов [4, 25] недостатком этих выражений можно считать то, что они не обладают свойством аддитивности.”

Анализируя данные, представленные в первой главе, можно констатировать, что сращивание состоит из двух этапов:

1. образование физического контакта между частицами порошка;
2. взаимодействие поверхностных атомов.

Из этого следует, что установление минимального расстояния между атомами, т.е. их сближение является одним из двух факторов для формирования сращивания. При ювенильном контакте, когда атомы на поверхности обладают нескомпенсированными связями, создаются условия для взаимодействия между атомами, что может приводить к сращиванию поверхностей. Процесс сращивания поверхностей активируется за счет разрыва насыщенных связей, который вызван выходом на эти поверхности дислокаций и вакансий в ходе пластической деформации.

Улучшить состояние поверхности уплотнения частиц можно также обеспечить при совместном пластическом деформировании. Имеющиеся на поверхности оксидные пленки активно разрушаются, перестают мешать образованию контакта между частицами порошка. Соответственно при

повышении степени деформации порошкового материала улучшаются условия разрушения оксидных пленок [34,43].

Таким образом, формирование контактной поверхности при прессовании определяется исключительно степенью пластической деформации, а на сращивание влияют и другие условия процесса: температура, величина и характер действующих напряжений, скорость их приложения. При наличии окислов на контактной поверхности металлическая связь не образуется, при ювенильном контакте возможно сохранение физической границы раздела- межкристаллитное сращивание и её частичное или полное отсутствие – внутрикристаллитное сращивания. Степень сращивания может быть оценена металлографическим анализом, а также сравнением различных свойств исследуемого и монолитного материалов.

Для определения площади образованных контактов между частицами большинство ученых применяют математические методы её определения, так как это задача является очень сложной из-за трудностей проведения экспериментальных исследований [187-191].

На основании этих исследований авторами работ [9, 183] разработана методика определения относительной площади контактной поверхности пористого тела. Основываясь на материале, изложенном в этих работах, получены зависимости развития контактной поверхности при спекании шихт из порошков марок ABC.100.30 и Distaloy HP-1 от исходной плотности, температуры и времени спекания (рис. 3.1, 3.2). результаты научных исследований представлены в работе [185, 188].

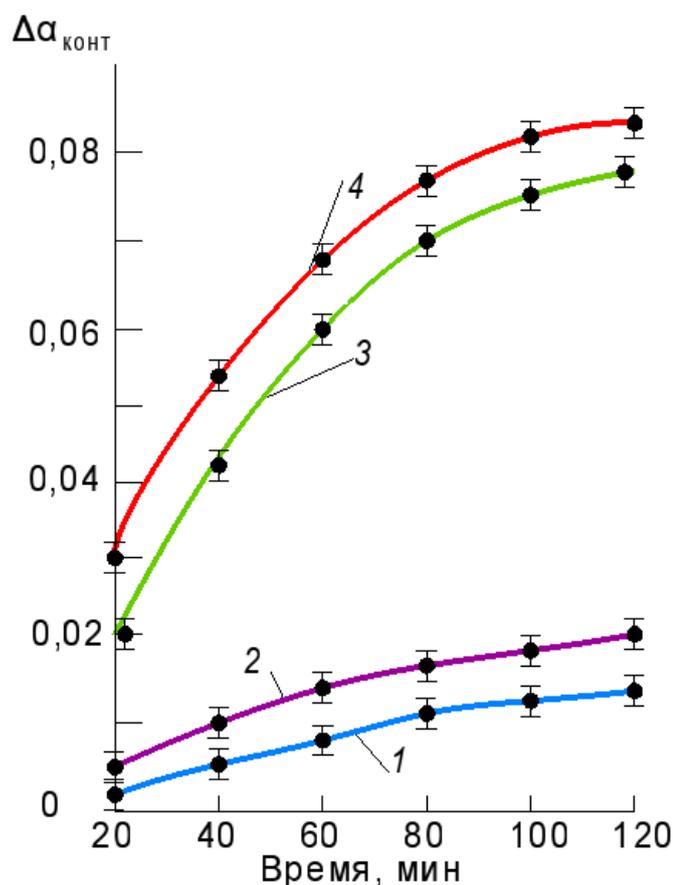


Рисунок 3.1– Зависимость приращения относительной площади контактной поверхности от длительности изотермической выдержки при спекании формовки из порошка АВС100.30 для разных исходных плотностей и температур:

- 1 – 950°C, 7,35 г/см³; 2- 1150°C, 7,35 г/см³;
 3- 950°C, 6,9 г/см³; 4- 1150°C, 6,9 г/см³.

В исходном состоянии относительная площадь контактной поверхности порошка АВС100.30 составляла 0,7 и 0,88 при плотностях 6,9 г/см³ и 7,4 г/см³, соответственно.

Из представленных зависимостей видно, что с повышением температуры и продолжительности спекания контактная поверхность монотонно увеличивается с замедлением интенсивности развития [188].

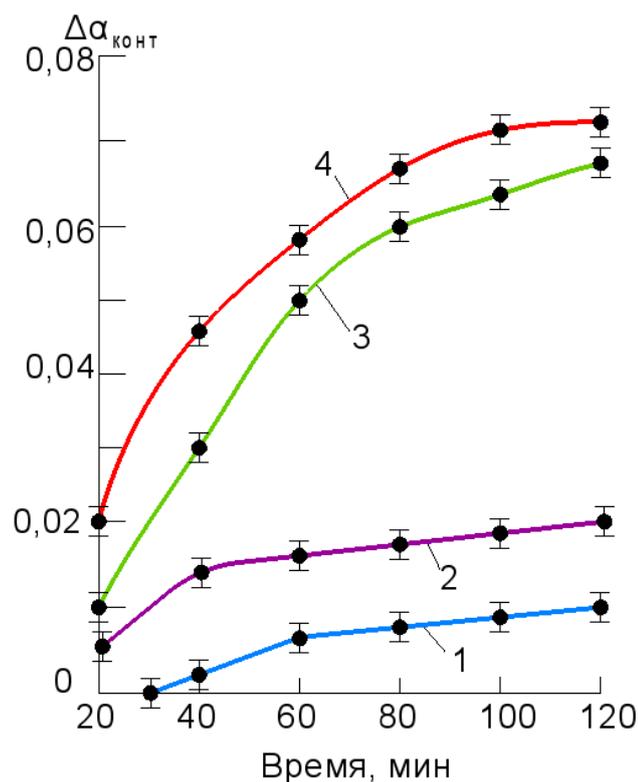


Рисунок 3.2– Зависимость приращения относительной площади контактной поверхности от длительности изотермической выдержки при спекании формовки из порошка Distaloy HP-1 для разных исходных плотностей и температур:

- 1 – 950°C, 7,35 г/см³; 2- 1150°C, 7,35 г/см³;
 3- 950°C, 6,9 г/см³; 4- 1150°C, 6,9 г/см³.

В исходном состоянии относительная площадь контактной поверхности порошка Distaloy HP-1 составляла 0,49 и 0,86 при плотностях 6,6 г/см³ и 7,4 г/см³, соответственно.

Обращает на себя внимание, тот факт, что повышение исходной плотности замедляет развитие контактной поверхности, что можно объяснить снижением движущей силы консолидации в результате приближения структуры материала к беспористому состоянию [188].

Принципиальное значение для оценки качества контактной поверхности спеченных формовок имеет степень развития на них межчастичного сращивания, обуславливающий уровень структурно- чувствительных свойств.

Авторы в работе [188] отмечают, что для обеспечения требуемого уровня свойств материала необходимо создание условий для формирования на всей контактной поверхности внутрикристаллитного сращивания. С этой точки зрения представляет интерес рассмотрение зависимости свойств порошкового материала от степени завершенности межчастичного сращивания на контактных поверхностях.

Процесс образования и дальнейшего развития контактной поверхности характеризует формирование межчастичного сращивания, при котором межчастичная поверхность сращивания характеризуется повышенной сегрегацией примесных и легирующих элементов, наличием межчастичных субмикропор и неметаллических включений. Это обстоятельство является отличительным признаком межчастичной поверхности сращивания от внутричастичных межзеренных поверхностей [192]. Такой характер сращивания обуславливает низкий уровень структурно-чувствительных свойств. Поэтому выбор условий консолидации материала из дискретных составляющих должен быть основан на трансформации межзеренной поверхности сращивания в межзеренную границу с уровнем свойств, соответствующих монолитному материалу. В этом случае сращивание считается внутрикристаллитным [173-185, 192].

Таким образом, создание условий при которых начинается процесс развитие межчастичного сращивания заключается в увеличение площади контактной поверхности и формирования на контактной поверхности внутрикристаллитного сращивания. Следовательно, на контактной поверхности можно выделить области с межкристаллитным и внутрикристаллитным сращиванием. Авторы в работе [188] отмечают, что оценить качество сращивания можно по доли относительной контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием ($\alpha_{\text{ВКС}}$) как отношение площади контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием ($S_{\text{ВКС}}$) к площади контактной поверхности ($S_{\text{конт}}$):

$$\alpha_{\text{ВКС}} = S_{\text{ВКС}} / S_{\text{конт}} \quad (3.7)$$

Расчет относительной контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием проводился по методике, применяемой в [187-188], суть которой заключается в том, что относительное контактное сечение ($\alpha_{\text{ВКС}}$) рассчитывается по формуле:

$$\alpha_{\text{ВКС}} = S_{\text{ВКС}} / S_{\text{конт}} = F_i / (F_{\text{max}} \cdot \alpha_{\text{конт}}), \quad (3.8)$$

где F_i – текущее значение свойства тела;

F_{max} – значение свойства эталона.

Эталоном считается порошковое тело с полным завершением сращивания на всей контактной поверхности. Эталоном служил образец, подвергнутый дополнительной обработке давлением до беспористого состояния. Предел прочности эталонного образца из порошка АВС.100.30 составил 350 МПа и 562,5 МПа – из порошка DistaloyHP-1.

Результаты механических испытаний приведены на рисунках 3.4, 3.5.

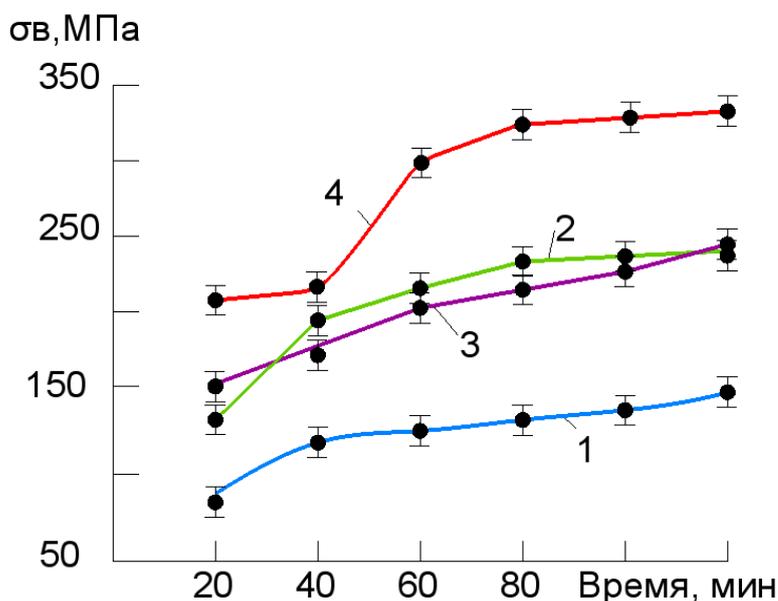


Рисунок 3.4 – Зависимость предела прочности печеной формовки из порошка АВС100.30 от исходной плотности и режимов спекания:

1 – 6,9 г/см³, 950°С; 2 – 6,9 г/см³, 1150°С;

3 – 7,35 г/см³, 950°С; 4 – 7,35 г/см³, 1150°С

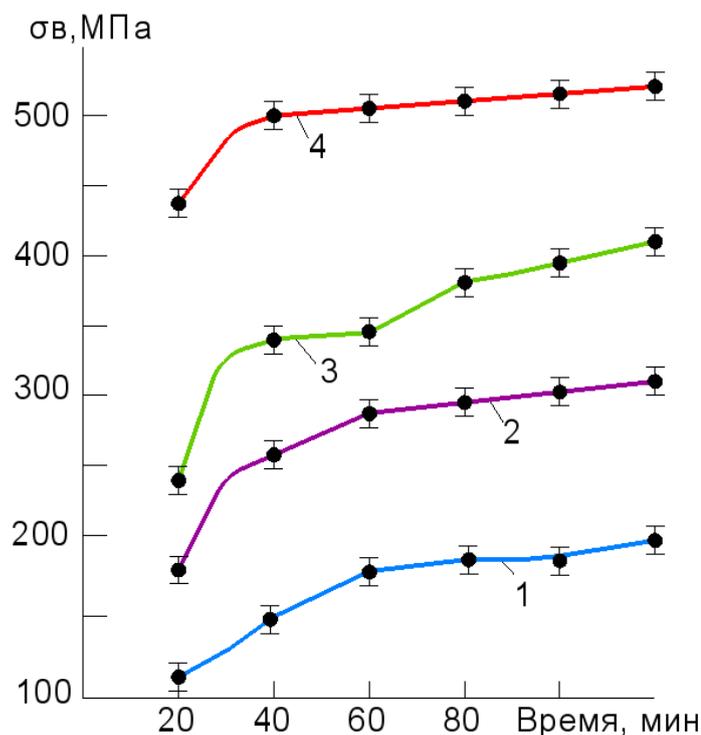


Рисунок 3.5 – Зависимость предела прочности спеченной формовки из порошка Distaloy HP-1 от исходной плотности и режимов спекания:

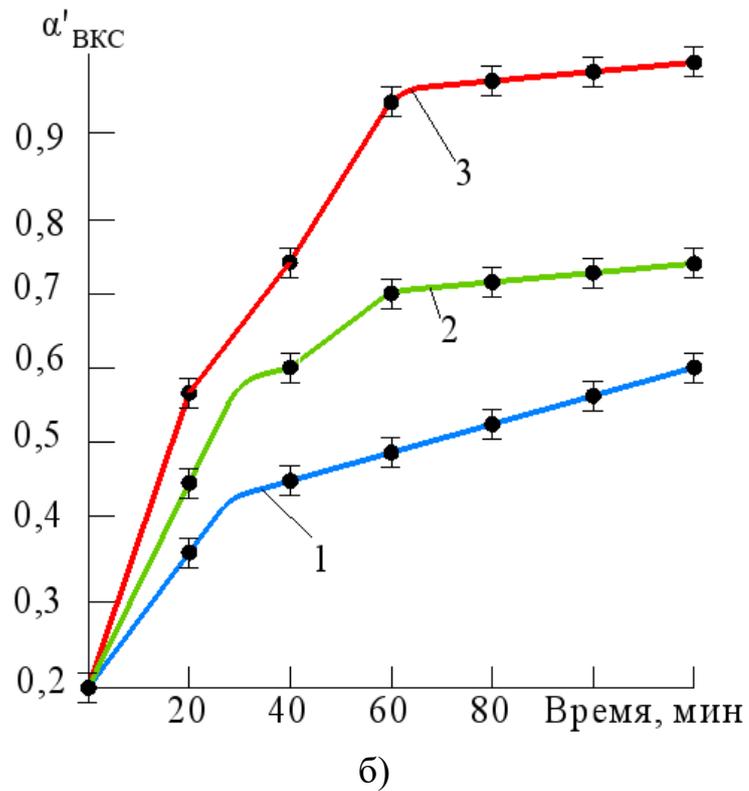
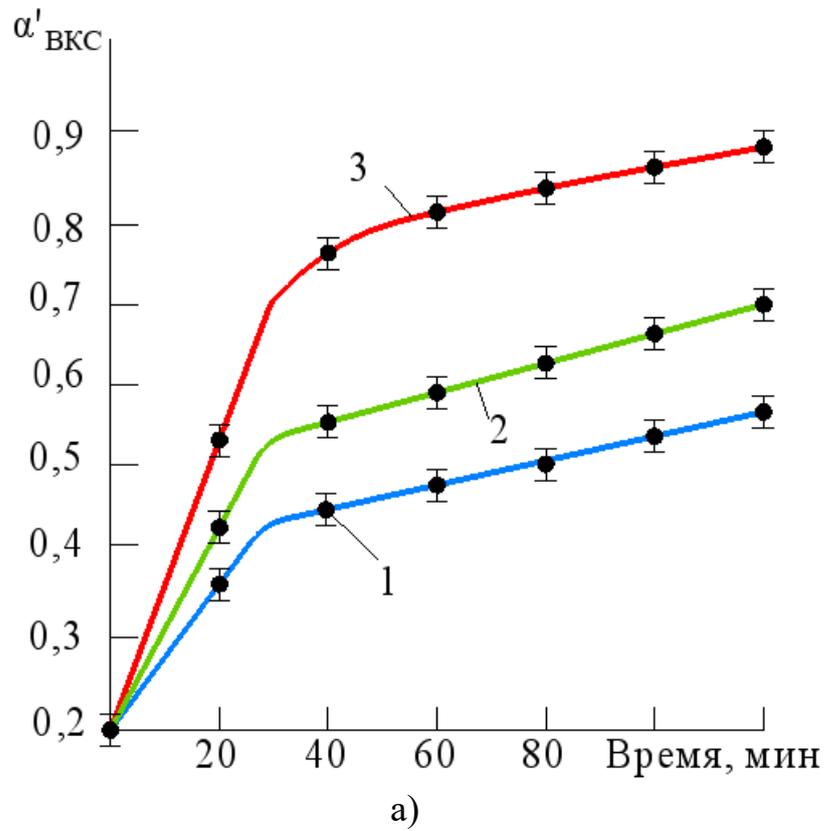
1 – 6,6 г/см³, 950°С; 2 – 6,6 г/см³, 1150°С;

3 – 7,4 г/см³, 950°С; 4 – 7,4 г/см³, 1150°С

Представленные зависимости показывают ожидаемое повышение прочности с 440 МПа до 550 МПа для образцов из порошка Distaloy HP-1 для плотности 7,4 г/см³ и при температуре спекания 1150°С. На представленных зависимостях подтверждается факт повышения прочности с повышением исходной плотности, температуры и продолжительности спекания.

Авторы в работе [188] отмечают, что на основании результатов механических испытаний можно оценить долю контактного сечения формовки с внутрикристаллитным сращиванием, признаком которого является структурное соответствие межчастичной поверхности сращивания и межзеренной границе, значение которой представляет собой отношение относительной площади контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием к относительной площади контактной поверхности ($\alpha'_{\text{ВКС}} = \alpha_{\text{ВКС}} / \alpha_{\text{конт}}$).

Рассмотрим развитие относительной площади контактной поверхности с внутрикристаллитным срачиванием ($\alpha'_{\text{ВКС}}$) при спекании формовок из порошка АВС.100.30 (рис. 3.6) и из порошка Distaloy НР-1 (рис. 3.7).



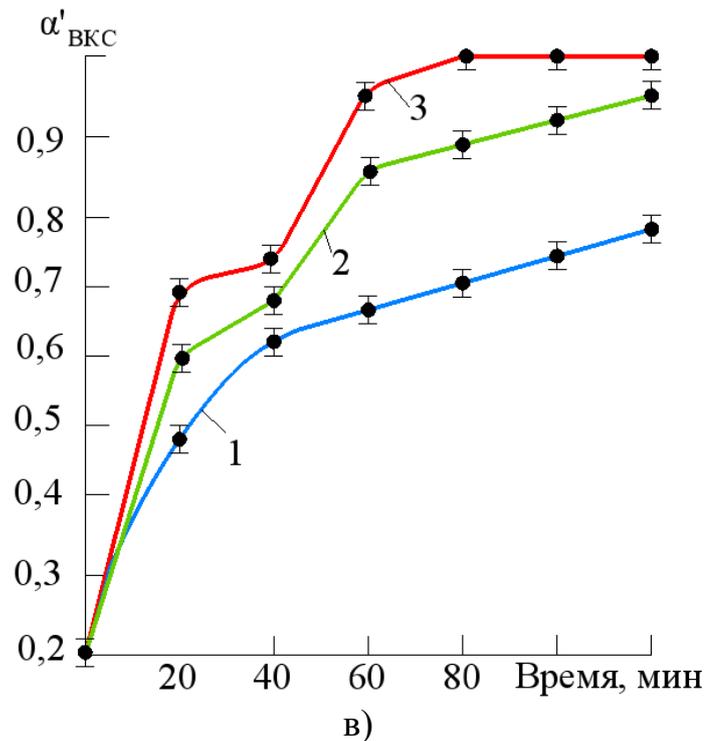
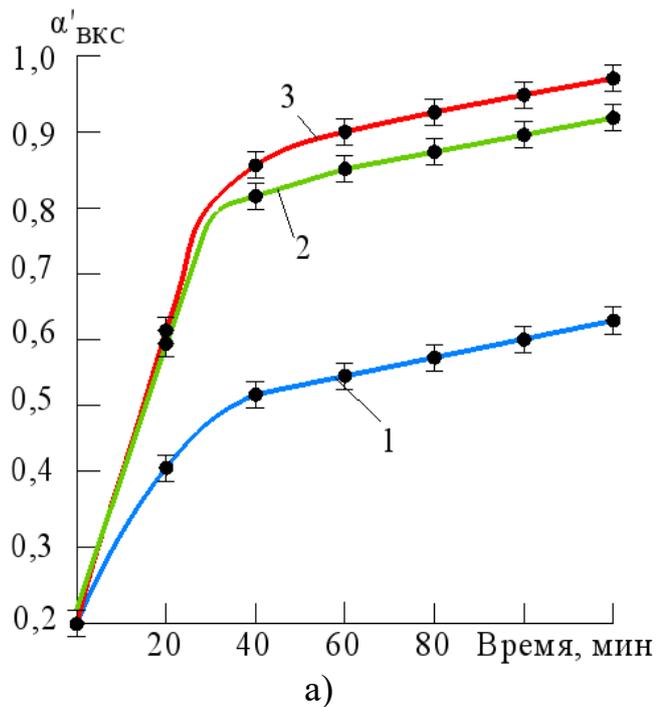
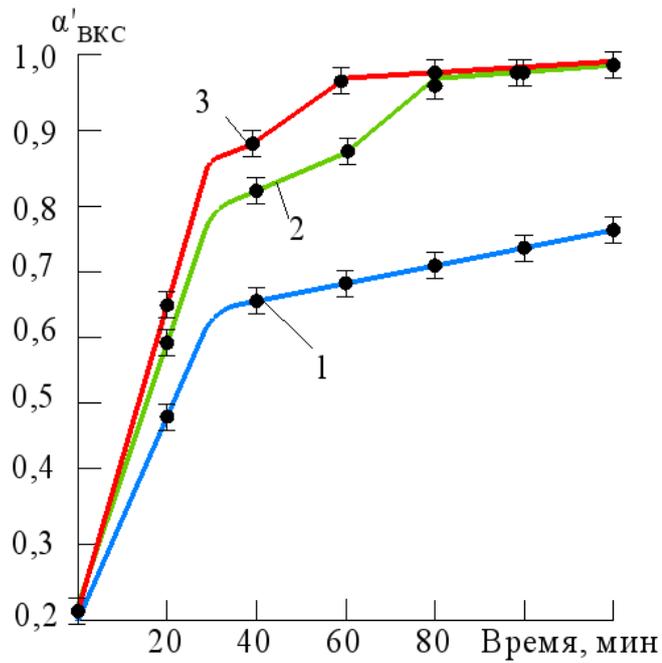
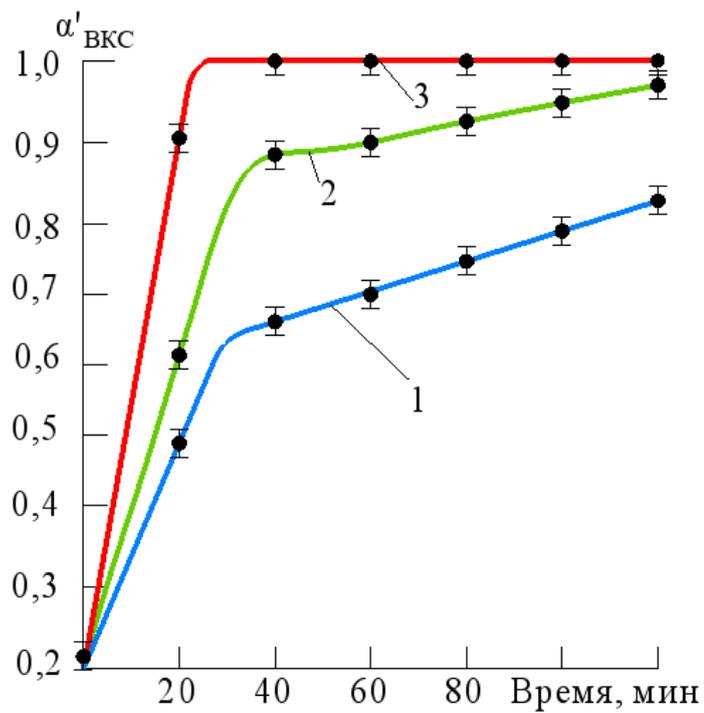


Рисунок 3.6 – Динамика развития внутрикристаллитного сращивания на контактной поверхности для разных исходных плотностей и температуры спекания в зависимости от времени спекания для порошка ABC.100.30 (а–6,9 г/см³; б–7,2 г/см³; в–7,35 г/см³):
1 – 950°C; 2– 1050°C; 3–1150°C





б)



в)

Рисунок 3.7 – Динамика развития внутрикристаллитного срачивания на контактной поверхности для разных исходных плотностей и температуры спекания в зависимости от времени спекания для порошка Distaloy HP-1 (а–6,6 г/см³; б–7 г/см³; в–7,4 г/см³):
1 – 950°C; 2– 1050°C; 3–1150°C

Анализ представленных зависимостей позволяет сделать вывод о действии нескольких механизмов формирования внутрикристаллитного сращивания при спекании, отличающихся своей интенсивностью. В начальный период спекания наблюдается стадия ускоренного развития внутрикристаллитного сращивания (стадия 1), сменяющаяся по истечению определенного времени стадией 2 с меньшей интенсивностью. Наибольшая продолжительность первой стадии процесса отмечается у прессовок с наименьшими значениями исходной плотности, причем с повышением температуры спекания её интенсивность увеличивается. Следует отметить, что у формовок, полученных из рассматриваемых марок порошка, при спекании при 1150°C происходит формирование внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности. У формовок из порошка Distaloy HP-1 это явление наблюдается при 60-минутном спекании, у формовок из порошка ABC100.30 полное внутрикристаллитное сращивание достигается при спекании в течение 80 мин [188].

При исследовании процессов спекания сущность явлений, происходящих в зоне сращивания, раскрывается через электронно-микроскопический анализ. Основное внимание уделяется развитию контактной поверхности и изменению тонкой структуры зоны сращивания. Авторы в работе [21] отмечают, что в результате этого процесса наблюдается уменьшение размеров и изменение расположения субмикропор. Важно также отметить появление внутризеренных субмикропор (рис. 3.8), образовавшихся в результате миграционного отрыва от них межчастичной поверхности сращивания (рис.3.9).



а)



б)

Рисунок 3.8 – Зернограничные субмикropоры (линейные размеры а) $3,092 \times 1,499 \mu\text{m}$ и б) $1,366 \times 2,142 \mu\text{m}$)

В работе авторов [80-82] были описаны условия существования изолированных пор. Одним из условий изменения объемных размеров поры является зависимость от длительности изотерического нагрева, которая носит линейный характер.

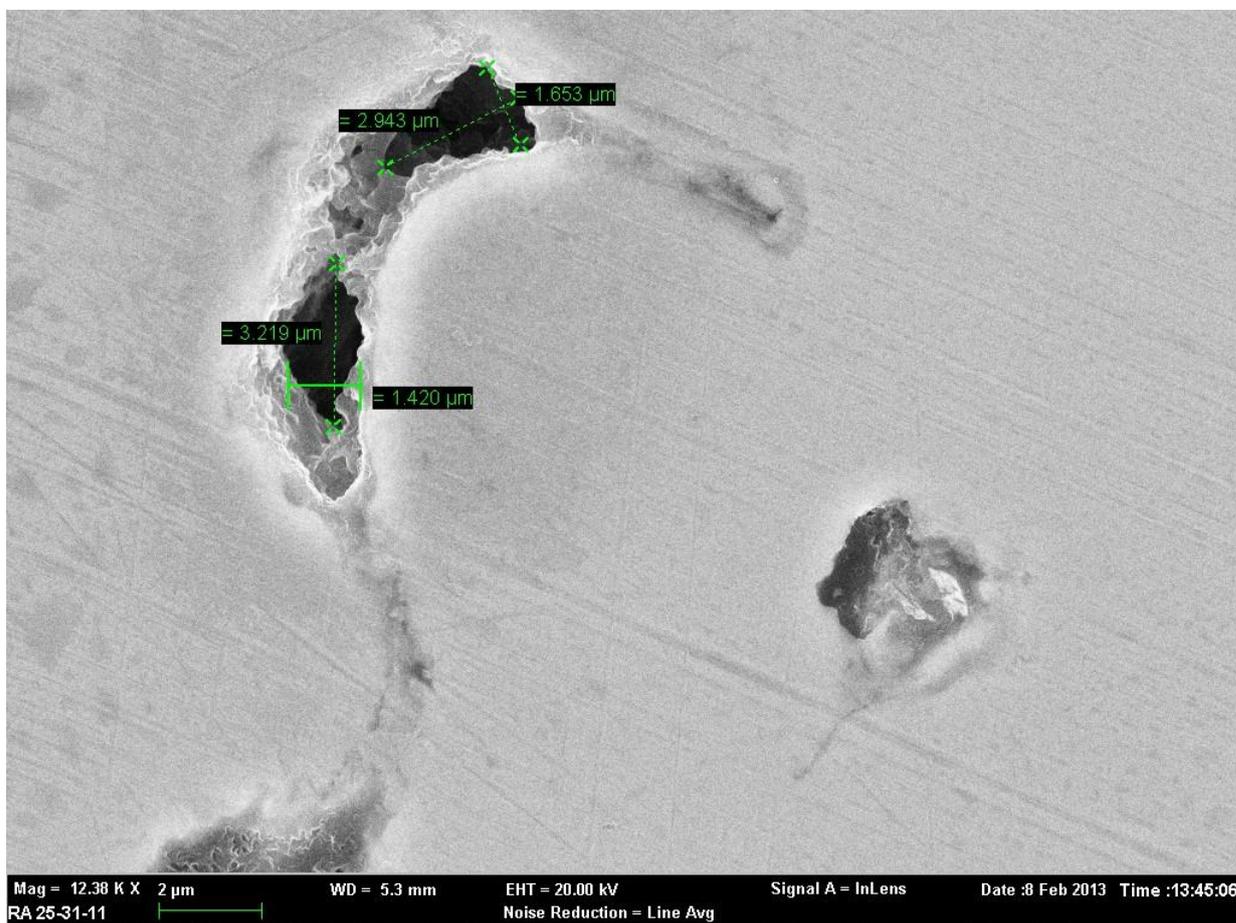


Рисунок 3.9 – Структура зоны сращивания, внутризеренная субмикропора (линейные размеры 3,219x1,420 μm и 2,943x1,653 μm)

Анализ микроструктуры материала спеченных прессовок (рис.3.10) свидетельствуют о протекании первичной рекристаллизации, так как в области рассматриваемых плотностях превышает критическая степень деформации материала порошка.

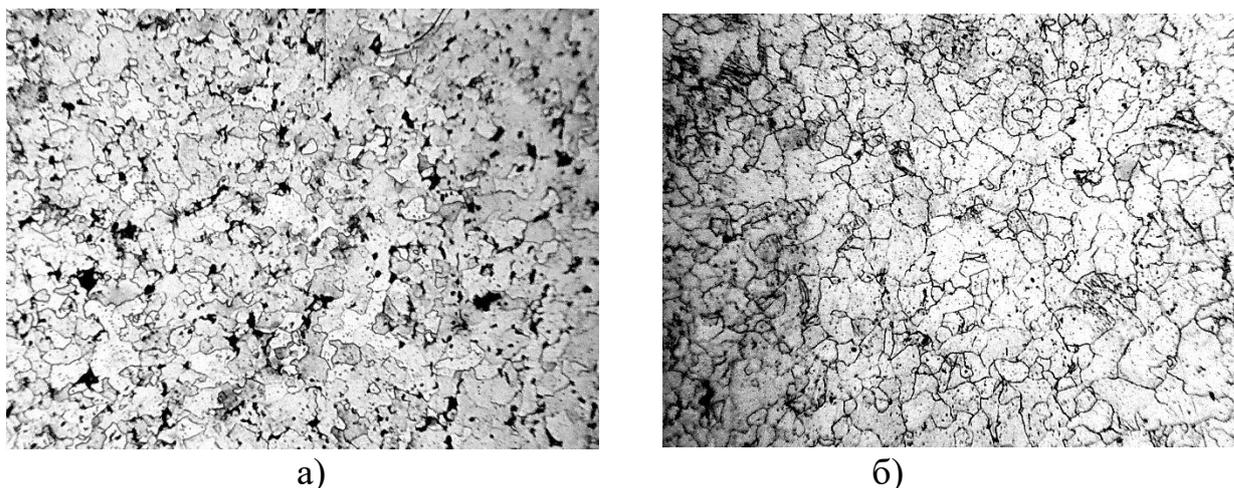
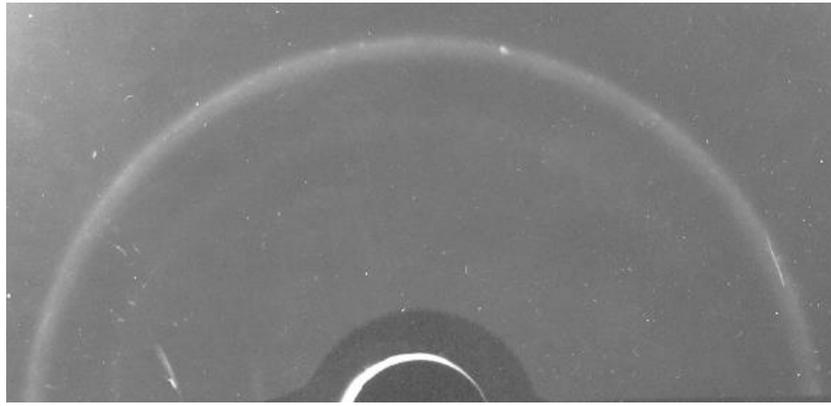


Рисунок 3.10 – Микроструктура рекристаллизованных областей спеченного материала из порошка ПЖРВ 2.200.26, $\times 400$:

а – рост рекристаллизованных зерен; б – зерна, образованные коалесценцией субзерен

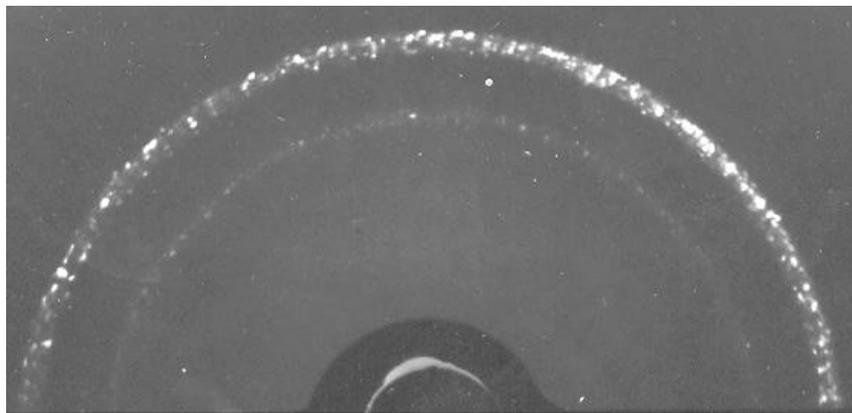
Опираясь на данные работ [8, 21] можно предположить, что в пористых материалах с учетом степени деформации и температуры нагрева могут иметь место оба механизма зарождения центров рекристаллизации: коалесценция субзерен и выгибание высокоугловой границы с образованием выступа. Подтверждением этого предположения служат результаты рентгеноструктурного анализа (рис. 3.11) выполненных автором в [183], в которых при высокой температуре после определенной выдержки наблюдается разрыв линии на отдельные рефлексы, указывающие на протекание процесса рекристаллизации.



а)



б)



в)

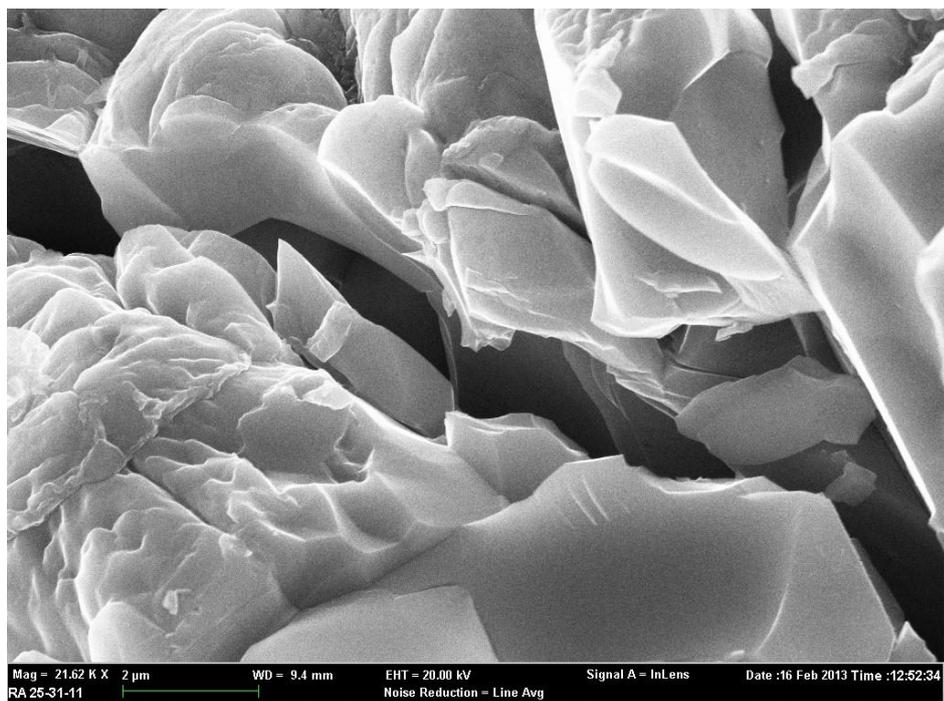
Рисунок 3.11 – Дебаеграммы материала из порошка ПЖРВ 2.200.26 после спекания при температуре 1000 °С при различных выдержках:

а – 10 мин; б – 20 мин; в– 30 мин.

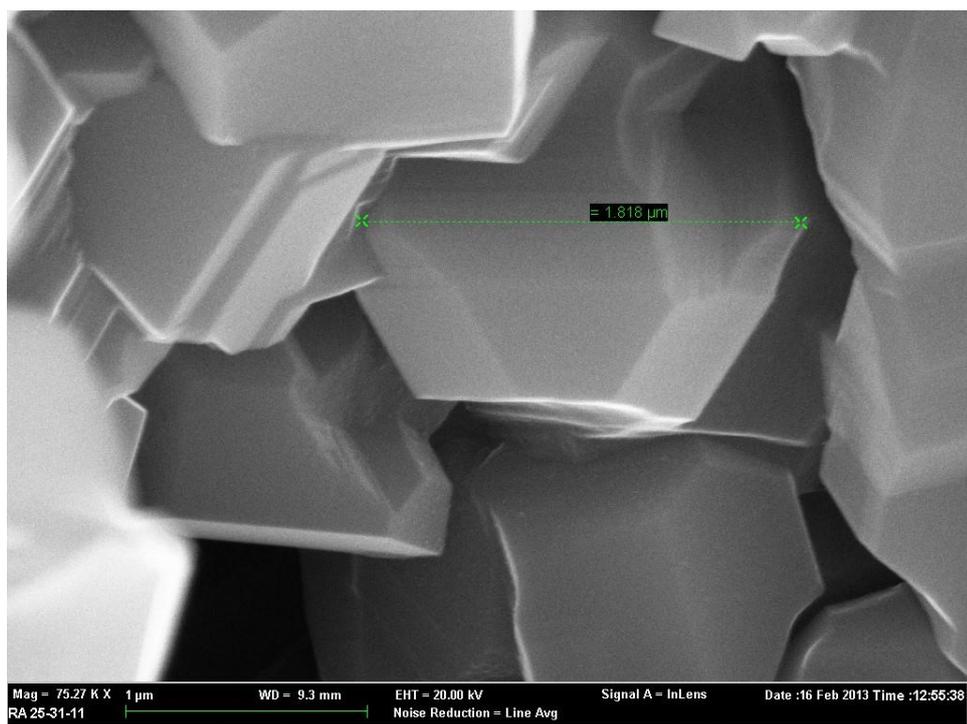
Продолжительность первичной рекристаллизации совпадает с длительностью первой стадии формирования внутрикристаллитного

сращивания на контактной поверхности. Физическая сущность трансформации межчастичной поверхности сращивания в межзеренную границу состоит в отрыве мигрирующей границы от субмикропор и примесной сегрегационной атмосферы. С повышением температуры спекания и плотности материала, косвенно характеризующей степень деформации материала частицы порошка, и обуславливают кинетику развития внутрикристаллитного сращивания. Это положение согласуется с теорией классического материаловедения, которое описывается в работах [12,21].

Практическим значением изучения структурообразования при спекании является определение условий формирования необходимого уровня внутрикристаллитного сращивания, отвечающего эксплуатационным требованиям к изделию. В работе [188] установлено, что испытание на растяжение спеченных образцов и значения относительного контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием показали, что критерием развития внутрикристаллитного сращивания для материалов конструкционного назначения служит появление области локального сужения поперечного сечения образца, возникающей при значениях относительного контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием 0,85 и выше. Фрактограммы разрушения пористых спеченных материалов показали, что при относительной площади контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием менее 0,85 излом характеризуется наличием относительно гладких поверхностей интеркристаллитного скола (рис. 3.12).



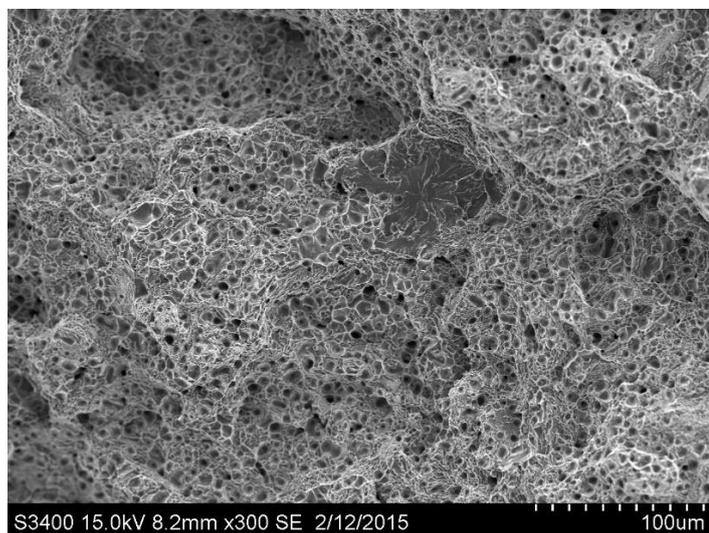
a)



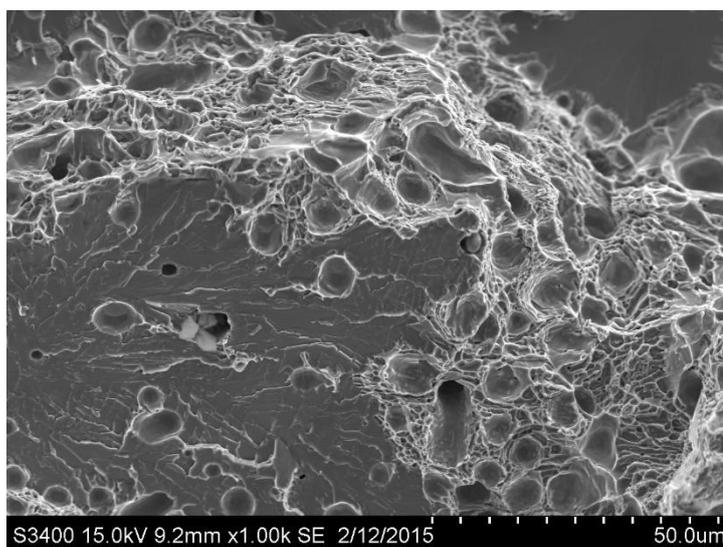
б)

Рисунок 3.12 – Интеркристаллитный скол поверхности разрушения образца АВС 100.30 при относительной площади контактной поверхности с внутркристаллитным срачиванием менее 0,85

На изломе образцов с относительной площадью контактной поверхности с внутрикristаллитным срачиванием 0,85 на фоне интеркristаллитного скола наблюдаются элементы поверхности вязкого разрушения с более развитым рельефом (рис.3.13).



а)



б)

Рисунок 3.13 – Поверхности разрушения образца АВС 100.30 при относительной площади контактной поверхности с внутрикristаллитным срачиванием 0,85

Опираясь на проведенные исследования в работе [188] можно утверждать, что это значение 0,85 и более может служить критерием формирования на контактной поверхности внутрикристаллитного сращивания, достаточного для работы материала в условиях многоосного напряженного состояния. Зависимость формирования контактной области с критерием внутрикристаллитного сращивания 0,85 от исходной плотности и режимов спекания показана на рисунках 3.14 и 3.15.

Основываясь на проведенных исследованиях в [188] практический интерес представляет выявление области технологических режимов спекания и исходной плотности, обуславливающих формирование структуры зоны сращивания с долей контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, превышающей значение 85% (рис. 3.14, 3.15).

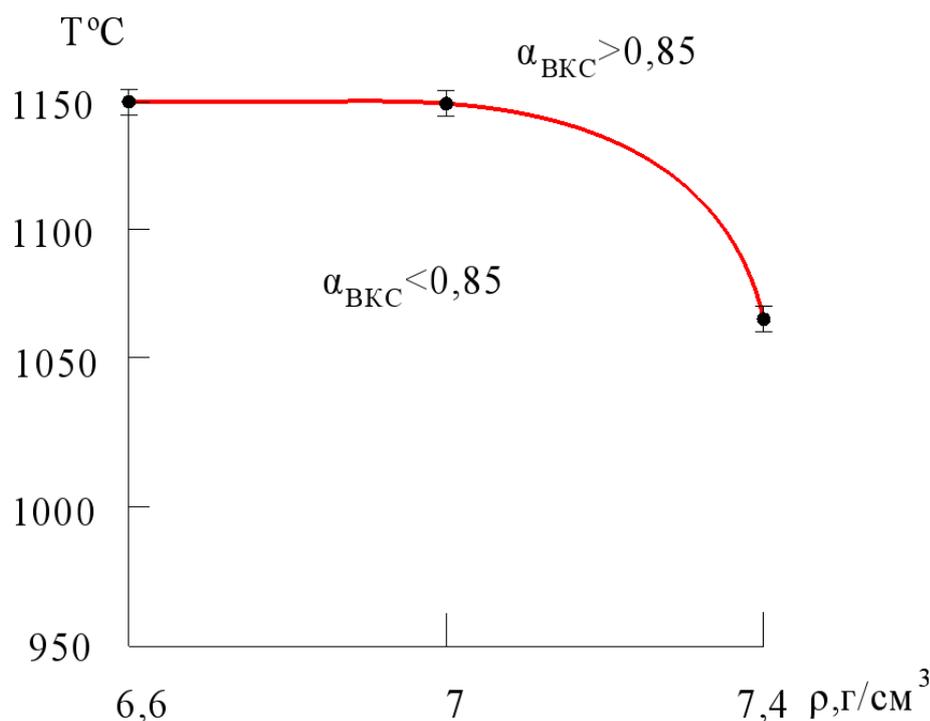


Рисунок 3.14 – Зависимость критерия сращивания от исходной плотности и режимов спекания формовок из порошков АВС100.30

Линия на рисунке 3.14 разделяет область условий спекания на две зоны. Проведение спекания по условиям, соответствующим зоне выше линии разграничения, обеспечивает формирование контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, отвечающим вышеизложенному требованию. Данная зона существует при продолжительности спекания 60 мин и более. При продолжительности спекания 30 мин данный критерий качества зоны сращивания не достигается.

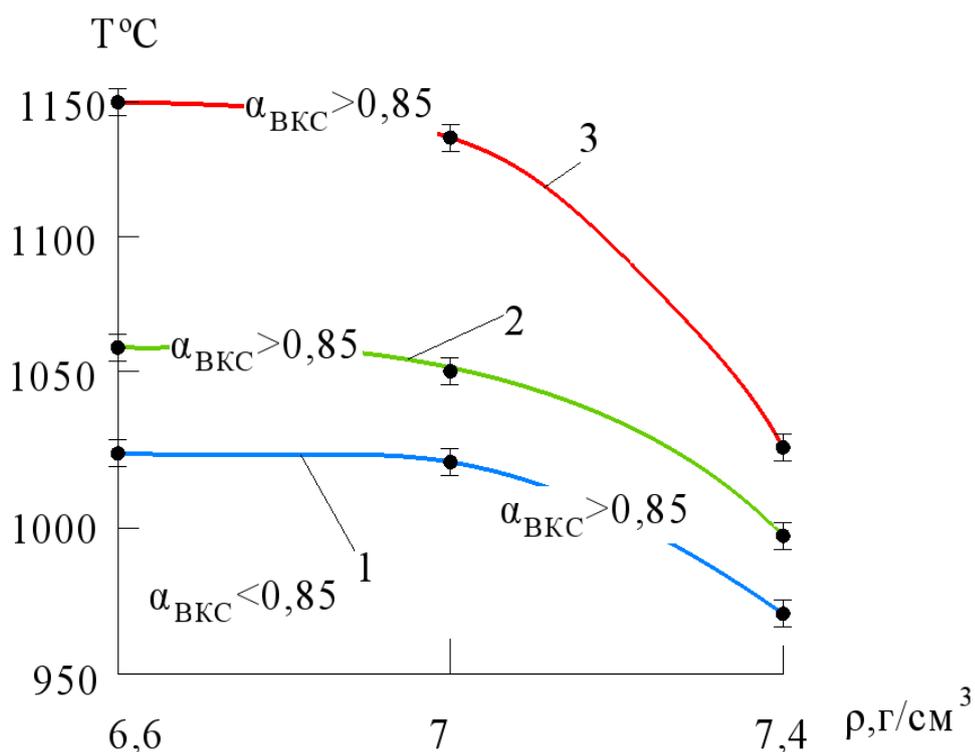
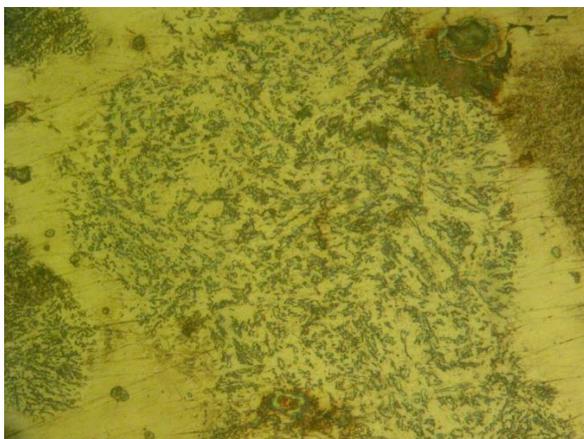


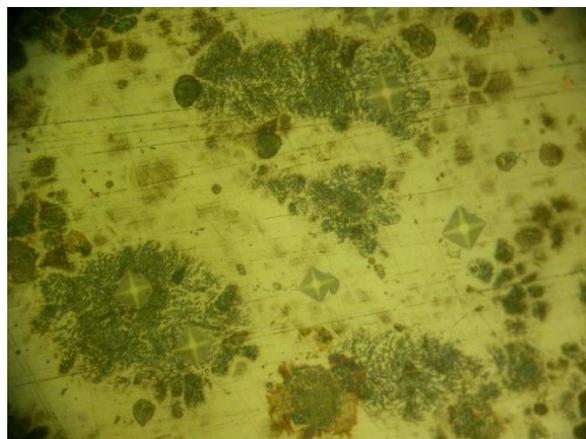
Рисунок 3.15 – Зависимость критерия сращивания от исходной плотности и режимов спекания формовок из порошка Distaloy HP-1:

1 – 90 мин, 2- 60 мин, 3 -30 мин

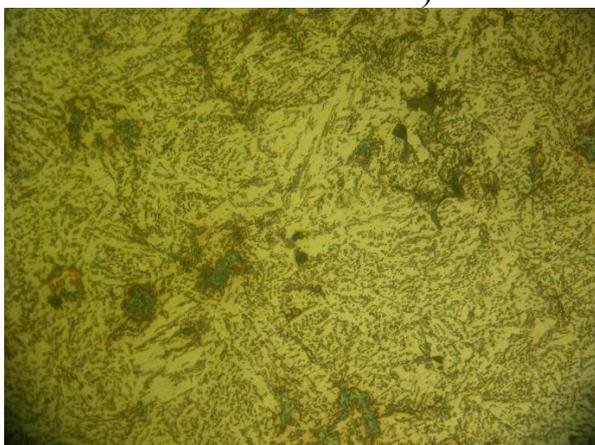
При использовании порошка Distaloy HP-1 появляется возможность достижения внутрикristаллитного сращивания при спекании в течение 30 мин (линия 1).



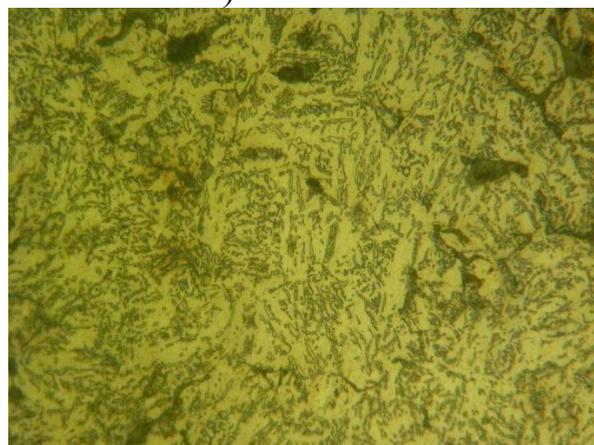
а)



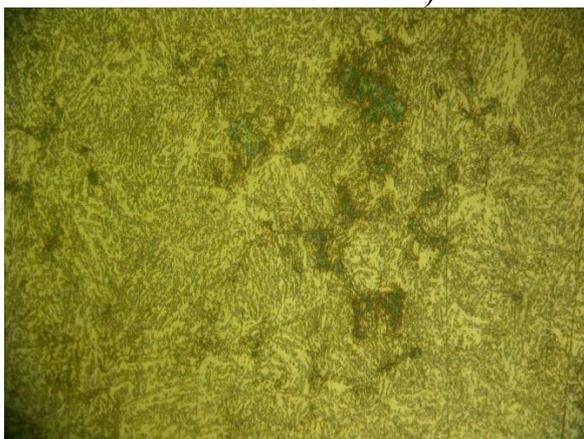
б)



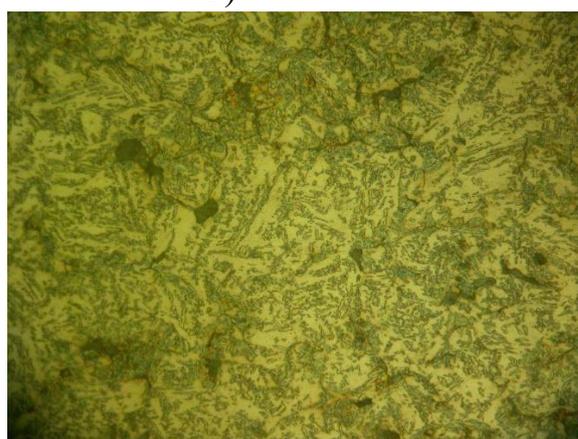
в)



г)



д)



е)

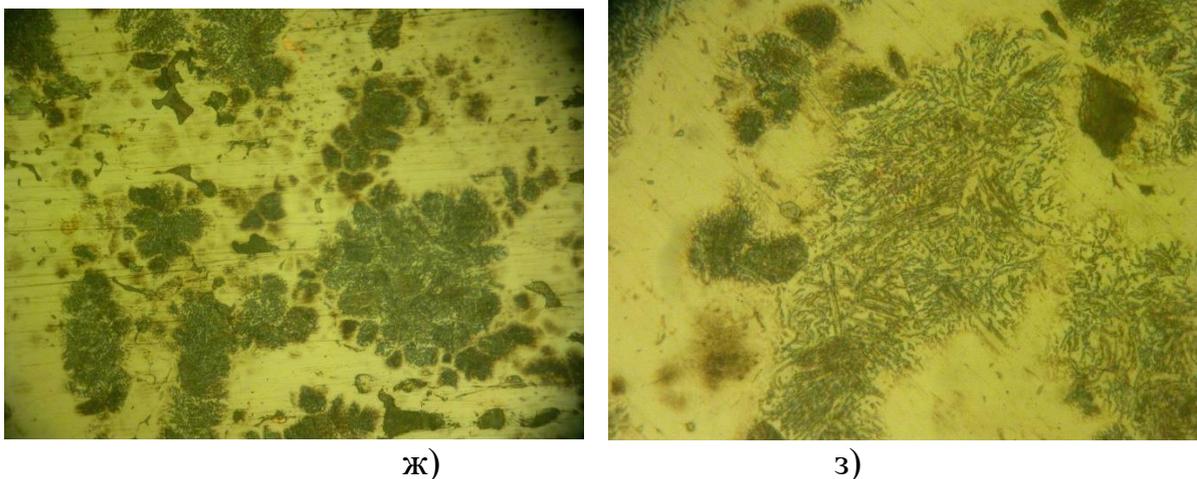


Рисунок 3.16 – Микроструктуры образцов Distaloy HP-1 (а,б) АВС 100.30 (в,г), ПЖРВ 2.200.26 (д,е) и Astaloy 0,85Мо (ж,з) плотность образцов $\rho=7,4 \text{ г/см}^3$ спеченных: а-ж) время 60 мин $T=1000 \text{ }^\circ\text{C}$; б-з) время 60 мин $T= 1100 \text{ }^\circ\text{C}$) $\times 500$

По данным диаграммам 3.15.-3.14 можно определить критические технологические режимы спекания в зависимости от исходной плотности, обеспечивающие относительное контактное сечение с внутрикристаллитным сращиванием со значением 0,85.

3.2 Развитие межчастичного сращивания при спекании формовок из смесей металлических порошков графитом

Авторы в работах [3–10] обращают внимание, что обеспечить стабильно высокие механические свойства спеченных сталей в условиях введения углерода как компонента шихты возможно при его полном растворении и равновесном распределении в металлической матрице на стадии спекания.

Обычно степень гомогенности аустенита оценивается по результатам химического анализа материала, измеряющего содержание в шихте свободного и связанного углерода. Применительно к исследуемым материалам кинетика растворения углерода на стадии спекания заготовки представлена на рисунке 3.17.

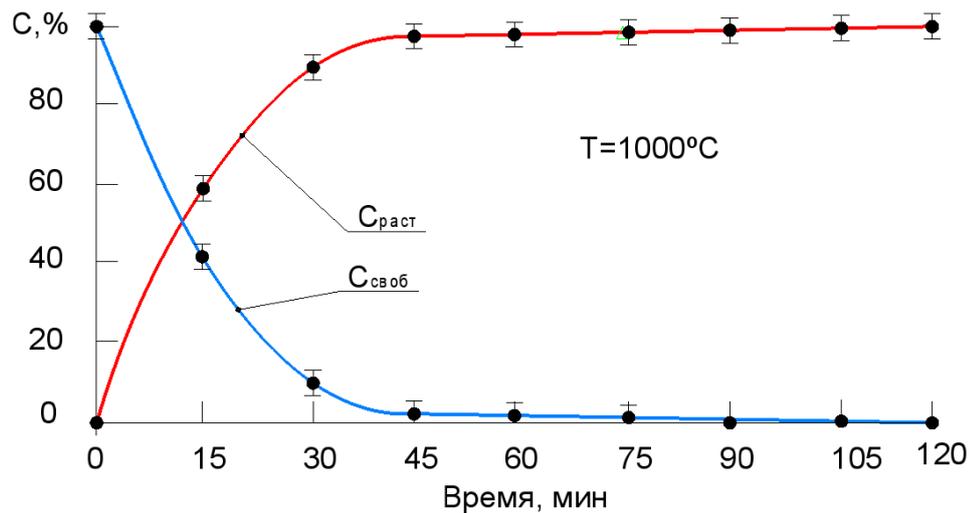


Рисунок 3.17– Кинетика растворения углерода при спекании заготовки, полученной на основе рассматриваемых сталей

Данные зависимости полностью согласуются с данными в работах [3-9] и свидетельствуют, что влияние различий химического состава используемых сплавов практически не сказывается на процессе науглероживания. Исходя из хода кривых, можно заключить, что при рассматриваемой температуре нагрева продолжительность спекания, обеспечивающая практическое отсутствие в материале свободного углерода, составляет 40–50 мин.

Признаком незавершенности гомогенизации является различие значений микротвердости структурной составляющей материала. На рисунке 3.18 показана микроструктура материала из порошка Distaloy HP-1 со значениями микротвердости в структурной составляющей (микротвердость Нц, $1 \text{ кгс/мм}^2; 1 \text{ кгс/мм}^2=9.80665 \text{ МПа}$)

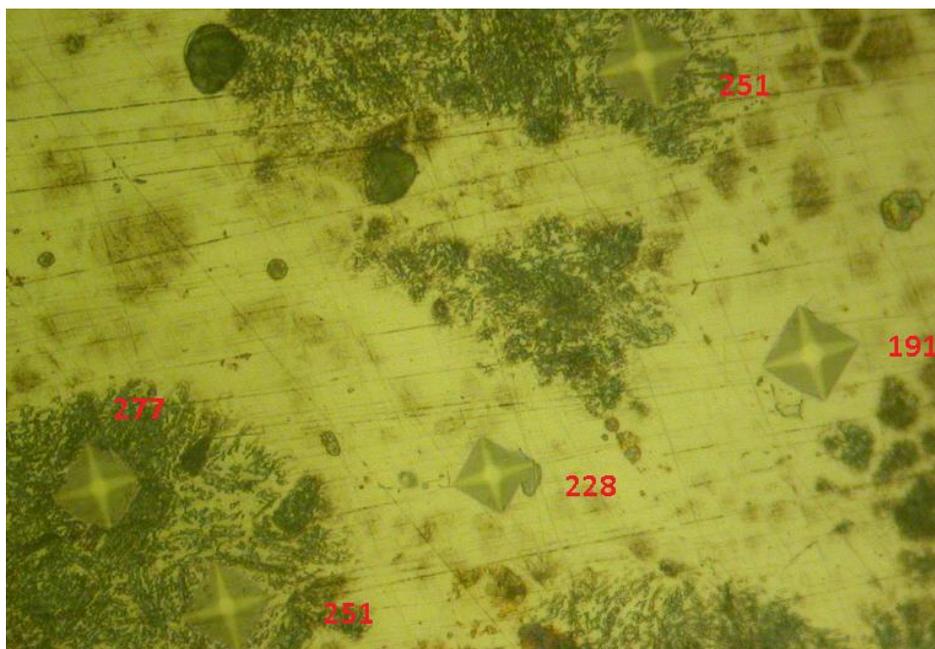


Рисунок 3.18 – Микроструктура материала из порошка Distaloy HP-1 после спекания при 1000°C в течение 40 мин., ×500

При таких режимах спекания химический анализ показал 100 % содержание связанного углерода, однако гомогенизацию нельзя считать завершенной в том числе и по легирующим элементам, о чем свидетельствует различие в размерах отпечатка индентора.

Результаты механических испытаний образцов с содержанием углерода 0,5% (мас.) после их доуплотнения при 1150°C до практически беспористого состояния (таблица 3.1) свидетельствуют о том, что такая продолжительность спекания не обеспечивает достаточно высокий уровень свойств.

Таблица 3.1 – Значения механических свойств порошковых материалов в зависимости от продолжительности спекания

Металлическая основа шихты	Продолжительность спекания при 1000°С, час	Механические свойства после доуплотнения		
		σ_B , МПа	Ψ , %	КСУ, МДж/м ²
Astaloy 0,85 Мо	0,5	880	10	0,15
	1	890	15	0,2
	1,5	930	35	0,38
ABC100.30	0,5	350	15	0,25
	1	370	20	0,3
	1,5	450	45	0,7

Из таблицы 3.1 видно, что обеспечить стабильно высокие механические свойства горячедеформированных сплавов в условиях введения углерода как компонента шихты возможно при таких режимах спекания, которые обеспечивают его полное растворение и равновесное распределение в металлической матрице. Причем наиболее чувствительны к гомогенизации сплавов показатели пластичности и ударной вязкости. Это утверждение точно подтверждается и описывается в работах [3, 17, 21].

Добавление карандашного графита в порошковые стали обязательно приведет к изменениям их свойств. Это повышает прочность материала, однако снижает усадку и ударную вязкость. Усадка стальных порошковых изделий при спекании уменьшается вследствие образования новой фазы - цементита, имеющего больший объем по сравнению с ферритом. Это уменьшение зависит от содержания углерода и начальной пористости прессованных заготовок.

На рисунке 3.19 приведены значения усадки пористых образцов из порошка АВС 100.30 с различным содержанием углерода в шихте ($T_{\text{спек}}=1150^{\circ}\text{C}$, 120 минут, диссоциированный аммиак).

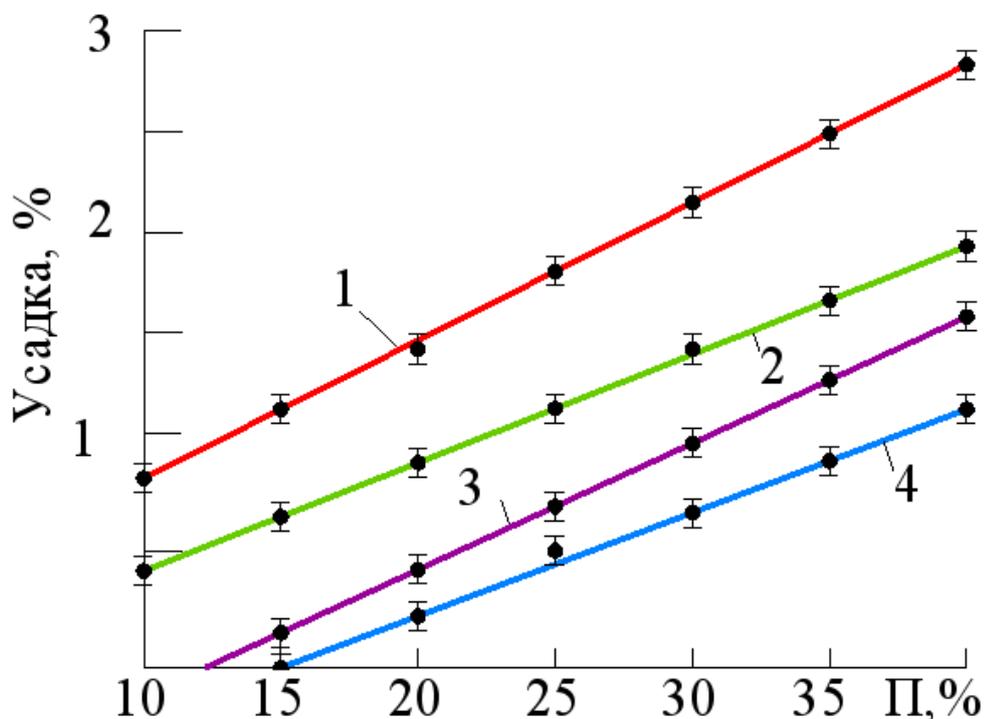


Рисунок 3.19 – Зависимость усадки от пористости образцов, определенная расчетным путем, для образцов стали марки АВС100.30 с содержанием углерода соответственно: 1 – 0,15; 2 – 0,5; 3 – 0,8; 4 – 1,1%

Увеличение времени спекания более одного часа изменяет ход кривых показывающих усадку образцов с пористостью 15%. Образцы, содержащие меньшее количество углерода или вообще без него (кривая 1) имеют максимальную усадку при времени спекания 120 минут. С добавлением в шихту порошка углерода снижает показатели усадки. Образцы выполненные из порошка АВС 100.30+1,1%С имеют минимальную усадку во всем временном интервале спекания.

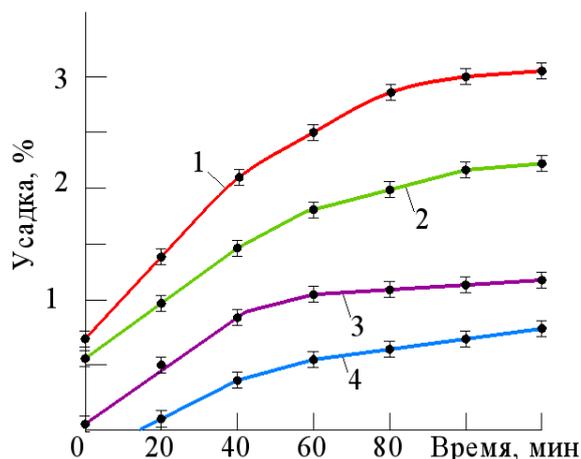


Рисунок 3.20 – Зависимость усадки от времени спекания образцов (пористость 15 – 17%): линия 1 – из ABC100.30; линии 2 – 4: ABC100.30 с добавками 0,5, 0,8 и 1,1% графита соответственно

Рассмотрим, как воздействует на развитие контактной поверхности добавление в шихту порошковых материалов углерода (рис. 3.21, 3.22).

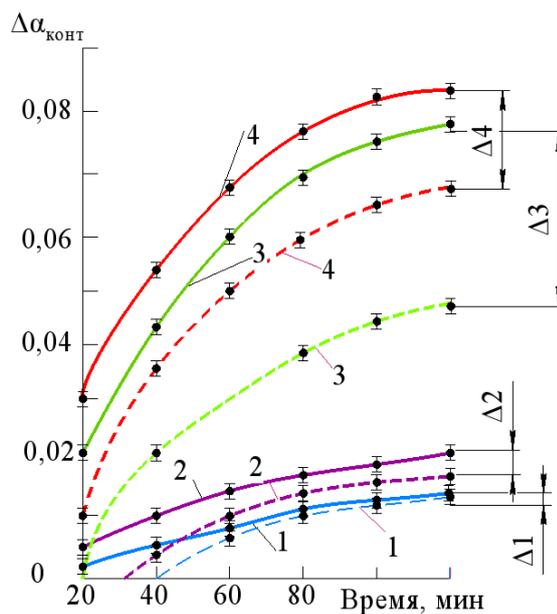


Рисунок 3.21– Зависимость приращения относительной площади контактной поверхности при спекании формовки из порошка ABC100.30 (сплошные линии) с добавлением углерода 0,5%С (штриховые линии) от продолжительности спекания, температуры спекания и исходной плотности:

- 1 – 950°C, 7,35 г/см³; 2 – 1150°C, 7,35 г/см³;
- 3 – 950°C, 6,9 г/см³; 4 – 1150°C, 6,9 г/см³.

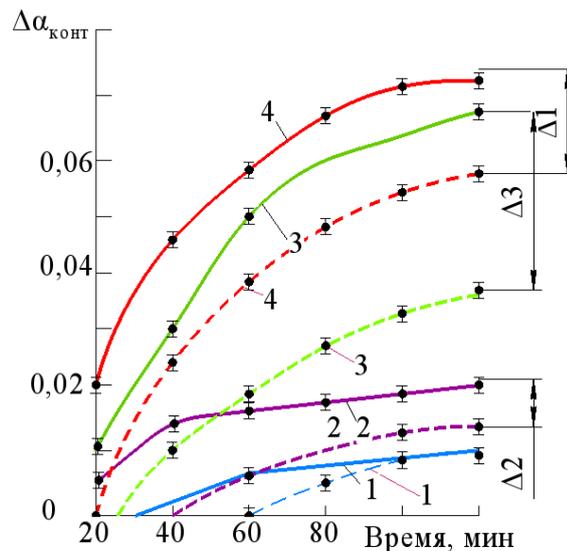


Рисунок 3.22– Зависимость приращения относительной площади контактной поверхности при спекании формовки из порошка Distaloy HP-1 (сплошные линии) с добавлением углерода 0,5%С (пунктирные линии) от продолжительности спекания, температуры спекания и исходной плотности:

1 – 950°C, 7,4 г/см³; 2 – 1150°C, 7,4 г/см³;

3– 950°C, 6,6 г/см³; 4– 1150°C, 6,6 г/см³

Механизм развития контактной поверхности формовок с углеродной шихтой аналогичен этому процессу, описанному зависимостями, показанным на рисунках 3.2 и 3.3. На графиках $\Delta 1 \dots \Delta 4$ – разница показывает изменение приращения относительной контактной поверхности для порошков без углерода спеченных сталей при тех же условиях. Проведенные исследования в [176] подчеркивают общие и отличительные признаки формирования контактной поверхности:

1. С повышением температуры и времени спекания площадь контактной поверхности монотонно увеличивается с затухающей интенсивности по мере увеличения длительности спекания.

2. У формовок из чистого порошка ABC100.30 и с добавлением в шихту графита развитие контактной поверхности происходит интенсивнее по сравнению с формовками из порошка Distaloy HP-1. Это обстоятельство можно объяснить наличием у железных частиц порошка Distaloy HP-1

припеченных к их поверхности более мелких частиц меди, никеля и молибдена, образующих твердые растворы в Fe_γ . Образование твердого раствора затрудняет протекание диффузионных процессов по сравнению с чистым металлом и замедляет, следовательно, рост контактной поверхности.

3. На интенсивность формирования контактной поверхности оказывает влияние исходная относительная плотность, повышение которой замедляет этот процесс, так как при приближении структуры материала к беспористому состоянию снижается движущая сила консолидации.

4. Добавление в шихту графика замедляет рост контактной поверхности, что объясняется снижением коэффициента самодиффузии атомов железа, особенно в приконтактных областях с повышенным содержанием углерода особенно на начальной стадии спекания.

Рассмотрим влияние содержания углерода на прочность спеченных сталей при различных режимах спекания (рис. 3.23, 3.24).

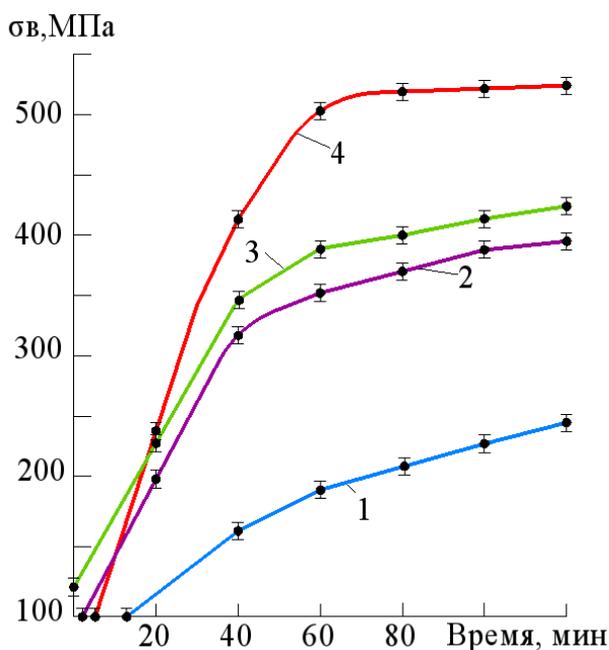


Рисунок 3.21 – Зависимость предела прочности спеченной формовки из порошка ABC100.30+0,5%C от времени изотермической выдержки для

исходной плотности и режимов спекания:

1 – 6,9 г/см³, 950°C; 2 – 6,9 г/см³, 1150°C;

3 – 7,35 г/см³, 950°C; 4 – 7,35 г/см³, 1150°C

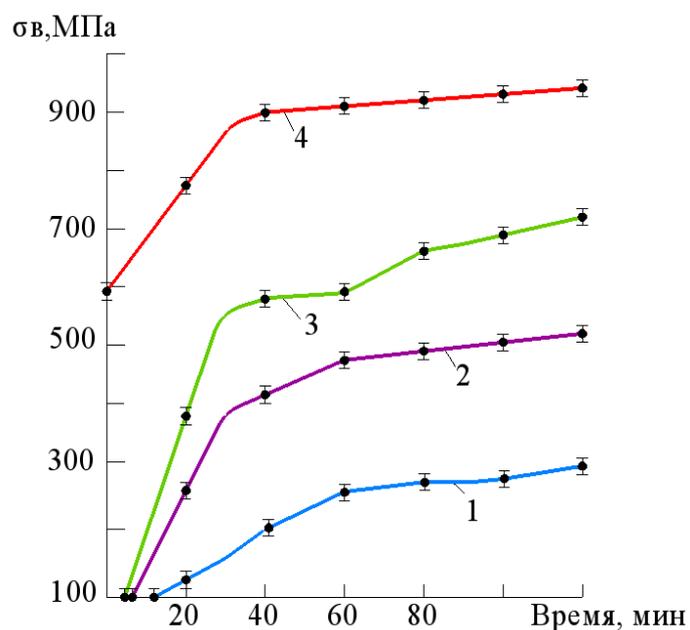


Рисунок 3.22 – Зависимость предела прочности спеченной формовки из порошка Distaloy HP-1 +0,5%С от времени изотермической выдержки для исходной плотности и режимов спекания:

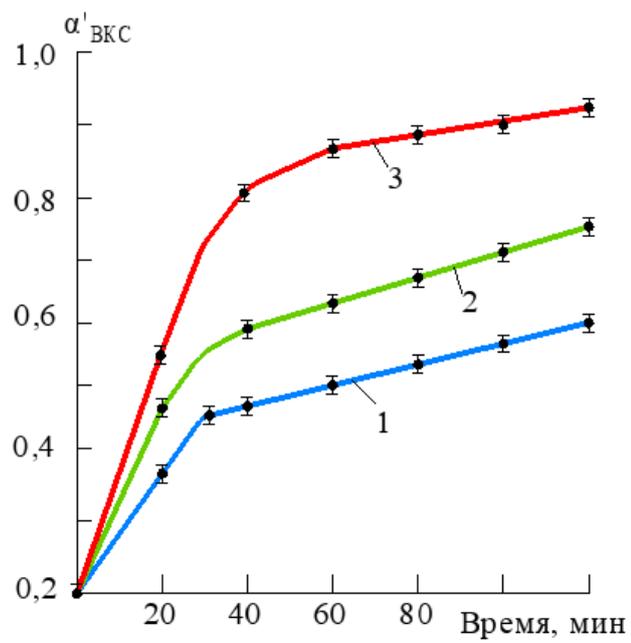
1 – 6,6 г/см³, 950°С; 2 – 6,6 г/см³, 1150°С;

3 – 7,4 г/см³, 950°С; 4 – 7,4 г/см³, 1150°С

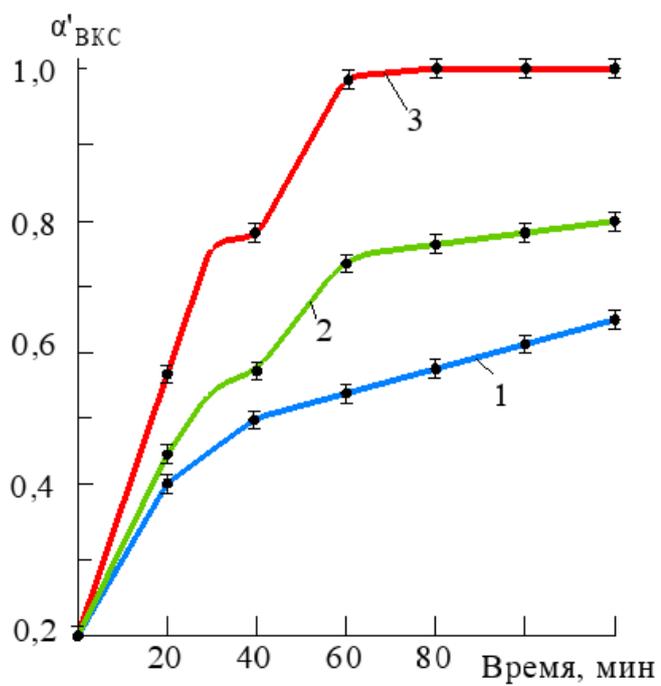
Определение предела прочности эталонных образцов показало следующие результаты: предел прочности материала на основе порошка ABC100.30 с содержанием углерода 0,5% составляет 610 МПа, предел прочности материала на основе порошка Distaloy HP-1 с содержанием углерода 0,5% составляет 1108 МПа.

По результатам механических испытаний и значению предела прочности эталонных образцов определена относительная площадь контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием ($\alpha'_{ВКС}$) в зависимости от исходной плотности формовок и режимов спекания формовок из порошка ABC.100.30+0,5%С (рис. 3.23) и из порошка DistaloyHP–1+0,5%С (рис. 3.24) [183].

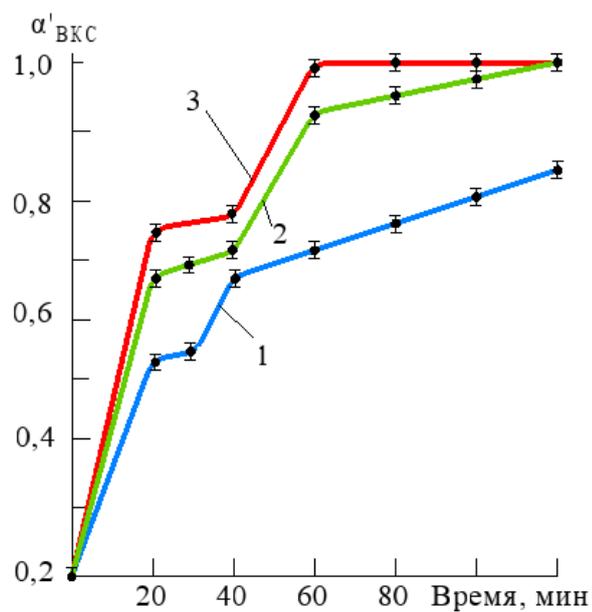
Представленные зависимости свидетельствуют, что введение в шихту графита интенсифицирует процессы формирования внутрикристаллитного сращивания по сравнению с материалами из безуглеродной шихты.



а)



б)



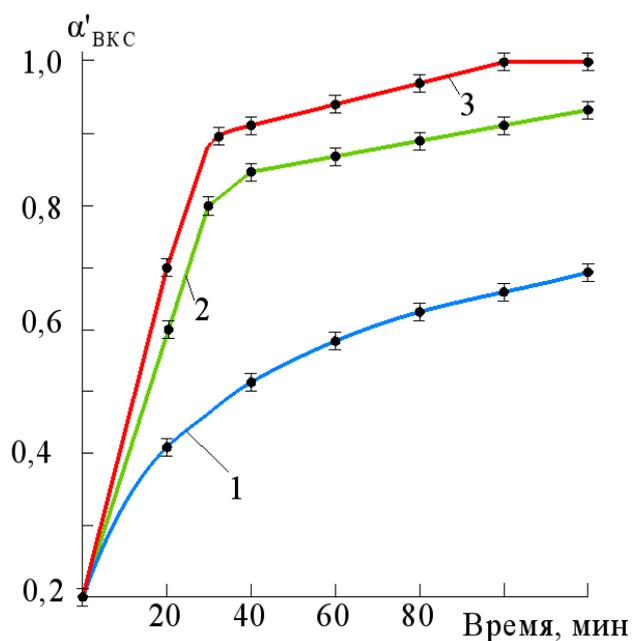
в)

Рисунок 3.23 – Динамика развития внутрикристаллитного срачивания на контактной поверхности для разных исходных плотностей и температуры спекания в зависимости от времени спекания для порошка

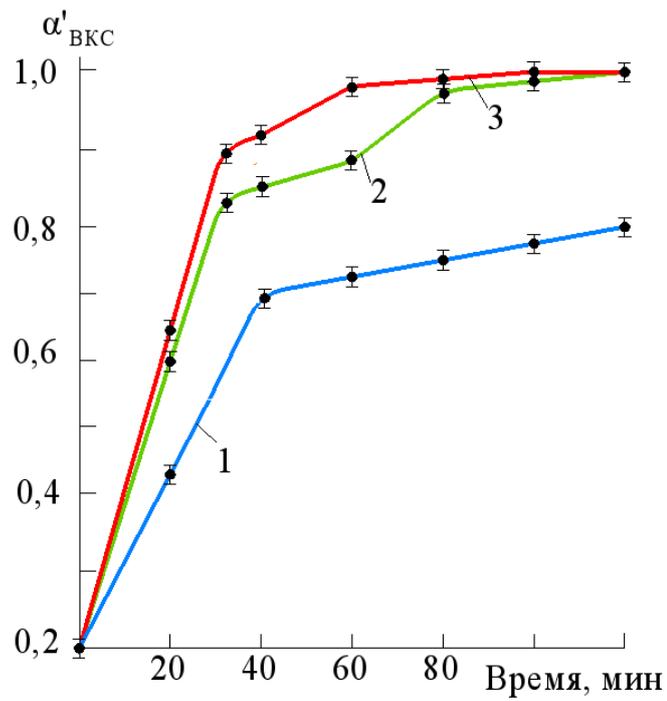
АВС.100.30+0,5%С (а-6,9 г/см³; б-7,2 г/см³; в-7,35 г/см³):

1 - 950°C; 2- 1050°C; 3-1150°C

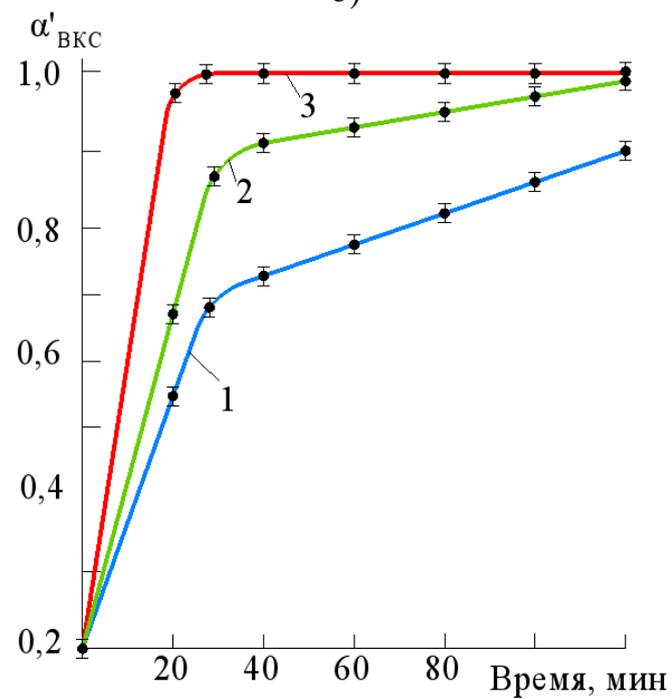
1 - 950°C; 2- 1050°C; 3-1150°C



а)



б)



в)

Рисунок 3.24 – Динамика развития внутрикристаллитного срачивания на контактной поверхности для разных исходных плотностей и температуры спекания в зависимости от времени спекания для порошка Distaloy HP-1+0,5%С (а–6,6 г/см³; б–7 г/см³; в–7,4 г/см³):
1 – 950°C; 2 – 1050°C; 3–1150°C

В работах [17, 21, 183, 188] авторы подчеркивают, что железные частицы порошковых сплавов и частицы графита постоянно контактируют в процессе спекания благодаря наличию контактных участков газовой атмосферы. В связи с тем, что графит (углерод) является активным восстановителем оксидов железа, в процессе нагрева выше 500–600°C в местах контакта частиц графита с железом начинают протекать восстановительные реакции, что способствует образованию ювенильного контакта и сращиванию частиц. Одновременно с этим за счет реакции между частицами графита и железа, графита с атмосферой печи создаются условия образования углеродосодержащей газовой среды. Так как кинетика химических реакций на границе металл – газ намного больше коэффициентов диффузии, то при этом интенсифицируются восстановительные процессы не только в контактных участках частиц железа с графитом, но и по всей поверхности частиц и поверхностям пор, сообщающихся с атмосферой печи. В то же время через образовавшиеся на поверхности частиц металлические контакты начинает превалировать диффузионные процессы углерода в частицы Fe. В связи с тем, что растворение углерода в α -железе незначительно, а диффузия в феррите протекает с небольшой скоростью, до $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения наиболее вероятным будет образование в контактных местах цементита как фазы, обладающей при этих температурах более значительным коэффициентом диффузии углерода. Если развитие контактной поверхности у материала из железного порошка протекает интенсивнее, чем у материала из легированного порошка, то при формировании внутрикристаллитного сращивания предпочтение следует отдать материалу, изготовленному из легированного порошка. Процесс формирования внутрикристаллитного сращивания осуществляется на двух этапах: в процессе изотермической выдержки формовки в аустенитной области и при охлаждении, сопровождающимся распадом аустенита на феррито–цементитную смесь. Роль второй стадии заключается в преобладающем развитии межчастичной поверхности сращивания как

области облегченного зарождения зерен феррита и цементитных пластин, обеспечивающих миграцию границы через бывшую поверхность физического раздела частиц. Это утверждение подтверждается результатами микроструктурного анализа. На рисунках 3.25–3.28 показаны микроструктуры материала с различным уровнем межчастичного сращивания.

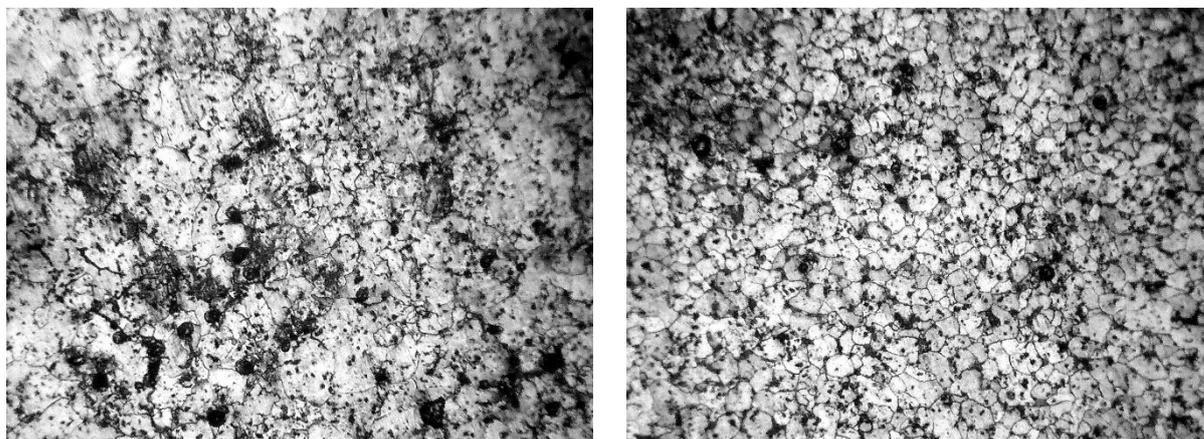


Рисунок 3.25 – Микроструктуры образца из порошка ABC100.30 +0,5%C ($\rho=7,0$ г/см³) после операции спекания при 950°C а течении 40 мин., $\times 200$

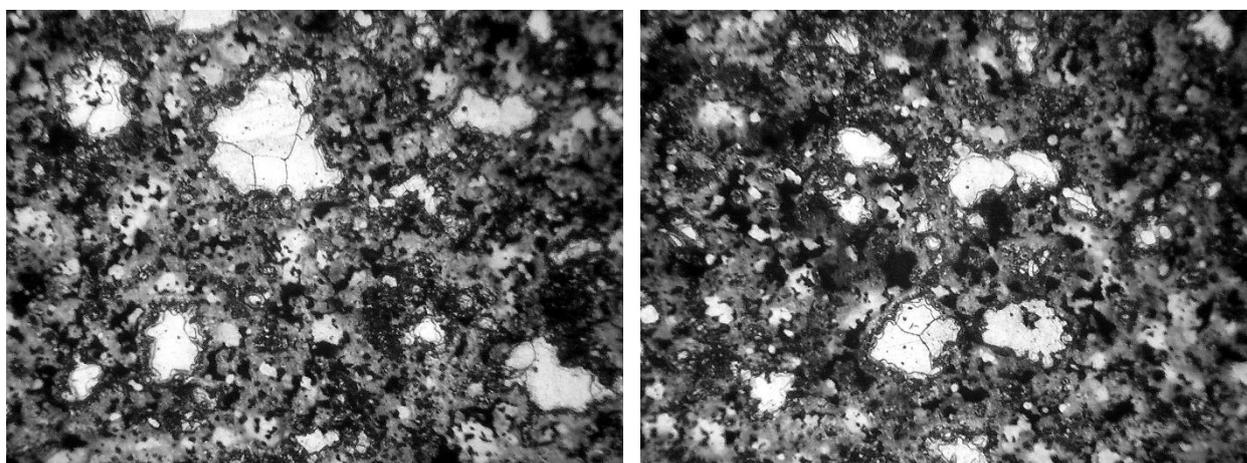


Рисунок 3.26 – Микроструктуры образца из порошка Distaloy HP-1 +0,5%C ($\rho=7,0$ г/см³) после операции спекания при 1050°C а течении 20 мин., $\times 200$

Представленные микроструктуры характерны для низкого уровня сращивания, так как отчетливо проявляется граница частиц порошка.

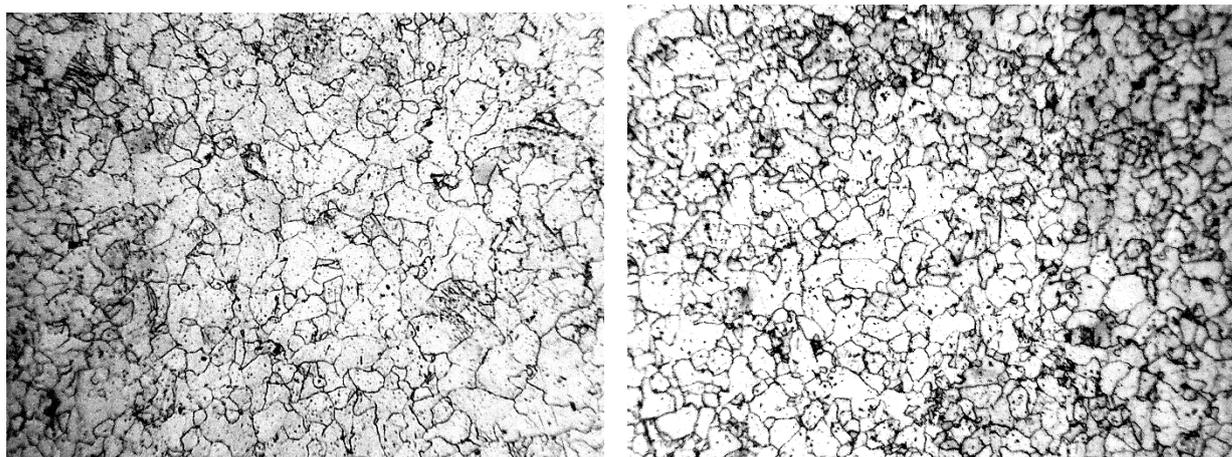


Рисунок 3.27 – Микроструктуры образца из порошка ABC100.30 +0,5%С после спекания при 1150°С в течение 40 мин., ×500

Морфологической особенностью данной микроструктуры является очевидное прорастание зерен перлита через бывшую межчастичную границу, что свидетельствует о формировании внутрикристаллитного сращивания.

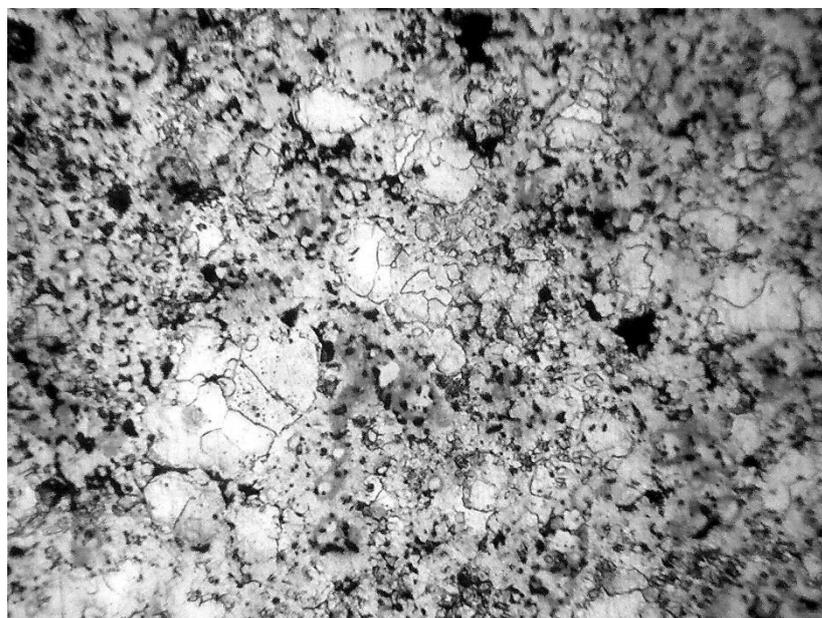


Рисунок 3.28 – Микроструктура образца из порошка Distaloy HP-1+0,5%С после спекания при 1150°С в течение 40 мин., ×500

Неметаллические включения идентифицируют бывшую границу физического раздела частиц, через которую прорастают зерна феррита. Т.е.

бывшая граница раздела частиц находится внутри зерна – признак внутрикристаллитного сращивания.

Определим области технологических режимов спекания, обеспечивающие долю контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием более 85% (рис. 3.29, 3.31) [188].

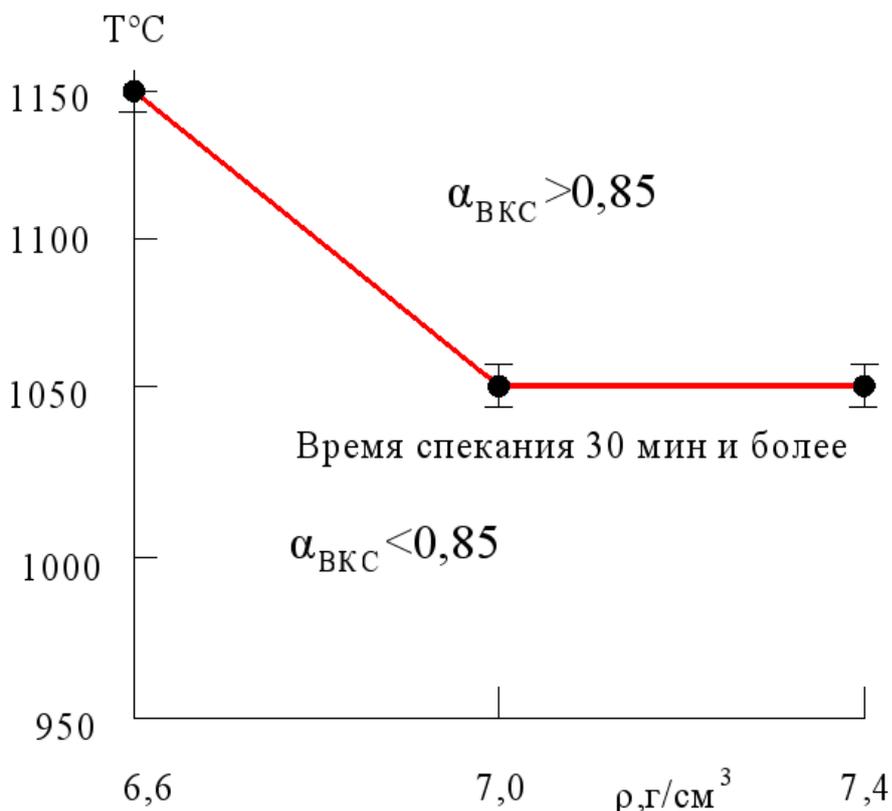


Рисунок 3.29 – Области технологических режимов спекания с различным уровнем внутрикристаллитного сращивания для формовок из порошка Distaloy HP-1

Линия на рисунке 3.29 разделяет область технологических режимов спекания на две зоны. Проведение спекания по режимам, соответствующим зоне выше линии разграничения, обеспечивает формирование контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, отвечающим вышеизложенному требованию. Данная зона простирается при продолжительности спекания 30 мин и более. Если режимы спекания соответствуют точке, расположенной ниже линии разграничения, в результате

спекания формовка обладает низкими механическими свойствами из-за незавершенности межчастичного сращивания.

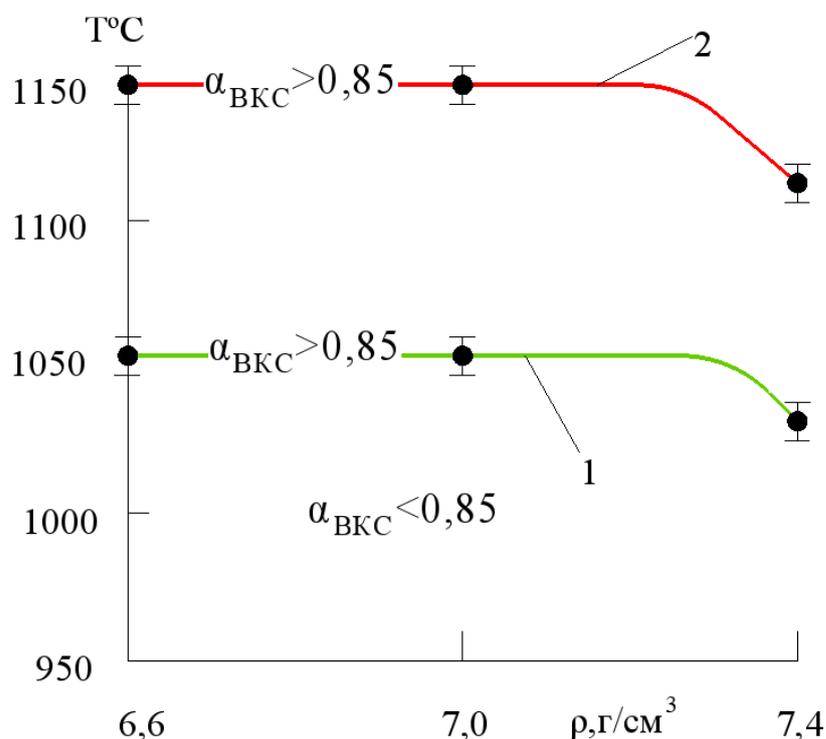


Рисунок 3.30 – Области технологических режимов спекания с различным уровнем внутрикristаллитного сращивания для формовок из порошка ABC100.30 с различной продолжительностью:
1 – 60 мин., 2 – 50 мин.

В случае порошка ABC100.30 с добавлением 0,5% С выявляются области технологических режимов спекания, ограниченными двумя линиями: нижняя (температура спекания 1050 °C) соответствует продолжительности спекания 60 мин., верхняя (температура спекания 1150 °C) – 50 мин.

3.3 Влияние содержания углерода на структуру и свойства спеченных сплавов

Рассмотрим влияние содержания углерода на механические свойства спеченных сплавов конструкционного назначения при различных режимах

спекания. Уровень плотности выбран из рекомендаций по формированию конструкционных материалов, которые предлагают интервал плотности в случае железного порошка 6,6 – 7,6 г/см³. Спекание проводили в среде диссоциированного аммиака в течение 90 минут при температуре 1150°С.

Температура спекания выбрана с учетом анализа технологических режимов спекания, обеспечивающих формирование материала с относительной площадью контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, равной или превышающей 85% [179, 188].

Рассмотрим материалы, полученные на основе порошка ПЖРВ2.200.26 (рис. 3.31 – 3.33).

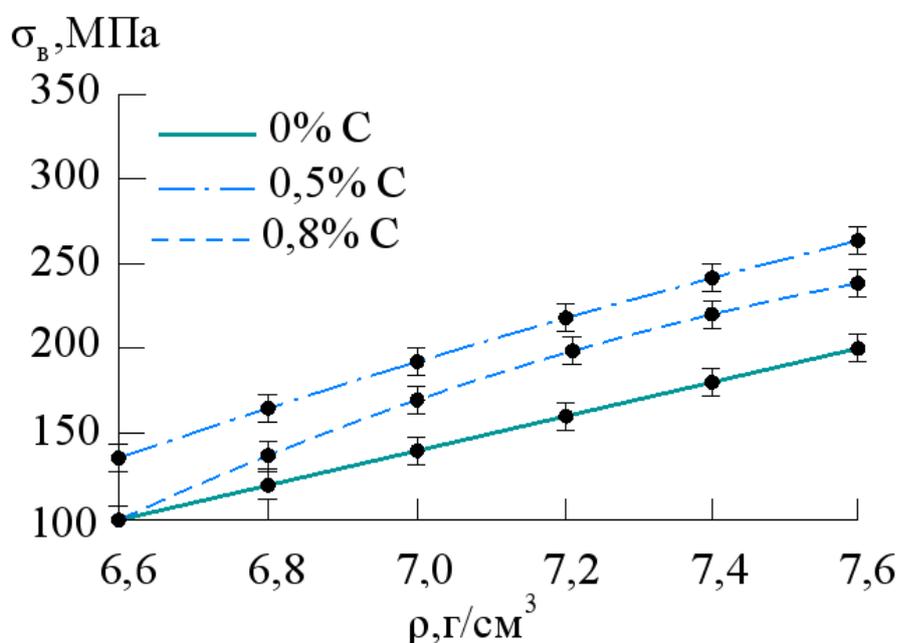


Рисунок 3.31 – Зависимости предела прочности на растяжение от плотности образцов при спекании при 1150 °С в течение 90 минут из стали ПЖРВ 2.200.26 с углеродом (содержание углерода 0% С; 0,5% С; 0,8% С)

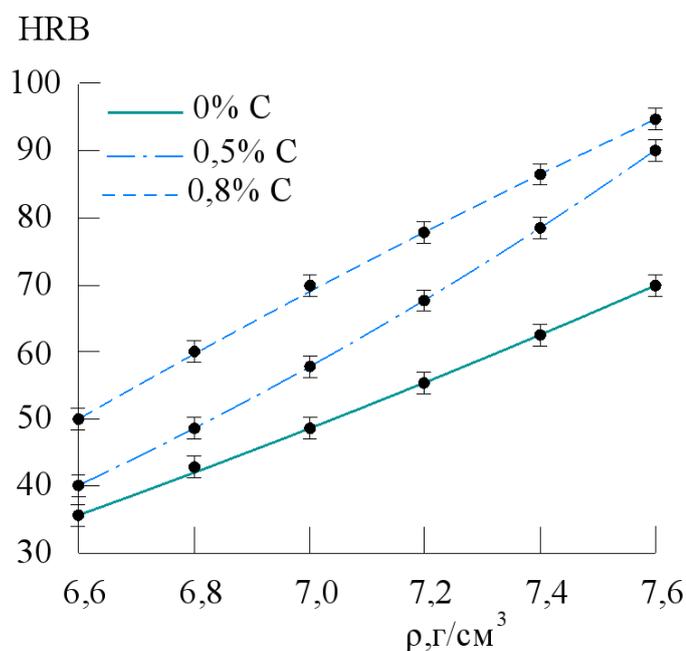


Рисунок 3.32 – Зависимость твердости HRB от плотности образцов при спекании при 1150 °С в течение 90 минут сплава ПЖРВ 2.200.26 (содержание углерода 0%С; 0,5%С; 0,8%С)

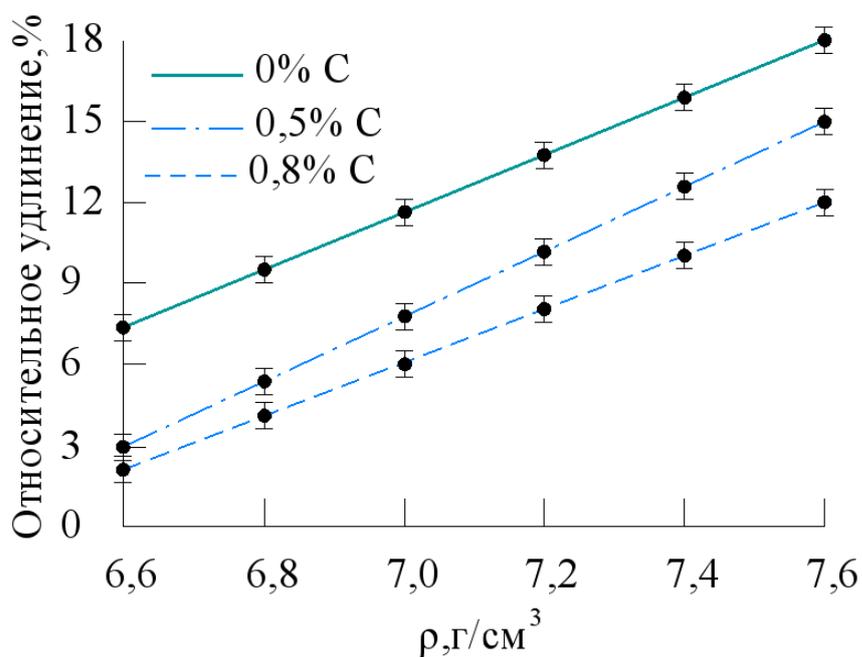


Рисунок 3.33 – Зависимость относительного удлинения при растяжении от плотности образцов при спекании при 1150 °С в течение 90 минут сплава ПЖРВ 2.200.26 (содержание углерода 0%С; 0,5%С; 0,8%С)

Рассмотрим материалы, полученные на основе порошка АВС100.30 (рис. 3.34 – 3.36).

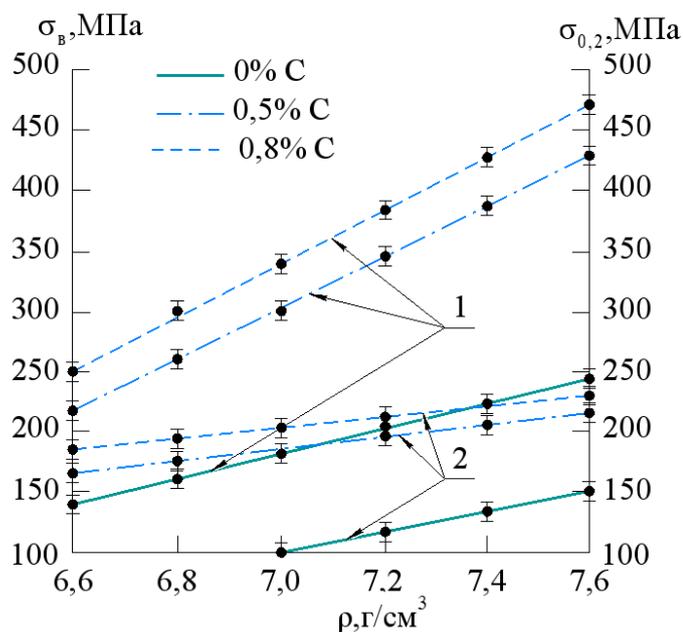


Рисунок 3.34 – Зависимости предела прочности на растяжение (линии 1) и предела текучести (линии 2) от плотности образцов при спекании 1150 °С в течение 90 минут сплава АВС 100.30 (содержание углерода в формовке 0%С; 0,5%С; 0,8%С)

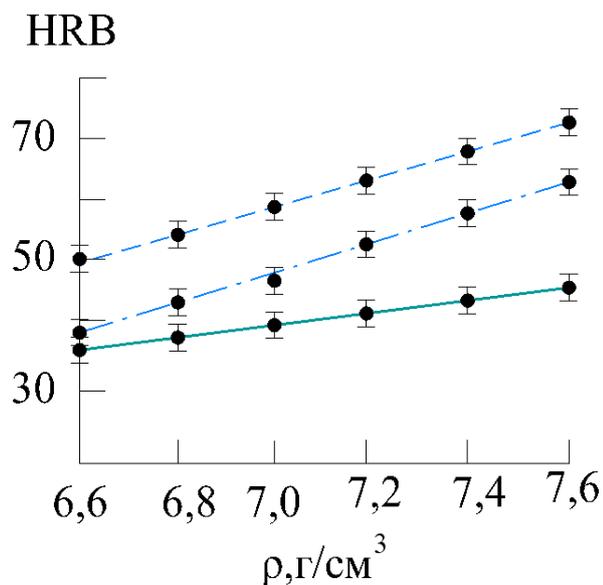


Рисунок 3.35 – Зависимость твердости HRB от плотности образцов при спекании при 1150°С в течение 90 минут сплава АВС 100.30:
1 -0%С; 2 - 0,5%С; 3 - 0,8%С.

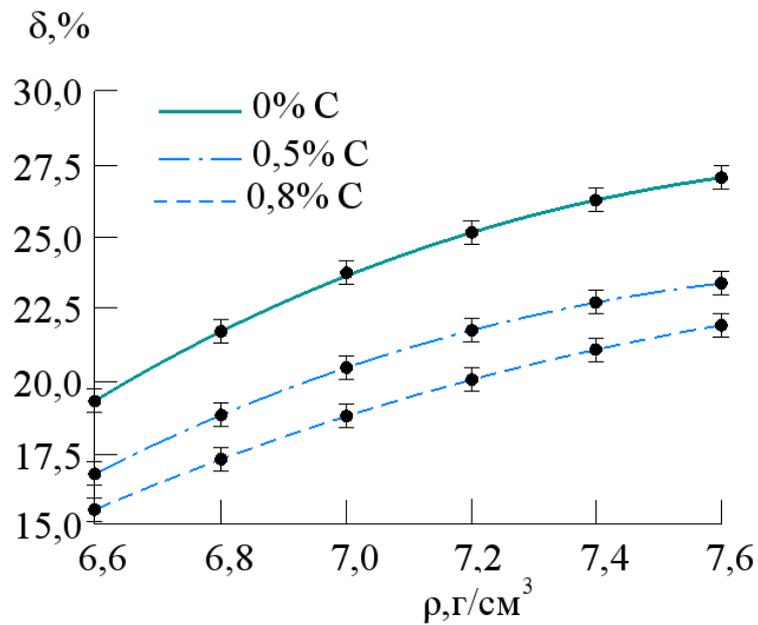


Рисунок 3.36 – Зависимость относительного удлинения при растяжении от плотности образцов при спекании при 1150°C в течение 90 минут сплава ABC 100.30 (содержание углерода в формовке 0%С; 0,5%С; 0,8%С).

Рассмотрим материалы, полученные на основе порошка Astaloy 0,85Mo (рис. 3.37 – 3.39).

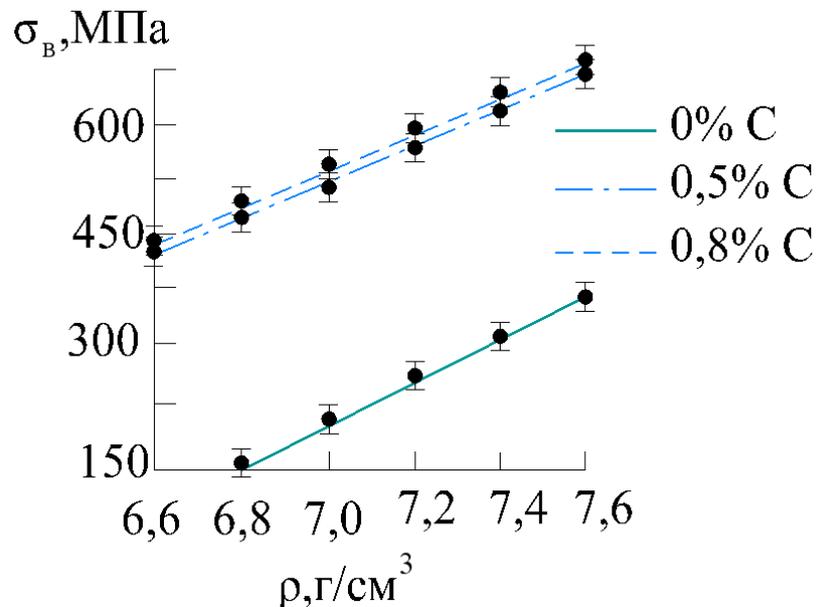


Рисунок 3.37 – Зависимость предела прочности на растяжение от плотности образцов при спекании при 1150°C в течение 90 минут сплава Astaloy 0,85Mo (содержание углерода в формовке 0%С; 0,5%С; 0,8%С)

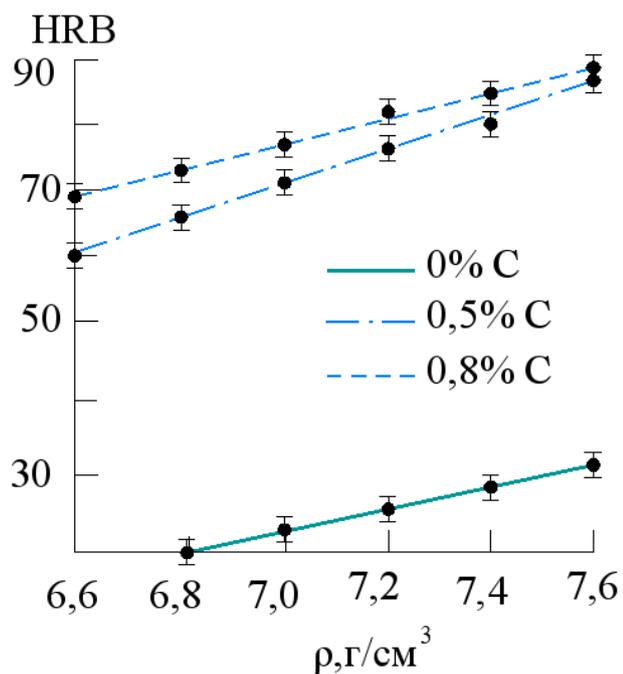


Рисунок 3.38 – Зависимость твердости и HRB от плотности образцов при спекании при 1150°C в течение 90 минут сплава Astaloy 0,85Mo:

1 – 0%С; 2 – 0,5%С; 3 – 0,8%С

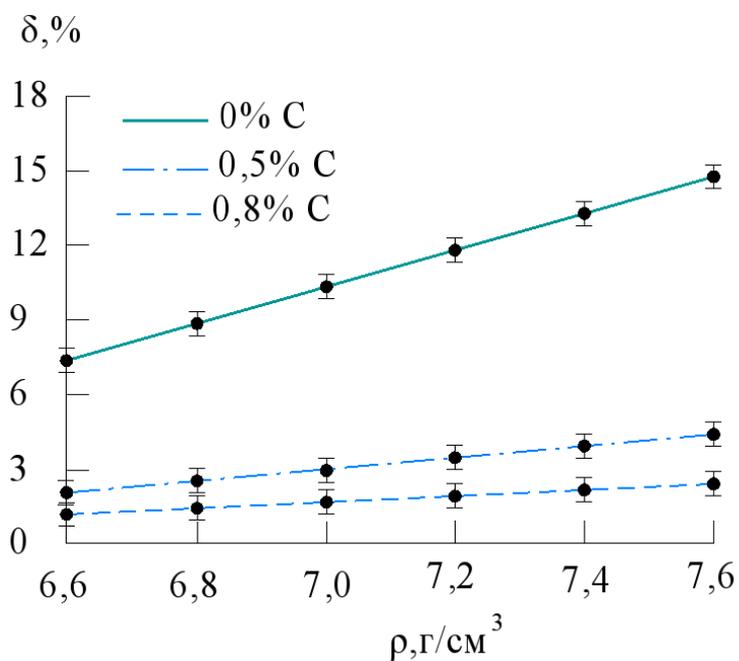


Рисунок 3.39 – Зависимость относительного удлинения от плотности образцов при спекании при 1150°C в течение 90 минут сплава

Astaloy 0,85Mo: 1 – 0,8%С; 2 – 0,5%С; 3 – 0%С.

Далее рассмотрим зависимости механических свойств сплава марки ПЛ-Н4Д2М от плотности изготовленных образцов и содержания углерода в материале формовки [17].

Результаты проведенных экспериментов представлены на рисунках 3.40–3.42 .

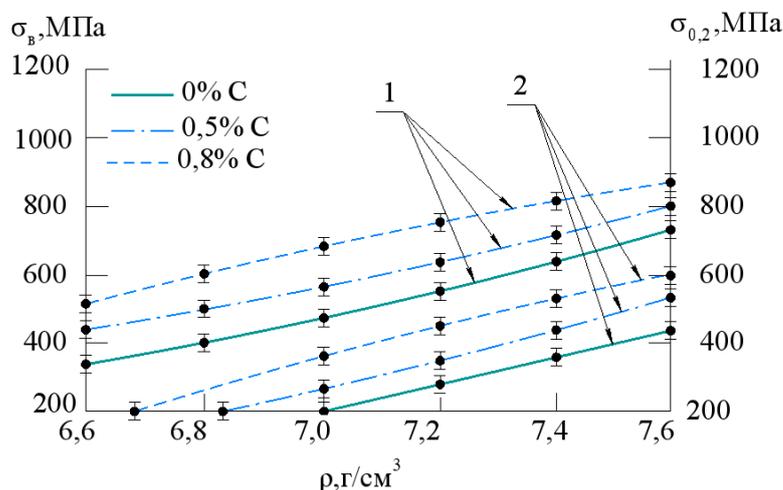


Рисунок 3.40 – Зависимости предела прочности на растяжение (линии 1) и предела текучести (линии 2) от плотности образцов при спекании при 1150 °С в течение 90 минут сплава ПЛ-Н4Д2М (содержание углерода в формовке 0%С; 0,5% С; 0,8% С)

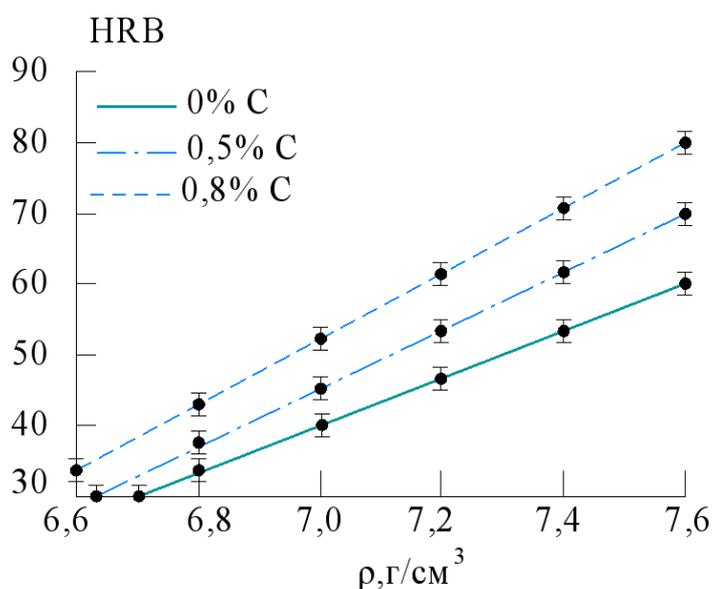


Рисунок 3.41 – Зависимость твердости HRB от плотности образцов при спекании при 1150 °С в течение 90 минут сплава ПЛ-Н4Д2М (содержание углерода в формовке 0% С; 0,5% С; 0,8% С)

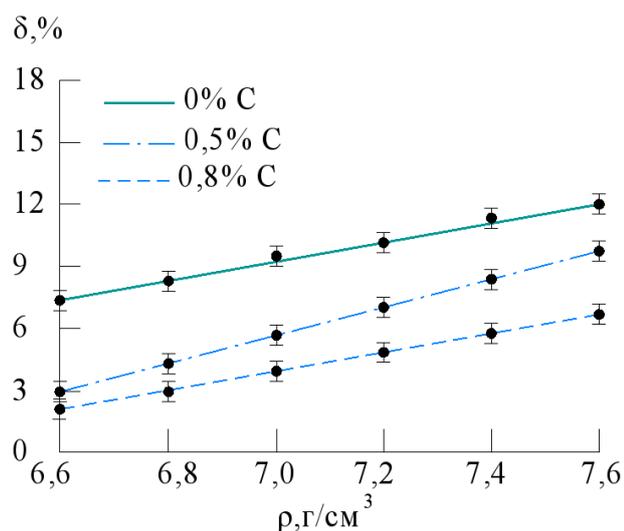


Рисунок 3.42 – Зависимость относительного удлинения при растяжении от плотности образцов при спекании при 1150°C в течение 90 минут сплава ПЛ-Н4Д2М (содержание углерода в формовке 0% С; 0,5% С; 0,8% С)

Рассмотрим свойства спеченного материала, полученного на основе порошка Distaloy HP-1 (рис. 3.43–3.45).

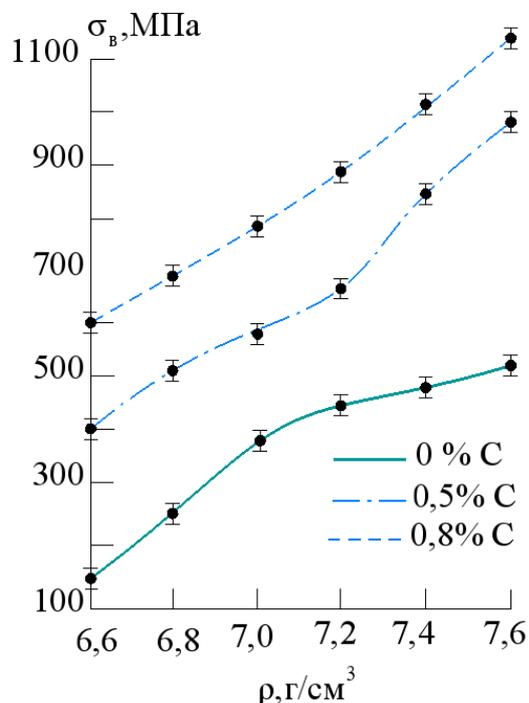


Рисунок 3.43 – Зависимость предела прочности на растяжение от плотности образцов при спекании при 1150°C в течение 90 минут сплава Distaloy HP-1 (содержание углерода в формовке 0% С; 0,5% С; 0,8% С)

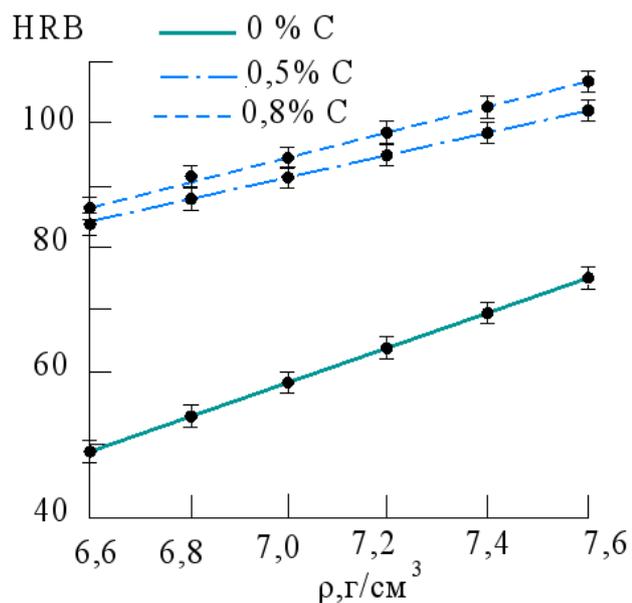


Рисунок 3.44– Зависимость твердости HRB от плотности образцов при спекании при 1150°С в течение 90 минут сплава Distaloy HP-1: (содержание углерода в формовке 0% C; 0,5% C; 0,8% C)

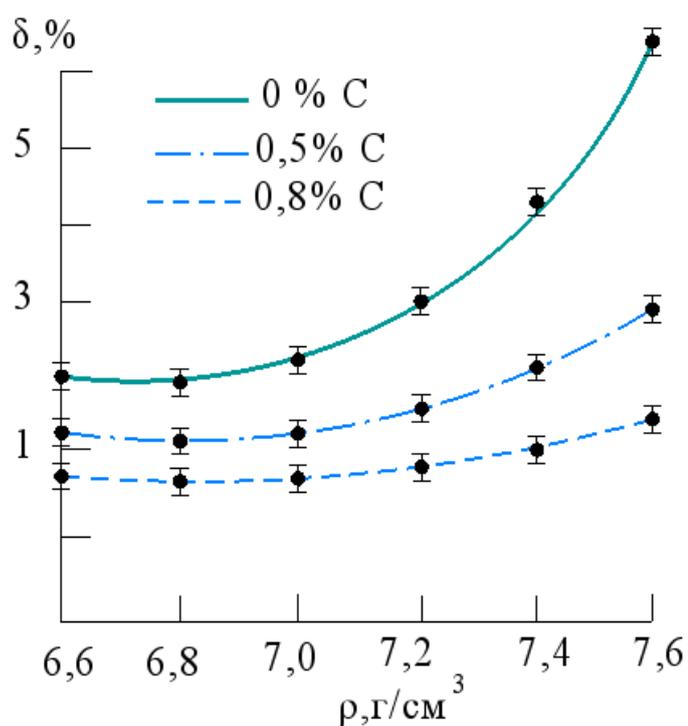


Рисунок 3.45 – Зависимость относительного удлинения от плотности образцов при спекании при 1150°С в течение 90 минут сплава Distaloy HP-1: (содержание углерода в формовке 0% C; 0,5% C; 0,8% C)

Для облегчения анализа полученных результатов, представим их в виде обобщающих диаграмм (рис.3.46-3.48). Для наглядности различие в плотности рассматриваемых материалов выражено в направлении штриховки, а – в содержании углерода в материале формовки – цветом штриховки.

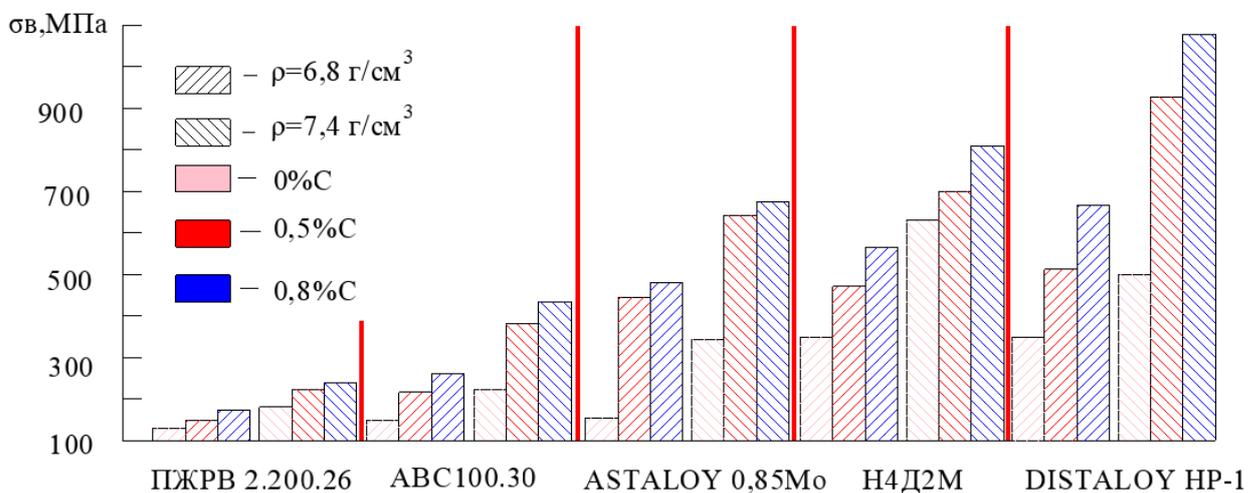


Рисунок 3.46 – Значения предела прочности спеченных материалов в зависимости от содержания углерода и плотности

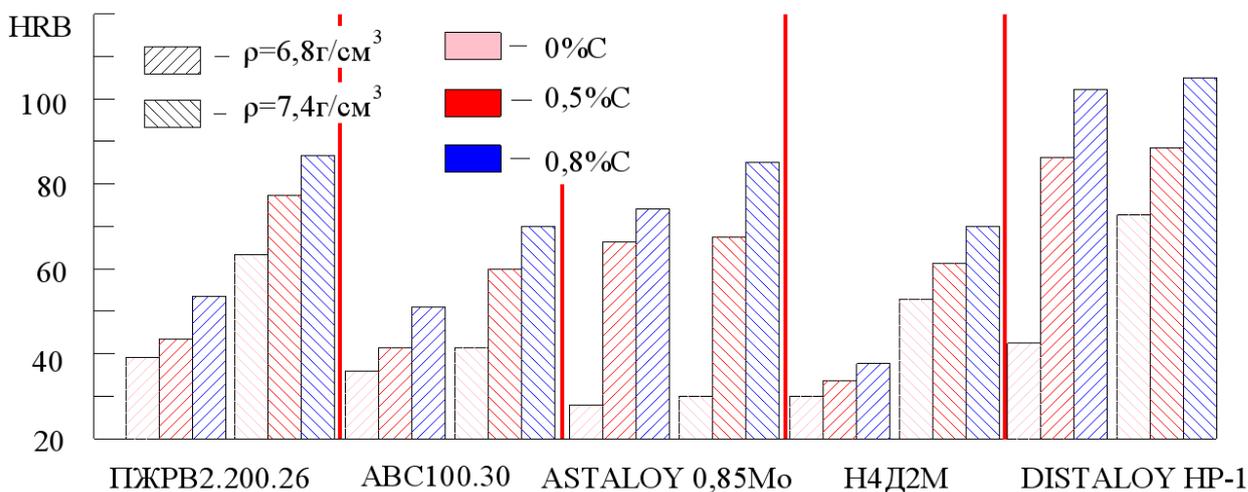


Рисунок 3.47 – Значения твердости HRB спеченных материалов в зависимости от содержания углерода и плотности

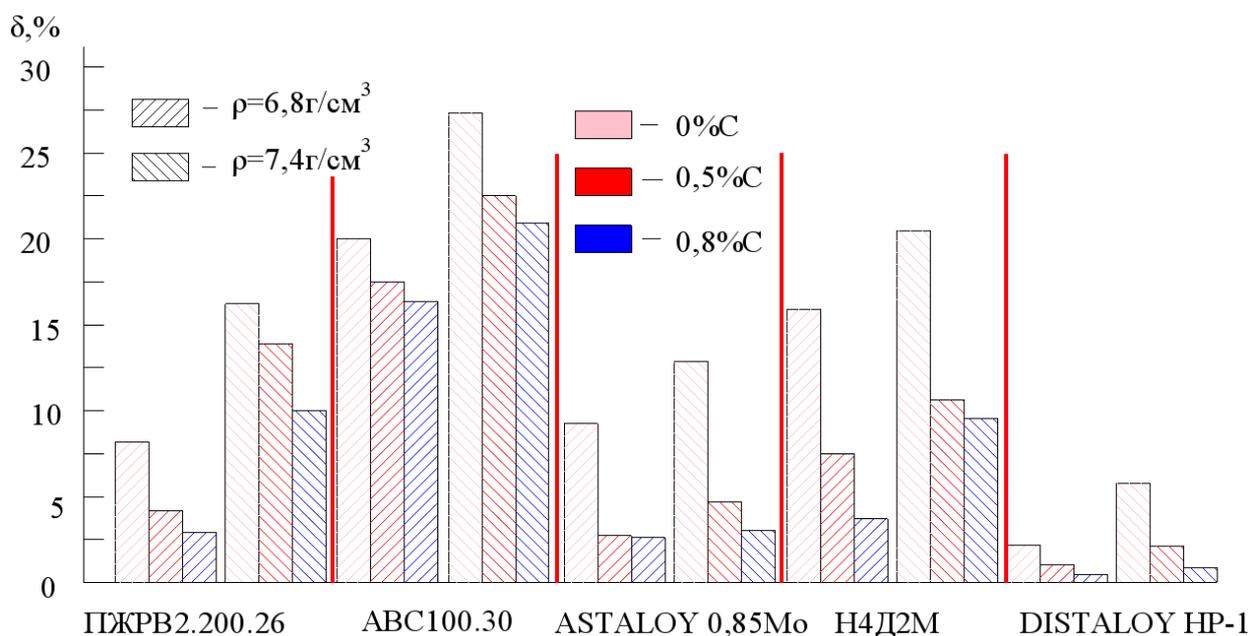


Рисунок 3.48 – Значения относительного удлинения спеченных материалов в зависимости от содержания углерода и плотности

Представленные данные подтверждают теоретические положения об увеличении предела прочности и твердости стали с повышением плотности материала и содержания углерода. Значения относительного удлинения снижаются при увеличении содержания углерода и возрастают при повышении плотности.

Наибольшие значения предела прочности достигаются при использовании частично-легированных порошков Н4Д2М и Distaloy НР-1. В частности, при использовании последней марки при содержании углерода 0,5% и плотности 7,4 г/см³ достигается 83% предела прочности эталонного образца. Такой материал можно рекомендовать для производства ненагруженных и малонагруженных деталей. Несколько ниже значения предела прочности спеченной стали на основе порошка Astaloy 0,85 Мо вследствие меньшего содержания легирующих элементов, упрочняющих феррит. Сравнивая значения предела прочности сталей из чистых железных порошков, можно отметить близкие значения при плотности 6,8 г/см³. Различия в величинах этого параметра наблюдаются при плотности 7,4 г/см³ и

содержании углерода 0,5 и 0,8%С. Более высокие значения предела прочности стали из порошка АВС100.300 по сравнению с материалом на основе порошка ПЖРВ2.200.26 объясняются меньшим содержанием примесей в импортном порошке.

Рассматривая значения твердости, можно констатировать, что значения твердости коррелируют с показателями предела прочности, исключением являются сплавы на основе чистых железных порошков. Предел прочности у сталей из АВС100.30 выше, чем у сталей из порошка ПЖРВ2.200.26, а показатели твердости сталей из порошка ПЖРВ2.200.26 превосходят значения твердости сталей из порошка АВС100.30. Это обстоятельство объясняется различным содержанием примесей и неметаллических включений, негативно влияющих на прочность, но повышающих твердость. Следует отметить, что спеченные стали с плотностью 7,4 г/см³ и содержанием углерода 0,5%С и выше обладают уровнем твердости, достаточным для малонагруженных деталей конструкционного назначения.

Относительное сужение рассматриваемых материалов возрастает с повышением плотности и снижается с увеличением содержания углерода. Наибольшие значения относительного сужения достигаются у безуглеродистых материалов из нелегированных железных порошков. Наименьшие значения этого показателя зафиксированы у материалов из порошка Distaloy HP-1. Пластичность безуглеродистого сплава Astaloy 0,85Mo при плотности 7,6 г/см³ превышает показатели пластичности сплава Distaloy HP-1 в 6 раз. Для объяснения низких значений относительного сужения сплавов из порошка Distaloy HP-1 проведено определение предела текучести сталей из данного порошка (рис. 3.49).

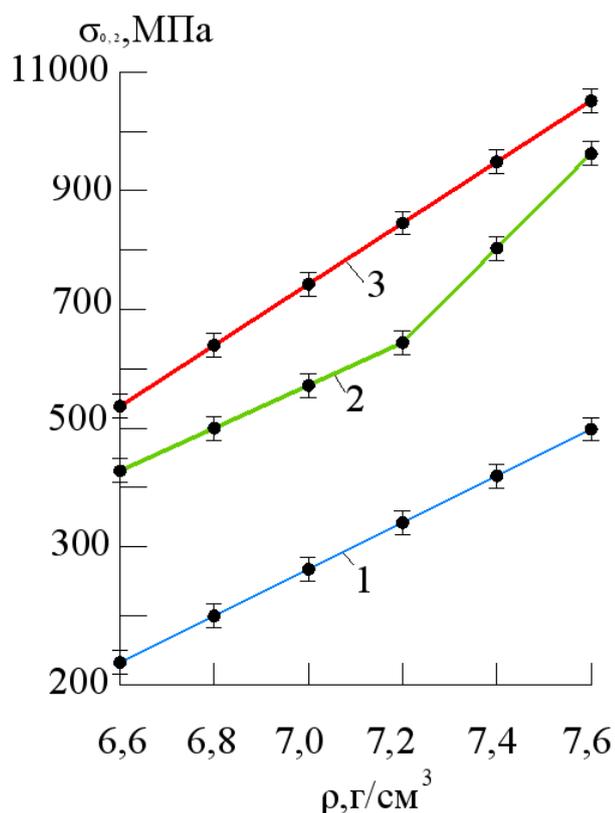
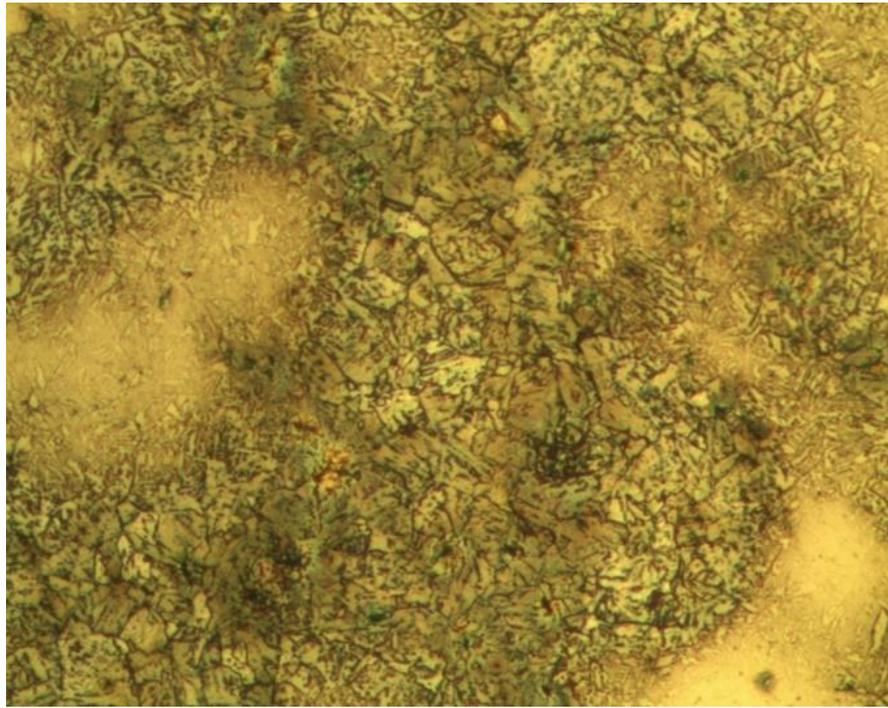


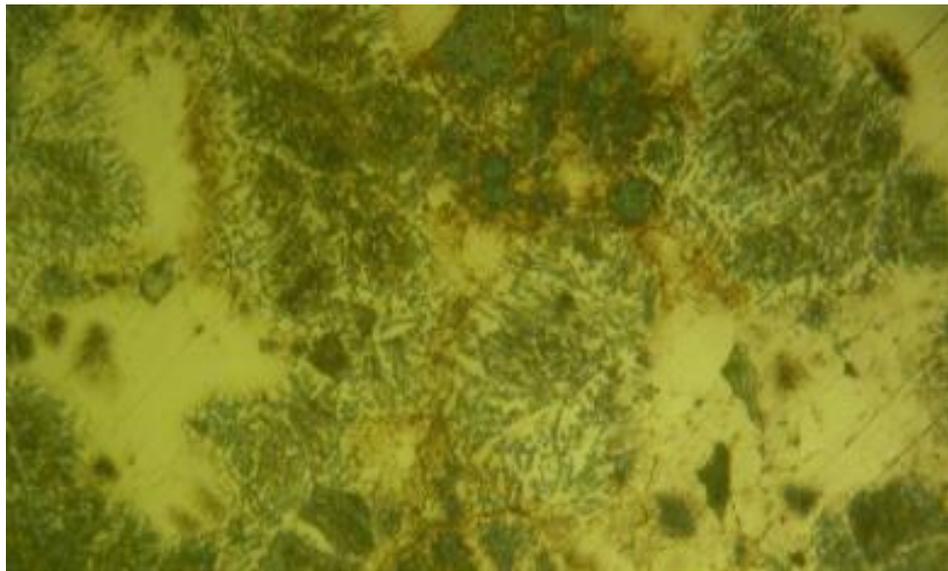
Рисунок 3.49 – Зависимость предела текучести на растяжение от плотности образцов при спекании при 1150°C в течение 90 минут сплава Distaloy HP-1: 1 – 0% C, 2 – 0,5% C; 3 – 0,8% C

Сопоставляя экспериментальные данные, представленные на рисунках 3.43 и 3.49, можно констатировать различие в значениях пределов прочности и текучести в пределах 1-6% при плотностях 6,6 -7,6 г/см³. Близкие значения этих прочностных показателей сокращает интервал напряжений, при которых развиваются процессы пластического деформирования, что сказывается на показателях пластичности спеченной стали.

В работах [3,17,21] описано, что достаточно высокие прочностные свойства объясняются процессами формирования внутрикристаллического сращивания на всей контактной поверхности материала. Эти процессы также включают гомогенизацию легирующих элементов и формирование мелкозернистой ферритной, феррито-перлитной или перлитной структуры, что способствует улучшению прочности.



a)



b)



в)

Рисунок 3.50 – Микроструктуры спеченной стали на основе порошка Distaloy NP-1 плотностью $7,4 \text{ г/см}^3$ с различным содержанием углерода, х 500:
а – 0%С; б – 0,5%С; в – 0,8% С

3.4 Влияние ультрадисперсных частиц на формирование межчастичного сращивания спеченных порошковых сталей

Широкое применение в разработке новых функциональных материалов нашли ультрадисперсные частицы. В настоящее время установлено, что повышение дискретности структурных элементов приводит к существенному изменению свойств. В работе [191] установлено, что для многих частиц характерно образование структуры «ядро-оболочка» с отличием кристаллического строения. Поверхностная энергия частицы составляет заметную долю общей энергии и приближается к значениям энтальпии плавления. Теоретические положения о роли ультрадисперсных частиц в формировании материалов нельзя считать общепризнанными и окончательно сформулированными, так как в литературе содержатся противоречивые сведения о влиянии ультрадисперсного легирования на функциональные свойства материалов. Это обстоятельство объясняется широкой

технологической гаммой формирования материалов с частицами, например различными режимами и способами получения одних и тех же частиц, различной формой и размером, различными способами введения частиц в порошковую шихту, что обуславливает различную структуру получаемых материалов.

Поэтому необходимо продолжать исследования закономерностей консолидации материалов с ультрадисперсными частицами на всех технологических операциях. В настоящей работе рассмотрены следующие частицы: ультрадисперсные частицы нитрида кремния и оксида никеля.

3.4.1 Влияние ультрадисперсных частиц нитрида кремния на структурообразование и межчастичное сращивание спеченных порошковых сталей

В работе [191] изучено влияние количества вводимой ультрадисперсных частиц нитрида кремния на уплотняемость порошковых материалов на основе железа. Зависимости относительной плотности (%) от давления прессования (МПа) и содержания частиц Si_3N_4 представлены на рисунке 3.51.

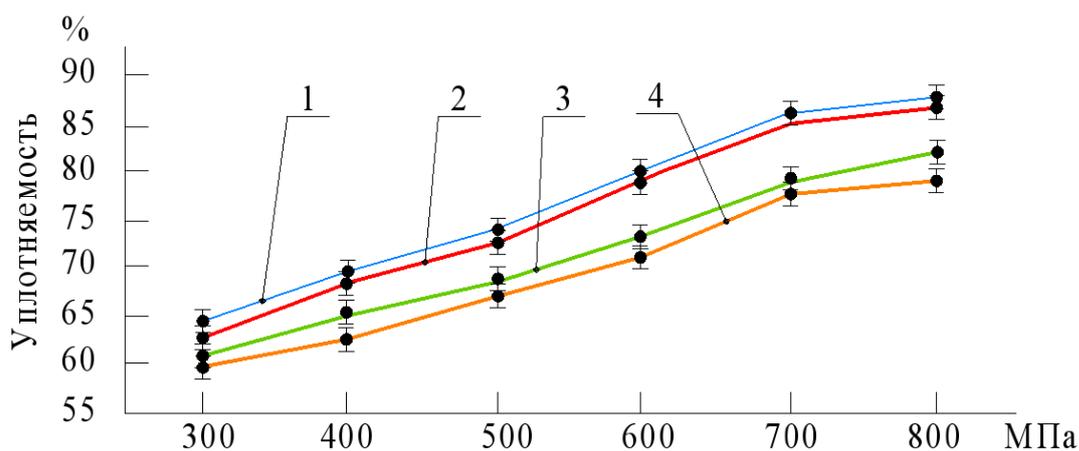


Рисунок 3.51 – Влияние количество вводимого нитрида кремния на уплотняемость материала на основе шихты ПЖРВ 2.200.26:

1- 0,1%; 2-0,2;3-0,4%; 5-0,6%

Как видно из результатов, приведенных на рисунке 3.51, при введении ультрадисперсных частиц нитрида кремния свыше 0,2 мас. % имеет место большее межчастичное трение, а также трение частиц шихты со стенками матрицы, что сказывается на уплотняемости данного материала. Следовательно, с точки зрения уплотняемости наиболее рациональным количеством введенной ультрадисперсной добавки является 0,1–0,2 мас. %.

Представим результаты влияния ультрадисперсной добавки нитрида кремния на усадку спеченных образцов исследуемых материалов. Давление прессования составляло 700 МПа. Спекание проводилось при температуре 1050°C в течение 90 мин для обеспечения уровня внутрикристаллитного сращивания более 85% [191].

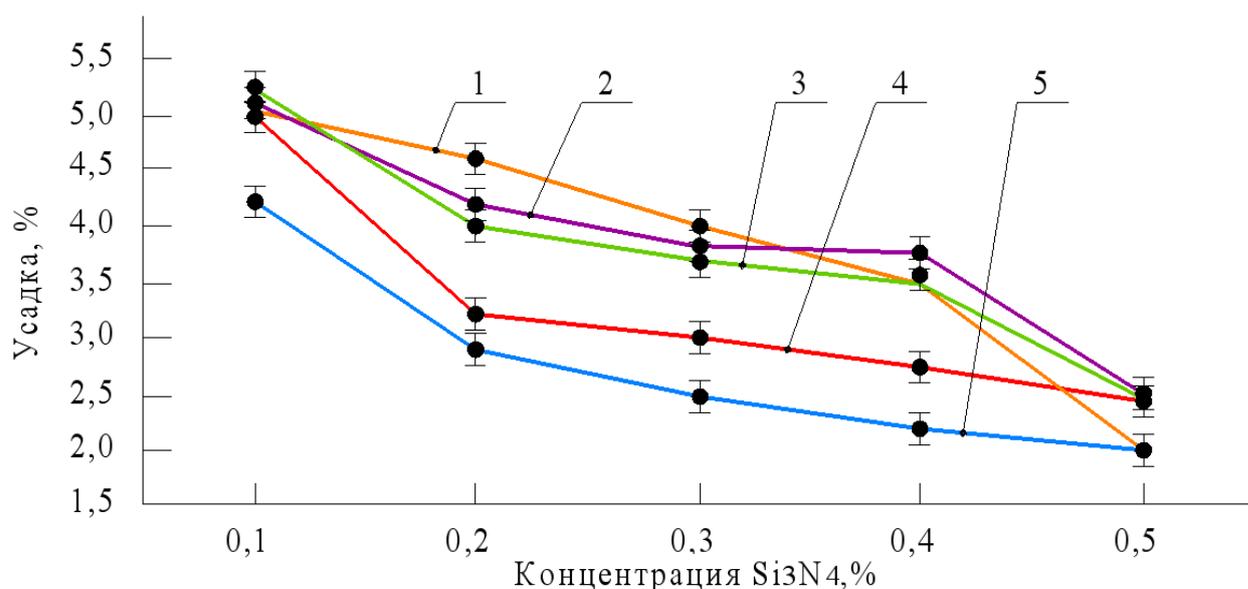


Рисунок 3.52 – Зависимость объемной усадки от концентрации ультрадисперсной добавки нитрида кремния для порошковых сплавов:
 1– ПЛ-Н4Д2М; 2– Distaloy HP-1; 3– Astaloy 0,85Mo; 4– ABC 100.30;
 5– ПЖРВ 2.200.26

Из полученных зависимостей следует, что при повышении концентрации ультрадисперсных частиц усадка порошкового материала на основе железа уменьшается. Это можно объяснить природой

ультрадисперсных частиц. Нитрид кремния контактирует с частицами железного порошка по их поверхности и не растворяется в железной основе. Их такое расположение препятствует росту контактной поверхности и поверхностной диффузии атомов железа.

На рисунке 3.53 представлены зависимости усадки спеченных образцов от давления прессования. Концентрация ультрадисперсной добавки составляла 0,2 мас.%. Из приведенных зависимостей видно, что с увеличением давления прессования усадка уменьшается, что является характерным для любых материалов и добавка частиц не изменяет характера этой зависимости [191].

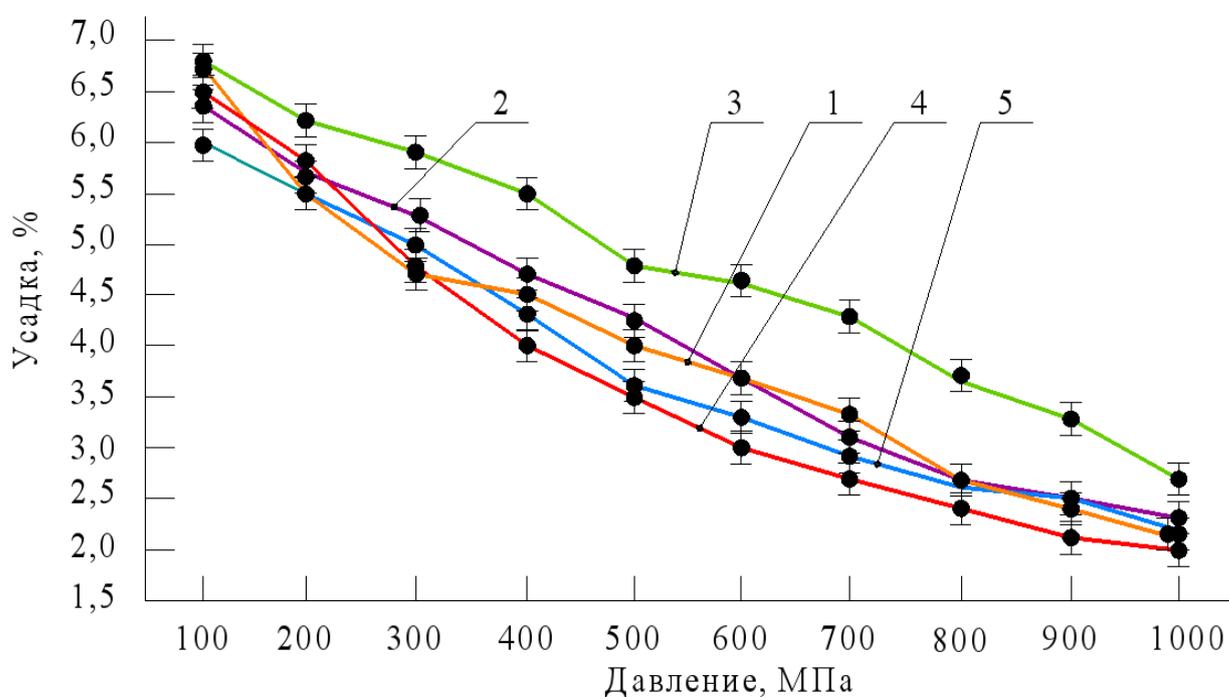


Рисунок 3.53 – Зависимость объемной усадки от давления прессования порошковых сплавов при добавлении 0,2% нитрида кремния:

1– ПЛ-Н4Д2М; 2– Distaloy HP-1; 3– Astaloy 0,85Mo; 4– ABC 100.30;

5– ПЖРВ 2.200.26

Авторами в работе [191] установлено, что при равномерном распределении по поверхности частиц железа частицы на начальной стадии деформации будут оставлять на поверхности механические повреждения, тем

самым увеличивая ее дефектность, что так же будет способствовать ускорению процесса спекания. Ход кривых подтверждает теоретическое положение об уменьшении усадки при повышении плотности формовки. Введение добавки нитрида кремния не изменяет кинетику усадки при спекании формовок.

На рисунке 3.54 представлены зависимости усадки спеченных образцов от времени спекания. Давление прессования составляло 700 МПа. Концентрация дисперсной добавки составляла 0,2%. Спекание проводилось при температуре 1050°C, время спекания варьировалось от 15 до 180 мин.

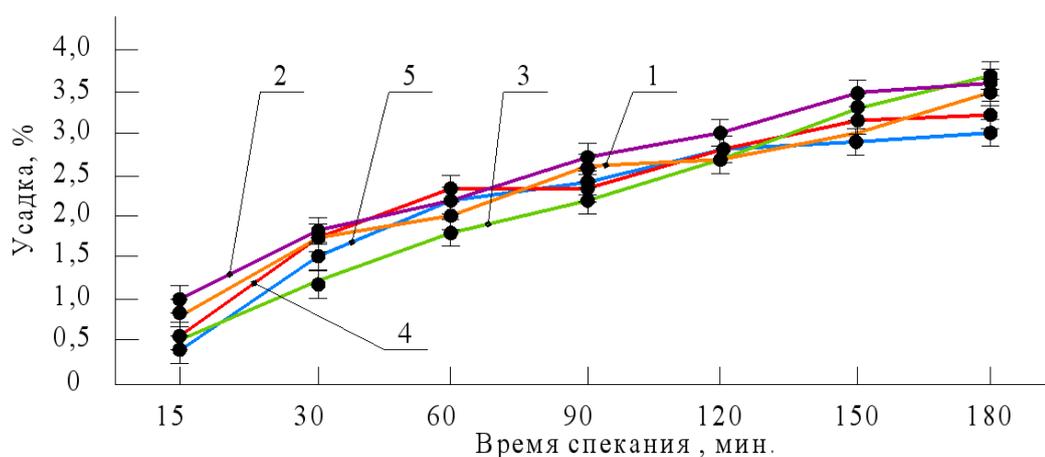


Рисунок 3.54– Зависимость объемной усадки порошковых сплавов от времени спекания при добавлении нитрида кремния:
1– ПЛ-Н4Д2М; 2– Distaloy HP-1; 3– Astaloy 0,85Mo; 4– ABC 100.30;
5– ПЖРВ 2.200.26

Увеличение времени спекания до 180 минут приводит к повышению усадки.

На рисунке 3.55 представлены зависимости усадки спеченных образцов от температуры спекания. Давление прессования составляло 700 МПа. Концентрация ультрадисперсных добавок составляла 0,2 мас.%. Спекание длилось 120 мин.

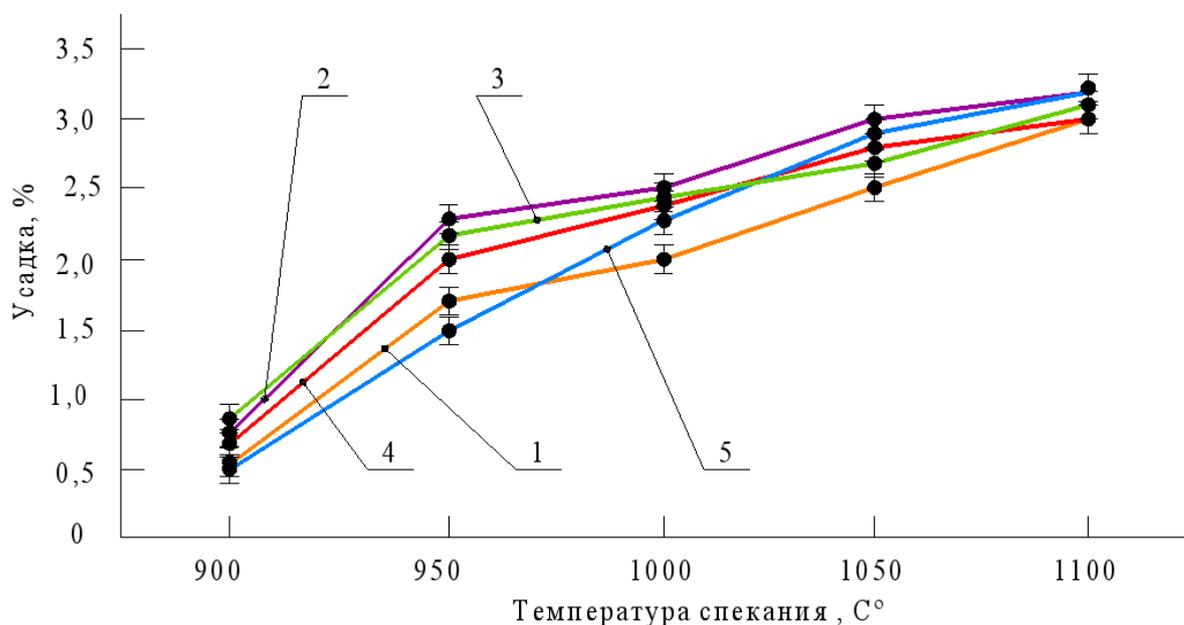


Рисунок 3.55 – Зависимость объемной усадки (%) от температуры спекания порошковых сплавов при добавлении нитрида кремния: 1– ПЛ-Н4Д2М; 2– Distaloy HP-1; 3– Astaloy 0,85Mo; 4– ABC 100.30; 5– ПЖРВ 2.200.26

Увеличение температуры спекания вызывает монотонный рост усадки.

Рассмотрим зависимости механических свойств спеченных сталей от концентрации ультрадисперсной дисперсной добавки и условий спекания [191].

Влияние добавки нитрида кремния на твердость спеченных сталей представлено на рисунке 3.56. Спекание проводилось при температуре 1050°C в течение 90 мин.

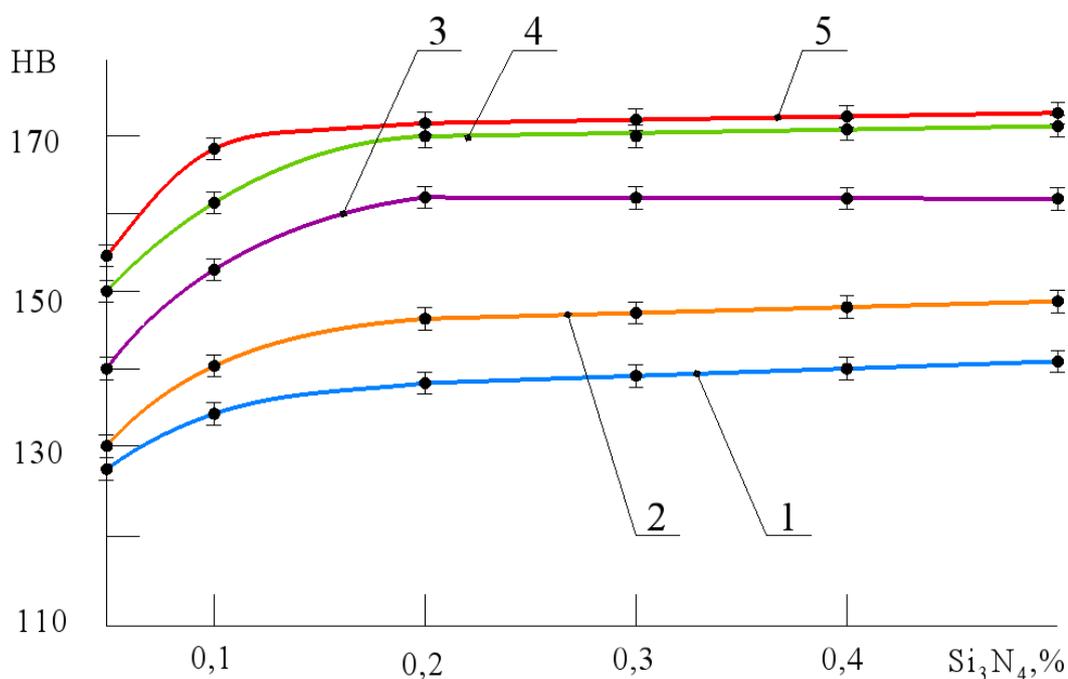


Рисунок 3.56 – Зависимость твердости порошковых сплавов от концентрации ультрадисперсных частиц нитрида кремния: 1 – ПЖРВ 2.200.26; 2 – АВС100.30; 3–Аstaloy 0,85Мо; 4–Н4Д2М; 5 – Distaloy НР-1

С повышением содержания добавки твердость исследуемых сталей возрастает. Наиболее интенсивно твердость увеличивается при добавлении ультрадисперсных частиц в концентраций 0,2%. Сопоставление размеров частиц железного порошка и частиц нитрида кремния показывает, что при концентрации 0,1-0,2% частицы покрывают 90-95%. При формировании внутрикристаллитного сращивания на контактных поверхностях частицы располагаются внутри зерен, проросших через бывшую поверхность физического раздела частиц, и способствуют упрочнению, затрудняя движение дислокаций. Увеличение содержания ультрадисперсной добавки приводит к их скапливанию на поверхности пор, практически не влияя на твердость материала. Поэтому дальнейшее повышение концентрации частиц не приводит к заметному повышению твердости [191].

Рассмотрим кинетику роста твердости при спекании сплавов, содержащих 0,1% Si_3N_4 (рис. 3.57).

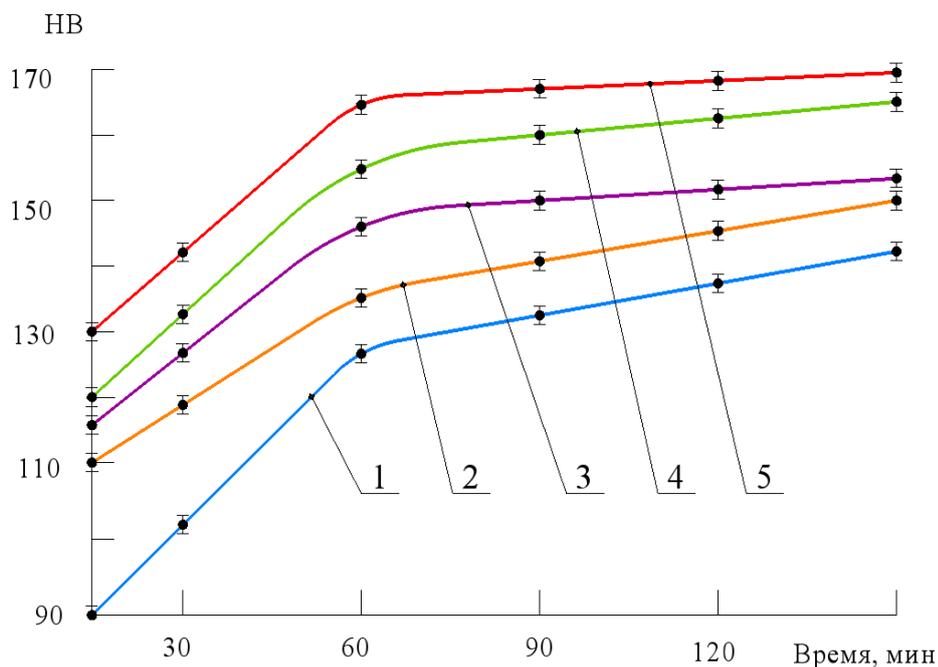


Рисунок 3.57– Зависимость твердости порошковых сплавов на основе железа от времени спекания: 1 – ПЖРВ 2.200.26; 2 – ABC100.30; 3–Astaloy 0,85Mo; 4–Н4Д2М; 5 – Distaloy HP-1

С повышением длительности спекания наблюдается монотонный рост твердости, обусловленный консолидацией материала. В течение первых 60 минут спекания увеличение твердости происходит более интенсивно, что объясняется развитием внутрикристаллитного сращивания, описанного в подразделе 3.1.

Рассмотрим влияние ультрадисперсной частицы нитрида кремния на значение предела прочности при растяжении (рис. 3.58).

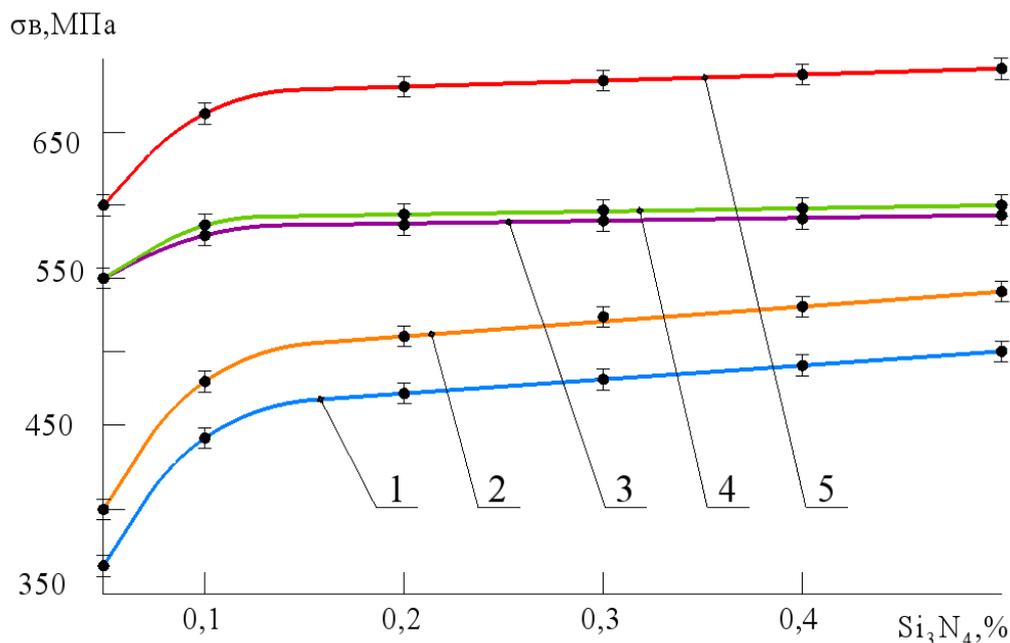


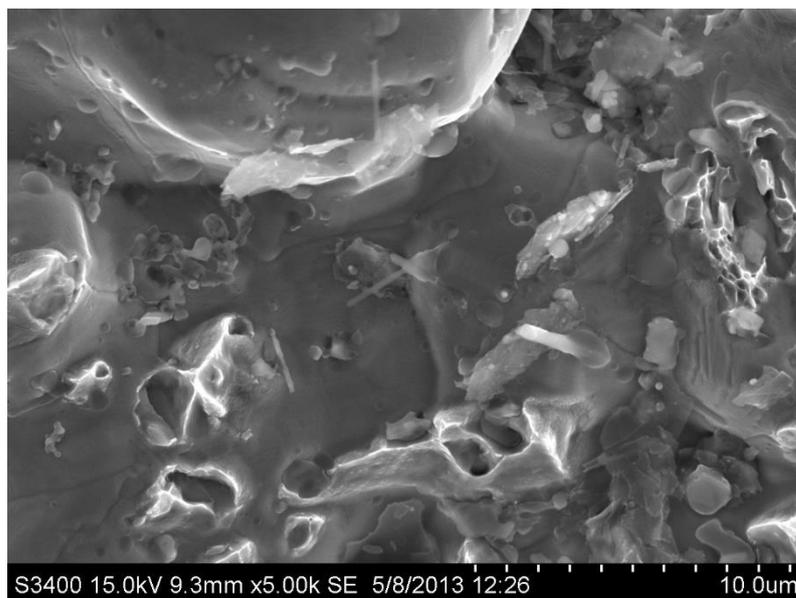
Рисунок 3.58– Зависимость предела прочности порошковых сплавов от концентрации ультрадисперсных частиц нитрида кремния:

1 – ПЖРВ2.200.26; 2 – ABC100.30; 3 – Astaloy 85Mo;
4 – Н4Д2М; 5 – Distaloy HP-1.

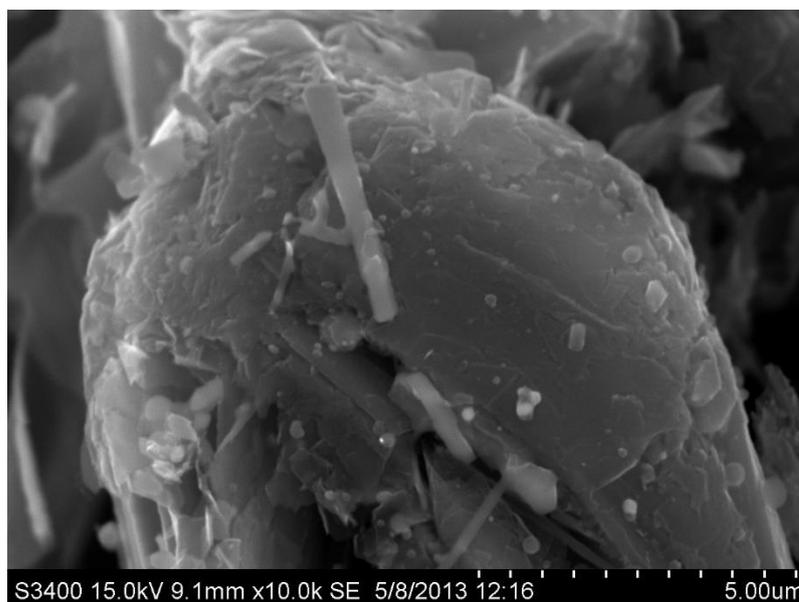
Анализируя представленные зависимости, можно сделать вывод о положительном влиянии модифицирования сталей добавками ультрадисперсных частиц нитрида кремния на твердость и предел прочности спеченных сталей. Представим ряд этих материалов по возрастающему значению предела прочности: ПЖРВ2.200.26, ABC100.30, Astaloy 85Mo, Н4Д2М; Distaloy HP-1.

Учитывая влияние нитрида кремния на уплотняемость и механические свойства спеченных сталей, оптимальное содержание нитрида кремния составляет 0,1-0,2% (масс.).

Поверхность разрушения порошкового сплава Distaloy HP-1 с содержанием 0,2% Si_3N_4 представлена на рисунке 3.59.



а)



б)

Рисунок 3.59 – Поверхности порошкового сплава Distaloy HP-1 с содержанием: а) 0,1 % Si_3N_4 ; б) 0,2 % Si_3N_4

Сравнение значений твердости и предела прочности спеченных сталей с добавлением углерода и частиц нитрида кремния показывает, при постоянной плотности твердость спеченной стали, модифицированной частицами нитрида кремния выше, чем твердость спеченной стали эвтектоидного состава. В то время как прочность спеченной доэвтектоидной стали выше, чем спеченной

стали с частицами нитрида кремния. Это обстоятельство объясняется структурными различиями данных спеченных сталей, схематично показанными на рисунке 3.60 [191].

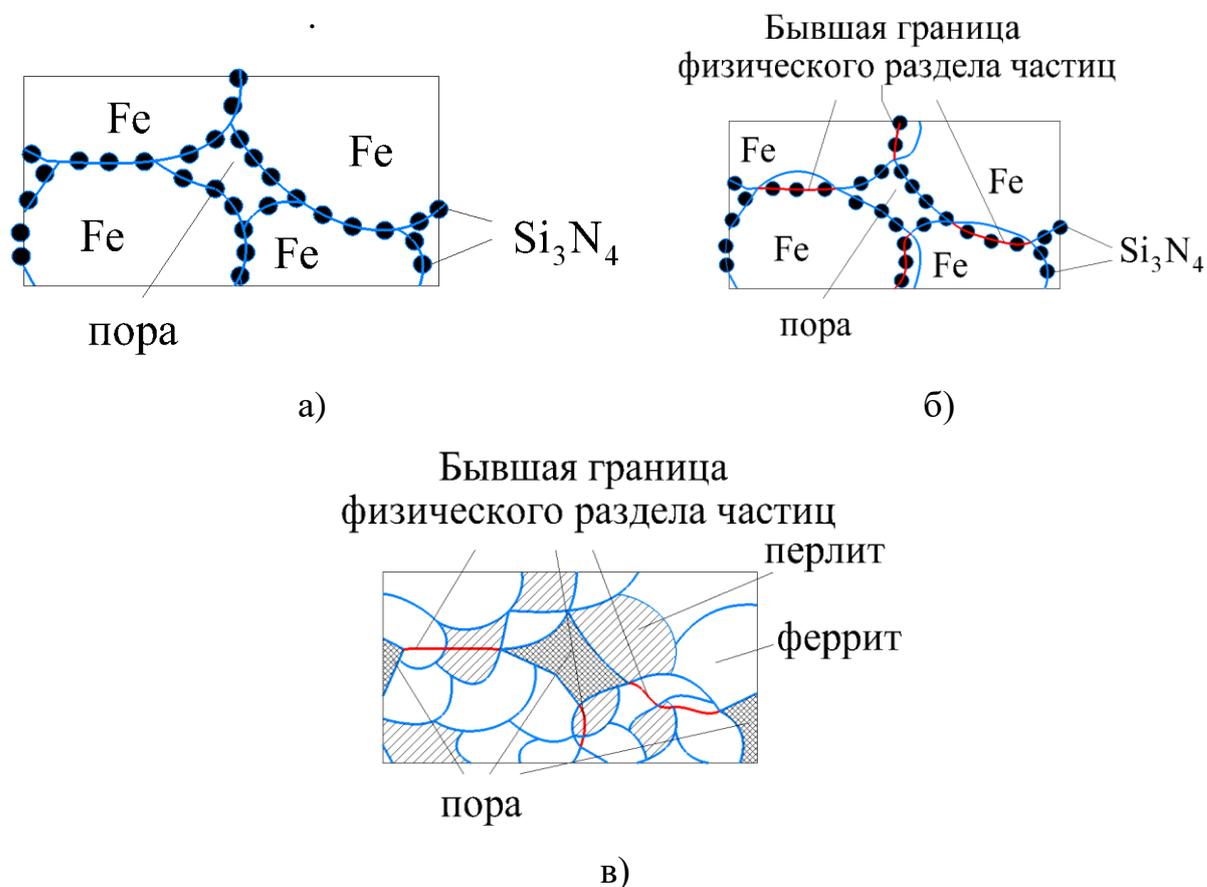


Рисунок 3.60– Схематичное структурное состояние спеченных сталей с ультрадисперсной частицей Si_3N_4 (а, б) и с углеродом (в)

Авторы в работе [191] подробно описывают структурное состояние спеченных сталей с ультрадисперсными частицами. На рисунке 3.60 (а) схематично показана структура спеченного сплава, модифицированного ультрадисперсными частицами Si_3N_4 . Включения нитрида кремния не взаимодействуют с материалом основы и располагаются на поверхности частиц железного порошка. Такое строение характерно для межкристаллитного сращивания, при котором поверхностные включения не проникают в объем материала. Наличие нитридной фазы повышает твердость материала, а ее расположение на поверхности частиц не приводит к

существенному упрочнению материала. При формировании внутрикристаллитного сращивания (рисунок 3.60, б) вследствие миграции границ зерен изменяется положение межчастичной поверхности сращивания, которое отличается от положения бывших границ физического раздела частиц (показаны тонкой линией). В результате зернограничной миграции границ часть включений нитридной фазы оказываются в объеме зерен материала частицы (рис. 61).

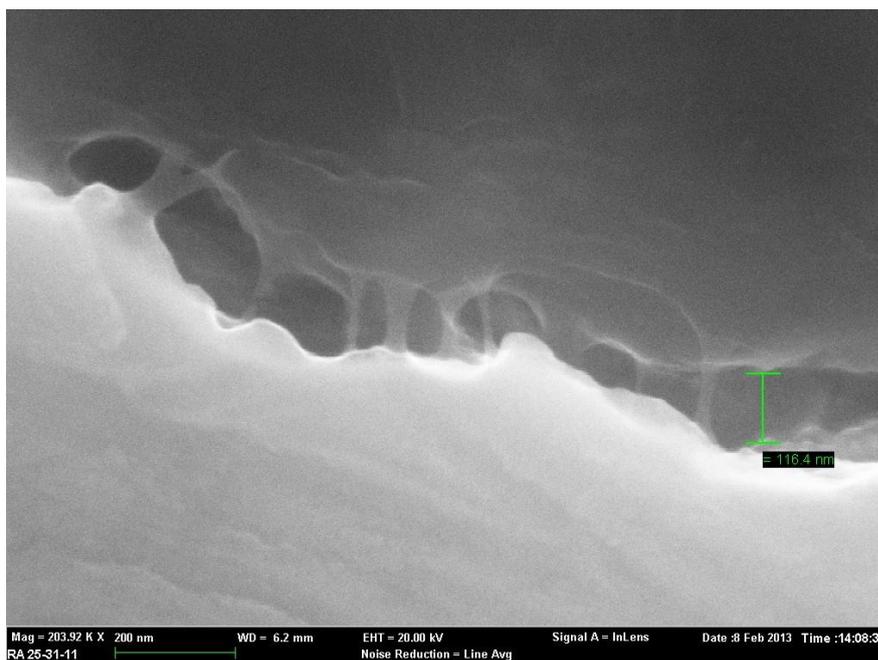


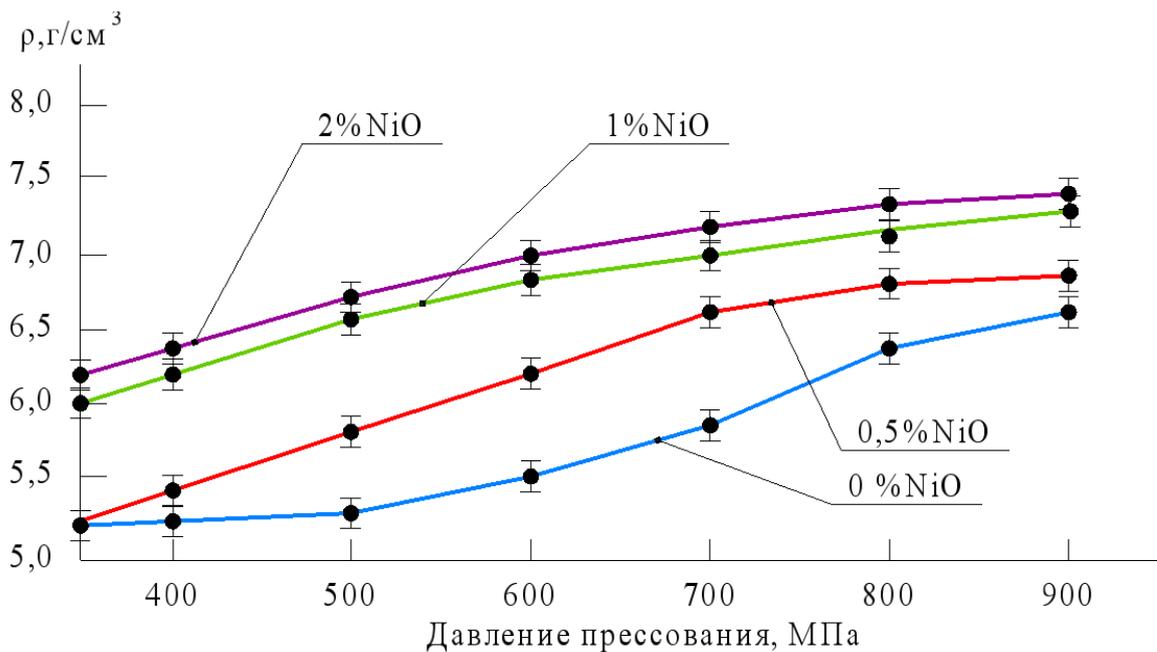
Рисунок 3.61– Формирование межчастичной поверхности сращивания с участками проникновения частиц нитрида кремния

При неизменных концентрации Si_3N_4 и плотности материала его твердость находится на постоянном уровне, прочность материала несколько возрастает за счет эффекта дисперсионного упрочнения железной основы нитридными включениями, расположенными в приграничных объемах. Твердость материала обусловлена высокой твердостью ультрадисперсного нитрида кремния $H_{V10}=16,8-17,2$ ГПа. В случае добавления в железную шихту углерода (рисунок 3.60в) и формирования внутрикристаллитного сращивания, характеризуемого проращением зерен феррита и перлита через бывшую

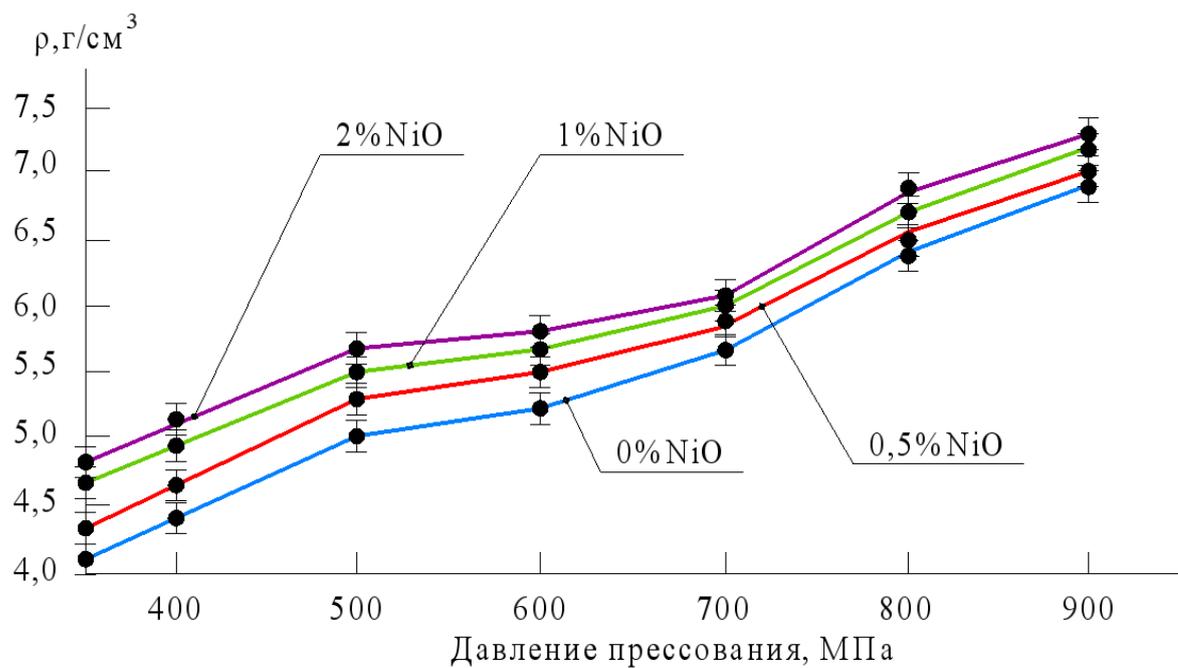
границу физического раздела частиц порошка прочность и твердость материала, обуславливается содержанием углерода и плотностью материала. Объемное упрочнение железной основы цементитом оказывается более эффективным, чем поверхностное дисперсионное упрочнение нитридом кремния.

3.4.2 Влияние ультрадисперсных частиц оксида никеля на структурообразование и межчастичное сращивание спеченных сталей

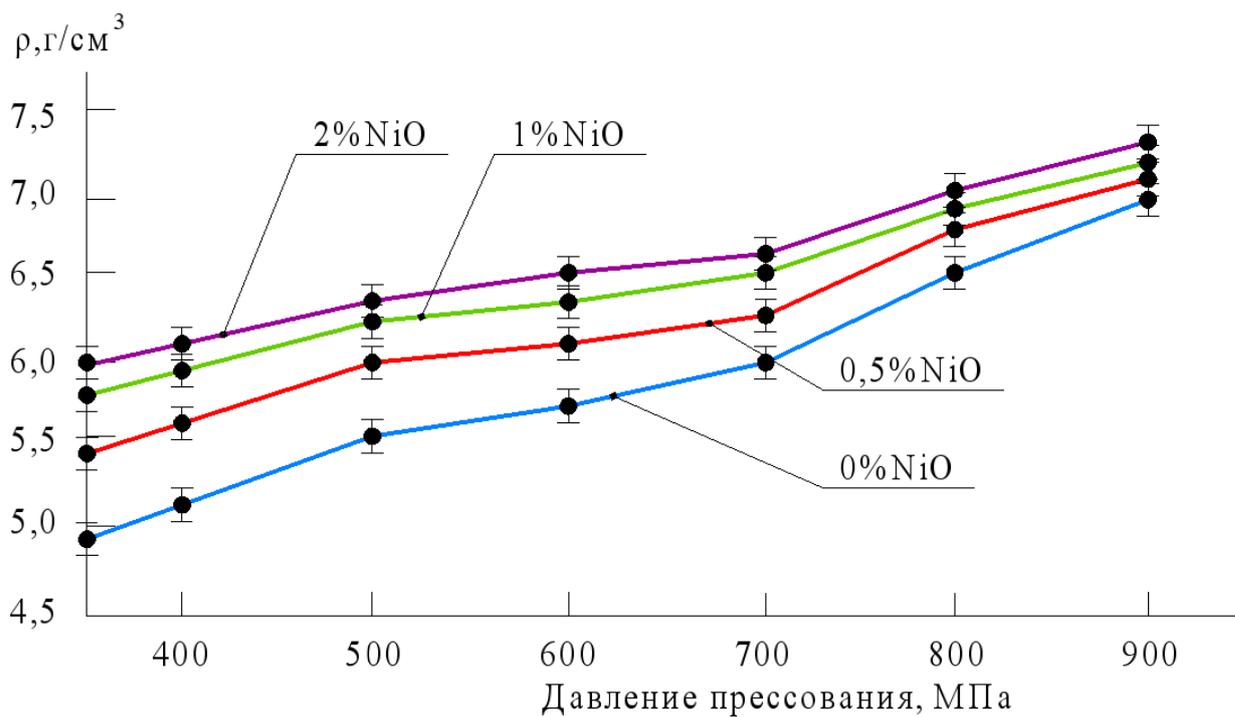
Рассмотрим характер изменения плотности порошковых сталей от давления прессования при введении 0,5%, 1% и 2% ультрадисперсных частиц оксида никеля. Данные представлены на рисунке 3.62.



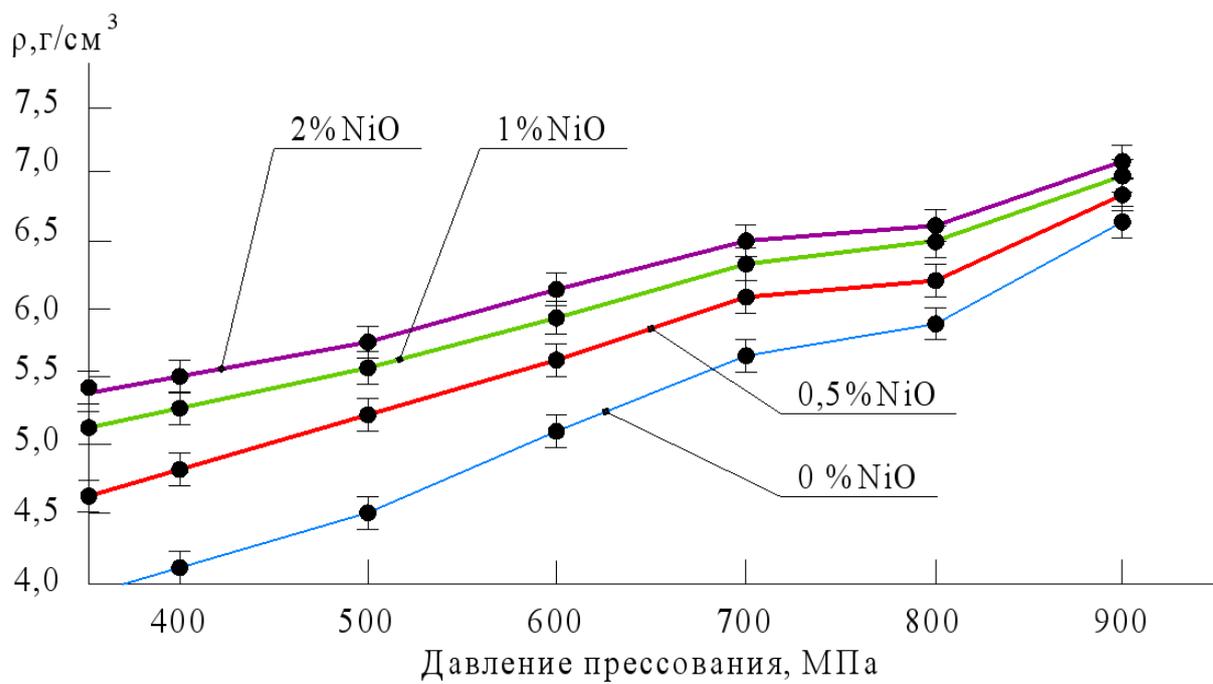
а)



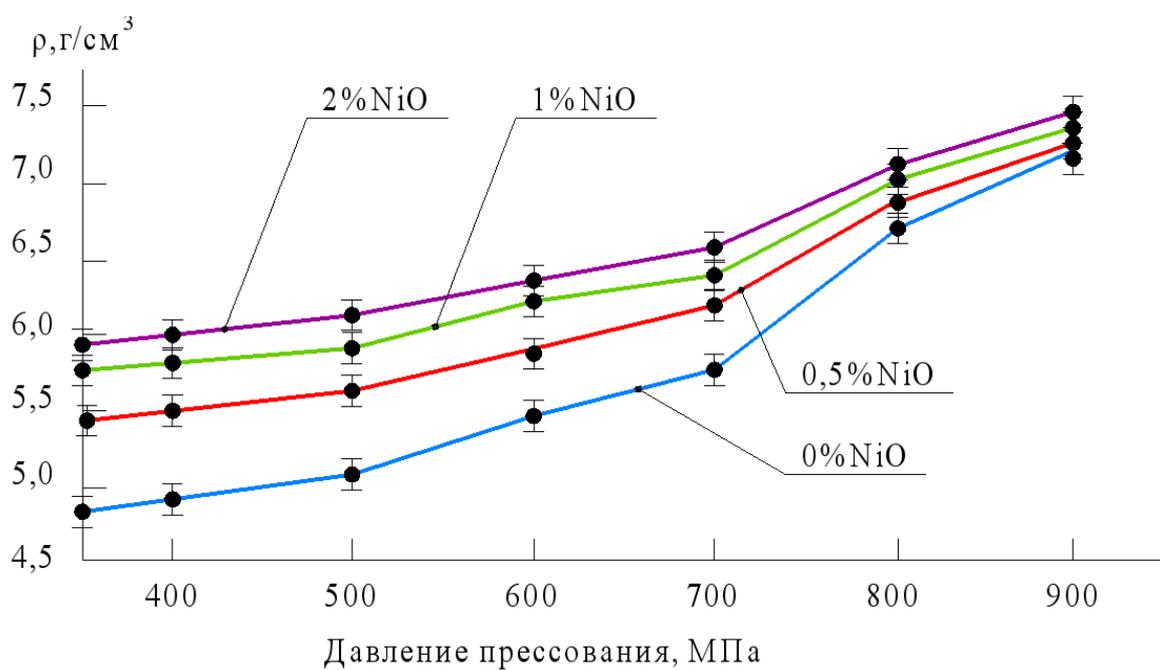
б)



в)



г)



д)

Рисунок 3.62– Зависимость плотности порошковых сплавов с ультрадисперсными частицами оксида никеля от давления прессования:
 а) ПЛ-Н4Д2М; б) ПЖРВ200.26; в) DistaloyHP-1; г) Astaloy 0,85Mo;
 д) ABC100.30

Анализ проведенных исследований показал, что главная мысль здесь заключается в анализе зависимостей между добавкой частиц NiO, давлением прессования и плотностью заготовок. По результатам исследования можно сделать следующие выводы:

1. Добавка частиц NiO увеличивает плотность заготовок при всех уровнях давления прессования, что связано с улучшением уплотняемости шихты за счет снижения межчастичного трения.

2. Увеличение давления прессования с 200 до 900 МПа приводит к повышению плотности заготовок независимо от количества добавленной частицы.

3. Наибольшая плотность достигается при добавлении ультрадисперсных частиц оксида никеля в количестве 2 мас.% при давлении прессования 900 МПа.

Из представленных зависимостей видно, что введение ультрадисперсной добавки оксида никеля благоприятно сказывается на росте плотности изделий в диапазоне давления прессования 400-900 МПа, что положительным образом сказывается на уплотняемости самой шихты за счет снижения трения между частицами порошка. Также можно отметить, что независимо от количества ультрадисперсных частиц оксида никеля происходит рост уплотняемости во всем диапазоне усилий прессования. Можно с уверенностью сказать, что самым рациональным содержанием ультрадисперсной добавки оксида никеля является значение 2%. При этом значении достигается максимальное уплотнение при давлении прессования 900 МПа.

Были проведены исследования объемной усадки. Температура и продолжительность спекания выбраны на основе данных, изложенных в подразделе 3.1, обеспечивающих формирование контактной поверхности с внутрикристаллитным срачиванием с долей более 85%. Зависимость объемной усадки от содержания ультрадисперсной добавки NiO при спекании 1150°C в течение 30 мин. показана на рисунке 3.63.

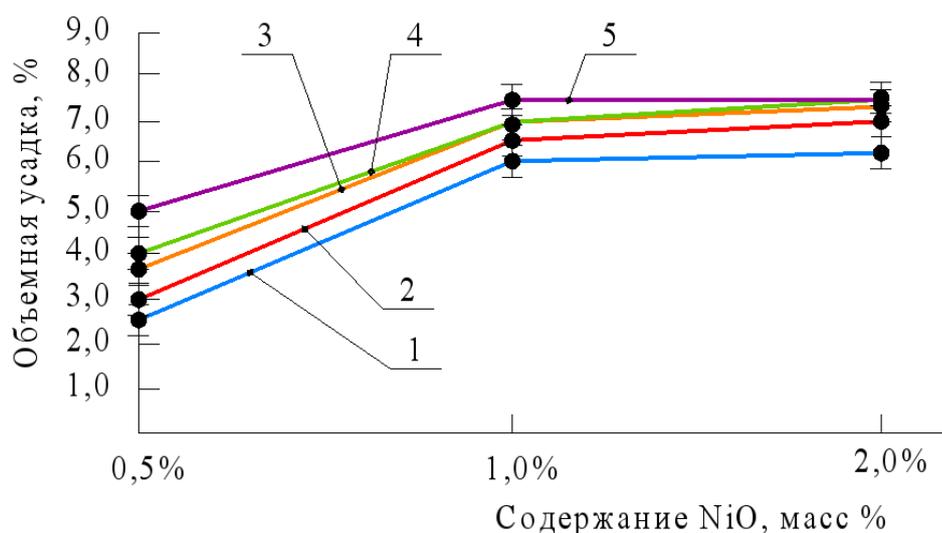


Рисунок 3.63 – Зависимость объемной усадки от содержания ультрадисперсной добавки NiO в порошковых сплавах: 1- ПЛ-Н4Д2М; 2- DistaloyHP-1; 3- Astaloy 0,85Mo; 4- ПЖРВ200.26; 5- ABC100.30

Проведенные исследования показывают, что максимальная усадка материала достигается при содержании ультрадисперсных частиц оксида никеля в размере 1 масс.%. Это объясняется тем, что при таком количестве частиц на поверхности раздела между частицами металлов присутствуют ультрадисперсные частицы с большим количеством дефектов. Эти дефекты являются движущей силой для потоков переноса массы в дисперсных системах, что усиливает процесс массопереноса и в результате увеличивает объемную усадку материала. Полученные результаты хорошо согласуются с результатами работы [156, 161].

При различных концентрациях ультрадисперсных частиц наблюдаются различные эффекты на процесс усадки материала при спекании. При содержании 0,5 мас.% ультрадисперсных частиц концентрация металлических частиц на их поверхности незначительна, что снижает их роль как источников массопереноса, что приводит к незначительной усадке материала. При увеличении концентрации до 2 мас.%, ультрадисперсные частицы начинают включать в себя адсорбированный газ, что вводит дополнительную пористость

в материал. Большое количество ультрадисперсных добавок также вызывает структурную нестабильность и снижает интенсивность диффузионных процессов, что также ограничивает объемную усадку до 8%.

Исследования влияния давления формования на объемную усадку шихты с ультрадисперсными частицами представлено на рисунке 3.64.

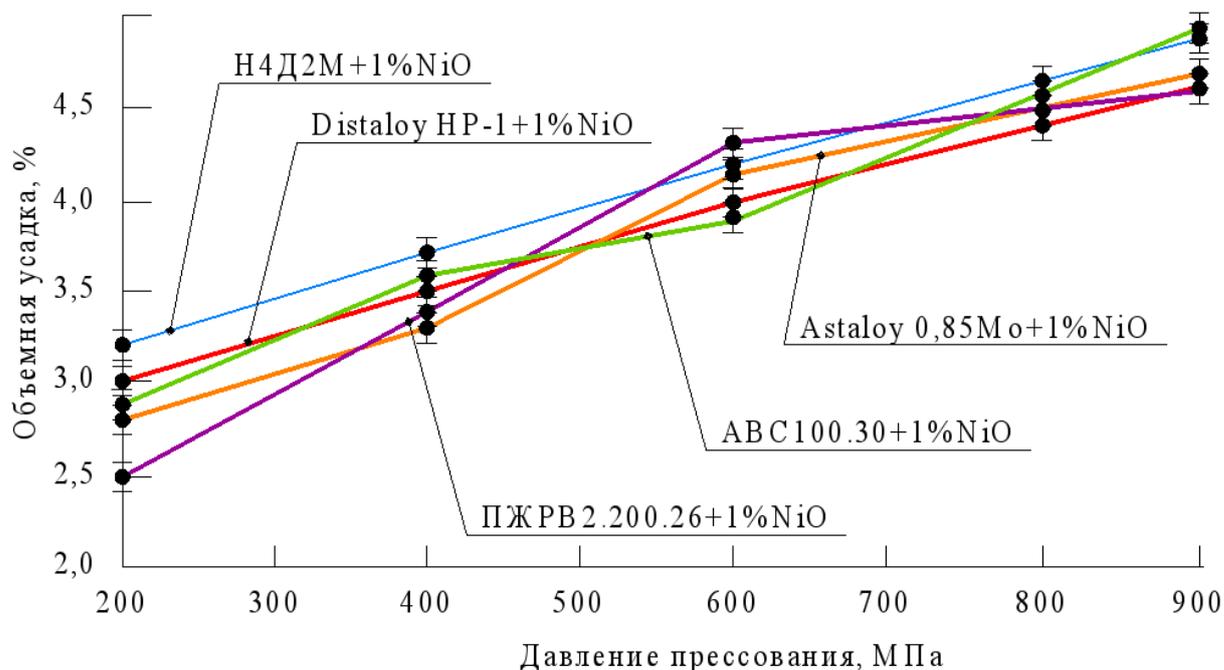


Рисунок 3.64 – Зависимость объемной усадки от давления формования в порошковых сплавах с ультрадисперсной добавкой NiO

Приведенные зависимости показывают, что при больших и маленьких давления можно наблюдать быстрое залечивание микропор, рост диффузионных процессов между частицами порошка и введенной ультрадисперсной добавки.

Рассмотрим влияние содержания ультрадисперсных частиц NiO на предел прочности спеченных сталей на основе порошков ABC100.30 (рис. 3.65) и Distaloy HP-1 (рис. 3.66). Спекание проводили при 1050°C в течение 60 минут, что согласно данным, приведенным на рисунках 3.13, 3.14, 3.26, 3.27, обеспечивает формирование контактной поверхности с долей внутрикристаллитного сращивания более 85%.

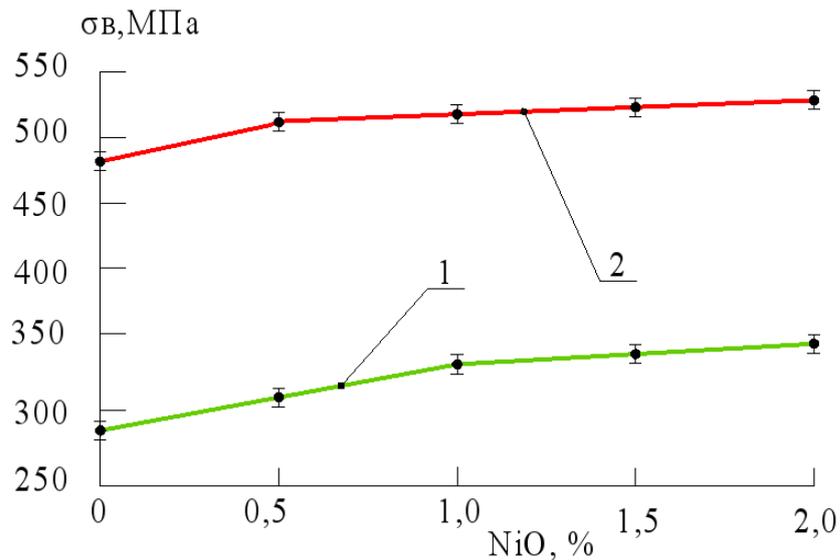
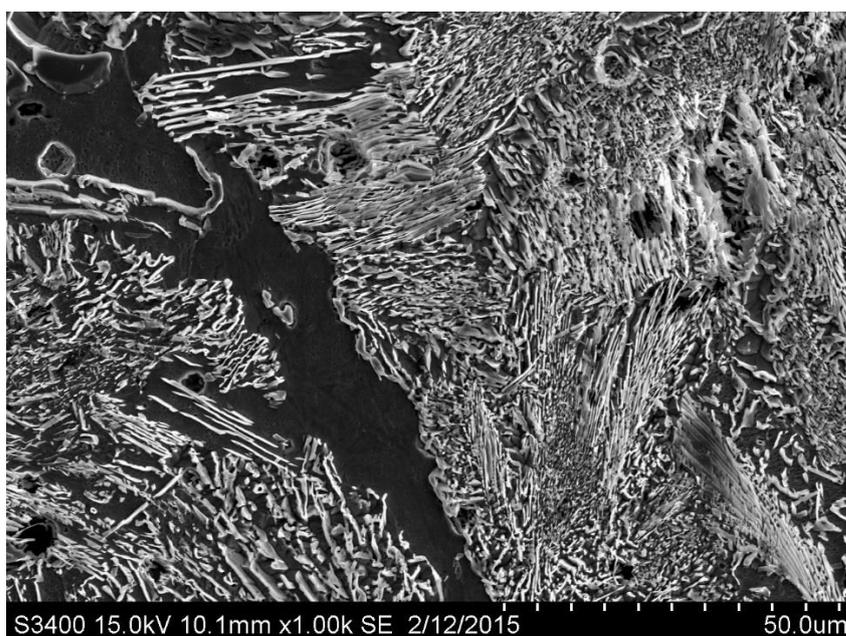


Рисунок 3.65 – Зависимость предела прочности спеченной стали ABC 100.30 от содержания ультрадисперсных частиц NiO: 1 – 0% C; 2 – 0,5% C

Из приведенных зависимостей видно, что введение частиц NiO повышает предел прочности спеченной стали. В случае использования безуглеродной шихты экстремальное значение предела прочности наблюдается при содержании частиц NiO 1%, при применении шихты с 0,5% C максимальное значение предела прочности достигается при введении частиц в количестве 0,5%. Наличие графита в шихте способствует восстановлению оксида никеля и, следовательно, интенсифицирует диффузию этого элемента в аустенит.



a)



б)

Рисунок 3.65 – Микроструктуры спеченного порошка Н4Д2М
+0,5%С+1,0%NiO

В тоже время повышение количества ультрадисперсных добавок увеличивают структурную нестабильность в исходном материале, что также снижает интенсивность диффузионных процессов. В результате действия этих

двух конкурирующих процессов сохраняется практическая независимость предела прочности стали с содержанием 0,5%С от количества ультрадисперсных частиц более 0,5%. Положительное влияние ультрадисперсных частиц на предел прочности объясняется интенсификацией развития контактной поверхности вследствие ускорения поверхностной диффузии из-за восстановления оксида никеля и увеличения дефектности поверхностного слоя железных частиц и легированием аустенита и, как следствие, упрочнение феррита после его распада. Содержание никеля находится в области существования ограниченного твердого раствора Ni в Fe_α [185].

Рассмотрим влияние содержания ультрадисперсных частиц NiO на предел прочности стали на основе порошка Distaloy HP-1 (рис. 3.66).

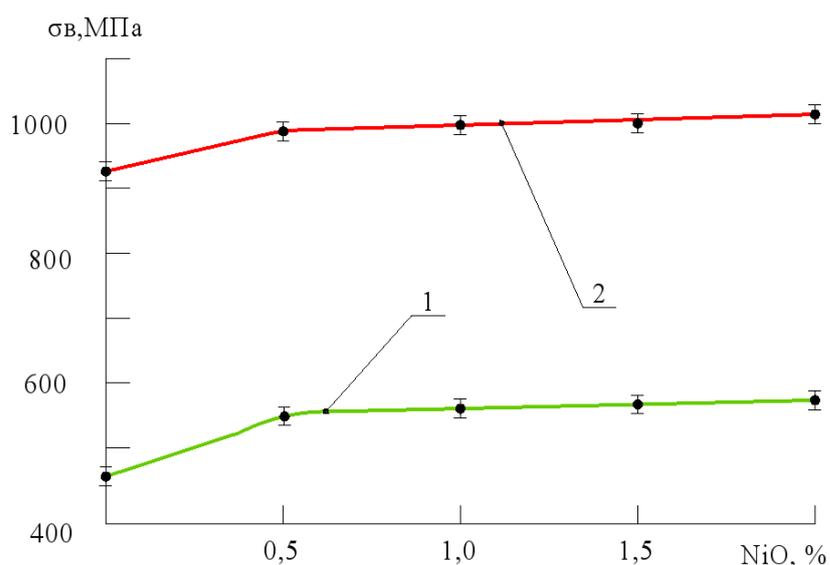
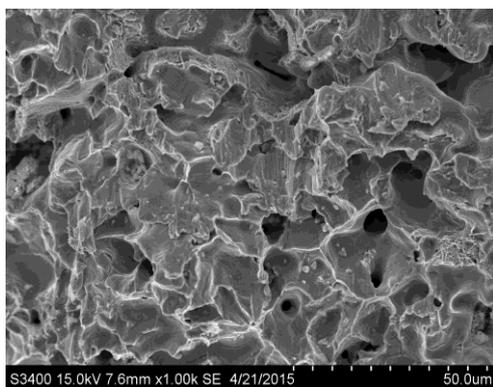


Рисунок 3.66 – Зависимость предела прочности спеченной стали Distaloy HP-1 от содержания ультрадисперсных частиц NiO: 1 – 0% С; 2 – 0,5% С.

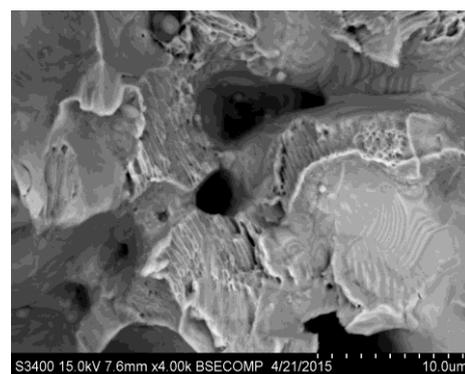
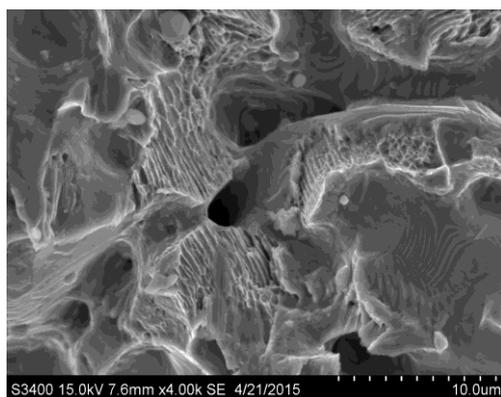
Максимальное значение предела прочности достигается при содержании частиц 0,5%. Механизмы влияния содержания ультрадисперсных частиц на исследуемый параметр аналогичны механизмам формирования контактной поверхности, рассмотренным выше. Следует отметить, что суммарное

содержание никеля в сталях не превышает предел растворимости Ni в Fe α при комнатной температуре [21, 185].

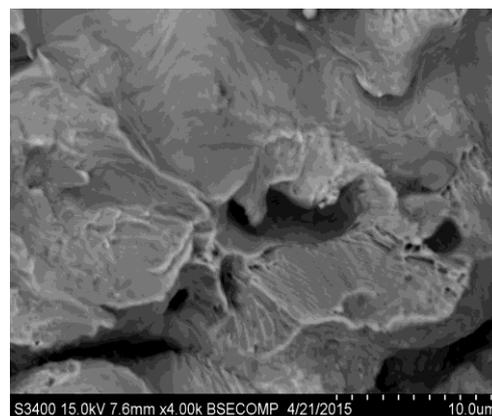
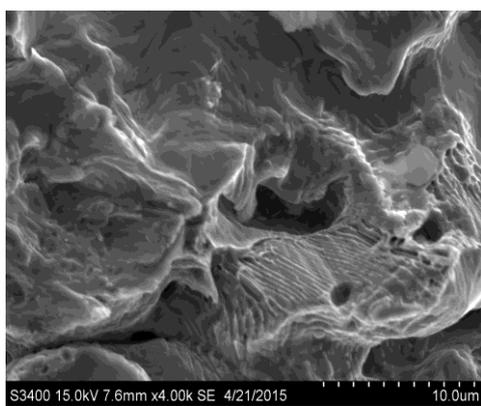
Проведенные фраттографические исследования показали, что при разрушении материала наблюдается вязко-хрупкое разрушение, происходящее вдоль границ зерен с отрывами вязких участков. Это свидетельствует о значительной пластической деформации в процессе разрушения. Изломы данных материалов имеют характерные черты: хрупкий излом с блестящими плоскими участками и вязкий излом с матовой поверхностью, содержащий мелкие уступы, образованные при пластической деформации зерен (рис.3.67).



Astaloy 0,85Mo+1%NiO+0,5%C



Distaloy HP-1+1%NiO+0,5%C



Н4Д2М+1%NiO+0,5%С

Рисунок 3.67 – Фрактографии порошковых сплавов с ультрадисперсными частицами NiO и углеродом 0,5%

Таким образом, проведенное исследование показывает, что оптимальным содержанием ультрадисперсных частиц NiO при формировании спеченных сплавов следует считать 1% .

3.5 Анализ формирования межчастичного сращивания при спекании

При образовании и развитии контактной поверхности происходит формирование межчастичного сращивания, при котором межчастичная поверхность сращивания характеризуется повышенной сегрегацией примесных и легирующих элементов, наличием межчастичных субмикропор и неметаллических включений. Это обстоятельство является отличительным признаком межчастичной поверхности сращивания от внутривчастичных межзеренных поверхностей [8,10]. Такой характер сращивания обуславливает низкий уровень структурно-чувствительных свойств. Поэтому выбор условий консолидации материала из дискретных составляющих должен быть основан на трансформации межзеренной поверхности сращивания в межзеренную границу с уровнем свойств, соответствующих монолитному материалу. В этом случае сращивание считается внутрикристаллитным [21].

Таким образом, развитие межчастичного сращивания заключается в увеличении площади контактной поверхности и формирования на контактной поверхности внутрикристаллитного сращивания.

Определение относительной контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием выполнено в подразделах 3.1 и 3.2.

Проведенное электронно-микроскопическое исследование структуры зоны сращивания и результаты механических испытаний позволили выявить зависимость формирования внутрикристаллитного сращивания от условий статического холодного прессования и спекания. Анализ развития внутрикристаллитного сращивания свидетельствует о действии нескольких механизмов формирования внутрикристаллитного сращивания при спекании, отличающихся своей интенсивностью. Ускоренное развитие внутрикристаллитного сращивания в начальный период спекания у формовок зависит от исходной пористости. С уменьшением этого значения интенсивность протекания этой стадии возрастает. Совпадение продолжительности первичной рекристаллизации отчетливо свидетельствует о действии механизма сращивания, обусловленного миграцией межчастичной поверхности сращивания. С увеличением степени пластической деформации, выраженной значением остаточной пористости после статического холодного прессования, повышается накопленная энергия деформации и, как следствие, движущая сила миграции границ зерен, в том числе межчастичной поверхности сращивания.

Движущая сила миграции оказывает прямое воздействие на поверхность сращивания, приводя к её миграции и росту субмикропор. Для этого создаются определенные условия, при которых подвижная граница между частицами является источником примесным атомов и вакансий в отличие от постоянной границы [81,82].

Снижение интенсивности формирования внутрикристаллитного сращивания на контактных поверхностях показывает изменение механизма

сращивания. После завершения первичной рекристаллизации залечивание субмикропор происходит диффузионным путем. Линейные размеры субмикропор в зоне сращивания составляет 0,3-1,2 мкм [7-10]. Концентрация вакансий вблизи поры увеличивается с уменьшением радиуса ее поверхности. При наличии в структуре материала металлографически различимых пор поток вакансий направлен от субмикропор, в результате происходит залечивание субмикропор. Вторая стадия представляет собой развитие внутрикристаллитного сращивания диффузионных путем при стационарном положении межчастичной поверхности сращивания.

При спекании прессовок с плотностью 7,0 г/см³ наблюдается участок с высокой интенсивностью формирования внутрикристаллитного сращивания.

Главная мысль здесь заключается в описании процесса самопроизвольного захлопывания субмикропор под действием сил поверхностного натяжения. Захлопывание субмикропор происходит в результате быстрого уменьшения размеров последних под действием диффузионного процесса залечивания. В работах [81-84] авторы отмечают, что образовавшиеся кластеры на поверхности субмикропор сокращают время залечиванием субмикропор. Парциальное давление газовой фазы в субмикропорах увеличивается при уменьшении их размера, что способствует конденсации газа и образованию кластеров с развитой поверхностью. Эти кластеры имеют достаточно большие размеры для соответствия законам термодинамики, что облегчает их дальнейшую кристаллизацию.

Согласно методике, описанной в [21,81] можно определить размеры субмикропор, которые подлежат захлопыванию при действии силы поверхностного натяжения ($F_{нат}$). Поверхность субмикропоры обладает определенной кривизной. Будем считать её непрерывной функцией.

Работу, которую необходимо применить для залечивания субмикропоры определяется по формуле:

$$A = p \cdot dr \cdot r^2 \cdot f \quad (3.7)$$

где: r - радиус кривизны субмикropоры;
 p - давление приводящее к сжатию субмикropоры на величину dr ;
 f –коэффициент геометрической поверхности субмикropоры, учитывающий отклонение ее формы от сферической.

Установлено, что совершаемая при этом работа A равна изменению свободной энергии G , то можно записать:

$$G = \sigma \cdot f \cdot (r^2 - (r - dr)^2), \quad (3.8)$$

σ - поверхностная энергия

Приравнивая эти уравнения и считая величину dr^2 второго порядка малости, получим

$$r = 2 \cdot \sigma / p . \quad (3.9)$$

Определим поверхностную энергию, являющуюся движущей силой рассматриваемого процесса. Следовательно, поверхностная энергия является характеристикой металла, играющей важную роль в процессе сращивания порошкового материала. С термодинамической точки зрения поверхностная энергия является составляющей общей энергии системы, поэтому движущая сила консолидации порошкового тела зависит от величины поверхностной энергии. Методы измерения поверхностной энергии металлов и сплавов разработаны для жидкого состояния. Измерение поверхностной энергии в твердом состоянии представляет значительные трудности из-за отличия реальной поверхности твердого тела от наблюдаемой и невозможности проведения обратимого изотермического процесса образования новой поверхности [85]. Поэтому разрабатываются косвенные методы определения поверхностной энергии, основанные на учете силы взаимодействия атомов в кристаллической решетке, а также их смещений в области дефектов кристаллического строения [86, 87]. В настоящее время особенности характера межатомного потенциала известны для ограниченного круга элементов. Поэтому более широко распространены методы расчета, основанные на использовании упругих и термодинамических констант

твердого тела в рамках моделей упругого континуума. В [88] показано, что правильное применение данных моделей дают результаты, хорошо согласующиеся с имеющимися экспериментальными данными и наиболее надежными квантовомеханическими расчетами.

Рассчитаем значения поверхностной энергии металлов на основе энергии образования вакансий, определенной при рассмотрении континуальной модели жестких связей. В используемой модели образование вакансии рассматривается как образование полости атомного размера путем удаления из узла кристаллической решетки иона в виде ячейки Вигнера-Зейтца. Следовательно, энергию, затраченную на образование вакансии, можно рассматривать как энергию, приходящуюся на поверхность вакансионной полости.

Энергия, необходимая для удаления атома из решетки, затрачивается на разрыв межатомных связей, число которых равняется координационному числу. Энергию парной связи определяют из условия соответствия потенциальной энергии всех связей теплоте сублимации.

Для представления ячейки Вигнера-Зейтца воспользуемся известной конфигурацией границ первой зоны Бриллюэна для кристаллов с решетками ОЦК, ГЦК и ГПУ [89]. Трансформация зон Бриллюэна в ячейки Вигнера-Зейтца заключается в представлении первых в обратных базисах, выраженной соотношением

$$F^{-1}=Y \quad (3.9)$$

где Y – ячейка Вигнера-Зейтца;

F^{-1} – зона Бриллюэна в векторах обратной решетки [90].

Ячейка Вигнера-Зейтца для ОЦК – структуры с координационным числом $K=8$ представляет собой кубоктаэдр, для плотноупакованных структур с координационным числом $K=12$ – ромбический додекаэдр (рисунок 3.68).

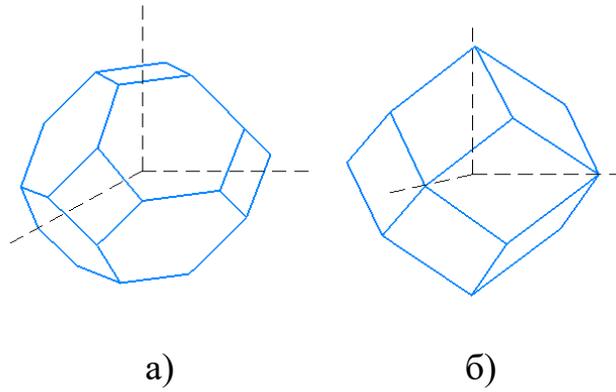


Рисунок 3.68 – Ячейки Вигнера-Зейтца для ОЦК-металлов (а)
и ГЦК, ГПУ-металлов (б)

Для ГЦК и ГПУ – металлов площади всех граней и элементарных многогранников одинаковы. В ОЦК – металлах элементарный многогранник ограничен шестиугольными и квадратными гранями. Шестиугольные грани являются поверхностями соприкосновения с многогранниками первой, а квадратные – второй координационных сфер. Преобладающим механизмом образования вакансий является механизм Шоттки, заключающийся в перемещении вакансии с поверхности кристалла в объем. Поэтому для расчета поверхностной энергии надо учитывать как число граней, ограничивающих вакансионные полости в объеме так и на поверхности кристалла.

$$\sigma = \frac{U_{\text{в}}}{\sum_{i=1}^K A_i - \sum_{i=1}^N A_i} \quad (3.10)$$

где $U_{\text{в}}$ – энергия образования вакансий;

σ – поверхностная энергия;

A_i – площадь грани элементарного многогранника;

K – координационное число, равное числу граней, ограничивающих вакансионную полость в объеме кристалла;

N – координационное число поверхностного атома, равное числу граней элементарного многогранника на поверхности кристалла.

Рассмотрим случаи зарождения поверхностной вакансии в углу ступеньки и на бесступенчатой поверхности, что возможно при высоких температурах вследствие энергетических флуктуаций. Такое различие в

расчетных формулах даст минимальное и максимальное значения поверхностной энергии металла. Такое положение соответствует усредненному значению U_v , так как вакансии могут перемещаться одновременно с разных кристаллографических плоскостей.

Для расчета поверхностной энергии использованы значения энергии образования вакансий, приведенные в [91-96] и параметров кристаллических ячеек, приведенные в [91].

Значения работы внешнего прилагаемого усилия уплотнения порошковых образцов можно также рассматривать как работу сил поверхностного натяжения, которая была описана формулой (3.7).

При этом учитывается твердость материала и его температурные характеристики. Применительно к конкретному случаю с железным порошком и известной поверхностной энергией, определяется критический размер субмикropоры, который может быть стянут поверхностным натяжением.

Значения критического размера субмикropор, расположенных на границе миграции частиц трудно определить из-за сложности исследований. Предлагаемый механизм стягивания субмикropоры подтверждает справедливость схожести методик определения расчетного значения критического размера с экспериментальными значениями.

Используя выражение (3.9) и значения поверхностной энергии, критический размер субмикropоры при формировании материала на основе железного порошка составляет $(2,7-2,9) \cdot 10^{-4}$ мм.

Перечислим основные механизмы формирования внутрикристаллического сращивания при спекании материалов. Они включают объемную диффузию, диффузию по межчастичной поверхности сращивания (аналог зернограничной диффузии), увлечение субмикropор мигрирующей межчастичной поверхностью сращивания и захлопывание субмикropор под действием сил поверхностного натяжения. Это обобщение

ключевых процессов, происходящих во время спекания материалов, что помогает понять механизмы их формирования.

3.6 Исследование трибологических характеристик спеченных порошковых сплавов

Трение материалов при высоких скоростях скольжения (более 10 м/с) сопровождается сильным тепловыделением, вызывающим размягчение, интенсивное пластическое деформирование и оплавление поверхностных слоев. Для работы в таких условиях наиболее перспективны материалы с высокой теплопроводностью, способные образовывать поверхностные пленки с малым сопротивлением сдвигу и надежно предотвращают трущиеся поверхности от схватывания.

В работе были проведены исследования трибологических характеристик спеченных порошковых сталей с ультрадисперсными добавками при трении без смазки по конструкционным сталям.

Трибологические испытания проводились по схеме трения «палец-диск» для инденторов из порошкового материала ПЖРВ 2.200.26 +0,5% С+1%NiO и контртел (диски диаметром 25,4 мм, высотой 10 мм) из стандартных конструкционных сталей марок 20, 45 и 30ХГСА. Начальная шероховатость поверхностей трения составляла Ra 0,11- 0,15 мкм.

Эволюция коэффициентов трения $f(L)$ во всех случаях происходила по схожему сценарию: стадия приработки, сопровождающаяся ростом коэффициентом трения, затем стадия устоявшегося трения, при которой значения параметра f стабилизируются.

Наименьшей по длительности стадией приработки характеризуется процесс трения по стали 30ХГСА (≈ 180 с), для остальных двух материалов контртела продолжительность этой стадии составила около 400 с. Сравнение средних коэффициентов трения f_{cp} на стадии установившегося трения

показало, что наименьшими значениями этого параметра характеризуется сочетание материалов порошковый образец – Сталь 20 ($f_{cp.}=0,537$). При этом процесс трения данной пары материалов сопровождается наибольшими флуктуациями коэффициента трения, амплитуда которых составила $A=0.096$. Несколько больший средний коэффициент трения был зафиксирован для стали 30ХГСА ($f_{cp.}=0,572$), при этом флуктуации этого параметры были минимальны ($A=0.05$). Наибольшие значения коэффициента трения наблюдались для стали 45 ($f_{cp.}=0,751$), амплитуда колебаний в этом случае составила $A=0.087$

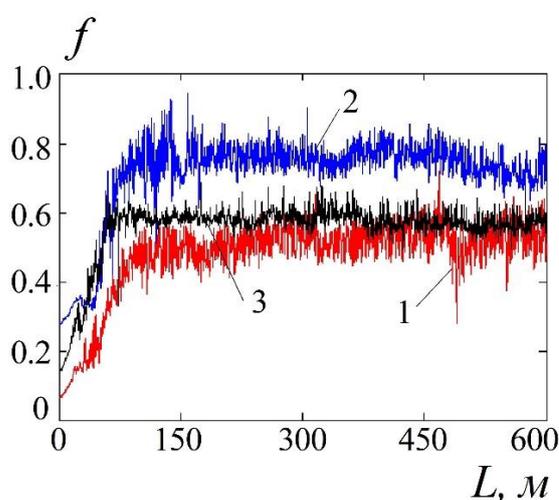


Рисунок 3.69 – Изменение коэффициентов трения f в зависимости от пути трения

L :

1 – сталь 20; 2 – сталь 45; 3 – сталь 30ХГСА.

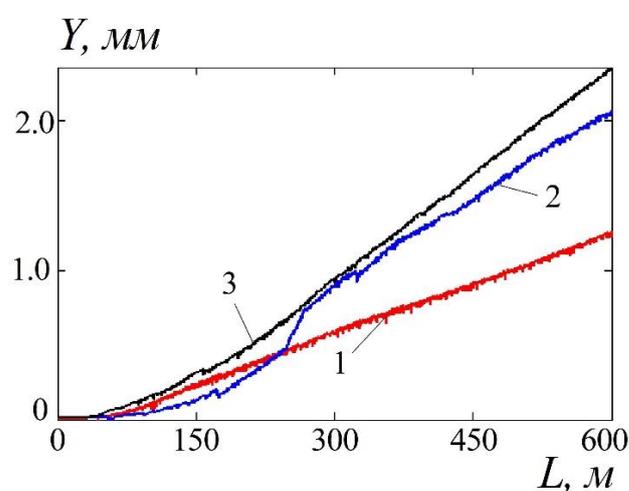


Рисунок 3.70 – Линейный износ пары трения $Y(L)$

Анализ показаний датчика перемещения индентора показал, что наибольшее отклонение геометрии трибоконтакта от начального положения в сторону износа происходит при трении пары порошковая сталь - 30ХГСА (рис.3.69). Наименьший отклонение для пути трения $L=800$ м было зафиксировано при трении по стали 20. В случае сочетания материалов порошковая сталь - Сталь 45 на начальной стадии ($L<350$ м) наблюдается

наименьшее отклонение геометрии трибоконтакта от начального положения. Далее процессы изнашивания в трибосопряжении интенсифицируются, что приводит к росту параметра Y на дальнейшем пути трения L и достижению значений, близких к паре трения порошковый материал-30ХГСА.

Изменение геометрии трибоконтакта, описываемое кривыми $Y(L)$, является интегральной характеристикой протекания процессов изнашивания контактирующих в трибосопряжении тел. Для оценки процесса изнашивания отдельно для каждого материала пары трения производилось измерение потери объёма индентора и контртела для различных значений пути трения $L=0,100\dots600$ м. Объёмный износ образцов ΔV рассчитывался по формуле:

$$\Delta V = \frac{m_1 - m_2}{\rho} \quad (3.11)$$

где m_1 – начальная массы образца, m_2 – значение массы образца для каждого значения пути трения, ρ – плотность материала образца.

Данные об объёмном износе ΔV для индентора и контртела при различных сочетаниях материалов трущихся тел представлены на рисунке 3.71 а,б.

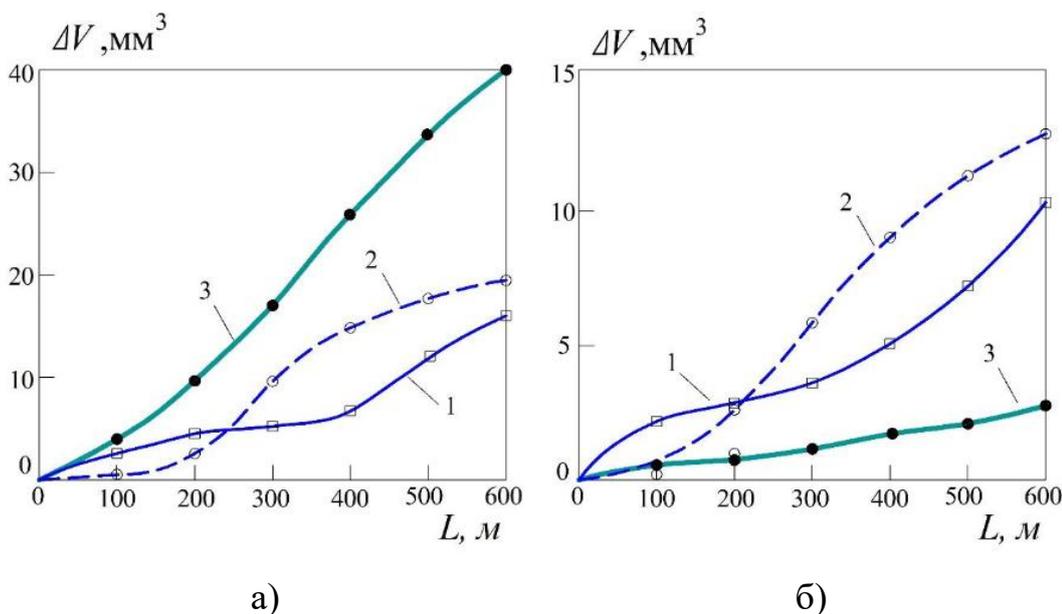


Рисунок 3.71 – Объёмный износ ΔV индентора (а) и контртела (б) в зависимости от пути трения L : 1 – сталь 20; 2 – сталь 45; 3 – сталь 30ХГСА

Наибольшие значения объёмного износа ΔV подлежат инденторам из материала ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+1%NiO, так как поверхности этих образцов

при реализованной схеме трибологических испытаний постоянно находились в трибоконтakte (рис. 3.71,а). Наименьшее значение этого параметра для пути $L=600$ м было зафиксировано при трении по Стали 20, минимальные же значения объёмного износа на начальном этапе ($L<250$ м) наблюдались при контакте с контртелом из Стали 45. Максимальные значения параметра ΔV для всех исследованных значений пути трения были зафиксированы для контртела из стали 30ХГСА. Наибольший износ ΔV принадлежит дискам из стали 20, наименьший – образцам из стали 30ХГСА (рис. 3.71,б).

При выбранных нагрузочно-скоростных параметрах для реализации экспериментов и характеристиках поверхностной шероховатости образцов доминирующим механизмом изнашивания можно считать адгезионное взаимодействие материалов при трении [181].

Важной показателем протекания этого процесса является шероховатость Ra поверхностей трения, данные по которой для различных значений пути трения L представлены на рисунке 3.72.

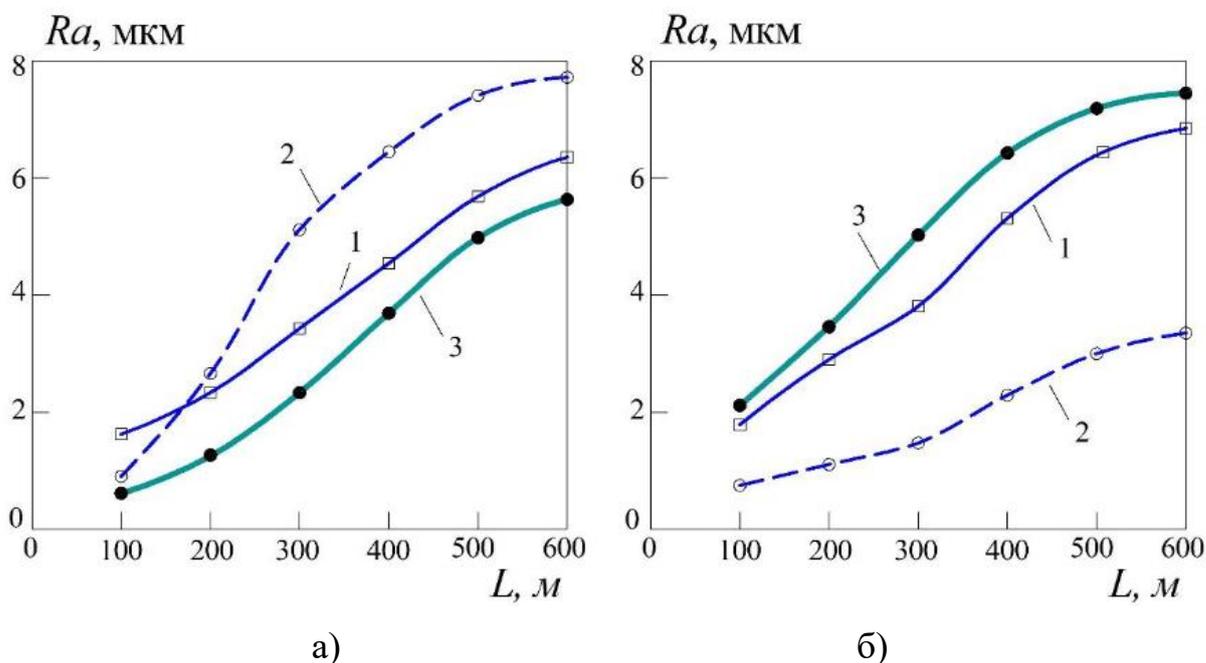


Рисунок 3.72 – Средняя шероховатость Ra поверхностей трения в зависимости от пути L : 1 – сталь 20; 2 – сталь 45; 3 – сталь 30ХГСА

а – индентор; б – контртело

Измерение средней шероховатости осуществлялось в направлении, перпендикулярном вектору скорости скольжения, на трассе длиной 2,5 мм. В этом случае по параметру Ra возможно оценить масштаб поверхностных разрушений, вызванных адгезионным (когезионным) схватыванием. Наибольшая шероховатость поверхности индентора была зафиксирована при трении по стали 45 (рис. 3.72 а), при этом поверхность контртела из этого материала характеризуется минимальным изменением микрорельефа.

На основании данных о коэффициенте трения и шероховатостях поверхностей следует, что процесс трения этих материалов сопровождается формированием адгезионных (когезионных) швов с самым высоким сопротивлением на срез, причём разрушение швов происходит с потерей объёма материала преимущественно с поверхности индентора. Полученные параметры для пары материалов ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+1%NiO -30ХГСА позволяют описать их фрикционное взаимодействие следующим образом. Процесс формирования/разрушения адгезионных швов происходит наиболее интенсивно среди всех исследованных вариантов и сопровождается максимальным объёмным износом индентора. При этом интенсивно формирующиеся адгезионные швы обладают невысоким сопротивлением на срез, а в результате их разрушения поверхность индентора из материала ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+1%NiO получает наименьшие по масштабу разрушения на фоне максимального изменения поверхностного микрорельефа контртела из стали 30ХГСА.

Процесс трения порошкового материала ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+1%NiO по стали 20 сопровождается минимальным объёмным и линейным изнашиванием. Адгезионное схватывание в этом случае характеризуется формированием швов с наименьшим среди исследованных вариантов сопротивлением на срез. Разрушение адгезионных швов для данного сочетания материалов происходит с наибольшим изменением микрорельефа

на поверхности контртела; поверхность же индентора подвергается повреждениям меньшего масштаба.

В результате проведённых исследований было установлено, что наилучшими трибологическими свойствами обладает сочетание материалов ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+1%NiO - сталь 20. Эта пара трения характеризуется минимальным средним коэффициентом трения, наименьшим объёмным износом материала ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+1%NiO, минимальным отклонением геометрии трибоконтакта от начального положения, а также небольшим масштабом поверхностных повреждений индентора. Процесс трения по стали 45 сопровождается наибольшим средним коэффициентом трения, значительным объёмным износом и значительными изменениями поверхностной микрорельефа индентора. Максимальные же изменения геометрии трибоконтакта, а также наибольший линейный и объёмный износ были зафиксированы при трении экспериментального материала ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+1%NiO по стали 30ХГСА. Эти данные будут использованы при внедрении результатов работы в технологический процесс на предприятии ООО «Фопро-М».

3.7 Выводы по главе 3

1. Определены зависимости развития контактной поверхности при спекании легированных и чистых железных порошков от исходной плотности, температуры и времени спекания. Показано, что качество сращивания можно оценить по доли относительной контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием ($\alpha_{\text{ВКС}}$) как отношение площади контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием ($S_{\text{ВКС}}$) к площади контактной поверхности ($S_{\text{конт}}$). Установлено, что при температуре спекания 1150°C формирование внутрикристаллитного сращивания происходит для всех рассматриваемых марок порошка. Развитие контактной поверхности при спекании формовок на основе материалов Distaloy HP-1, H4Д2М, Astaloy 0,85Mo происходит менее интенсивно, чем при использовании порошков марок ПЖРВ2.200.26, ABC 100.30. Образование легированного твердого раствора затрудняет протекание диффузионных процессов по сравнению с чистым металлом и замедляет, следовательно, рост контактной поверхности

2. Критерием развития внутрикристаллитного сращивания для спеченных порошковых сталей конструкционного назначения служит появление области локального сужения поперечного сечения образца, возникающей при значениях относительного контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием 0,85 и выше. Подтверждается фрактографическим анализом изломов.

3. Установлена область технологических режимов спекания и исходной плотности, обеспечивающих формирование структуры зоны сращивания для легированных и чистых железных порошков с долей контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, превышающей значение 85%.

4. Введение в шихту графита интенсифицирует процессы формирования внутрикристаллитного сращивания по сравнению с

материалами из безуглеродной шихты, т.к. межчастичная поверхности сращивания является областью облегченного зарождения зерен феррита и цементитных пластин, прорастающих через бывшую границу физического раздела частиц.

5. Высокие значения механических свойств спеченных порошковых сталей обусловлены формированием внутрикristаллитного сращивания на всей контактной поверхности, гомогенизацией легирующих элементов и мелкозернистой ферритной, феррито-перлитной или перлитной структур.

6. Добавление частиц нитрида кремния ухудшает уплотняемость порошковой шихты за счет повышения межчастичного трения. В то время как введение в состав шихты частиц оксидов никеля улучшает уплотняемость. Предположение, что причиной негативного влияния нитрида кремния на уплотняемость является повышение силы трения на межчастичных поверхностях и поверхностях соприкосновения шихты и матрицы, отвергается низким коэффициентом трения, значение которого ниже коэффициента трения стали в три раза. Причина этого явления заключается в высокой твердости нитрида кремния, составляющей HRA 99. Вследствие высокой твердости частицы нитрида кремния имплантируются на начальной стадии уплотнения в железные частицы и, в отличие от частиц оксидов никеля и меди, не заполняют микропоры. Кроме того, внедрение в железные частицы повышает шероховатость поверхности, создавая препятствие как для структурной, так и для пластической деформации.

7. Модифицирование металлических порошков на основе железа оксидом никеля в пределах 0,5-5% мас. монотонно снижает значение усадки формируемого материала. Добавление в шихту ультрадисперсного оксида никеля изменяет характер зависимости усадки от содержания добавки на экстремальный. Максимальное значение усадки наблюдается при введении 1% NiO. Это различие можно объяснить природой ультрадисперсных частиц. Нитрид кремния контактирует с частицами железного порошка по их

поверхности и не растворяются в железной основе. Их такое расположение препятствует росту контактной поверхности и поверхностной диффузии атомов железа, что снижает усадку. При спекании пористой заготовки в восстановительной среде происходит восстановление оксида никеля, что интенсифицирует диффузионные процессы. В ультрадисперсных частицах примерно 40-50 % атомов содержится на внутричастичных границах. Строение границ зерен и приграничной зоны характеризуются отклонением параметра кристаллической решетки, в связи с чем повышается разориентация зерен и увеличивается дефектность приграничной области, что способствует диффузионным процессам.

8. Учитывая влияние нитрида кремния на уплотняемость и механические свойства спеченных сталей, оптимальное содержание нитрида кремния составляет 0,1-0,2% (масс.).

9. Модифицирование спеченной стали частицами нитрида кремния повышает твердость, причем качество межчастичного сращивания не оказывает существенного влияния на ее значение. Упрочняющий эффект модифицирования частицами нитрида кремния уступает добавлению в шихту углерода в количестве 0,5%.

10. Спеченная сталь, модифицированная нитридом кремния, рекомендуется для изготовления ненагруженных деталей с повышенной износостойкостью.

11. Формирование внутрикristаллитного сращивания при спекании происходит при увлечении мигрирующей межчастичной поверхности субмикропор и сегрегационной атмосферы, диффузионного залечивания субмикропор при стационарной межчастичной поверхности и самопроизвольном захлопывании субмикропор, достигших критического размера, который составляет при спекании материала на основе железного порошка составляет $(2,7-2,9) \cdot 10^{-4}$ мм.

ГЛАВА 4 ФОРМИРОВАНИЕ МЕЖЧАСТИЧНОГО СРАЩИВАНИЯ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ДОПРЕССОВКИ ПОРИСТЫХ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ С УЛЬТРАДИСПЕРСНЫМИ ЧАСТИЦАМИ

Современное развитие теории материаловедения порошковых материалов базируется на основе всестороннего и комплексного рассмотрения совокупных факторов свойств монолитных металлических тел и механики дискретных сред. Проведенные в последнее время исследования по изучению сращивания порошковых частиц при проведении динамического горячего прессования вносят свой вклад в порошковое материаловедение и дают возможность влиять на основополагающие процессы деформирования и структурообразование порошковых материалов. Если рассматривать физическую сущность процесса сращивания, то в ее основе в первую очередь лежат процессы, рассматриваемые в теории сварки давлением. Данные процессы также берут основу из основополагающих теорий пластичности и теории деформации в процессе нагрева, а также электронного строения металлов.

Следует отметить, что в зоне контактного взаимодействия соединяемых поверхностей частиц порошка идет термомодеформационное воздействие в процессе формирования структуры порошкового материала, которое соизмеримо по уровню энергии со сваркой под давлением компактных металлов. При этом индивидуальность данного процесса заключатся в отсутствии специальной подготовки поверхностей частиц порошка. На всем протяжении уплотнения порошковой заготовки происходит формирование контактных поверхностей, при этом, условия протекания процесса сращивания неодинаковы, т.к. уплотнение для поверхностей вступивших в непосредственный контакт в разные моменты будет неодинаковое. Исходя из этого, требуется учитывать известные положения теории уплотнения

порошковых тел при рассмотрении и анализе сращивания порошковых заготовок.

Значимость и необходимость изучения процесса сращивания частиц в порошковой заготовке проистекает из того, что без достижения определенного уровня развития этого процесса бесполезно каким-либо образом воздействовать на порошковый материал для улучшения его характеристик.

Возникновение связи между атомами металла, находящимися на свободных поверхностях, которые приближены на соизмеримые с межатомными расстояния и является одним из основных элементов процесса межчастичного сращивания.

4.1 Развитие контактной поверхности при горячей допрессовки порошковой стали

Технологический процесс формирования ГДПС состоит из основных операций:

- смешивание порошковой шихты;
- статическое холодное прессование подготовленной шихты
- спекание образцов при заданной температуре. Производится в вакууме или с использованием защитной атмосферы;
- горячая допрессовка на молоте или кривошипном прессе.

Установлено, что формирование порошковой стали с максимальными механическими свойствами происходит на стадии горячей допрессовки. Важно отметить, что все остальные операции также являются необходимыми и от правильного выбора всех технологических параметров зависит качество конечного продукта.

В литературе, посвящённой производству изделий из порошковых материалов, отмечаются главные отличия протекания основных процессов при обработке компактных материалов [5,10,18].

Прежде всего эти отличия связаны с присутствием в технологическом процессе таких операций как термомеханическое воздействие на формируемый материал, что влияет на структурообразование последнего.

Как уже было описано в главе 1 имеется необходимость объединения знаний из разных областей машиностроения: ОМД, материаловедения, сварки давлением и других. Также можно отметить и противоположную связь-полученные научные и технологические принципы динамического горячего прессования могут лечь в дополнение перечисленных отраслей науки.

В работах авторов [5,10,18,19,21] описывается, что основное влияние на результаты всего технологического процесса горячего деформирования оказывают уплотнение заготовки, сращивание на межчастичных контактных поверхностях, объёмная пластическая деформация заготовки и локальная деформация материала в поровое пространство. Большую роль играют также структурообразование формируемого материала и диффузионные процессы, которые могут происходить на всех стадиях реализации технологии, связанных с нагревом и пластической деформацией заготовки. Закономерности этих явлений составляют научные основы динамического горячего уплотнения.”

Уплотнение нагретой заготовки отличается от уплотнения частиц шихты из насыпного состояния отсутствием стадии взаимного перемещения и поворота частиц (структурная деформация). Затруднение условий затекания материала частиц с уменьшением размера и количества пор обуславливает политропической или экспоненциальной характер зависимости между работой или давлением прессования и соответствующей им плотностью, а также появление предельных значений пористости, начиная с которых уплотнение резко затормаживается. Установлено влияние на процесс

уплотнения технологических факторов: плотности заготовки, гранулометрического состава шихты, температуры и времени выдержки заготовки при нагреве, соотношение ее размеров, скорости деформации.

Авторы в работах [10,21] отмечают, что особую роль играет образование межчастичного сращивания на контактных поверхностях частиц в течение горячей штамповки. Выявлена конкретная наследственность в протекании этого процесса. Качество связи зависит от степени взаимодействия поверхностных атомов зерен, контактирующих частиц порошка. Этот критерий был взят за основу условной классификации сращивания как межкристаллитного и внутрикристаллитного. Возникшие связи могут разрушаться на последующих этапах обработки с образованием новых, причем преимущественно разрушаются участки с межкристаллитным сращиванием [10,21]».

4.1.1 Формирование контактной межчастичной поверхности при горячей допрессовки пористых заготовок из железных порошков

Авторами в работе [188] рассмотрен процесс формирования контактной поверхности на стадии горячей штамповки пористой заготовки с позиции ее обновления, представляя процесс уплотнения как совокупность последовательных актов приращения контактной поверхности. Каждый временной промежуток уплотнения сопровождается наряду с увеличением плотности возрастанием величины обновленной контактной поверхности и степени деформации порошкового материала. Для обеспечения высокого уровня его функциональных свойств необходимо создание условий для формирования на всей обновленной контактной поверхности внутрикристаллитного сращивания. С этой точки зрения представляет интерес зависимости степени завершенности сращивания на обновленных контактных поверхностях от технологических режимов горячей допрессовки.

Для оценки площади контактной поверхности, на которой на момент рассмотрения сращивание завершено, необходимо выбрать условия измерения тех или иных свойств материала, при которых не происходит изменение контактной площади [188-190]. В этих работах были выбраны измерения электросопротивления при комнатной температуре и предела прочности при растяжении при температуре -120°C . Криостат заполнялся смесью жидкого азота и петролеумного эфира. В процессе хрупкого разрушения не происходит заметного образования шейки, сопровождающее разрушение при комнатной температуре, что повышает точность определения площади контактного сечения. Однако на значения этих свойств помимо качества межчастичного сращивания оказывает влияние параметры структуры материала. Для исключения этого влияния в настоящей работе оценка качества сращивания и относительной контактной поверхности производилась по значениям модулей упругости, которые не являются структурно-чувствительными свойствами [92-94].

Авторы в работе [192] отмечают, что проблема неразрушающего контроля конструкционных материалов по фактическому состоянию является весьма актуальной, поскольку дефекты и изменения структуры материала, возникающие при изготовлении и в процессе эксплуатации изделий могут существенно уменьшить их прочность.

Механические свойства материала несут ценную информацию для определения остаточного ресурса детали. Модули упругости – важнейшие характеристики твердого тела. Они являются расчетными параметрами в аналитическом аппарате физической теории деформации и разрушения твердого тела, входят во все основополагающие уравнения механики.

Значения модулей упругости и коэффициента Пуассона элементов и химических соединений постоянного состава, определяются различными методами, и не всегда совпадают, что свидетельствует об их недостаточной достоверности. В большей степени это относится к спеченным порошковым

материалам, свойства которых существенно зависят от морфологии порового пространства.

Следует отметить, что сведений об изменении упругих характеристик спеченных материалов в зависимости от их пористости в отечественной и зарубежной литературе крайне мало. Часть из них посвящена теоретическим методам определения модулей упругости и коэффициента Пуассона [193], а часть – экспериментальным [192-196].

Одним из наиболее распространенных методов определения упругих характеристик дисперсных металлов и сплавов является ультразвуковой метод диагностики структуры и состояния материала. Он основан на анализе характеристик ультразвуковых волн, распространяющихся в объекте контроля [192, 194]. Для исследования неоднородностей и дефектов структуры материалов применяют методы ультразвуковой спектроскопии и дефектоскопии, основанные на анализе частотных зависимостей коэффициента затухания и фазовой скорости акустических волн в исследуемом материале [192-196]. По измерениям фазовых скоростей акустических волн в широком частотном диапазоне проводится расчет модулей упругости твердых тел, в частности анизотропных композиционных материалов [196-201].

Ультразвуковые исследования порошковых сталей проводились в два этапа. Измерения проводились при комнатной температуре в диапазоне частот 0,2 – 50 МГц. На исследуемых образцах первоначально измеряли скорость звука в продольном направлении v_l универсальным толщинометром Krautkramer DMS2, а на следующем этапе производили замеры скорости звука в поперечном направлении v_t дефектоскопом Krautkramer USM 25. В качестве контактной смазки использовался глицерин.

Методика определения значений v_l и v_t рассмотрена в работах [96, 97, 105, 192] и определяется по формулам:

$$v_l = 2 \cdot l \cdot \Delta f_x [1 + \rho_o \cdot l_o / (\rho_o \cdot l_o)], \quad (4.1)$$

$$v_i = 2 \cdot l \cdot \Delta f_y [1 + \rho_\delta \cdot l_\delta / (\rho_0 \cdot l_0)], \quad (4.2)$$

где ρ_δ, ρ_0 – плотность кварцевого датчика и образца;

l_δ, l_0 – длины кварцевого датчика и образца;

$\Delta f_x, \Delta f_y$ – средние разности частот между соседними гармониками

Модули упругости определялись по соотношениям [193, 179].

$$G = \rho \cdot v_t^2, \quad (4.3)$$

$$\mu = \frac{1 - 0,5 \cdot (v_l/v_t)^2}{1 - (v_l/v_t)^2}. \quad (4.4)$$

$$E = 2 \cdot G \cdot (1 + \mu), \quad (4.5)$$

Относительная погрешность определения модуля Юнга в применяемом методе составляет $\delta E=6\%$, модуля сдвига $-\delta G=4\%$, коэффициента Пуассона $\delta \mu=5\%$.

Согласно данным работы [189] доля контактного сечения с внутрикристаллитным срачиванием ($\alpha_{ВКС}$) определяется по соотношению модулей Юнга эталонного образца и исследуемого материала:

$$\alpha_{ВКС} = S_{срi} / S_{ном} = F_i / F_{max}, \quad (4.6)$$

где $S_{срi}$ – площадь контактной поверхности с внутрикристаллитным срачиванием;

$S_{ном}$ – номинальная площадь сечения порошкового тела;

F_i – текущее значение свойства порошкового тела;

F_{max} – значение свойства порошкового эталона.

Эталоном считается порошковое тело с полным завершением срачивания на всей контактной поверхности, то есть отвечающее условию:

$$S_{срi} = S_{ном} \quad (4.7)$$

Эталоном служил образец из порошкового железа, подвергнутый дополнительной обработке давлением после горячей штамповки до

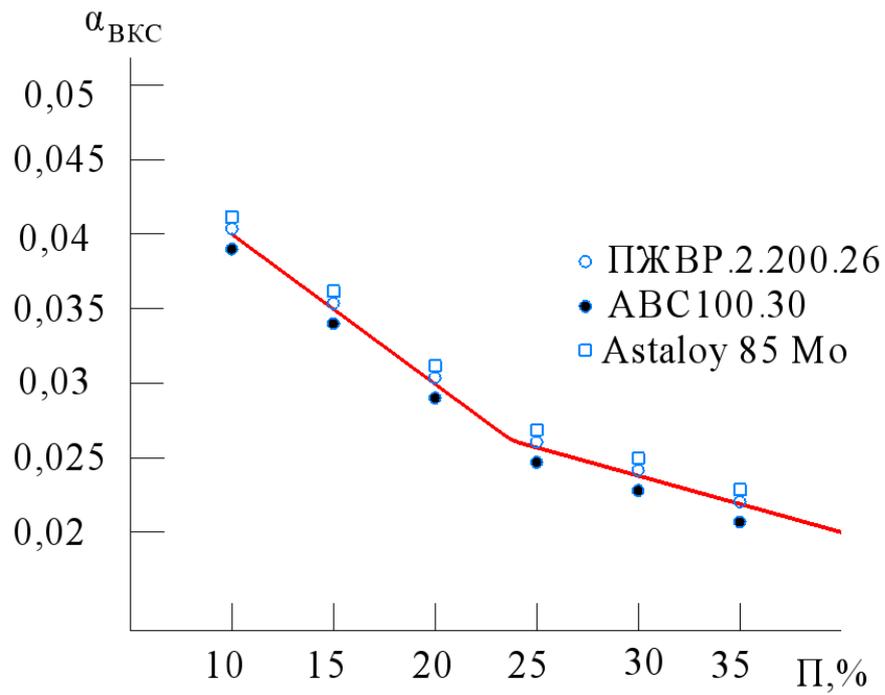
беспористого состояния. Для материалов из порошков ПЖРВ2.200.26 и АВС100.30 плотность беспористого материала составляла 7,79 г/см³ и модуль Юнга 201 ГПа, для материала из порошка Astaloy 0,85Мо плотность в беспористом состоянии составляет 7,83 г/см³ и модуль Юнга 206 ГПа. Эти данные совпадают с результатами исследования механических свойств порошковой стали [94-97].

Согласно проведенных исследований в [189] установлено, что технологический процесс получения горячедеформированных порошковых материалов предусматривает обязательное термическое воздействие на зону сращивания, выражающееся в нагреве пористой заготовки перед горячей допрессовкой в сочетании с возможным спеканием. Поэтому перед рассмотрением сращивания при горячем уплотнении следует оценить качество сращивания, достигаемое до этой технологической операции. Результаты механических испытаний и измерения модуля Юнга ультразвуковым методом холоднопрессованных и спеченных пористых образцов представлены в таблице 4.1. В числителе приведены значения свойств холоднопрессованного материала, в знаменателе – спеченного. Спекание проводили при температуре 1150°С в течение 90 мин.

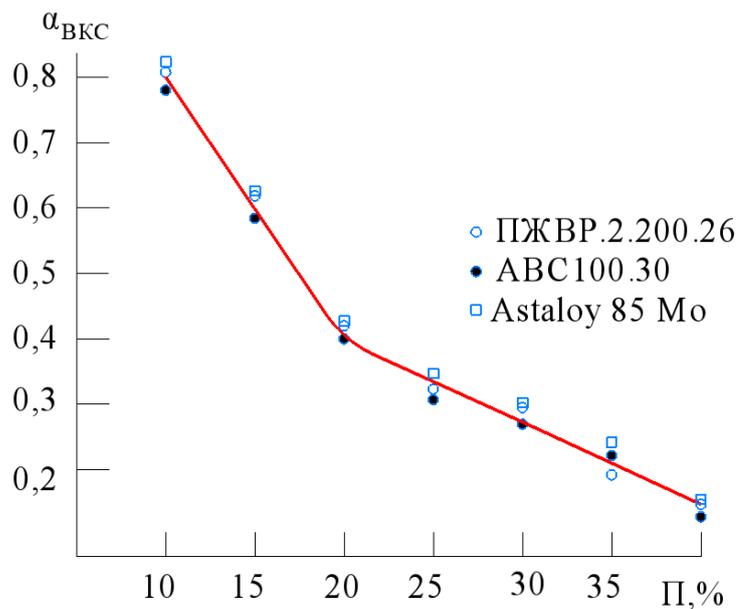
Таблица 4.1–Зависимость модуля Юнга порошкового материала от пористости

Модуль Юнга	Пористость, %			
	40	30	20	12
ПЖРВ2.200.26				
Е, ГПа	3,2/13,3	3,9/44,3	5,5/73	7,6/156,3
АВС100.300				
Е, ГПа	3,1/17,5	4,3/49,2	5,3/77,3	7,9/162,2
Astaloy 0,85 Мо				
Е, ГПа	3,5/19,6	4,6/52,9	4,8/80,9	8,2/170

Значения $\alpha_{ВКС}$, рассчитанные по выражению (4.6) по данным измерения модуля Юнга, в зависимости от пористости показаны на рис. 4.1.



а)



б)

Рисунок 4.1 – Зависимость относительного контактного сечения с внутрикристаллитным срацеванием от пористости:

а – после статического холодного прессования; б – после спекания

Спекание позволяет значительно улучшить качество срацевания на контактной поверхности. В главе 3 показано, что спекание при определенных

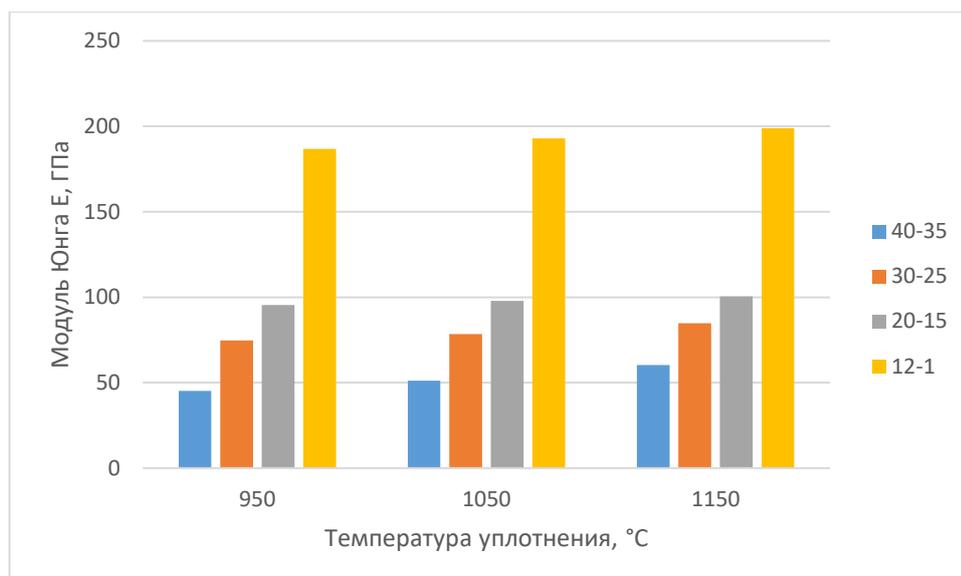
условиях может обеспечить формирование внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности.

Для исследования кинетики развития сращивания на стадии горячей допрессовки определим модуль Юнга прессовок, уплотненных до высокоплотного состояния с уменьшением пористости на 5% (таблица 4.2). Режимы СХП и нагрева выбирались согласно результатам работы [189] а, также из условия недопустимости окисления контактной поверхности кислородом, захлопнутым в закрытых порах.

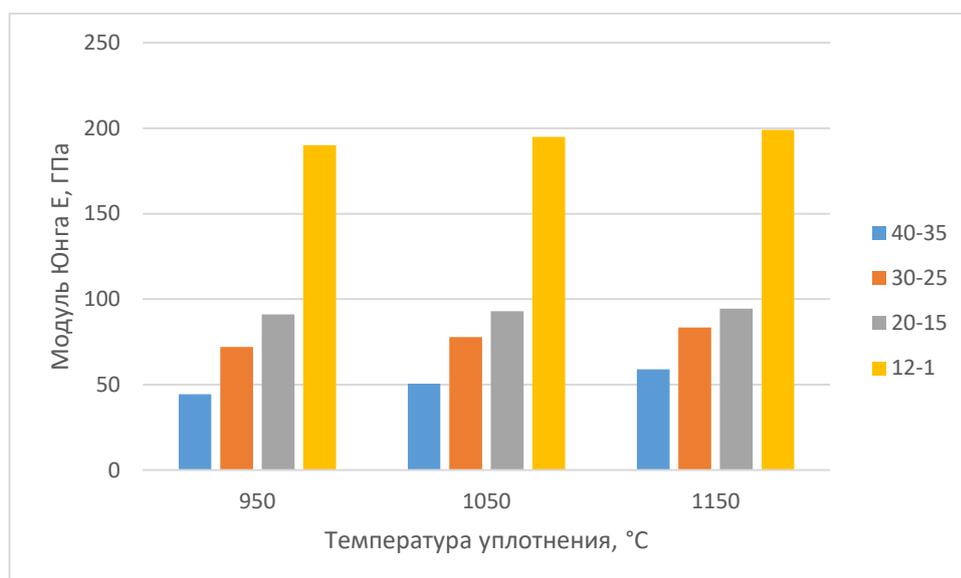
Таблица 4.2 – Зависимость модуля Юнга (Е, ГПа) горячедеформированного порошкового материала от пористости и температуры уплотнения (Т)

Т,°С	Изменение пористости, %							
	40–35	40–1	30–25	30–1	20–15	20–1	12–7	12–1
	ПЖРВ2.200.26							
950	45,2	189,1	74,8	188,5	95,5	188	156,8	186,8
1050	51,2	190	78,4	192	97,8	193	157,8	193
1150	60,3	198	84,8	199	100,5	199	158,6	199
	АВС100.30							
950	44,4	191	72	190	91	190	151	190
1050	50,5	192	77,8	194	93	194	152	195
1150	59	198	83,5	199	94,5	199	153	199
	Astaloy 0,85 Мо							
950	44,7	195,6	73,0	194,6	92,9	194,6	164,9	194,6
1050	53,9	196,6	79,2	198,7	93,1	198,7	166,1	199,7
1150	62,7	202,8	86,3	203,8	96,8	203,8	164,6	203,8

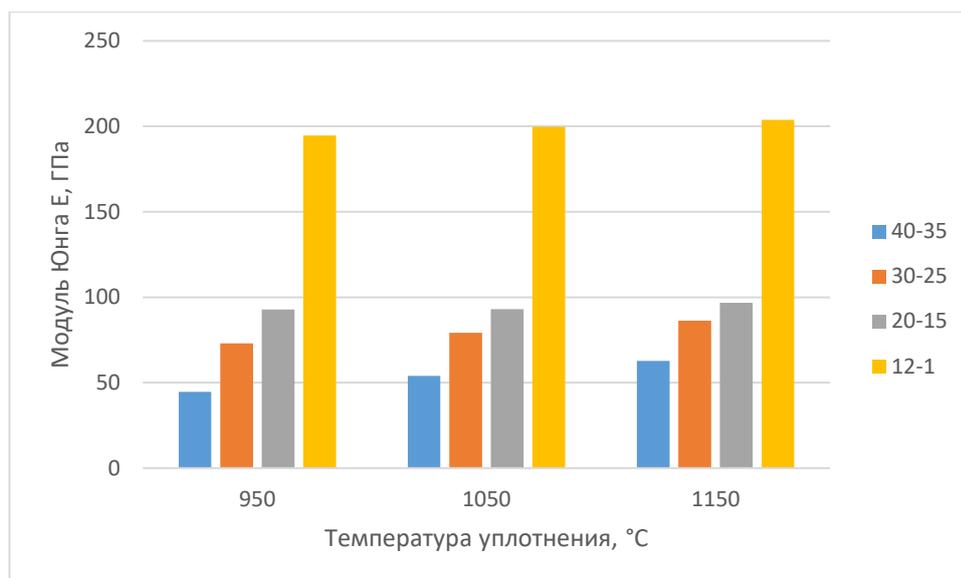
Представим графически изменение модуля Юнга (ГПа) для рассматриваемых материалов в зависимости от температуры уплотнения и изменения пористости.



а)



б)



в)

Рисунок 4.2 – Зависимость модуля Юнга (E, ГПа) от изменения температуры уплотнения горячедеформированных порошковых материалов марок в зависимости от пористости: а) ПЖРВ 2.200.26; б) ABC100.30; в) Astaloy 0,85 Mo

Рассмотрим приращения относительного контактного сечения (далее функция) в зависимости от температуры горячей допрессовки предварительно спеченной пористой заготовки по данным таблицы 4.2 (рис.4.3). Допрессовка производилась при изменении пористости материала на 5%. По мере уплотнения заготовки приращение функции замедляется. При изменении пористости в интервалах 40–35% и 30–25% на линиях 1 и 2 выделяются 2 участка с различной интенсивностью приращения относительного контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием (далее функция).

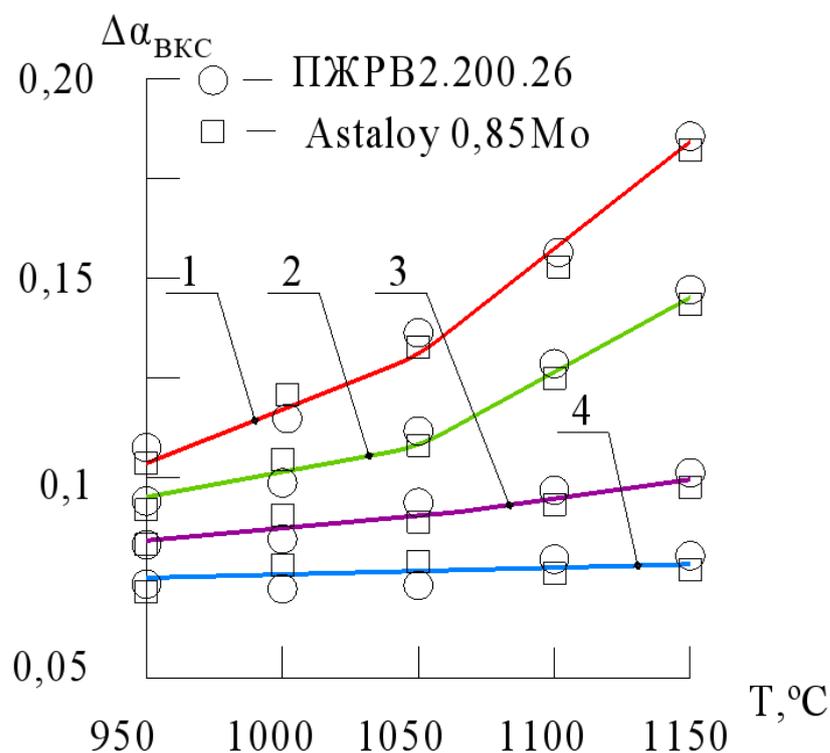


Рисунок 4.3 – Зависимость приращения относительного контактного сечения при горячей допрессовке при изменении пористости на 5% от температуры допрессовки:

1 – 40%–35%; 2 – 30% –25%; 3 – 20% – 15%; 4 – 12% –7%

В интервале температур 950°С и 1050°С приращение функции протекает медленнее, чем при температуре 1150°С. Для линий 3 и 4 приращение функции происходит более равномерно. Данное обстоятельство свидетельствует о том, что на определенной стадии горячей допрессовки происходит разрушение контактной поверхности вследствие межчастичного скольжения с последующим образованием новых контактных поверхностей и формированием в этих областях внутрикристаллитного сращивания. Разрушение контактной поверхности в результате приложения внешнего давления зависит от качества межчастичного сращивания и её площади. Более наглядно картина развития контактной поверхности на стадии горячей допрессовки представлена в виде зависимости отношения прироста контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием к приросту общей

контактной поверхности ($\Delta\alpha_{\text{ВКС}}/\Delta\alpha$) от температуры горячей допрессовки (рис.4.4). Обозначения маркеров такие же, как и на рисунке 4.3.

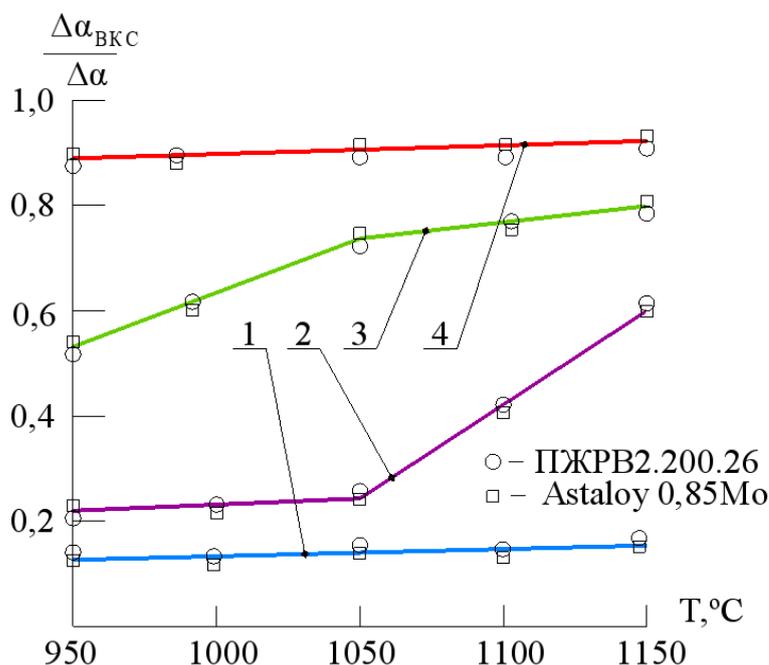


Рисунок 4.4 – Зависимость отношения приращения относительного контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием к приращению общей контактной поверхности при изменении пористости на 5% от температуры допрессовки:

1 – 40%...35%; 2 – 30%...25%; 3 – 20%...15%; 4 – 12%...7%

Развитие контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием при изменении пористости на 5% существенно зависит от исходного состояния прессовки. При исходной пористости 40% уплотнение заготовки сопровождается незначительным приростом контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием независимо от температуры допрессовки, что может быть истолковано как сочетание процессов разрушения и образование контактных поверхностей с завершённым сращиванием. Уплотнение заготовки с исходной пористостью 30% наблюдается в интервале температуры уплотнения 950 – 1050 °C. При более высокой температуре формирование контактной поверхности превалирует над процессом ее разрушения. С уменьшением исходной

пористости данная тенденция усиливается. И при минимальном значении этого параметра (12%) формирование внутрикристаллитного сращивания происходит с интенсивностью близкой с образованием контактной поверхности.

Анализ экспериментальных данных позволяет определить область технологических режимов горячей штамповки пористой порошковой заготовки, при соблюдении которых не происходит разрушения контактной поверхности, сформированной до горячей допрессовки (рис. 4.5) [189].

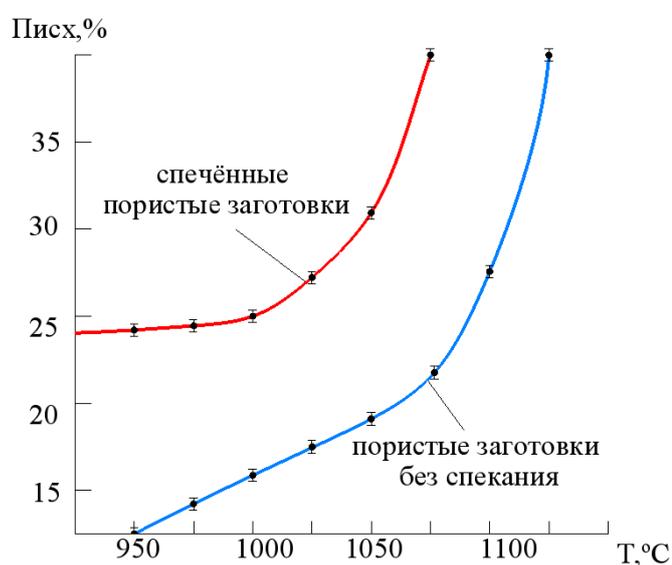
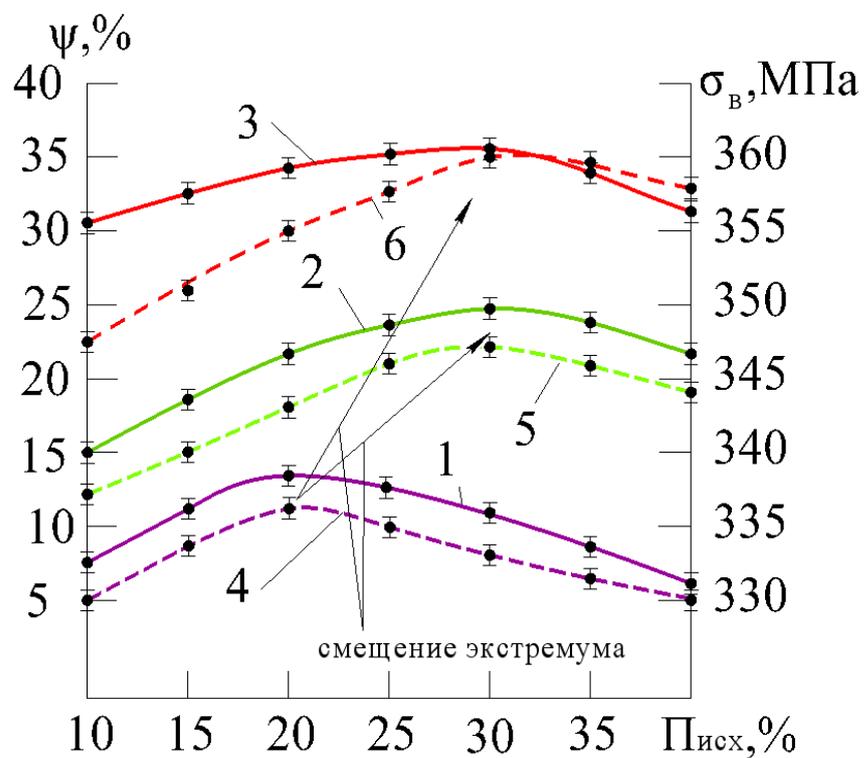


Рисунок 4.5 – Области технологических режимов горячей штамповки, влияющих на сохранение или разрушение предварительно сформированной контактной межчастичной поверхности:

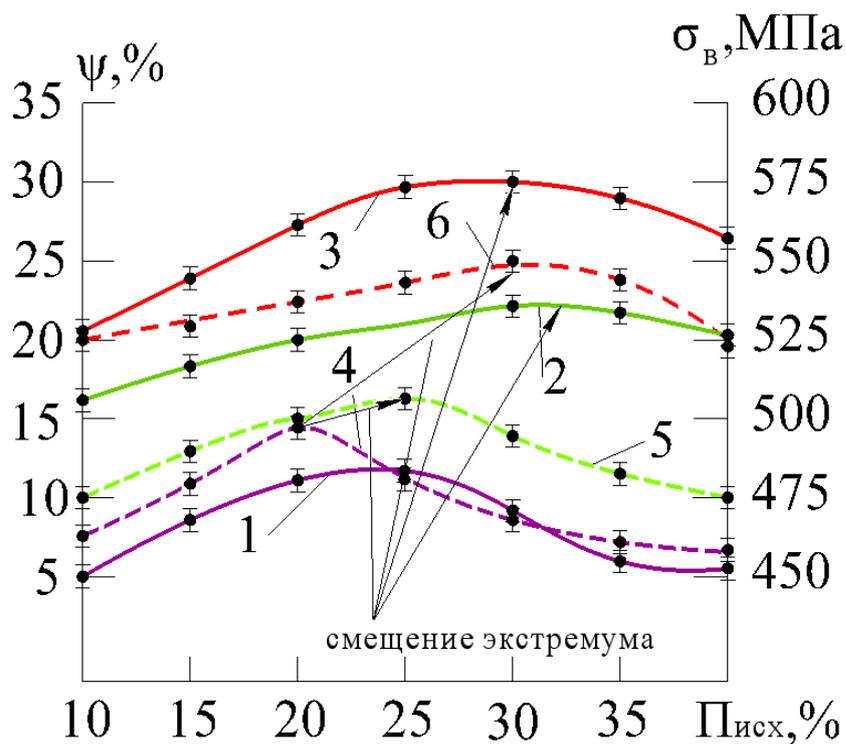
1 – спеченные пористые заготовки; 2 – неспеченные пористые заготовки

Выше линий 1 и 2 расположена область технологических режимов, при которых происходит частичное или полное разрушение старых контактных поверхностей с образованием новых. Если значения исходной пористости и температуры горячей допрессовки расположены в области ниже этих линий, то на стадии этой технологической операции не происходит разрушение предварительно сформированных контактных поверхностей. С этих позиций

можно объяснить зависимость механических свойств порошковых горячедеформированных материалов от режимов технологического процесса, показанной на рис. 4.6. Марка используемых железных порошков указана непосредственно на рисунках.



а) ПЖРВ2.200.26



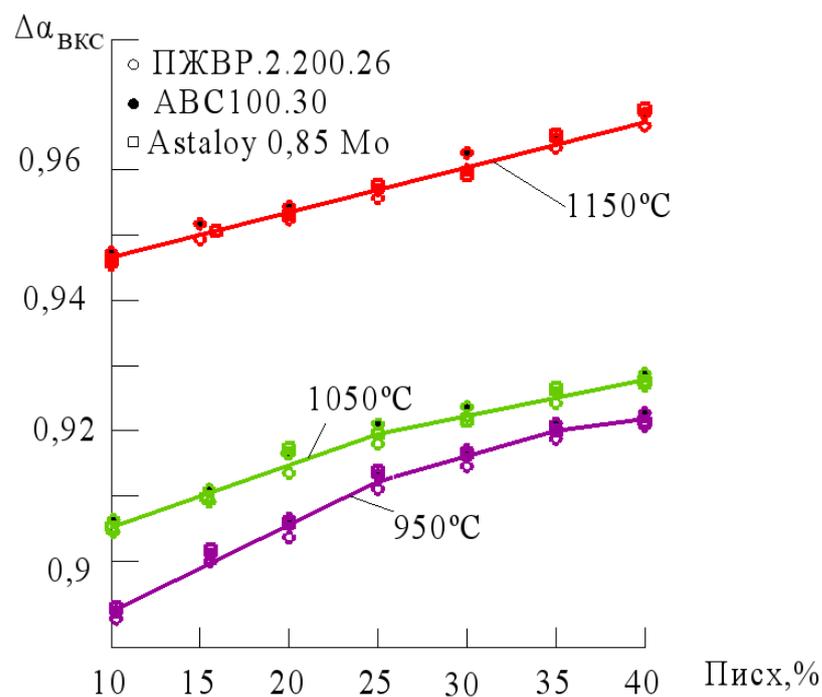
б) Н4Д2М

Рисунок 4.6 – Зависимость относительного сужения (сплошные линии 1,2,3) и предела прочности (прерывистые линии 4,5,6) от исходной пористости при различной температуре горячей допрессовки: 1,4 – 950°С; 2,5 – 1050°С; 3,6 – 1150°С

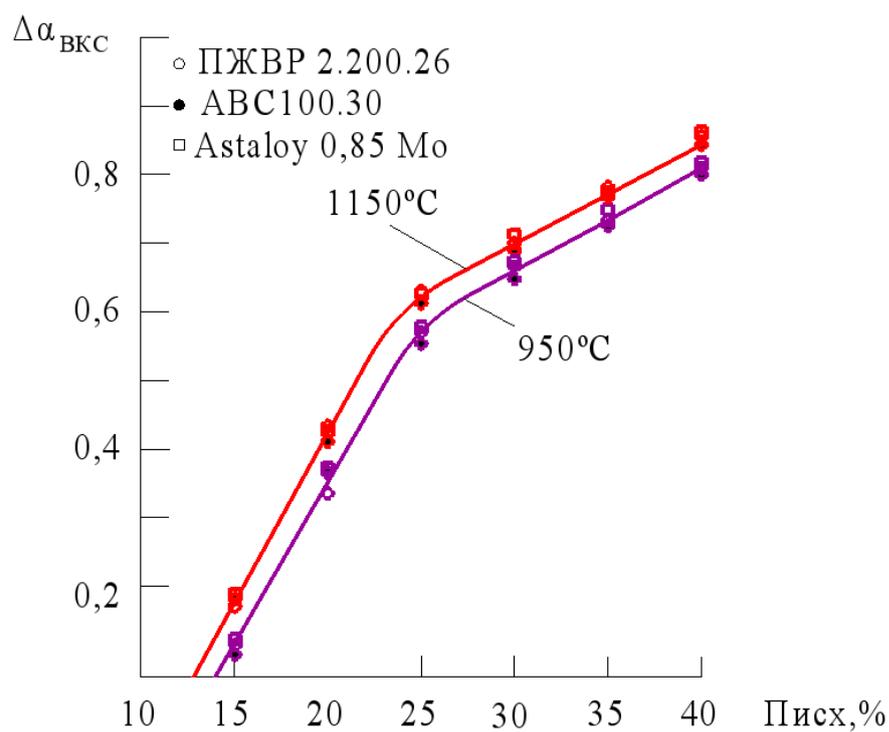
Зависимости механических свойств порошковых материалов от значений исходной пористости имеют экстремальный характер. Значения исходной пористости равной 20 % для порошка марки ПЖРВ 2.200.26 при температуре горячей допрессовки 950°С а также 30–35% при температурах 1050–1150°С, соответствующие экстремуму зависимостей для относительного сужения 12%, 23% и 35% соответственно, зависят от температуры горячей допрессовки, с повышением которой экстремум смещается в сторону бóльших значений. Такой характер зависимостей можно объяснить следующим. Нисходящая ветвь зависимости в сторону меньших значений исходных пористостей связана с уменьшением степени горячей пластической деформации, недостаточной для активации процессов, ответственных за

формирование на контактных поверхностях внутрикристаллитного сращивания. Нисходящая ветвь, направленная в сторону бóльших значений исходной пористости, обусловлена разрушением части контактной поверхности при уплотнении. Экстремумы значений предела прочности и относительного сужения, указанные на рисунке 4.6 наблюдаются при технологических режимах горячей допрессовки, соответствующих максимальному значению исходной пористости, при которой не происходит разрушение предварительно сформированной контактной поверхности. При этом уплотняемый материал подвергается горячей пластической деформации с максимально возможной степенью, что благоприятно сказывается на формировании внутрикристаллитного сращивания. Тот факт, что экстремумы значений для материалов из легированного и нелегированного порошков находятся на одном и том же уровне исходной пористости, свидетельствует о том, что легирование железной основы медью, никелем, молибденом в интервале до 4% не оказывает существенного влияния на прочность межчастичного сцепления и области, показанные на рисунке 4.5 и выделяющие оптимальные режимы горячей допрессовки, распространяются на все исследуемые марки порошка.

Рассмотрим зависимость $\Delta\alpha_{\text{вкс}}$ от исходной пористости (рис.4.7). Значения приращения $\alpha_{\text{вкс}}$ при горячей допрессовки спеченных заготовок варьировались в относительно узком интервале, ограниченном двумя линиями. Исходные значения $\alpha_{\text{вкс}}$ принимались из рис. 4.1.



а)

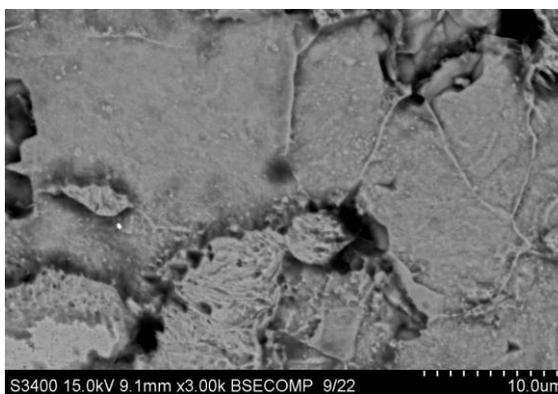


б)

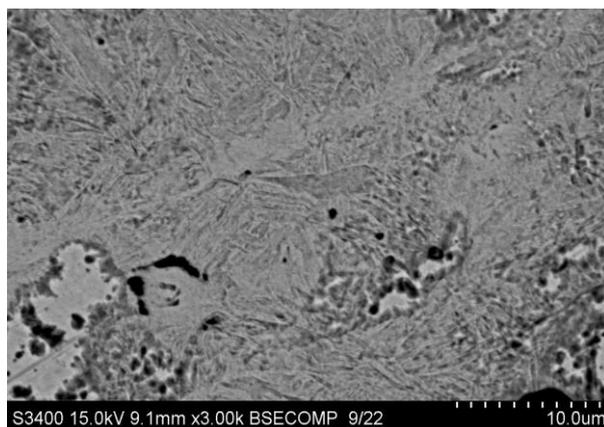
Рисунок 4.7 – Зависимость изменения относительной площади контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием от исходной пористости при горячей допрессовке: а– неспеченные заготовки; б– спеченные заготовки

Обращает на себя внимание тот факт, что на стадии горячей допрессовки наблюдается различие относительной контактной поверхности, которая по данным [21, 189] при остаточной пористости 1% составляет 0,98–0,99, и относительной контактной поверхностью с внутрикристаллитным сращиванием.

Причиной несовпадения величин относительной контактной поверхности и относительной контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием поверхностей является то обстоятельство, что формирование внутрикристаллитного сращивания протекает на контактных поверхностях с одновременным термическим и деформационным воздействием. При образовании контактных поверхностей на последней стадии уплотнения отсутствует необходимая для протекания динамических релаксационных процессов пластическая деформация. Это явление представляет собой ретардирование сращивания на фоне обновления контактной поверхности. Таким образом в формируемом горячедеформируемом порошковом материале внутрикристаллитное сращивание формируется не на всей контактной поверхности, что может быть рассмотрено как структурный дефект материала. На фрактограммах выявляются участки излома горячедеформированных материалов из порошка ПЖР2.200.26 с незавершенным (межкристаллитным) межчастичным сращиванием (рис. 4.8).



a)



б)

Рисунок 4.8 – Изломы горячедеформированного материала на основе порошка ПЖР2.200.26. Температура горячей допрессовки:
а–950°C; б–1150°C

Контактные участки с межкристаллитным срачиванием облегчают формирование зародышей трещины и её распространение, приводящее к снижению механических свойств. Представляется очевидным практический способ устранения данного структурного дефекта и, как следствие, повышение уровня механических свойств. Для достижения этой цели предлагается дополнительная горячая пластическая деформация, степень которой определяется долей контактной поверхности с межкристаллитным срачиванием ($\epsilon_{\text{доп}}$). Рассмотрим результаты дополнительной пластической деформации порошкового материала на основе порошков ПЖРВ 2.200.26 и Н4Д2М, проведенной при температуре 1050°C (рис.4.9). В качестве критерия формирования внутрикристаллитного срачивания используется модуль Юнга. Исследования проводим на порошковых материалах, сформированным при исходной пористости 30%.

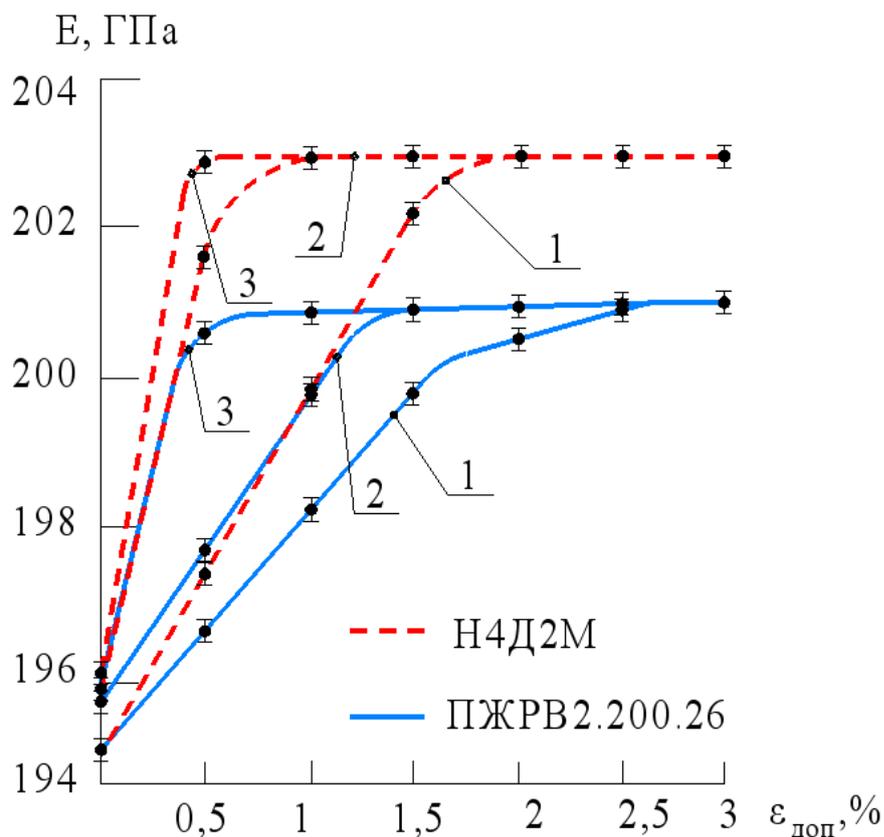


Рисунок 4.9 – Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошкового материала, сформированного при температуре горячей допрессовки:

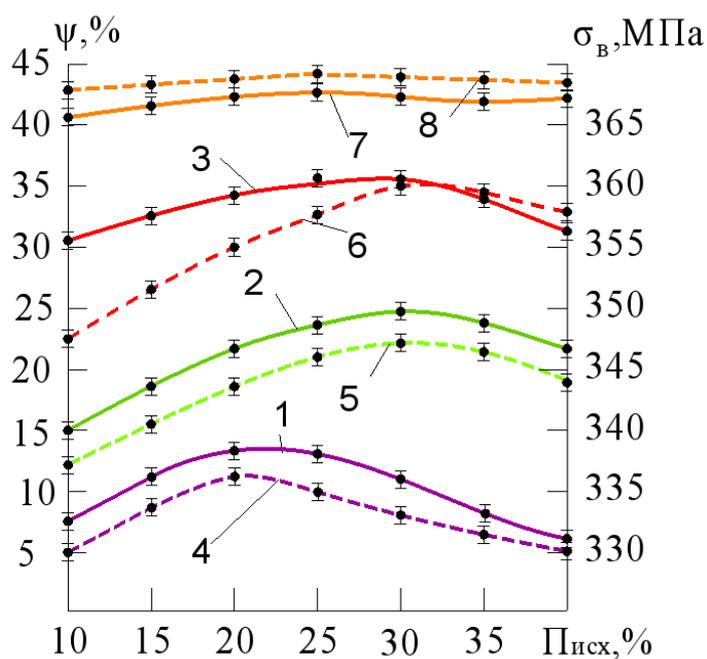
1–950°C; 2–1050°C; 3–1150°C

На основании проведенных исследований в [202] приведем значения критической степени дополнительной пластической деформации как функции технологических режимов горячей допрессовки (таблица 4.3). Степень дополнительной пластической деформации, при которой достигается внутрикристаллитное сращивание на всей контактной поверхности, назовем критической степенью деформации.

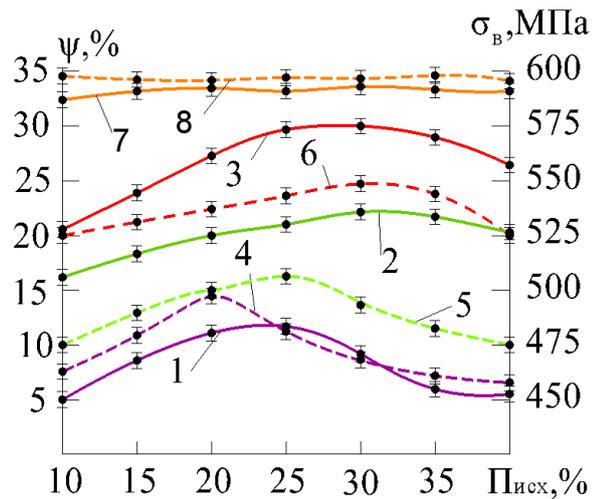
Таблица 4.3– Критическая степень деформации при различных температурах горячей допрессовки

Температура, °С	Исходная пористость, %	Критическая степень деформации, %	
		ПЖРВ2.200.26	Н4Д2М
950	40	2	1,5
	30	2,5	2
	20	3	2
1050	40	1,5	1
	30	1,5	1
	20	2	1,5
1150	40	0,5	0,5
	30	0,5	0,5
	20	1	0,5

Определим уровень механических свойств порошкового материала до и после дополнительной деформации (рис.4.10). Кривые 7 и 8 представляют механические свойства после дополнительной обработки горячедеформированного материала с критической степенью деформации согласно таблице 4.3.



а) ПЖРВ2.200.26



б) Н4Д2М

Рисунок 4.10 – Зависимость относительного сужения (сплошные линии) и предела прочности (прерывистые линии) от исходной пористости при различной температуре горячей допрессовки: 1,4 – 950°C; 2,5 – 1050°C; 3,6 – 1150°C; 7,8- после дополнительной обработки горячедеформированного материала с критической степенью деформации согласно таблице 4.3.

Механические свойства горячедеформированного порошкового материала в результате дополнительной пластической деформации повышаются для материала ПЖРВ 2.200.26 на 20% для значения относительного сужения (было 23% для пористости $P_{исх}=10\%$, стало 43% для температуры горячей допрессовки 1150°C). На обоих графиках наблюдается значительный рост механических свойств для обоих материалов, что объясняется формированием внутрикристаллитного сращивания в объеме порошкового материала. Этот вывод относится как к прочностным показателям, так и к показателям пластичности. При такой обработке нивелируются значения предела прочности и относительного сужения, соответствующие горячедеформированному порошковому материалу после горячей допрессовки пористой заготовки. Следовательно, одним из методов повышения механических свойств горячедеформированного порошкового материала является дополнительная пластическая деформация, степень которой должна быть не менее критической степени деформации.

4.1.2 Влияние содержания углерода на формирование контактной межчастичной поверхности при горячей допрессовке

На формирование межчастичной поверхности сращивания оказывают влияние включения второй фазы, в частности, не растворившиеся в аустените частицы графита.

Исследование гомогенизации железо–графитовой пористой заготовки рассмотрено в подразделе 3.2. Кинетика растворения углерода в заготовке, определенная на основе результатов химического анализа, дает основание полагать, что полное растворение углерода происходит в течение одного часа. Однако проведенные в работе [202] результаты механических испытаний образцов с содержанием углерода 0,5% (мас.) после их доуплотнения при 1150°C до практически беспористого состояния (таблица 4.4) свидетельствуют о том, что продолжительность спекания в течение одного часа не обеспечивает высокий уровень механических свойств.

Таблица 4.4 – Зависимость механических свойств горячедеформированных сталей от продолжительности спекания

Металлическая основа шихты	Продолжительность спекания при 1000°C, час	Механические свойства после доуплотнения		
		σ_b , МПа	Ψ , %	КСУ, МДж/м ²
Astaloy 0,85 Mo	0,5	610	2	0,18
	1	640	4	0,22
	1,5	690	35	0,88
ABC100.30	0,5	350	3	0,15
	1	370	5	0,19
	1,5	450	45	0,7

Из таблицы 4.4 видно, что наиболее чувствительны к степени гомогенизации сплавов показатели пластичности и ударной вязкости.

Авторы в работе [202] показывают, чтобы обеспечить стабильно высокие механические свойства горячедеформированных сплавов в условиях

введения углерода, как компонента шихты, возможно при таких режимах спекания, которые обеспечивают его полное растворение и равновесное распределение в металлической матрице. Для объяснения этой зависимости было проведено исследование изломов заготовок методом Оже–электронной спектроскопии на спектрометре модели РНЖ–680 фирмы “Physical Electronics”. На рисунке 4.11 продемонстрирована поверхность разрушения горячедеформированной заготовки, спеченной в течение одного часа. Обращает на себя внимание фрагмент этой поверхности, обозначенный точкой 8.

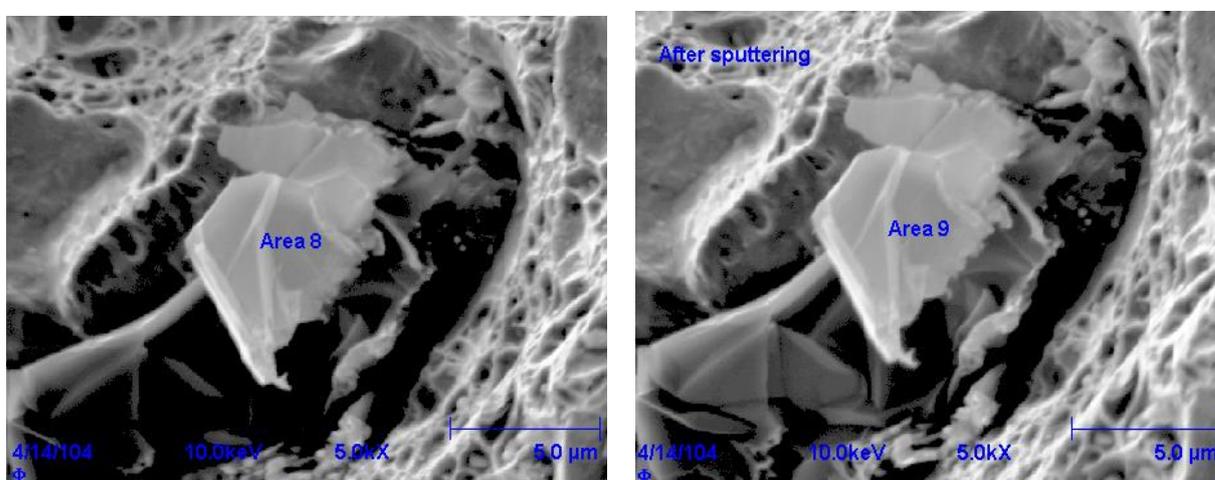


Рисунок 4.11– Включение на поверхности разрушения заготовки. Спекание при 1000°С в течение 1 ч:

а – до аргонного травления; б – после аргонного травления

Результаты аргонного травления материала в точке 8 показали, что данный морфологический структурный элемент является областью с неравновесным содержанием углерода (рисунок 4.12).

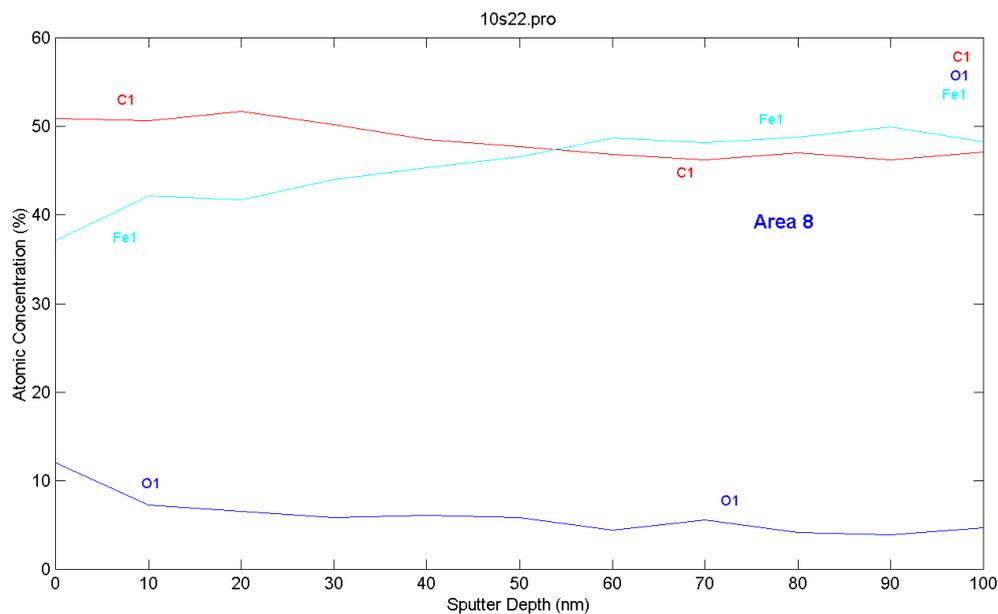
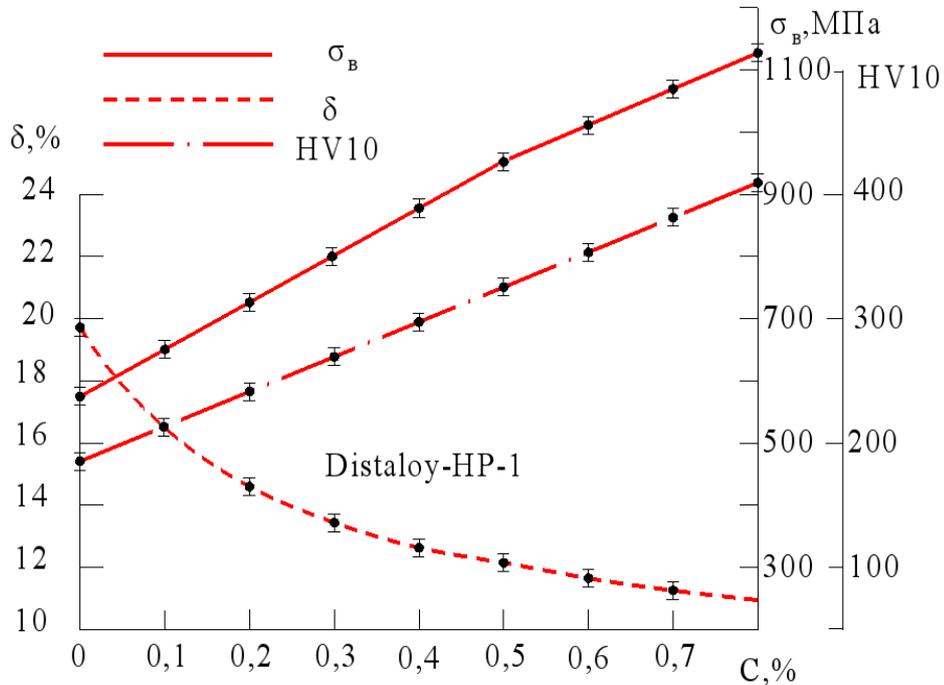


Рисунок 4.12 – Зависимость распределение элементов в точке 8 от глубины травления

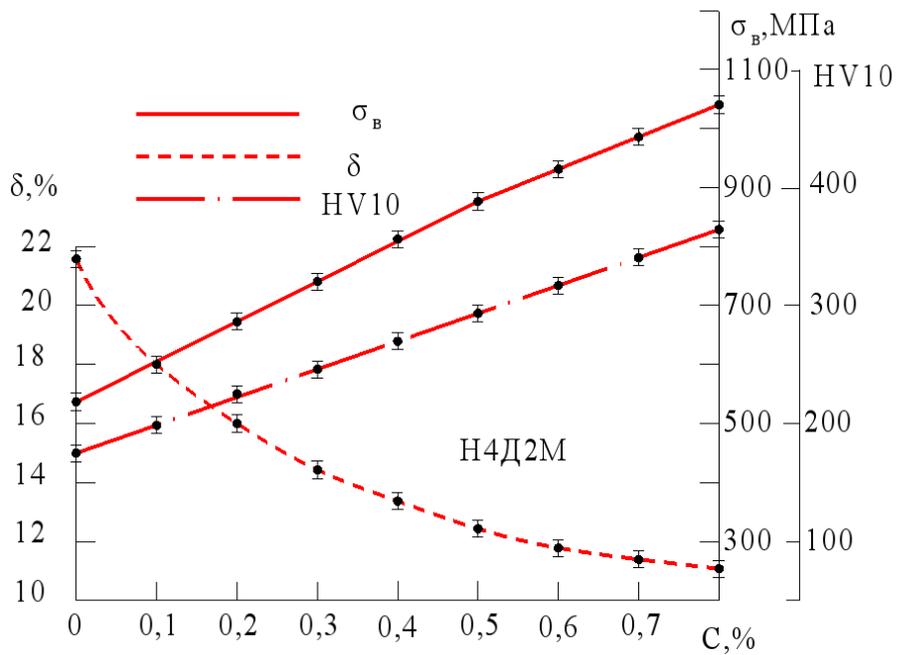
Концентрация углерода остается на высоком уровне (~45 ат %) при травлении на глубину 100 нм. Следовательно, эта область представляет собой трехмерное включение, образовавшееся в результате диффузии во время спекания ионов железа в бывшую частицу графита. Судя по результатам ОЭС, её химический состав соответствует формуле неравновесного карбида $Fe_{0,9}C$. Относительно гладкая поверхность излома наблюдаемого включения позволяет заключить, что это разрушение происходило по механизму скола, свойственному хрупкому разрушению. Следовательно, наличие в структуре материала спеченной пористой заготовки таких морфологических элементов негативно влияет на механические свойства горячедеформированных сплавов. Если предел прочности уменьшается на несколько процентов, то пластичность и вязкость материала падают до минимальных значений (таблица 4.4) [202].

Рассмотрим результаты работы [202], а именно влияние содержания углерода на механические свойства горячедеформированных сталей. Горячая допрессовка проводилась до практически беспористого состояния при температуре 1150°C после спекания при 1000°C в течение 1,5 час. Данный

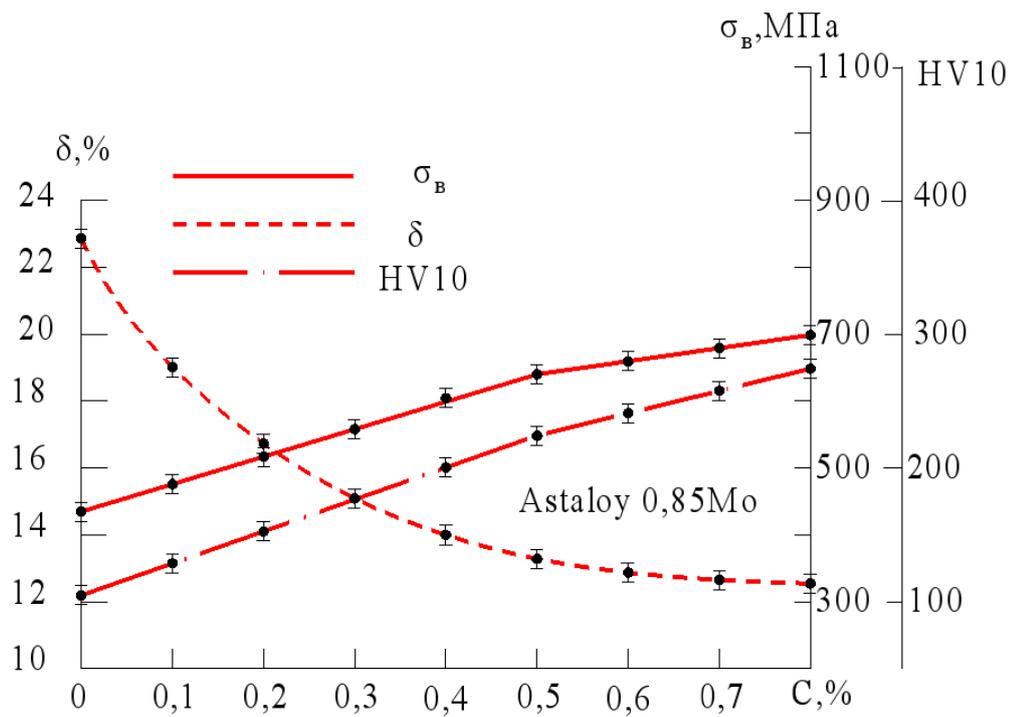
режим спекания обеспечивает полное растворение углерода в железной основе стали. Значения предела прочности, относительного удлинения и твердости по Виккерсу горячедеформированных сталей при различном содержании углерода показаны на рисунке 4.13.



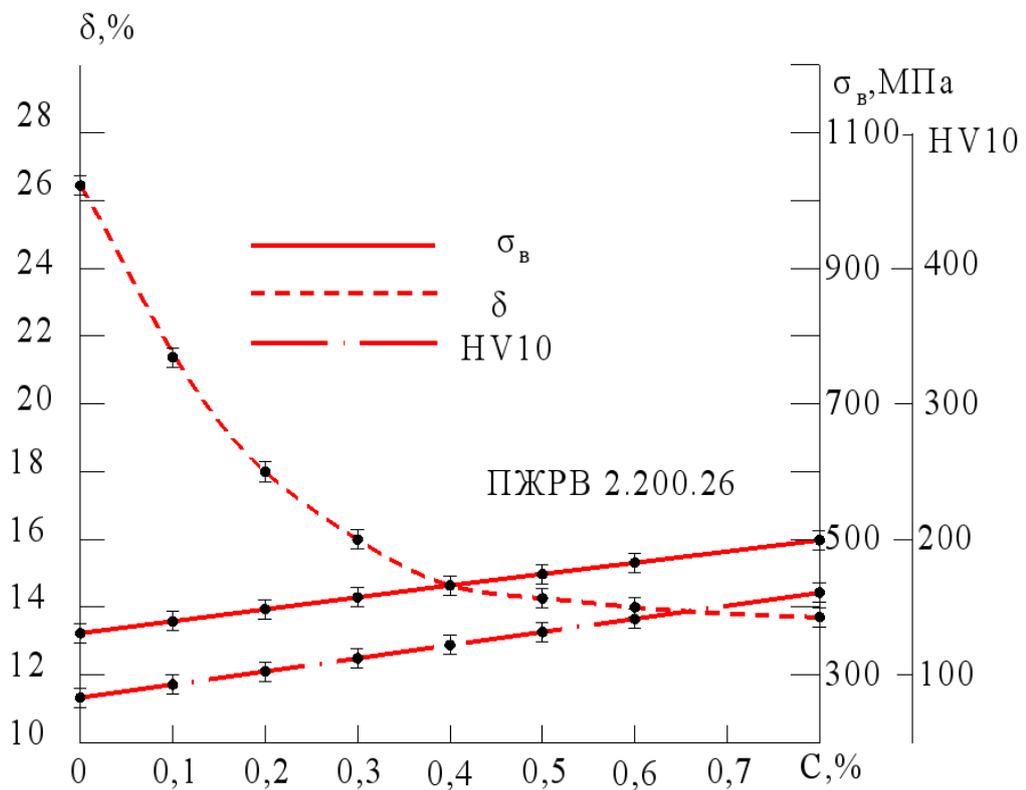
а)



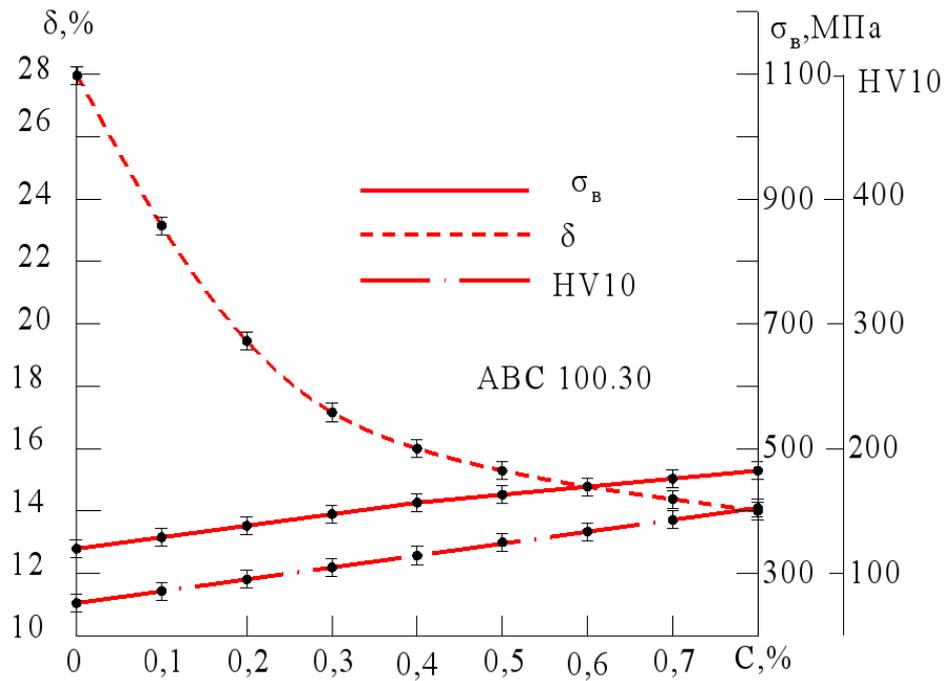
б)



В)



Г)



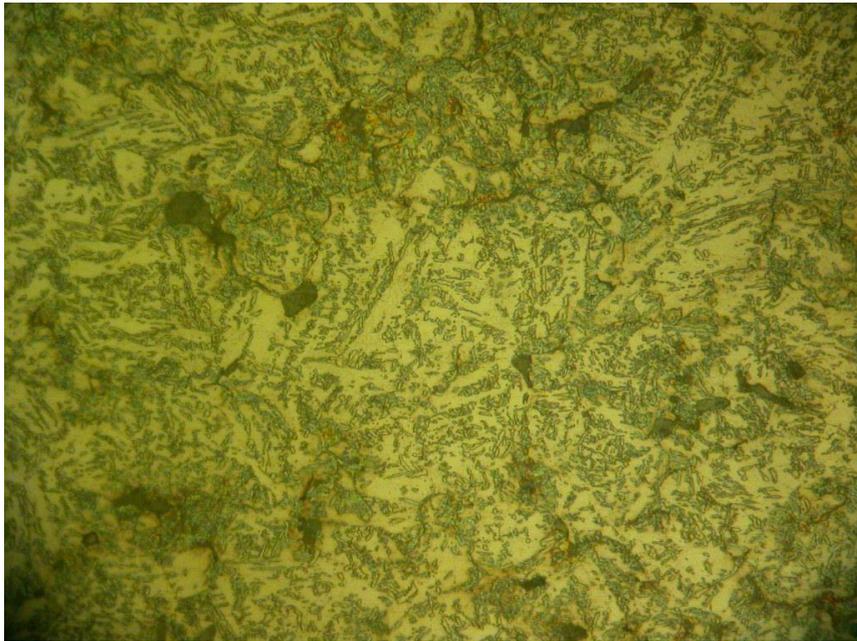
д)

Рисунок 4.13 – Влияние содержания углерода на механические свойства горячедеформированных сталей на основе порошков:

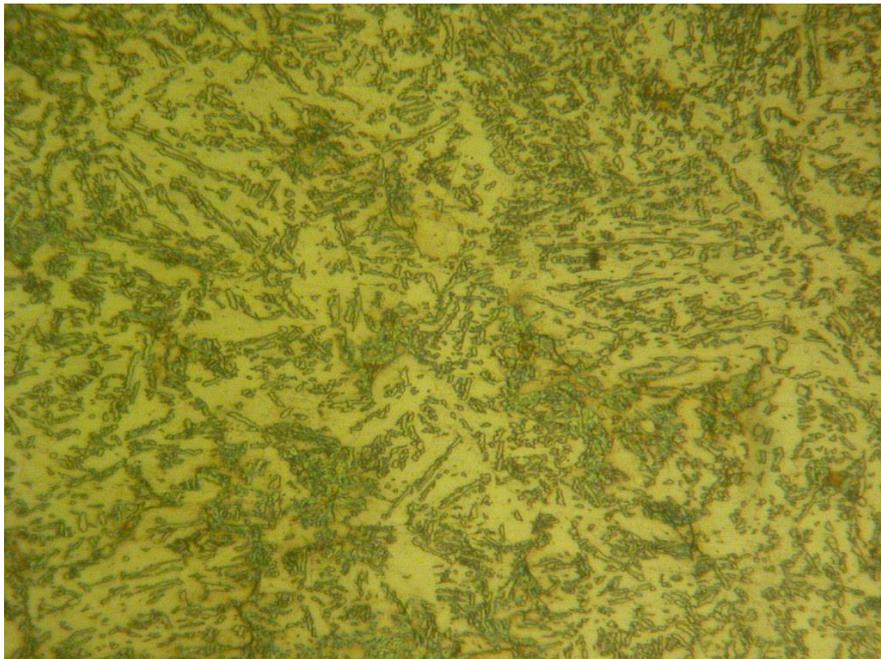
а) – Distaloy HP-1; б) – Н4Д2М; в) – Astaloy 0,85 Мо; г) – ПЖР2.200.26;

д) – ABC100.30

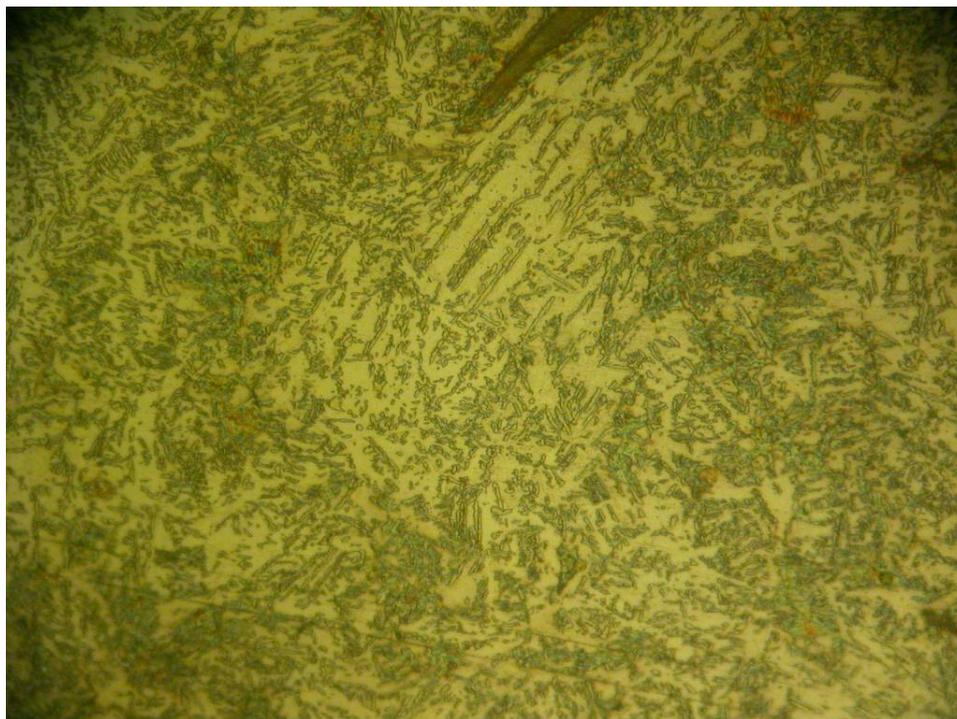
Характер представленных зависимостей согласуется с теоретическими положениями классического и порошкового материаловедения, что подтверждается результатами микроструктурного анализа (рис. 4.14).



a)



b)



в)

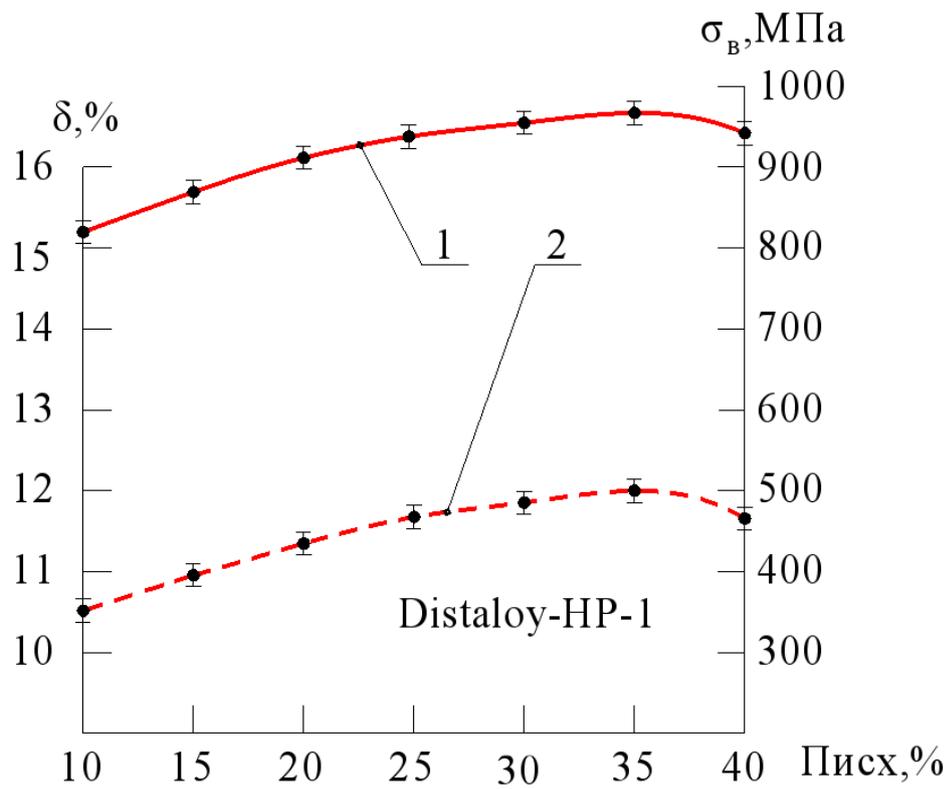
Рисунок 4.14 – Микроструктура порошковой горячедеформированной стали на основе порошка ПЖРВ2.200.26 с различным содержанием углерода, х 250:

а – 0,2%С; б – 0,5%С; в – 0,8%С

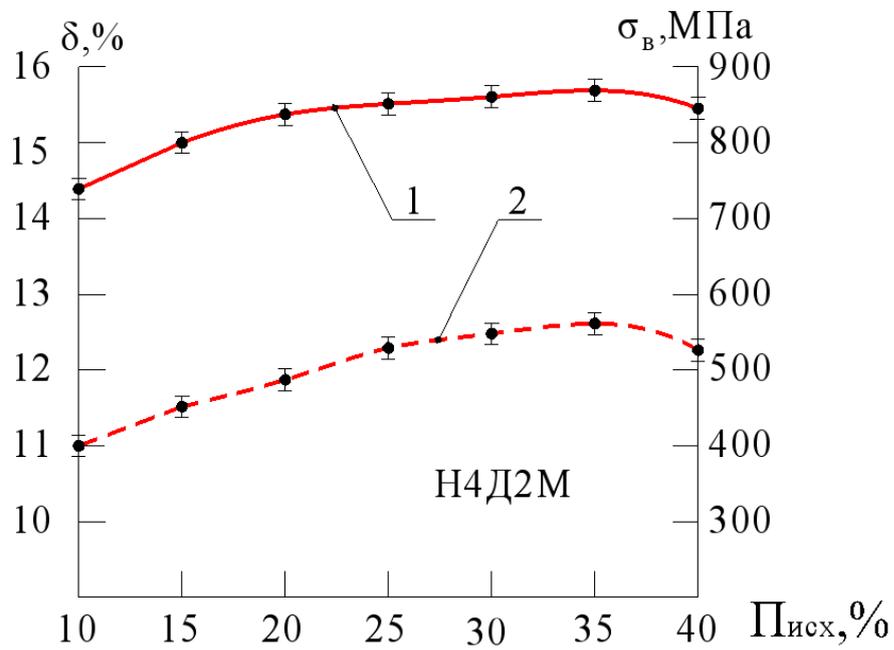
С повышением содержания углерода в составе стали уменьшается количество ферритной составляющей и повышается количество феррито–цементитной эвтектоидной смеси.

На микрошлифах отсутствуют поры, этот факт свидетельствует о практически беспористом состоянии материала.

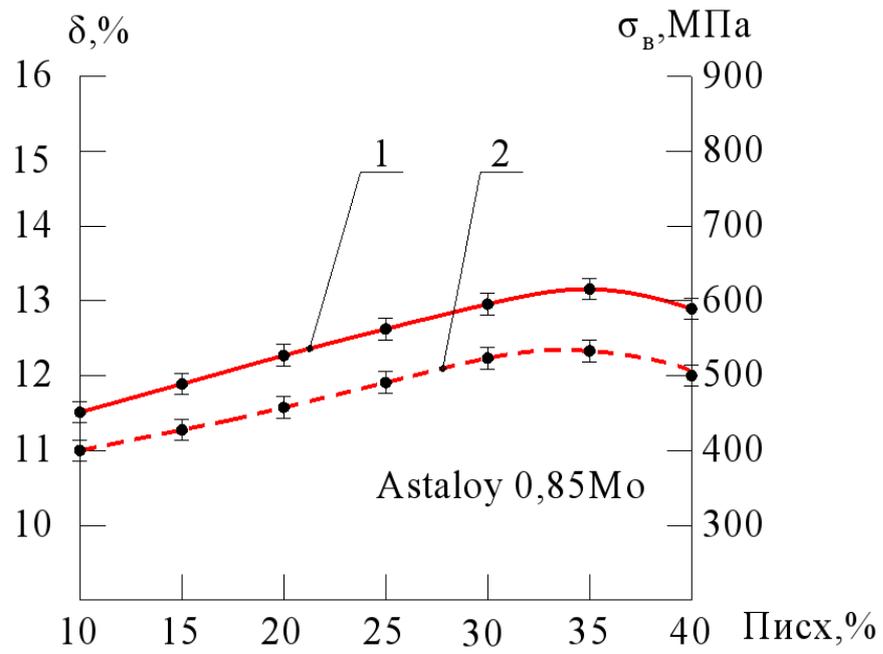
Роль углерода на развитие контактной поверхности рассмотрим на зависимости механических свойств порошковой стали от исходной пористости (рис. 4.15). Испытанные стали с содержанием углерода 0,5% (мас.) были получены горячей допрессовкой при 1150°С.



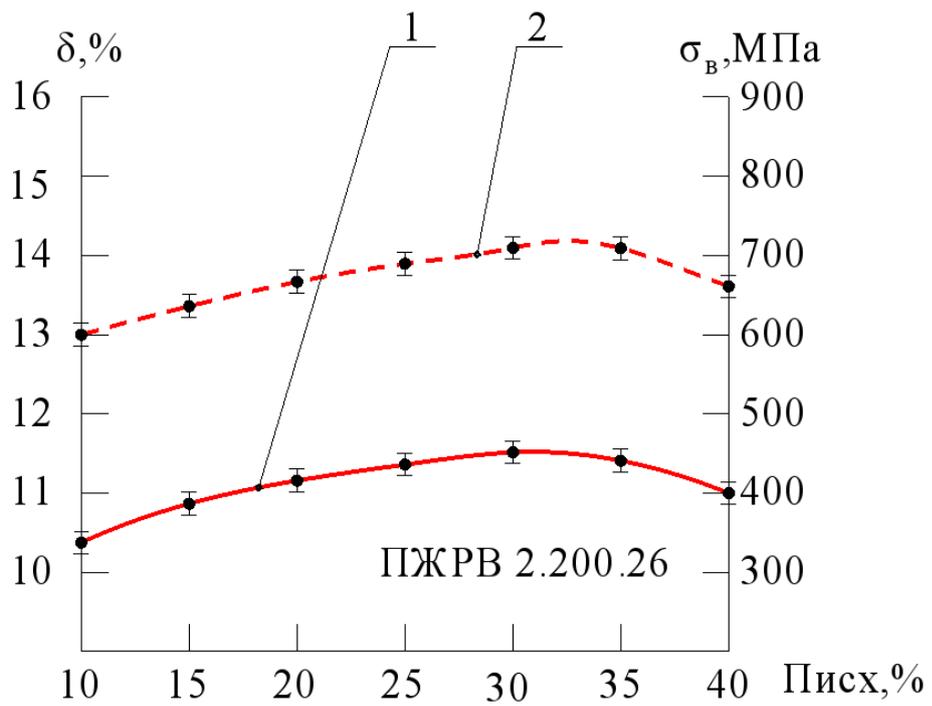
а)



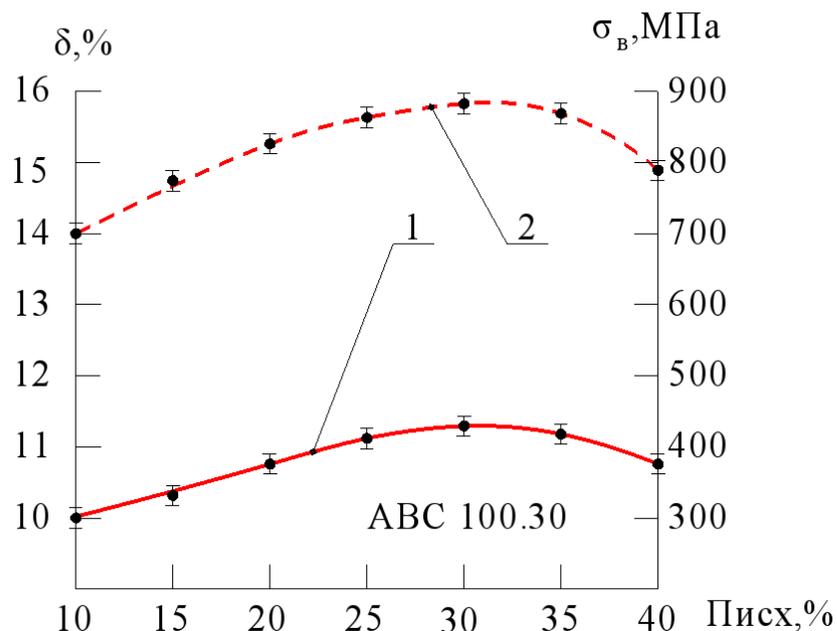
б)



в)



г)



д)

Рисунок 4.15 – Зависимость механических свойств (линия 1- предел прочности; линия 2- относительное удлинение) горячедеформированных сталей от исходной пористости:

а) Distaloy HP–1; б) Н4Д2М; в) Astaloy 0,85 Мо; г) ПЖР2.200.26;

д) АВС100.30

Сопоставляя данные, представленные в работе [202] и на представленных рисунках 4.6 и 4.15, можно отметить идентичный характер зависимости как прочностных, так и пластических свойств от исходной пористости. Для сталей на основе порошков ПЖР2.200.26 и АВС100.30 экстремум свойств наблюдается при исходной пористости заготовки 30%. У сталей на основе порошков Astaloy 0,85 Мо, Н4Д2М и Distaloy HP–1 экстремум свойств смещается в сторону увеличения значения исходной пористости. Это обстоятельство может быть истолковано как повышение качества межчастичного взаимодействия, что находит свое отражение в положении линии, разграничивающей области технологических режимов, отличающиеся частичным или полным разрушением или сохранением и развитием предварительно сформированной контактной поверхности на

стадии горячей допрессовки (рис. 4.16). Описание областей, разграниченных линиями 1 и 2 приведены в подразделе 4.1.1.

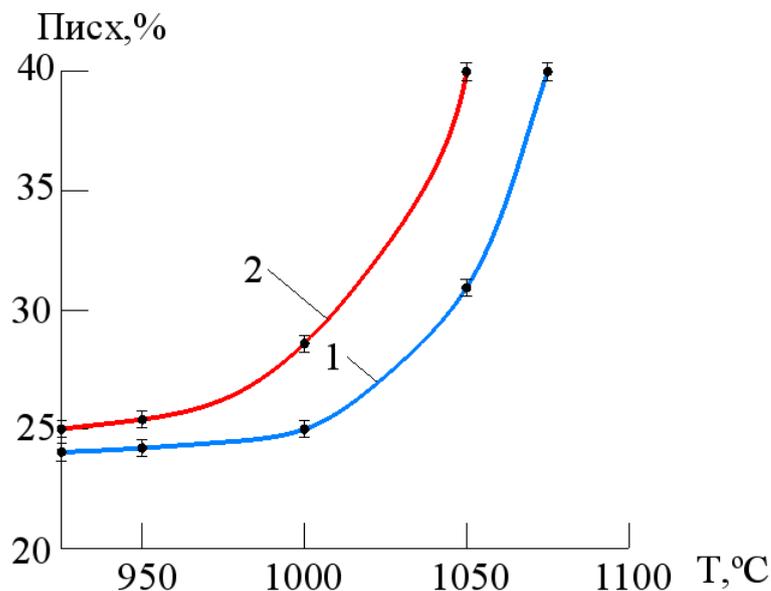


Рисунок 4.16 – Области технологических режимов горячей штамповки, влияющих на сохранение или разрушение предварительно сформированной контактной межчастичной поверхности для сталей:

Линия 1 – ПЖР2.200.26+0,5%С; АВС100.30+0,5%С;

Линия 2 – Аstaloy 0,85 Мо+0,5%С; Н4Д2М+0,5%С; Distaloy НР–1+0,5%С

Сопоставление результатов, представленных на рисунках 4.5 и 4.16, приведено в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Определение областей технологических режимов горячей допрессовки для порошковых сталей

Исходный материал	Содержание углерода, %	Маркировка линии разграничения
ПЖР2.200.26; АВС100.30; Аstaloy 0,85 Мо; Н4Д2М; Distaloy НР–1	0	Линия 1
ПЖР2.200.26+0,5%С; АВС100.30+0,5%С;	0,5	Линия 1
Аstaloy 0,85 Мо; Н4Д2М; Distaloy НР–1	0,5	Линия 2

Добавление в шихту порошка углерода практически не влияет на назначение оптимальных режимов горячей допрессовки для материалов на основе нелегированных железных порошков. В случае легирования железных порошков молибденом, медью, никелем при введении в шихту графита и предварительного спекания до полной гомогенизации аустенита рекомендуемое значение исходной пористости смещается в сторону бóльших значений [202].

Оценить качество межчастичного сращивания горячедеформированных сталей можно по значению модуля Юнга. За критерий принимается значение модуля Юнга дополнительно прокованных до беспористого состояния образцов исследуемых сталей (таблица 4.6).

Таблица 4.6 – Параметры порошковых сталей в беспористом состоянии

Материал		Плотность в беспористом состоянии, г/см ³	Модуль Юнга, ГПа
Металлическая основа	Содержание углерода, %		
ПЖРВ2.200.26	0,5	7,79	201
ABC100.30		7,79	201
Astaloy 0,85 Мо		7,83	206
H4Д2М		7,81	203
Distaloy HP-1		7,85	208

Рассмотрим зависимость параметров горячедеформированных сталей с содержанием углерода 0,5% от температуры режимов горячей допрессовки и удельной работы уплотнения (W). В качестве параметров сталей используем значения плотности (ρ), и модуля Юнга (E) и относительной контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием ($\alpha_{\text{ВКС}}$) [202].

Таблица 4.7 – Параметры горячедеформированных сталей от режимов горячей допрессовки

Материал	Температура, °С	W, Дж/м ³	ρ, г/см ³	E, ГПа	α _{ВКС}
ПЖРВ2.200.26	950	60	6,5	112	0,56
		100	7,3	189	0,94
		120	7,5	193	0,96
		160	7,75	194	0,965
		180	7,79	195	0,97
	1050	60	7,25	181	0,9
		80	7,6	193	0,96
		100	7,75	195	0,97
		120	7,79	196	0,975
	1150	60	7,5	190	0,945
		80	7,74	196	0,975
		100	7,79	197	0,98
АВС100.30	950	60	6,6	166	0,82
		100	7,35	184	0,92
		120	7,55	189	0,94
		160	7,79	195	0,97
	1050	60	7,4	187	0,93
		80	7,68	194	0,965
		100	7,79	197	0,98
	1150	60	7,63	194	0,965
		80	7,79	198	0,985
	Astaloy 0,85Mo	950	60	6,57	168
100			7,49	191,2	0,92
120			7,57	193,4	0,94
160			7,81	199	0,96
170			7,83	200	0,97
1050		60	7,42	190,5	0,92
		80	7,69	197,5	0,96
		100	7,83	201	0,975
1150		60	7,65	197	0,96
		80	7,83	202	0,98
Н4Д2М	950	60	6,53	165	0,81
		100	7,32	187	0,92
		120	7,52	190	0,93
		160	7,77	197	0,97
		180	7,81	198	0,98
	1050	60	7,28	185	0,91
		80	7,62	194	0,95

Окончание таблицы 4.7

		100	7,77	198	0,97	
		120	7,81	199	0,98	
		1150	60	7,53	193	0,95
			80	7,76	199	0,98
Distaloy HP-1	950	100	7,81	200	0,985	
		60	6,67	172	0,82	
		100	7,4	190	0,91	
		120	7,59	195	0,94	
	1050	160	7,85	202	0,97	
		60	7,47	193	0,93	
		80	7,73	200	0,96	
	1150	100	7,85	203	0,975	
		60	7,69	200	0,96	
		80	7,85	204	0,98	

Экспериментальные результаты, представленные в таблице 4.7, показывают, что во всем температурном диапазоне исследования достигается значение плотности материала, соответствующей его беспористому состоянию (таблица 4.8).

Таблица 4.8 – Удельная работа уплотнения (МДж/м³) для достижения беспористого состояния

Т, °С	Железная основа порошковой стали с содержанием 0,5%С				
	ПЖРВ2.200.26	ABC100.30	Astaloy 0,85Mo	Н4Д2М	Distaloy HP-1
950	180	160	170	180	160
1050	120	100	100	120	100
1150	100	80	80	100	80

Несмотря на достижение беспористого состояния значения модуля Юнга показывают, что имеются возможности для повышения функциональных свойств материалов. То есть при горячей допрессовке не

достигается формирование внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности.

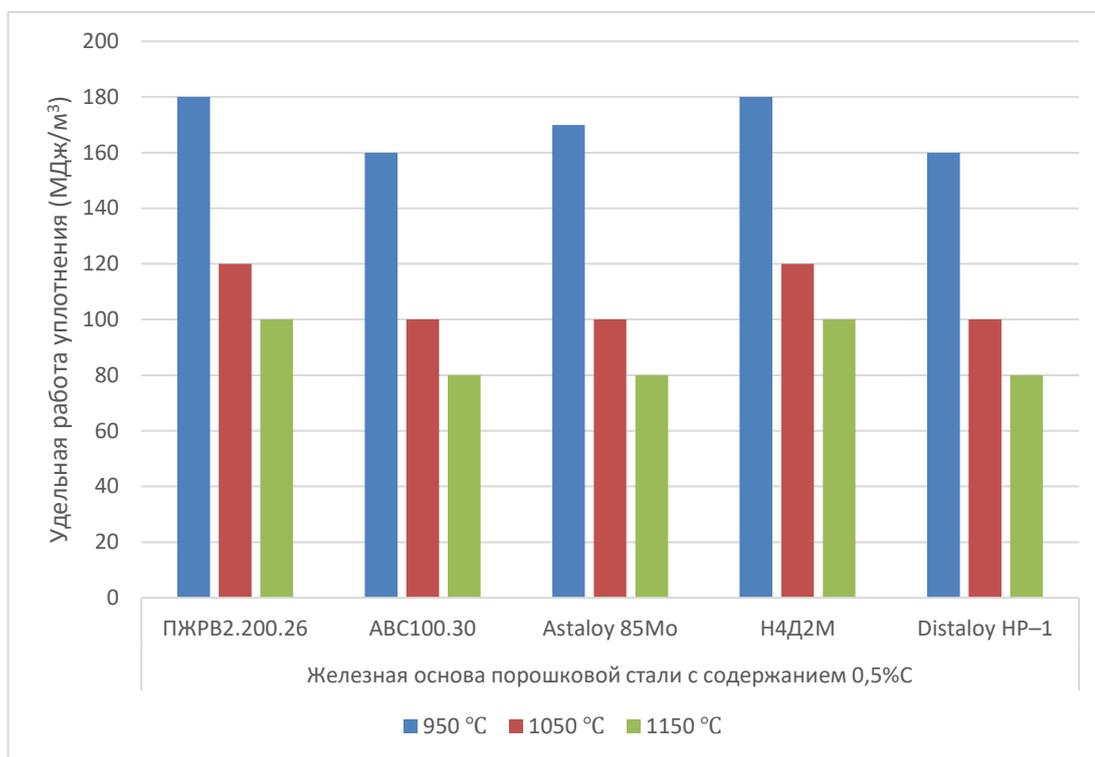
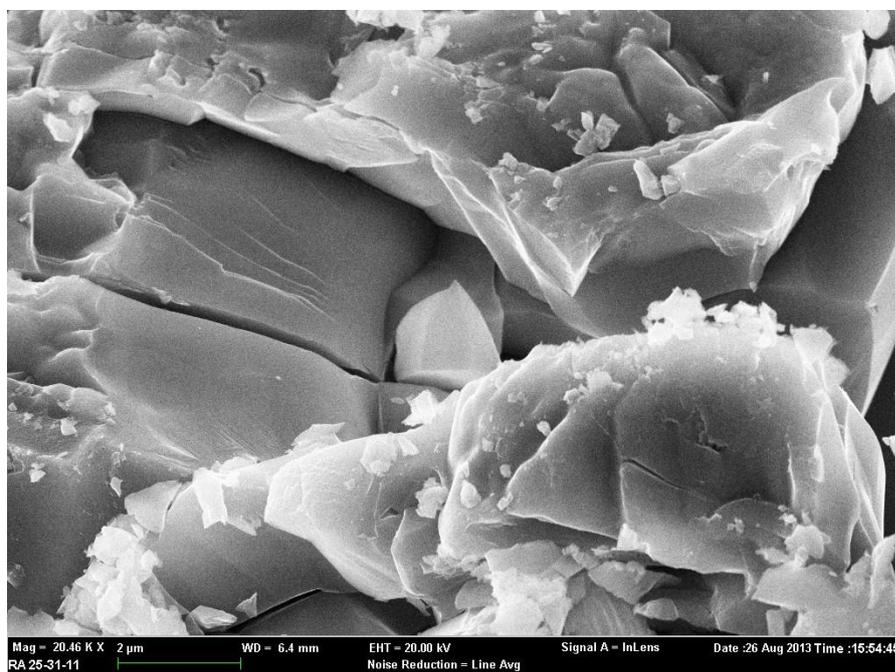


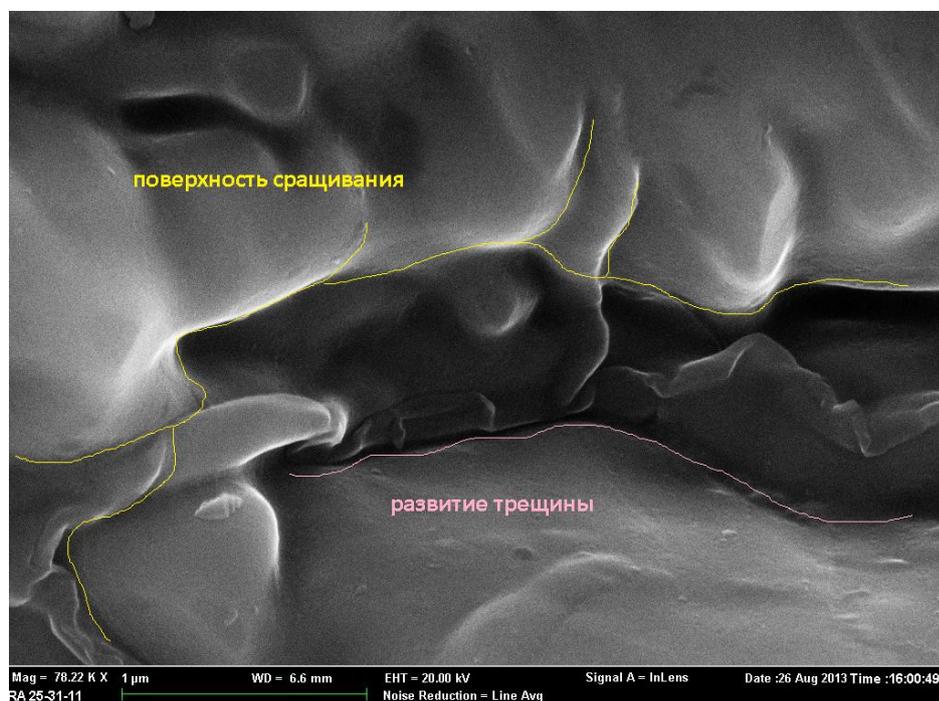
Рисунок 4.17 – Зависимости удельной работы уплотнения ($\text{МДж}/\text{м}^3$) от температуры горячей допрессовки для достижения беспористого состояния рассматриваемы порошковых сталей с 0,5 %С

На рисунке 4.18 представлена фрактограмма разрушенного образца горячедеформированной стали на основе порошка ПЖРВ2.200.26 с плотностью $7,81 \text{ г}/\text{см}^3$. Излом характерен для вязкого разрушения стали. Видны гребни и впадины ямочного рельефа, являющиеся следствием интенсивной пластической деформации в очаге распространения трещины. При преобладании на фрактограмме ямочного рельефа наблюдаются участки с плоским рельефом, характерным для интеркристаллитного или транскристаллитного разрушения. Наличие таких зон на изломе стали свидетельствует о незавершенности межчастичного сращивания. Участки интеркристаллитного скола непосредственно указывают на отсутствие трансформации межчастичной поверхности сращивания в большеугловую

межзеренную поверхность. В случае идентификации плоских зон излома как следствие развития трещины по механизму транскристаллитного разрушения можно полагать о наследственном характере структуры в зоне разрушения.



а)



б)

Рисунок 4.18 – РЭМ - изображение изломов стали ПЖРВ2.200.26+0,5%С с плотностью а) $7,81 \text{ г/см}^3$ б) $7,0 \text{ г/см}^3$

Отрыв межчастичной поверхности сращивания от субмикропор, сегрегационной атмосферы, дисперсных включений другой фазы приводит к сохранению данных морфологических элементов структуры в зоне бывшей межчастичной контактной поверхности, являющиеся факторами, способствующими зарождению зародыша трещины и ее распространению.

Применительно к исследуемым сталям с содержанием 0,5%С используем технологический прием, описанный авторами в [202] и предложенный в подразделе 4.1.1, заключающейся в дополнительной горячей пластической деформации с определением критической степени деформации. Рассмотрим результаты дополнительной пластической деформации порошкового материала на основе порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М, сформированных при исходной пористости 30%. Дополнительная пластическая деформация проводится при температуре 1050°C (рис.4.19). В качестве критерия формирования внутрикристаллитного сращивания используется модуль Юнга.

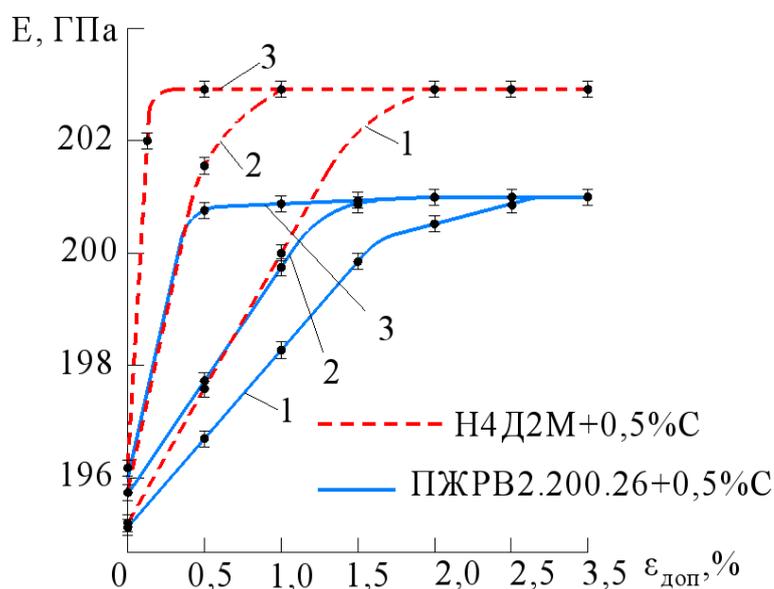


Рисунок 4.19 – Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошковых сталей, сформированных при температуре горячей допрессовки:

1–950°C; 2–1050°C; 3–1150°C.

На основании проведенных исследований приведем значения критической степени дополнительной пластической деформации как функции технологических режимов горячей допрессовки (таблица 4.8). В числителе указаны данные для стали ПЖРВ2.200.26+0,5%С, в знаменателе – Н4Д2М+0,5%С.

Таблица 4.9– Критическая степень деформации при различных температурах горячей допрессовки

Температура, °С	Исходная пористость, %	Критическая степень деформации, %
950	40	2/1,5
	30	2,5/2
	20	3/2
1050	40	1,5/1
	30	1,5/1
	20	2/1,5
1150	40	0,5/0,3
	30	0,5/0,3
	20	1/0,5

Рассмотрим влияние дополнительной пластической деформации на механические свойства порошковых горячедеформированных сталей (табл. 4.10)

Таблица 4.10– Механические свойства горячедеформированных сталей после дополнительной пластической обработки с критической степенью деформации

Порошковая сталь	Механические свойства		
	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Твердость HRB
ПЖРВ2.200.26+0,5%С	480	18	79
АВС100.30+0,5%С	550	18	78
Astaloy 0,85 Мо+0,5%С	680	16	80
Н4Д2М+0,5%С	950	14	97
Distaloy НР–1+0,5%С	1090	14	99

На основании проведенных исследований можно заключить, что дополнительная горячая пластическая деформация способствует формированию внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности. Добавление в шихту графита практически не влияет на значение критической степени дополнительной пластической деформации при использовании легированного и нелегированного железного порошка. Для объяснения этого факта проведем дальнейшие исследования механизмов формирования внутрикристаллитного сращивания.

4.2 Влияние ультрадисперсных частиц на формирование межчастичного сращивания

Эффективным средством повышения качества порошковых материалов, является их модифицирование ультрадисперсными частицами. По разнообразию частиц и технологий получения порошковых изделий с их использованием данную разновидность порошковой металлургии можно уверенно классифицировать как новую тенденцию развития порошковой металлургии. В исследованиях приводятся не только факты повышения функциональных параметров порошковых материалов различного назначения, но и положительное влияние ультрадисперсных частиц на технологические свойства шихт и пористых заготовок [203-206]. Добавление в шихту, состоящую из карбида вольфрама и кобальта, частиц WC-Co оказывает существенное влияние на явления смачивания, растекания и капиллярное впитывание, составляющие основу жидкофазного спекания и инфильтрации. Добавление ультрадисперсных частиц при спекании различных материалов, таких как металлические, композиционные, керамические, позволяет достичь следующих преимуществ:

1. Снизить температуру спекания.
2. Повысить физико-механические характеристики получаемых материалов и изделий.

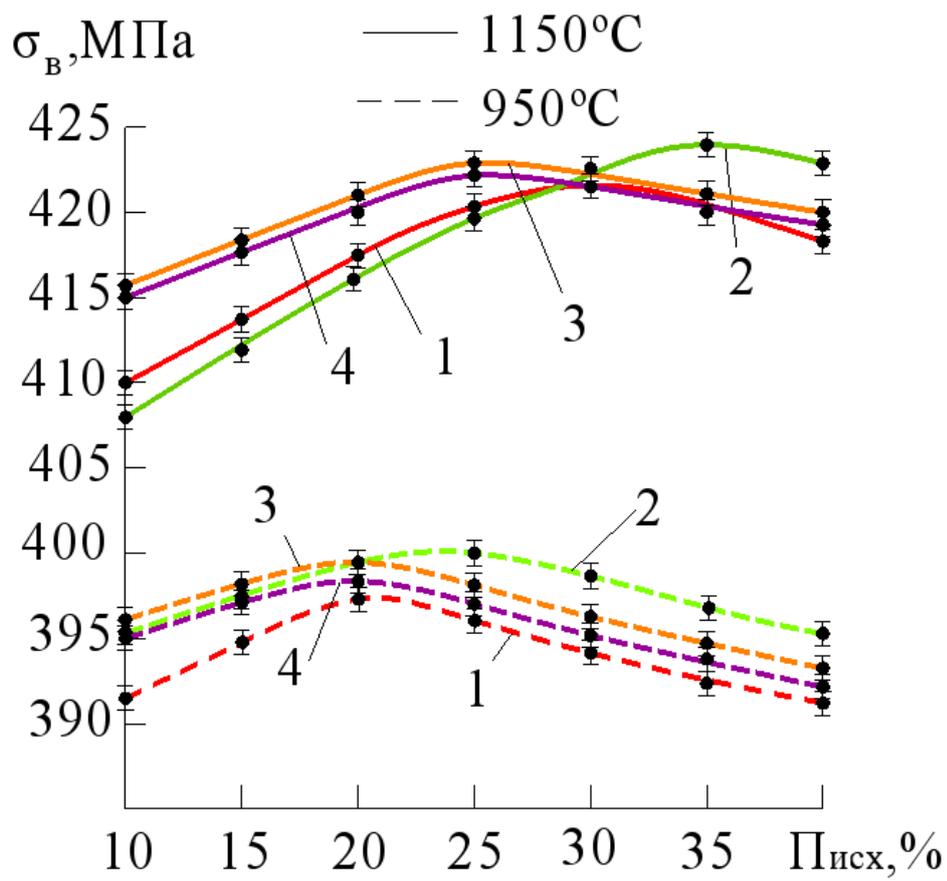
3. Снизить требования к чистоте исходного сырья. При этом эффективная концентрация добавляемого активатора находится в диапазоне от 0,1 до 5 мас%.

4.2.1 Влияние модифицирования горячедеформированных порошковых сталей ультрадисперсными частицами нитрида кремния на формирование межчастичного сращивания

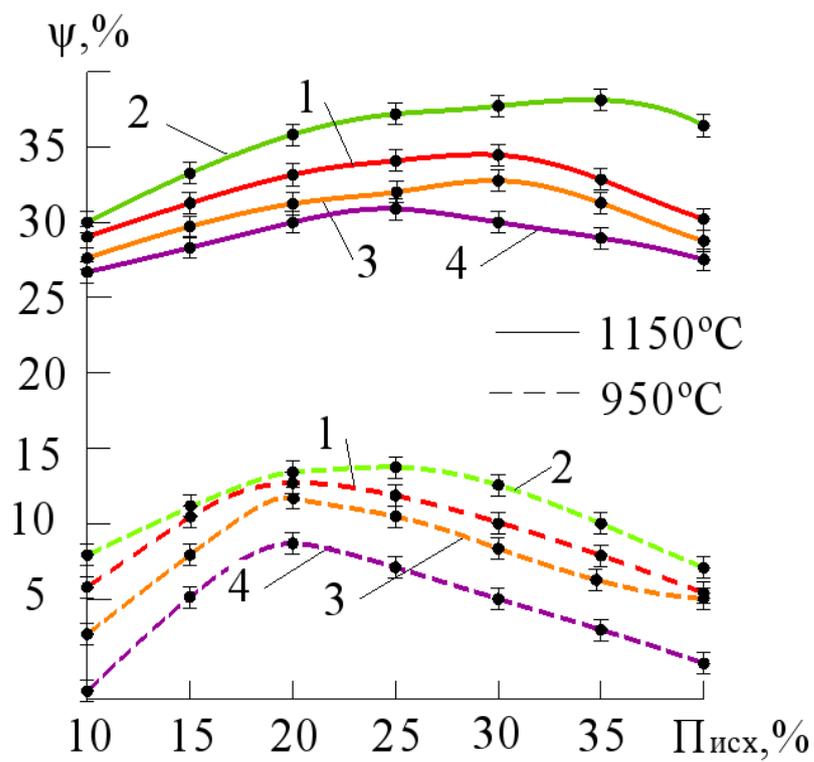
Модифицирование порошковых материалов частицами нитрида кремния применяется для улучшения функциональных свойств основывается на свойствах этой добавки. Нитрид кремния – тугоплавкое соединение с преимущественно ковалентным типом связи – характеризуется низкими плотностью и температурным коэффициентом линейного расширения и низким коэффициентом трения., высокими значениями характеристик упругости, твердости, Сравнение свойств макроразмерного и ультрадисперсного нитрида кремния показывает, что последний характеризуется бóльшими значениями твердости и трещиностойкости, что обуславливает предпочтительное применение в качестве модифицирующей добавки ультрадисперсных частиц.

Для оценки влияния на свойства материала легирующих элементов исследуем формирование горячедеформированной стали на основе железных порошков отечественного производства ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М.

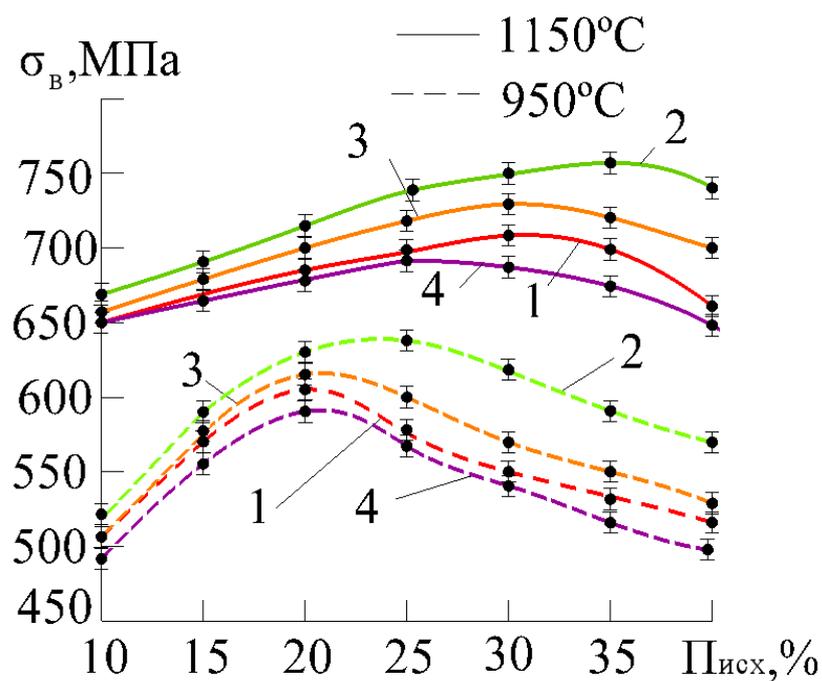
Рассмотрим влияние модифицирования стали ультрадисперсными частицами нитрида кремния на предел прочности и относительное сужение зависимости от исходной пористости и температуры горячей допрессовки (рис.4.18).



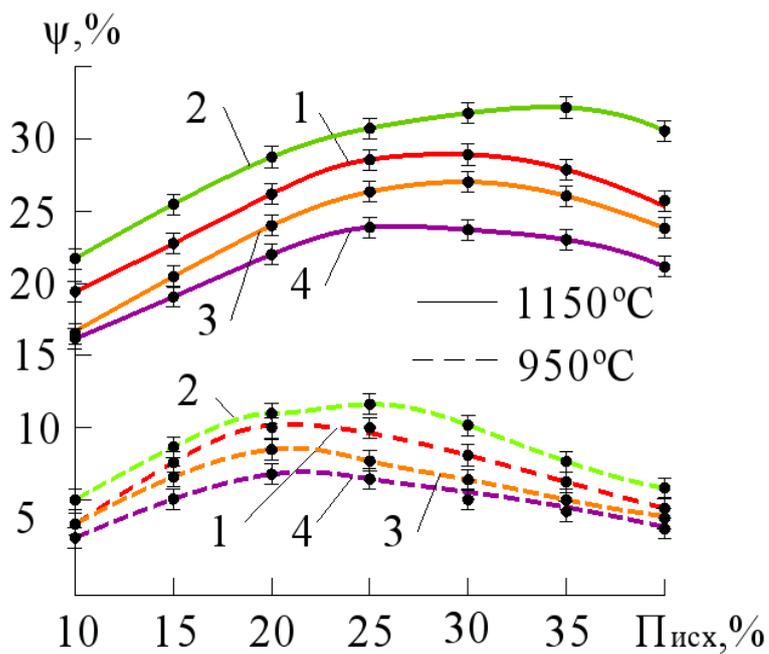
a)



б)



в)



г)

Рисунок 4.20 – Зависимость предела прочности и относительного сужения порошковой стали на основе порошков ПЖРВ2.200.26 (а,б) и Н4Д2М (в,г) от исходной пористости при модифицировании порошковой стали нитридом кремния:

1 – 0,05%; 2 – 0,1%; 3 – 0,2%; 4 – 0,3%

Экспериментальные результаты показывают, что модифицирование стали ультрадисперсными частицами нитрида кремния, принципиально не меняет характер зависимостей, который остается экстремальным. При концентрации частиц Si_3N_4 0,1% (мас.) экстремум свойств максимально смещается в сторону бóльших значений исходной пористости. Дальнейшее повышение содержания Si_3N_4 приводит к противоположному эффекту – положение экстремума смещается в сторону меньших значений исходной пористости. Данное обстоятельство справедливо для обеих марок сталей и для рассматриваемых температур горячей допрессовки.

Исходя из положения, что оптимальное значение исходной пористости (значения 20%) соответствует такому состоянию пористой заготовки, при котором не происходит разрушение предварительно сформированной контактной поверхности и уплотнение сопровождается максимально возможной пластической деформацией, увеличение этого технологического параметра способствует формированию порошкового материала с более высокими значениями механических свойств.

Оптимальным содержанием ультрадисперсных частиц является значение 0,1% (мас.), так как при этом наблюдается не только отмеченное выше увеличение оптимальной величины исходной пористости, но и максимальное упрочнение горячедеформированной стали и повышение пластичности. Последнее обстоятельство требует дополнительного объяснения, так как в подавляющем большинстве случаев дисперсноупрочняющие фазы снижают показатели пластичности, в частности этот эффект наблюдается в сплавах марки САП [207–209], вольфрама с оксидом тория [210, 211], железа с оксидами алюминия, циркония и тория [212–214], меди с оксидами алюминия, бериллия и хрома и карбидом хрома [215–217].

Результаты исследований показывают, что при оптимальных условиях (содержание ультрадисперсных частиц и режимы горячей допрессовки)

создаются благоприятные условия для формирования внутрикристаллитного сращивания, которое способствует ускоренному залечиванию субмикропор и сегрегационной атмосферы. Миграция межчастичной поверхности сращивания увлекает за собой сегрегационную атмосферу и субмикропоры. Происходит ускоренное залечивание субмикропор до критического размера, когда они самопроизвольно захлопываются. В результате отсутствия тормозящего эффекта субмикропор мигрирующая граница отрывается от включений, которые располагаются в объеме зерна. Данная структура обладает наиболее высоким сочетанием прочностных и пластических свойств. При меньшем содержании упрочняющих включений снижается их тормозящий эффект миграции межчастичной границы сращивания, что приводит к ее отрыву от субмикропор, не достигших критического размера и сохраняющихся во внутризеренной приконтактной области материала. Наличие субмикропор облегчает зарождение и распространение разрушающей трещины. Если содержание добавки превышает оптимальное значение, то их повышенная концентрация на межчастичной поверхности затрудняет скольжение дислокаций, так как с уменьшением расстояния между частицами и, как следствие, критического радиуса прогиба линии дислокации требуется повышение действующего напряжения для обхода наночастицы дислокациями. В противном случае дислокации скапливаются у частицы, образуя зародыши микротрещин.

Рассмотрим результаты дополнительной пластической деформации порошкового материала на основе порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М с исходной пористостью 30%, модифицированного 0,1% Si_3N_4 , проведенной при температуре 1050°C (рис.4.21). В качестве критерия формирования внутрикристаллитного сращивания используется модуль Юнга [202].

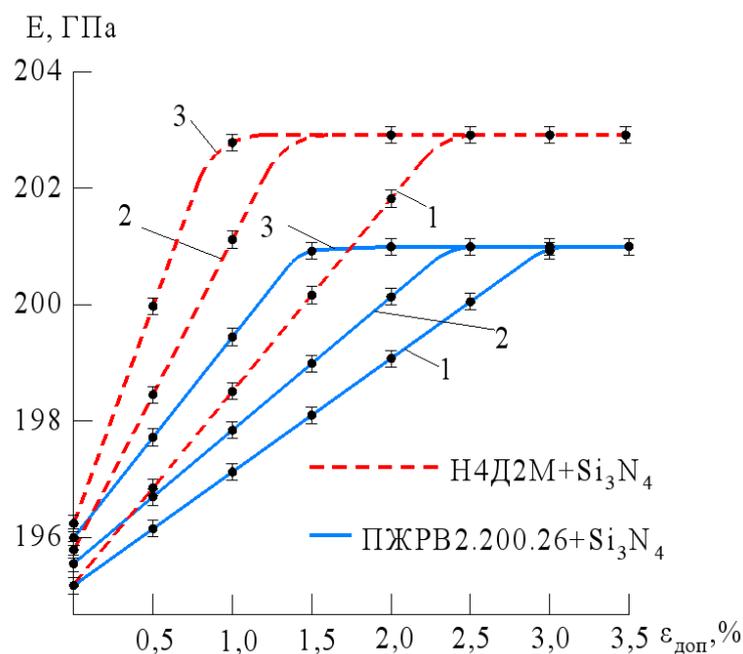


Рисунок 4.21 – Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошковых материалов, сформированных при температуре горячей допрессовки:

1–950°C; 2–1050°C; 3–1150°C

На основании проведенных исследований приведем значения критической степени дополнительной пластической деформации как функции технологических режимов горячей допрессовки (таблица 4.11). В числителе указаны данные для стали ПЖРВ2.200.26, в знаменателе – H4D2M.

Таблица 4.11– Критическая степень деформации при различных температурах горячей допрессовки

Температура°C	Исходная пористость, %	Критическая степень деформации, %
950	40	3/2,5
	30	3/2,5
	20	3,5/3
1050	40	2/1,5
	30	2,5/1,5
	20	3/2
1150	40	1,5/1
	30	1,5/1
	20	2/1,5

Сравнение результатов, представленных в таблицах 4.3 и 4.11, показывает, что модифицирование порошкового материала из железных порошков нитридной нанодобавкой увеличивает критическую степень дополнительной пластической деформации.

Рассмотрим влияние дополнительной пластической деформации на механические свойства порошковых горячедеформированных сталей (табл. 4.12)

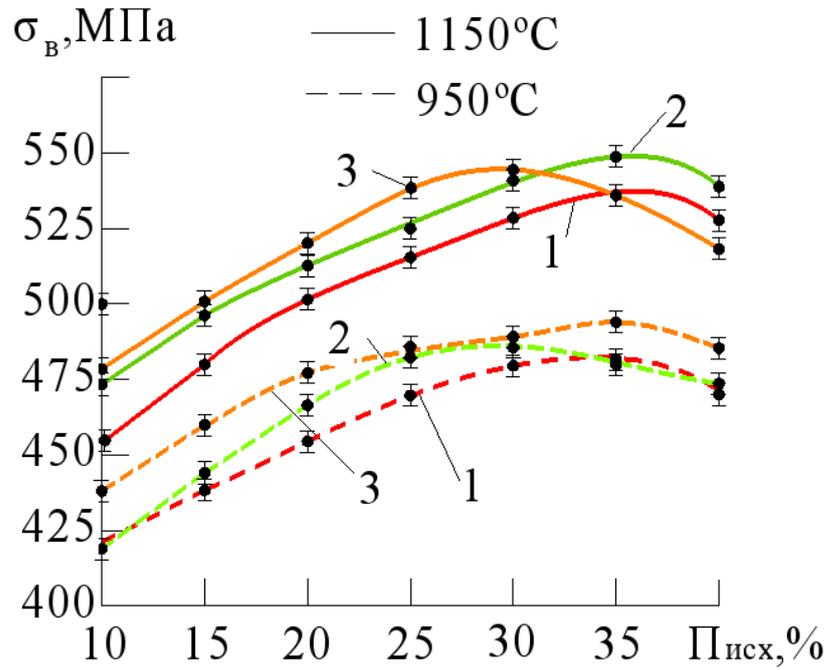
Таблица 4.12– Механические свойства горячедеформированных сталей после дополнительной пластической обработки с критической степенью деформации

Порошковая сталь	Механические свойства		
	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Твердость HRB
ПЖР2.200.26+0,1%Si ₃ N ₄	510	17	85
Н4Д2М+0,1%Si ₃ N ₄	820	13	90

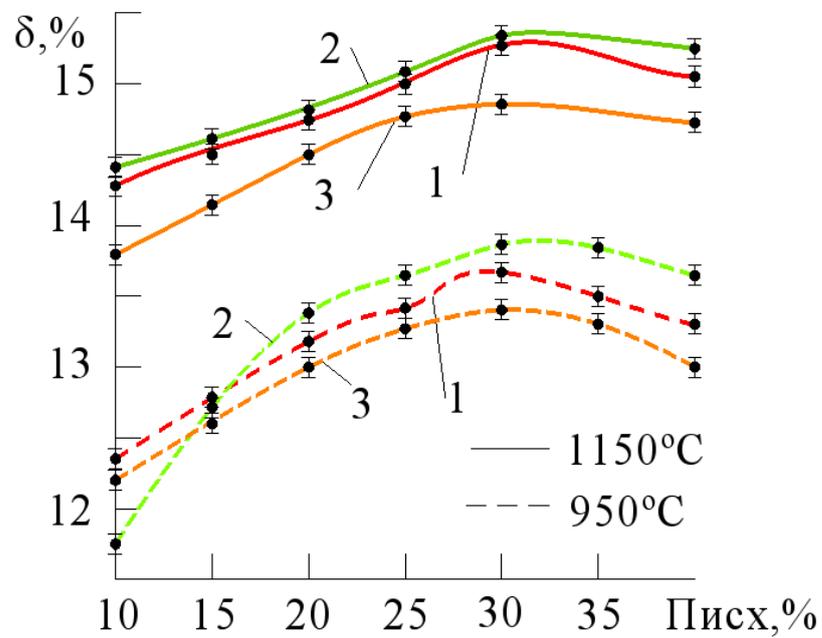
Таким образом, модифицирование порошковых горячедеформированных материалов на основе железных порошков (нелегированных и легированных) без добавления углерода ультрадисперсными частицами нитрида кремния не обеспечивает формирование на стадии горячей допрессовки внутрикристаллитного сращивания на всей бывшей межчастичной поверхности. Применение дополнительной обработки с критической степенью деформации способствует повышению механических свойств.

Рассмотрим роль этой модифицирующей добавки на формирование порошковой стали с содержанием углерода 0,5%. Зависимости механических

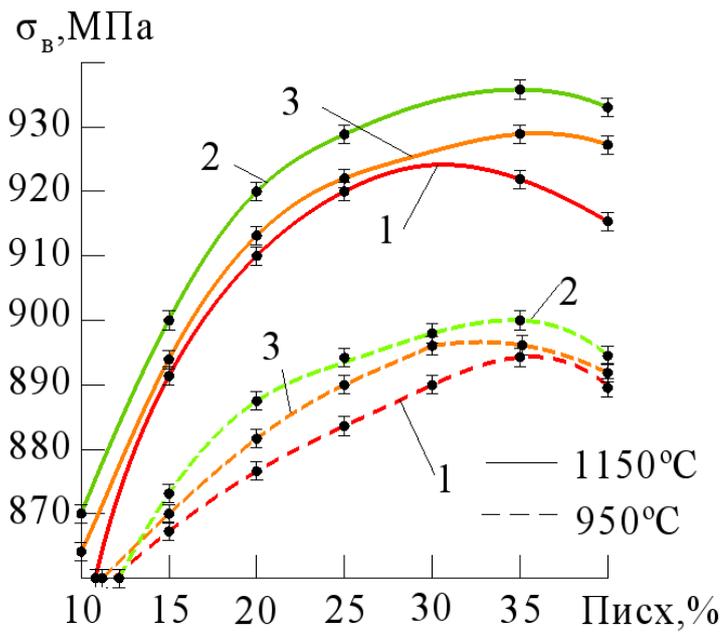
свойств порошковых сталей от исходной пористости и содержания ультрадисперсных частиц показаны на рис. 4.22.



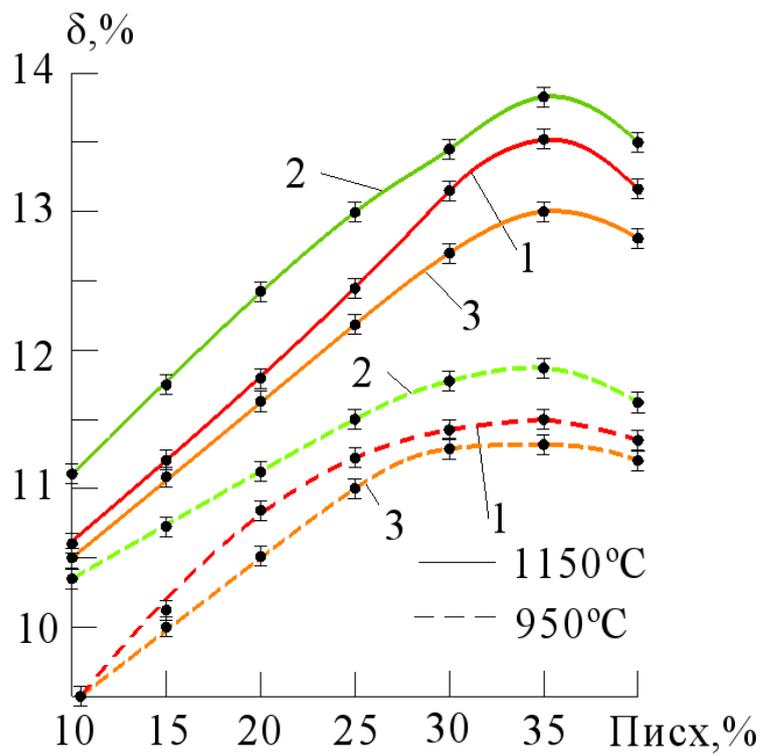
а)



б)



в)



г)

Рисунок 4.22 – Зависимость предела прочности и относительного удлинения порошковой стали на основе порошков ПЖРВ2.200.260+0,5%С (а, б) и Н4Д2М+0,5%С (в, г) от исходной пористости при модифицировании порошковой стали Si_3N_4 : 1 – 0,05%; 2 – 0,1%; 3 – 0,2%

Анализ экспериментальных данных показывает, что принципиально характер зависимостей не изменяется, который остается экстремальным. Повышение температуры горячей допрессовки способствует повышению прочностных и пластических свойств. Оптимальным содержанием ультрадисперсных частиц является 0,1%. Характерно повышение пластичности порошковых горячедеформированных сталей при модификации наночастицами Si_3N_4 оптимальной концентрации.

Определим степень критической деформации для горячедеформированной порошковой стали с содержанием углерода 0,5%, модифицированной 0,1% Si_3N_4 с исходной пористостью 40%. Проведем дополнительную пластическую деформацию при температуре 1050°C. В качестве критерия внутрикристаллитного сращивания используем модуль Юнга (рис. 4.23).

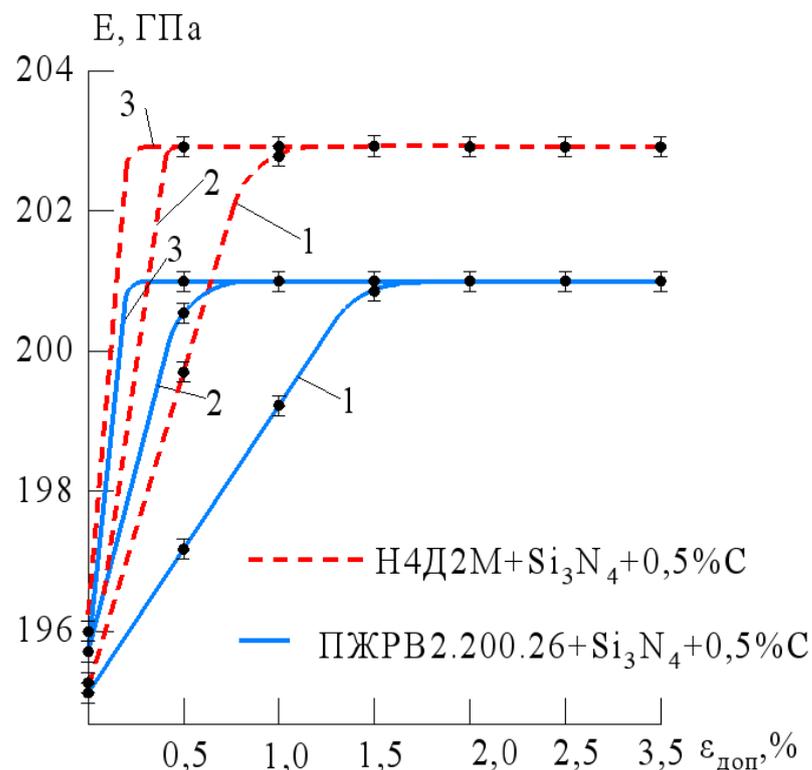


Рисунок 4.23– Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошковых материалов, сформированных при температуре горячей допрессовки:

1–950°C; 2–1050°C; 3–1150°C

Аналогичные испытания выполнены при значениях исходной пористости 35 и 20%.

Приведем значения критической степени дополнительной пластической деформации как функции технологических режимов горячей допрессовки (таблица 4.13). В числителе указаны данные для стали на основе порошка ПЖРВ2.200.26, в знаменателе – Н4Д2М.

Таблица 4.13 – Критическая степень деформации при различных температурах горячей допрессовки

Температура, °С	Исходная пористость, %	Критическая степень деформации, %
950	40	1,5/1
	35	1/1
	20	3/2
1050	40	1/1
	35	1/1
	20	2/1,5
1150	40	0,3/0,3
	35	0
	20	1/0,5

Из экспериментальных данных следует, что при значениях исходной пористости 35% и температуре горячей допрессовки 1150°С отпадает необходимость дополнительной пластической деформации для повышения качества сращивания. Для других режимов дополнительная пластическая деформация повышает значения механических свойств (табл. 4.14).

Таблица 4.14 – Механические свойства горячедеформированных сталей после дополнительной пластической обработки с критической степенью деформации

Порошковая сталь	Механические свойства		
	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Твердость НВ
ПЖРВ2.200.26+0,5%С+0,1% Si ₃ N ₄	580	14	208
Н4Д2М+0,5%С+0,1% Si ₃ N ₄	985	13	290

На основании проведенных исследований можно оценить упрочнение порошковых горячедеформированных сталей при введении 0,5% углерода, 0,1% нитрида кремния и дополнительной обработки с критической степенью деформации. В качестве базового используем предел прочности порошкового беспористого горячедеформированного материала из железных порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М ($\sigma_{В,баз}$), коэффициент упрочнения представляет собой отношение предела прочности материала к базовому значению (табл. 4.15).

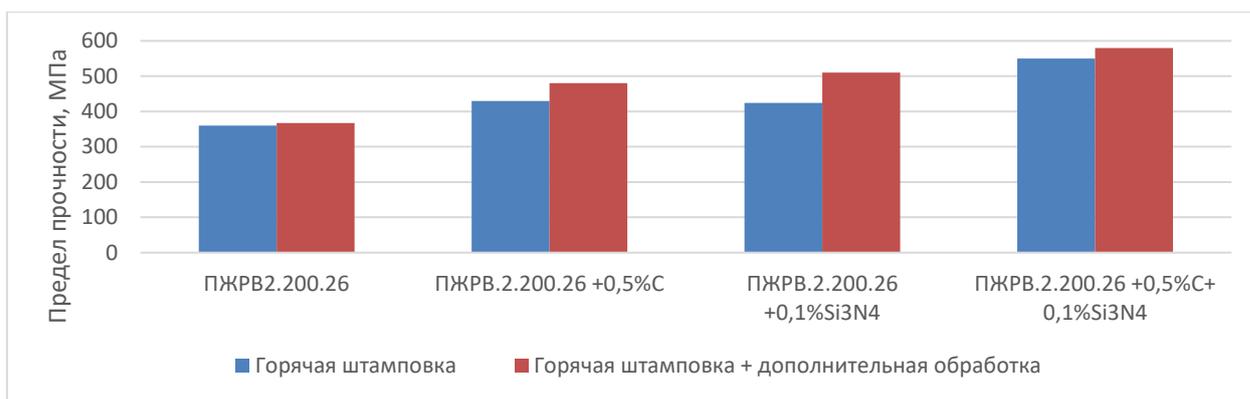
Таблица 4.15 – Коэффициент упрочнения при формировании порошковых горячедеформированных сталей

Основа материала	Температура допрессовки °С	$\sigma_{В,баз}$ МПа	Предел прочности, МПа, (коэффициент упрочнения)		
			Добавление углерода 0,5%	Модифицирование нитридом кремния 0,1%	Добавление углерода 0,5% и модифицирование нитридом кремния 0,1%
ПЖРВ 2.200.26	950	336	430 (1,27)	400 (1,19)	490 (1,46)
	1150	360	480 (1,33)	510 (1,41)	580 (1,61)
Н4Д2М	950	500	810 (1,62)	640 (1,28)	910 (1,82)
	1150	550	950 (1,62)	820 (1,38)	985(1,79)

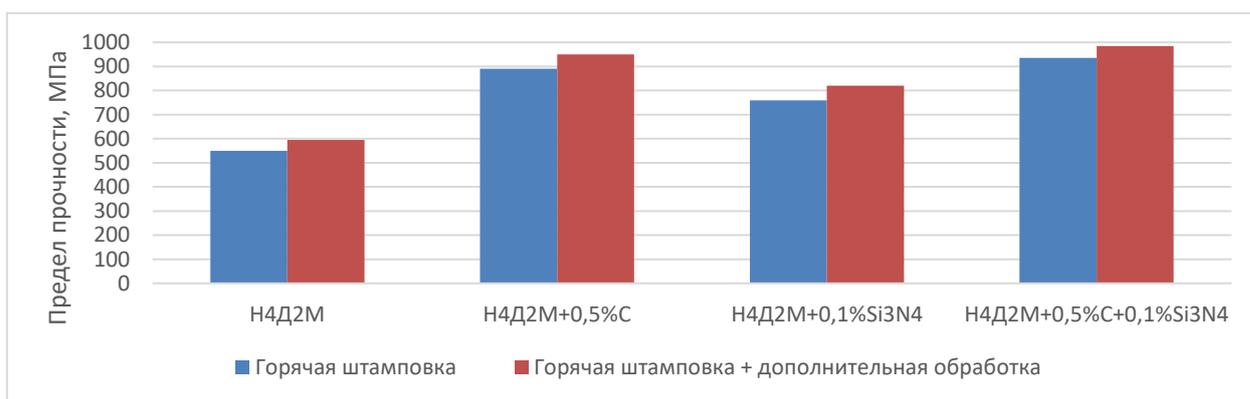
Оценим эффект дополнительной обработки – горячей пластической деформации с критической степенью применительно к порошковым горячедеформированным сталям с максимальным значением предела прочности. Результаты представлены в таблице 4.16 и на рисунке 4.24.

Таблица 4.16 – Влияние дополнительной пластической деформации на предел прочности порошковых горячедеформированных сталей

Материал	Предел прочности, МПа	
	Горячая штамповка	Горячая штамповка + дополнительная обработка
ПЖРВ.2.200.26	360	367
ПЖРВ.2.200.26 +0,5%С	430	480
ПЖРВ.2.200.26 +0,1%Si ₃ N ₄	424	510
ПЖРВ.2.200.26 +0,5%С+ 0,1%Si ₃ N ₄	550	580
Н4Д2М	550	595
Н4Д2М+0,5%С	890	950
Н4Д2М+0,1%Si ₃ N ₄	760	820
Н4Д2М+0,5%С+0,1%Si ₃ N ₄	935	985



а)



б)

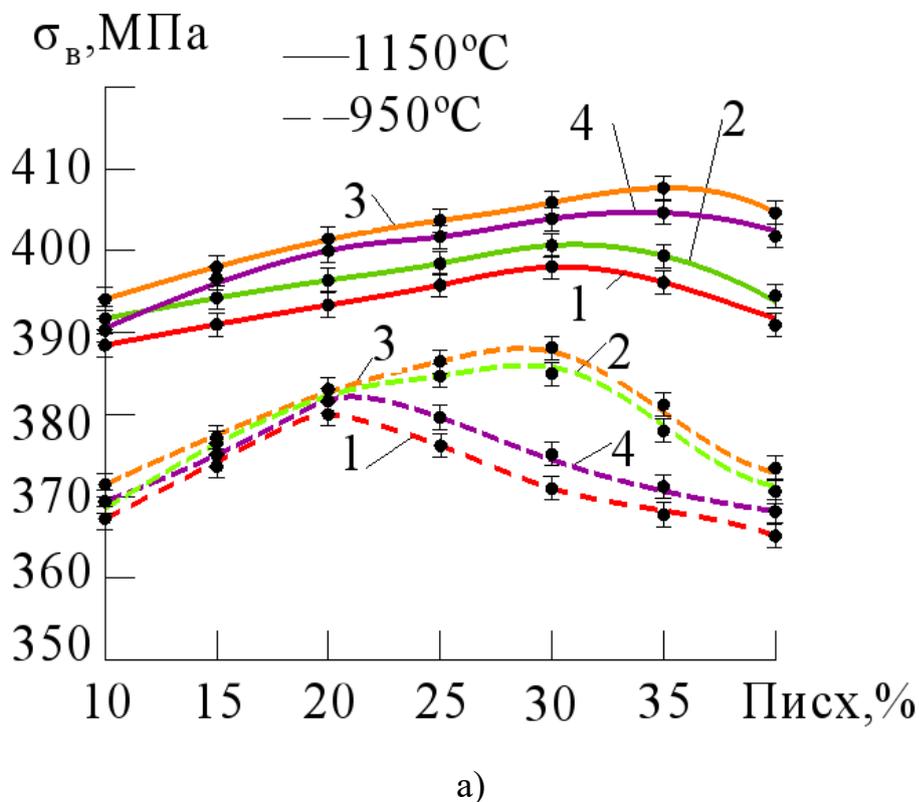
Рисунок 4.24–Максимальные значения предела прочности (МПа) порошковых сталей ПЖРВ 2.200.26 (а) и H4Д2М (б) с различным составом в зависимости от вида горячей обработки

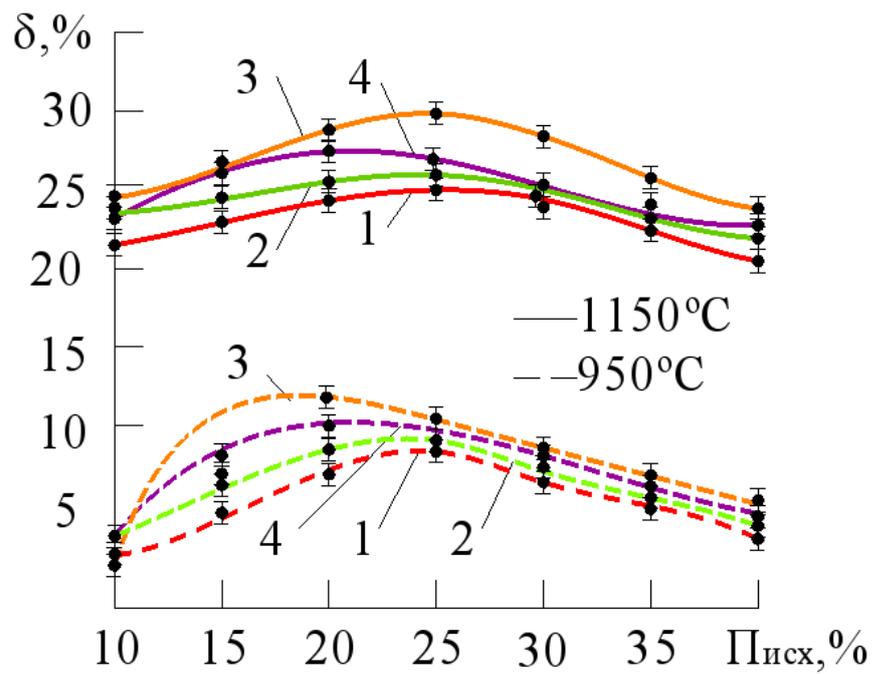
Таким образом, можно заключить, что модифицирование порошковой стали ультрадисперсными частицами нитрида кремния приводит к упрочнению материала и более эффективна при в сочетании с добавлением в шихту углерода. Дополнительная обработка порошковых горячедеформированных сталей способствует их упрочнению.

4.2.2 Влияние модифицирования горячедеформированных порошковых сталей ультрадисперсными частицами оксида никеля на формирование межчастичного сращивания

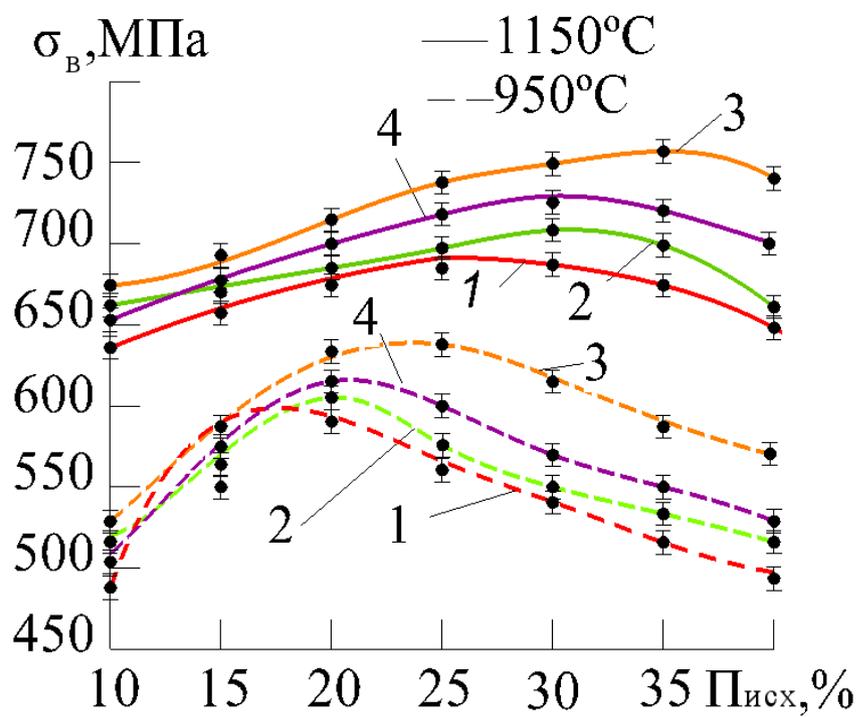
Сравнивая характеристики применяемых ультрадисперсных частиц, следует отметить, что оксид никеля более технологичен применительно к получению, чем нитрид кремния. Он обладает высокой твердостью, значения которой снижаются при повышении температуры. При температуре 252°C происходит полиморфное превращение, при котором происходит увеличение плотности с 6,67 г/см³ (α – модификация) до 7,45 г/см³ (β – модификация) [203].

Рассмотрим влияние модифицирования порошковой стали ультрадисперсными частицами оксида никеля на предел прочности и относительное сужение в зависимости от исходной пористости и температуры горячей допрессовки (рис.4.25) [202].

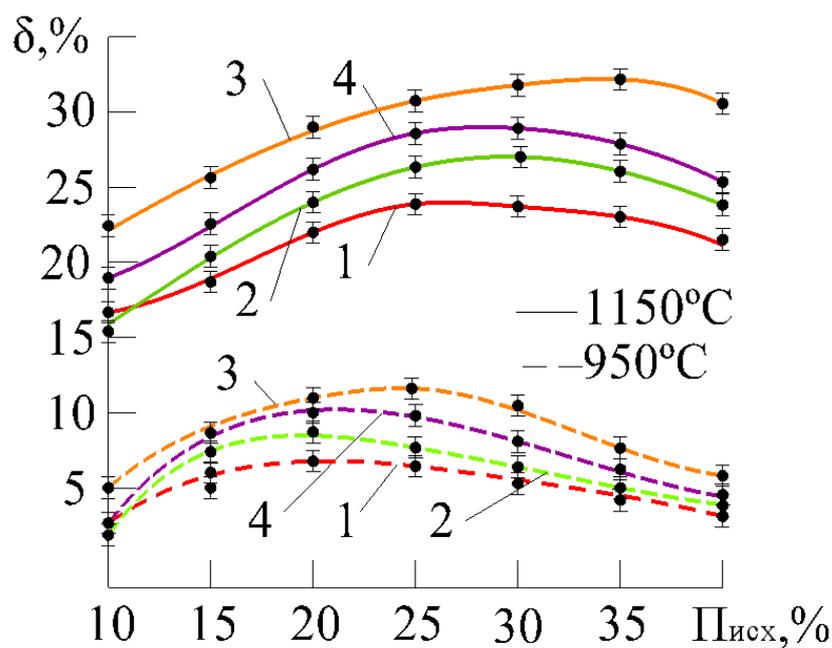




б)



в)



г)

Рисунок 4.24 – Зависимость предела прочности и относительного удлинения порошковой стали на основе порошков ПЖРВ2.200.26 (а, б) и Н4Д2М (в, г) от исходной пористости при модифицировании порошковой стали ультрадисперсными частицами NiO:

1 – 0,5%; 2 – 1%; 3 – 2%; 4 – 3%

Экспериментальные результаты показывают, что модифицирование стали ультрадисперсными частицами оксида никеля, приводит к аналогичному эффекту, достигаемому при введении частиц нитрида кремния, описанному в подразделе 4.1.1.

1. При концентрации NiO 2–3% (мас.) экстремум свойств смещается в сторону бóльших значений исходной пористости.

2. Оптимальным содержанием NiO является значение 1-2% (мас.), так как при этом наблюдается не только отмеченное выше увеличение оптимальной величины исходной пористости, но и максимальное упрочнение горячедеформированной стали и повышение пластичности.

3. Значения модуля Юнга (195–196 ГПа) ниже эталонных значений.

Объяснение этих явлений приведено в подразделе 4.1.1.

Рассмотрим результаты дополнительной пластической деформации порошкового материала на основе порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М с исходной пористостью 35%, модифицированного 2% NiO проведенной при температуре 1050°C (рис.4.26). В качестве критерия формирования внутрикристаллитного сращивания используется модуль Юнга.

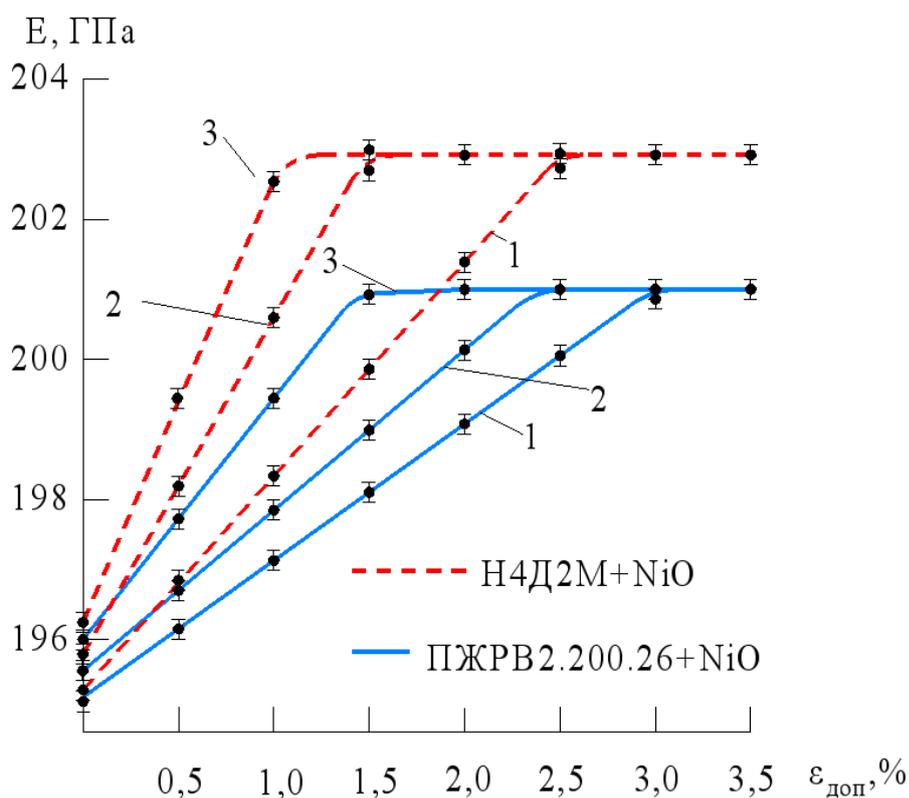


Рисунок 4.26 – Зависимость модуля Юнга (Е,ГПа) от степени дополнительной пластической деформации порошковых сталей, сформированных при температуре горячей допрессовки: 1–950°C; 2–1050°C; 3–1150°C

На основании проведенных исследований можно заключить, что при достижении беспористого состояния порошковых материалов внутрикристаллитное сращивание сформировано не на всей контактной поверхности. Следовательно, имеется ресурс на улучшение качества сращивания в результате дополнительной пластической деформации с критической степенью. Приведем значения критической степени деформации

в зависимости от функции технологических режимов горячей допрессовки (таблица 4.17). В числителе указаны данные для стали ПЖРВ2.200.26, в знаменателе – Н4Д2М.

Таблица 4.17 – Критическая степень деформации при различных температурах горячей допрессовки

Температура, °С	Исходная пористость, %	Критическая степень деформации, %
950	40	3/2,5
	35	3/2,5
	20	3,5/3
1050	40	2/1,5
	35	2,5/1,5
	20	3/2
1150	40	1,5/1
	35	1,5/1
	20	2/1,5

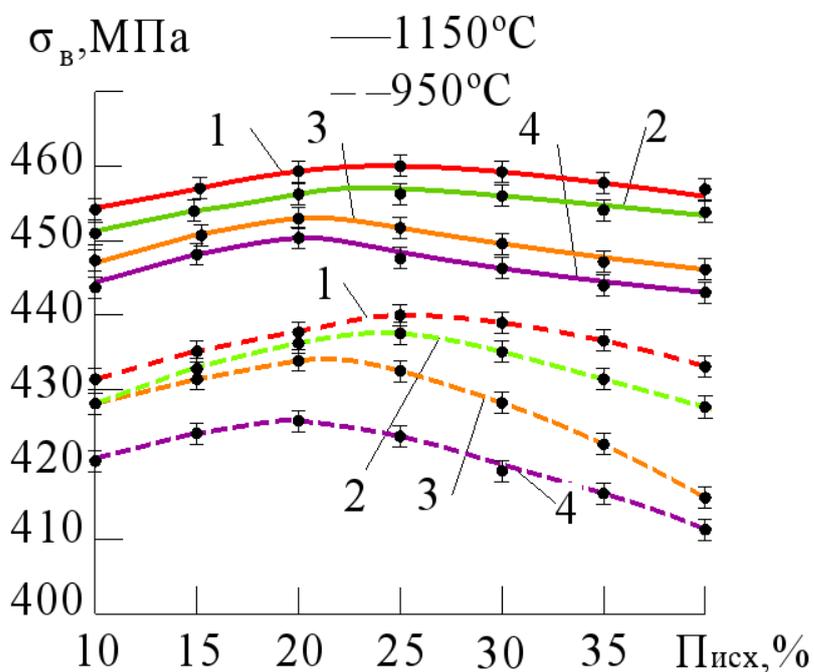
Сравнение результатов, представленных в таблицах 4.12 и 4.17, показывает, что значения критической степени деформации для порошковых материалов из железных порошков, модифицированных ультрадисперсными частицами Si_3N_4 и NiO , совпадают.

Рассмотрим влияние дополнительной пластической деформации на механические свойства порошковых горячедеформированных сталей (табл. 4.18)

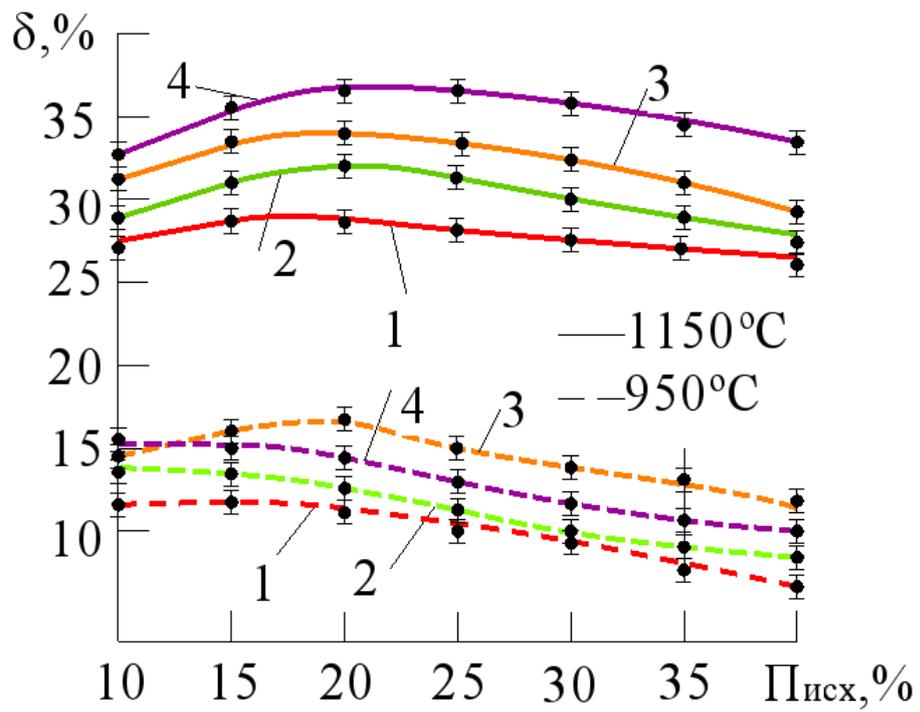
Таблица 4.18–Механические свойства горячедеформированных сталей после дополнительной пластической обработки с критической степенью деформации

Порошковая сталь	Механические свойства		
	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Твердость HRB
ПЖР2.200.26+2% NiO	480	16	83
Н4Д2М+2% NiO	790	12	88

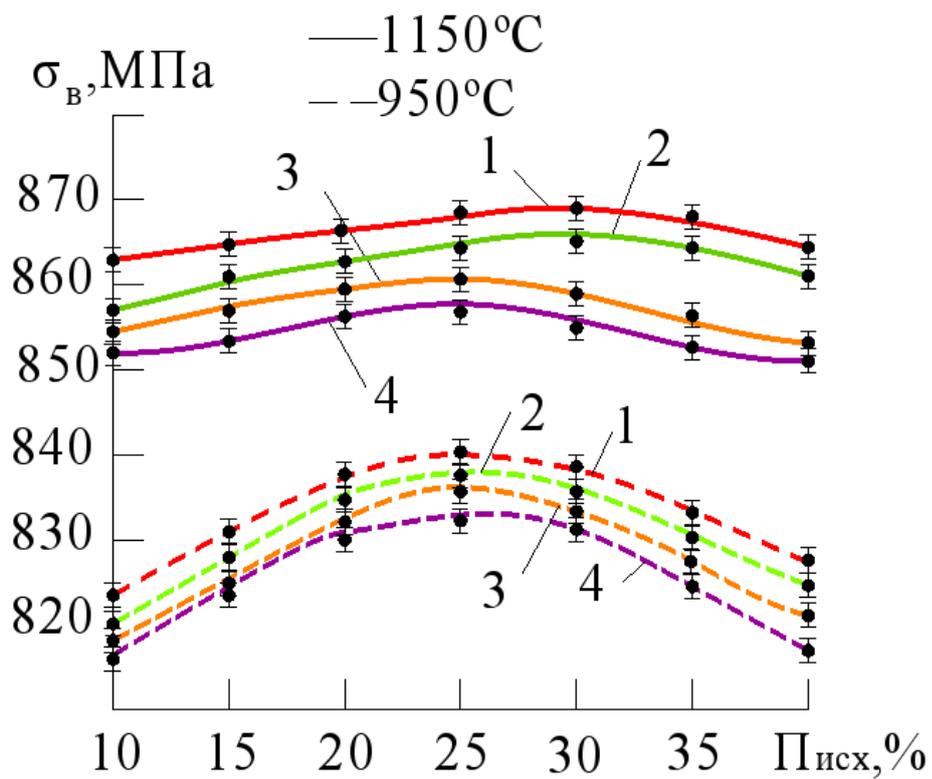
Рассмотрим роль этой модифицирующей добавки на формирование порошковой стали с введением в шихту 0,3 %С. Зависимости механических свойств порошковых сталей от исходной пористости и содержания ультрадисперсных частиц показаны на рис. 4.27.



а)



б)



в)

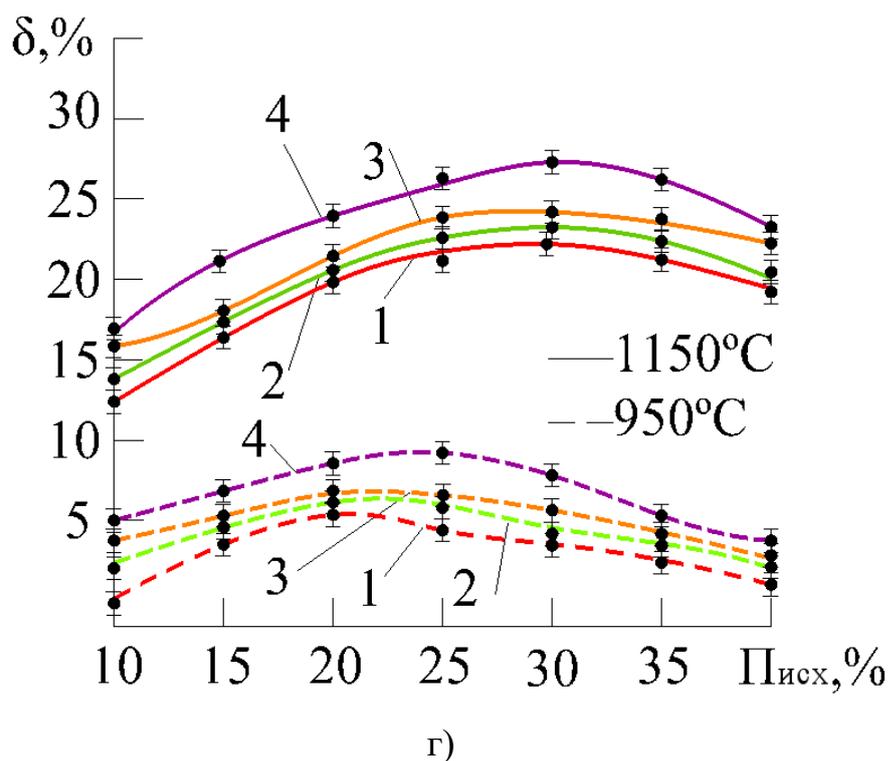


Рисунок 4.27 – Зависимость предела прочности и относительного удлинения порошковой стали на основе порошков ПЖРВ2.200.26+0,3%С (а, б) и Н4Д2М+0,3%С (в, г) от исходной пористости при модифицировании порошковой стали оксидом никеля:

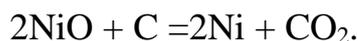
1 – 0,5%; 2 – 1%; 3 – 2%; 4 – 3%

Модифицирование стали оксидом никеля вносит принципиальные изменения в характер приведенных зависимостей. Тот факт, что наибольшую прочность имеют стали с минимальным содержанием оксида никеля, а наибольшую пластичность – сплавы с его максимальным содержанием, вызывает необходимость определения содержания углерода в сталях (табл. 4.19).

Таблица 4.19 – Содержание углерода в порошковых сталях

Основа стали	Содержание связанного углерода при модифицировании стали частицами NiO, %			
	0,5%	1%	2%	3%
ПЖРВ2.200.26	0,42	0,3	0,26	0,18
Н4Д2М	0,4	0,29	0,23	0,14

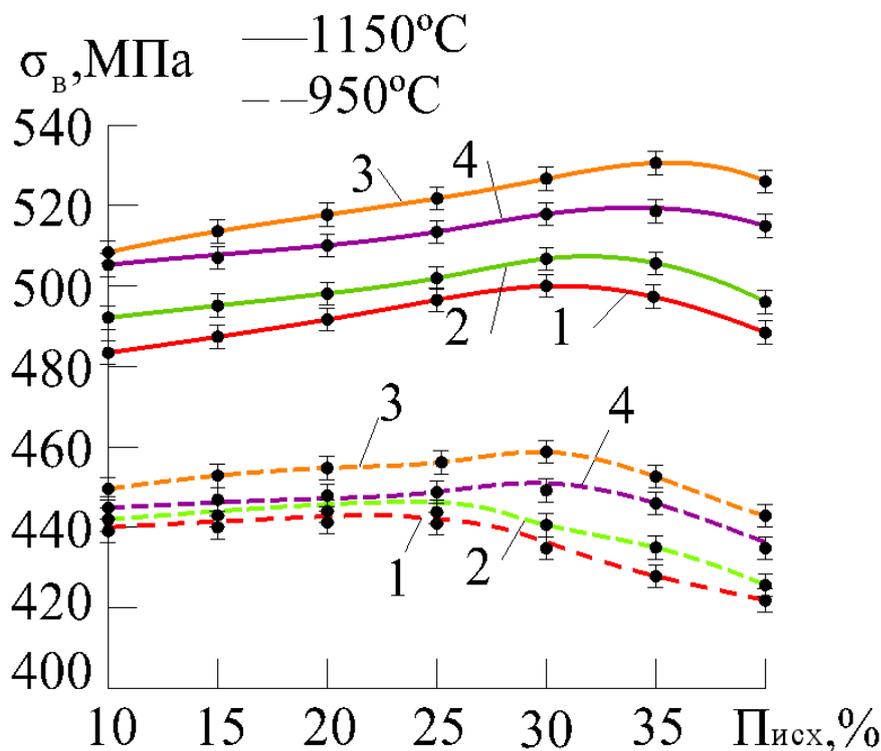
Из таблицы 4.18 следует, что на стадии спекания наблюдается взаимодействие оксида с углеродом:



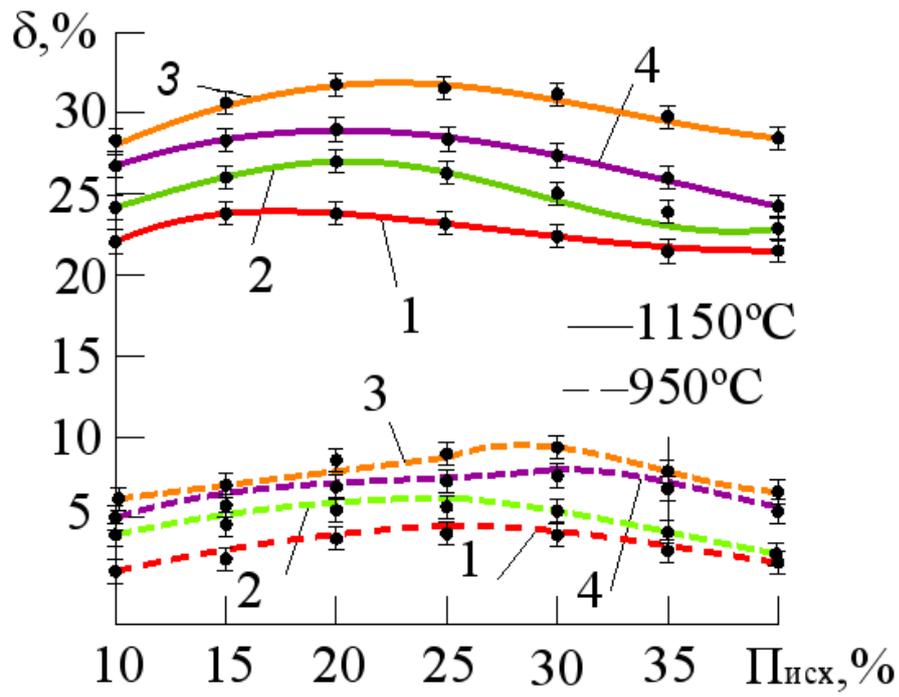
В результате данной восстановительной реакции не только уменьшается содержание углерода, но и возникают наночастицы никеля, подверженные деформированию при последующей горячей допрессовки.

Учитывая данное обстоятельство, на стадии шихтоприготовления увеличиваем содержание углерода на величины, указанные в таблице 4.19. При этом формируемые порошковые стали содержат 0,5%С.

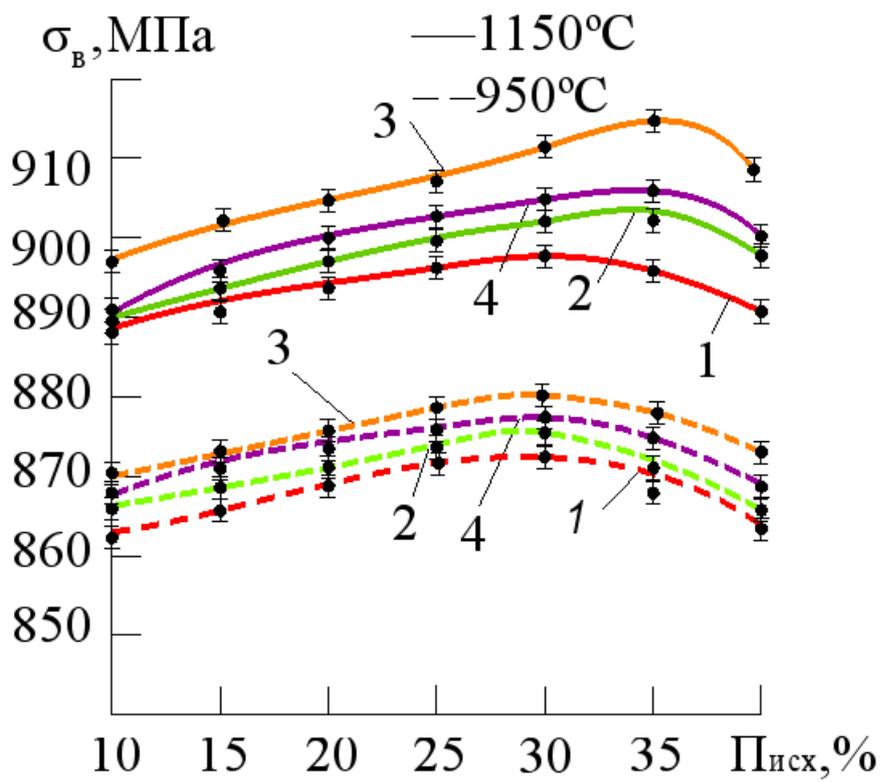
Рассмотрим влияние коррекции операции шихтоприготовления на механические свойства сталей (рис. 4.28).



а)



б)



в)

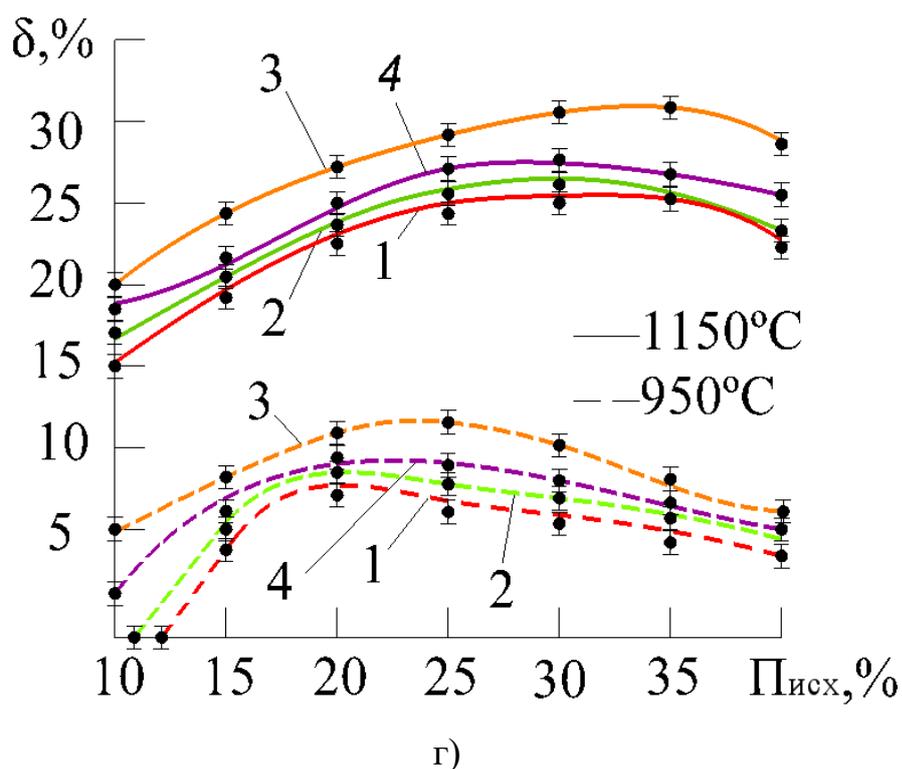


Рисунок 4.28 – Зависимость предела прочности и относительного удлинения порошковой стали на основе порошков ПЖРВ2.200.26+0,5%С (а, б) и Н4Д2М+0,5%С (в, г) от исходной пористости при модифицировании порошковой стали ультрадисперсными частицами оксидом никеля:
1 – 0,5%; 2 – 1%; 3 – 2%; 4 – 3%

Оптимальным содержанием ультрадисперсных частиц NiO является 2%, обусловившей повышение не только предела прочности, но и пластичности порошковых горячедеформированных сталей.

Определим степень критической деформации для горячедеформированной порошковой стали с остаточным содержанием углерода 0,5%, модифицированной 2% NiO с исходной пористостью 40%. Проведем дополнительную пластическую деформацию при температуре 1050°C, используя в качестве критерия внутрикristаллитного сращивания модуль Юнга (рис. 4.29).

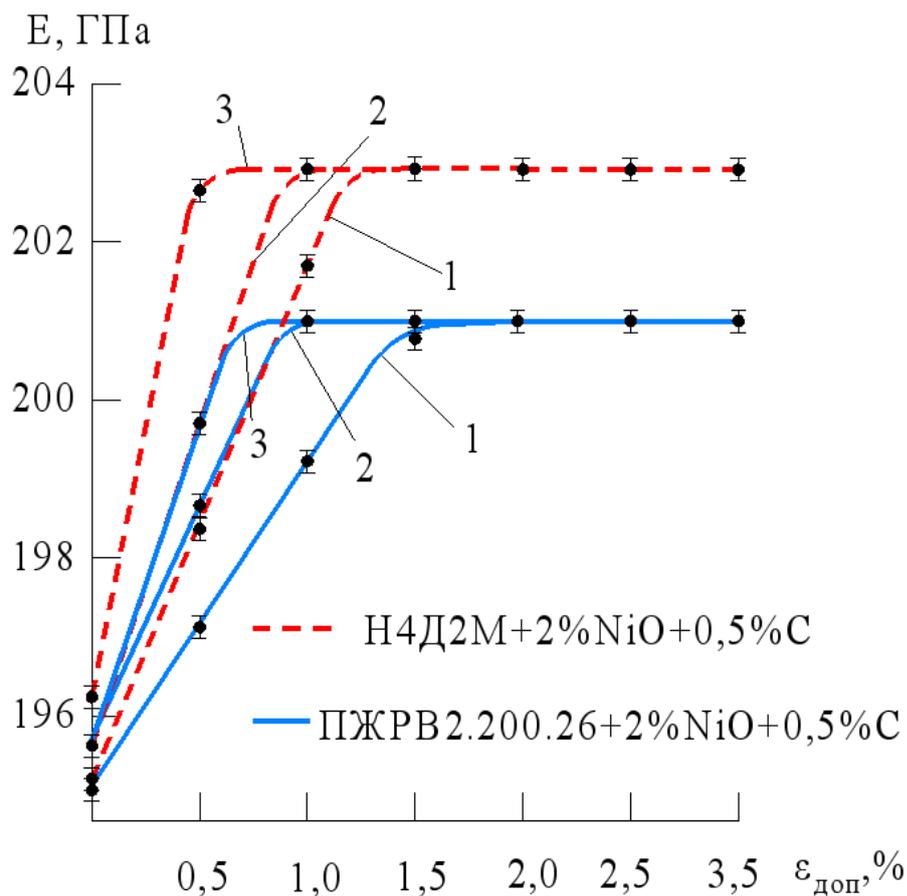


Рисунок 4.29 – Зависимость модуля Юнга (E, ГПа) от степени дополнительной пластической деформации порошковых сталей, сформированных при температуре горячей допрессовки: 1–950°C; 2–1050°C; 3–1150°C

Аналогичные испытания выполнены при значениях исходной пористости 35 и 20%.

Укажем значения критической степени дополнительной пластической деформации в зависимости от технологических режимов горячей допрессовки (таблица 4.20). В числителе указаны данные для стали на основе порошка ПЖРВ2.200.26, в знаменателе – H4D2M.

Таблица 4.20 – Критическая степень деформации при различных температурах горячей допрессовки

Температура, °С	Исходная пористость, %	Критическая степень деформации, %	Значения модуля Юнга, Е ГПа
950	40	1,5/1	197/194
	35	2/1,5	197/195
	20	2,5/2	197/195
1050	40	1,5/1	203/201
	35	1/1	
	20	1,5/1	
1150	40	0,5/0,5	203/201
	35	0	
	20	0,75/0,5	

Из экспериментальных данных следует, что при значениях исходной пористости 35% и температуре горячей допрессовки 1150°С отпадает необходимость дополнительной пластической деформации для повышения качества сращивания. Для других режимов дополнительная пластическая деформация повышает значения механических свойств (табл.4.21).

Таблица 4.21 – Механические свойства горячедеформированных сталей после дополнительной пластической обработки с критической степенью деформации

Порошковая сталь	Механические свойства		
	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Твердость НВ
ПЖР2.200.26+0,5%С+2%NiO	565	17	205
Н4Д2М+0,5%С+2%NiO	976	13	270

На основании проведенных исследований определим степень упрочнения порошковых горячедеформированных сталей при введении 0,5% углерода, 2% частиц оксида никеля после дополнительной пластической обработки с критической степенью деформации. В качестве базового используем предел прочности порошкового беспористого горячедеформированного материала из железных порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М ($\sigma_{В,баз}$), коэффициент упрочнения представляет собой отношение предела прочности материала к базовому значению.

Таблица 4.22 – Коэффициент упрочнения при формировании порошковых горячедеформированных сталей

Основа материала	Температура допрессовки °С	$\sigma_{В,баз}$ МПа	Предел прочности, МПа, (коэффициент упрочнения)		
			Добавление углерода 0,5%	Модифицирование оксидом никеля 2%	Добавление углерода 0,5% и модифицирование оксидом никеля 2%
ПЖРВ2.200.26	950	336	430 (1,27)	420 (1,14)	520 (1,36)
	1150	360	480 (1,33)	470 (1,13)	565 (1,47)
Н4Д2М	950	500	810 (1,62)	690 (1,22)	900 (1,76)
	1150	550	890 (1,61)	790 (1,37)	976 (1,65)

Дополнительная горячая пластическая деформация с критической степенью повышает предел прочности порошковых горячедеформированных сталей (таблица 4.23).

Таблица 4.23 – Влияние дополнительной пластической деформации на предел прочности порошковых горячедеформированных сталей

Материал	Предел прочности, МПа	
	Горячая штамповка	Горячая штамповка + дополнительная обработка
ПЖРВ2.200.26	360	367
ПЖРВ.2.200.26 +0,5%С	430	480
ПЖРВ.2.200.26 +2%NiO	408	470
ПЖРВ.2.200.26 +0,5%С+ 2% NiO	530	565
Н4Д2М	550	580
Н4Д2М+0,5%С	890	950
Н4Д2М+2% NiO	755	790
Н4Д2М+0,5%С+2% NiO	915	976

Таким образом, можно заключить, что модифицирование порошковой стали ультрадисперсными частицами оксида никеля приводит к упрочнению материала и более эффективна при в сочетании с добавлением в шихту углерода. Дополнительная обработка порошковых горячедеформированных сталей способствует их упрочнению.

В результате проведенных исследований показано, что введение в состав стали частиц оксида никеля способствует повышению механических свойств. Определена область технологических режимов горячей допрессовки, обеспечивающих формирование качественного межчастичного сращивания на всей контактной поверхности. Эта область соответствует температурам горячей допрессовки 1050-1150°С и исходной пористости в интервале 20-40%.

4.3 Определение движущей силы миграции межчастичной поверхности сращивания

На основании результатов исследований, а также научных работ [3,8,10,21], проведенных по выявлению природы формирования структуры горячедеформированных порошковых сталей (ГДПС), можно сделать вывод о преобладающем значении в их структурообразовании процессов, сопровождающих уплотнение на операции горячей допрессовки. Поэтому необходимо рассмотреть условия формирования внутрикристаллитного сращивания на указанной выше стадии технологического процесса. Сращивание определяется как преобразование межчастичной поверхности сращивания (МЧПС) в высокоугловую межзеренную, происходящее в результате ее миграции. Освобождение МЧПС от межчастичных дефектов возможно в результате коалесценции субзерен, разделенных МЧПС, которая реализуется при условии благоприятной кристаллографической ориентацией контактирующих субзерен. С точки зрения технологии горячей обработки давлением порошковых сталей не разработаны очевидные пути целенаправленного управления кристаллографической ориентации поверхностных зерен контактирующих частиц, свободно насыпанного в полость матрицы порошка. Поэтому практический интерес вызывает возможность влияния путем варьирования технологическими параметрами процесса на кинетику миграции МЧПС.

По аналогии с границами зерен способность МЧПС к миграции характеризуется её подвижностью, определяемой как отношение скорости миграции к движущей силе. Поэтому для управления процессом миграции МЧПС необходимо целенаправленно варьировать технологическими режимами процесса для создания структур, характеризующихся различными значениями движущей силы.

Авторы в работах [21,218] объясняют природу движущей силы миграции в условиях горячей пластической деформации. Авторы указывают, что движущей силой является разность между избыточной объемной энергией, накопленной в процессе пластической деформации и объемной энергией рекристаллизованного зерна, образованного в процессе динамической рекристаллизации. Избыточная накопленная энергия локализована в полях напряжений, окружающих дислокации, которые образовались при деформировании. При этом удельная энергия дислокации зависит от модуля сдвига и вектора Бюргерса.

Тогда движущая сила миграции F определится по формуле

$$F = k \cdot \varepsilon \cdot \rho = k \cdot G \cdot b^2 \cdot \rho, \quad (4.8)$$

где ρ – разность плотностей дислокаций в деформированной и рекристаллизованной областях материала;

G – модуль сдвига;

b – вектор Бюргерса;

k – коэффициент, учитывающий характер распределения дислокаций (единичные, в скоплениях, в границах субзерен). Величина k может колебаться от 0,7 до 1.

Дислокации вызывают смещения ионов из узлов кристаллической решетки, которые определяются их суперпозицией от каждой хаотично расположенной дислокации. Следовательно, дислокации вызывают изменения межплоскостного расстояния. Отношение этого изменения к межплоскостному расстоянию в идеальном кристалле характеризует усредненное по кристаллу максимальное значение однородной микродеформации объемов. Области кристалла с измененным межплоскостным расстоянием будут давать дифракционный максимум под углом, отличным от угла для идеального кристалла. Непрерывное изменение

межплоскостного расстояния приводит к уширению дифракционной линии. Расчет проводится по методике, описанной в [3,21,218].

С учетом усреднения микродеформаций по величине интегральное уширение линии β равно:

$$\beta=4\cdot e\cdot \operatorname{tg}v_0, \quad (4.9)$$

где e – микродеформация кристаллической решетки;

v_0 – угол дифракционного максимума для идеального кристалла.

Увеличение упругой энергии кристалла из-за повышения плотности дислокаций, вызывающих микродеформацию, рассчитывается в рамках теории упругости для куба с единичным ребром для трех направлений, параллельных главным напряжениям. Приrost упругой энергии единицы объема кристалла равен сумме энергий всех дислокаций. Так как в настоящем исследовании использовался поликристаллический материал, то распределение интенсивности на дифрактограмме характеризуется интегральной шириной

$$\beta=\operatorname{tg}v_0 \cdot b \cdot (l \cdot \rho/3)^{0,5}, \quad (4.10)$$

где l – логарифмическая функция, зависящая от плотности дислокаций и размеров кристаллитов D .

$$l=\ln[(\pi \cdot \rho \cdot \alpha)^{0,5} \cdot D \cdot \ln(D \cdot (\pi \cdot \rho \cdot \alpha)^{0,5})], \quad (4.11)$$

где α – константа, зависящая от типа кристаллической решетки (для Г.Ц.К. $\alpha=0,08$, для О.Ц.К. $\alpha=0,11$).

Следовательно, уширение от хаотически распределенных дислокаций пропорционально $\rho^{0,5}$ и $\operatorname{tg}v_0$. При определении разности плотностей дислокаций из уравнения (4.7) необходимо ввести поправку на практическое смещение атомов близлежащими дислокациями, тогда

$$l=\ln[(\pi \cdot \alpha)^{0,5} \cdot C_v \cdot \ln(C_v \cdot (\pi \cdot \alpha)^{0,5})], \quad (4.12)$$

где C_v – коэффициент, характеризующий особенности распределения дислокаций и взаимное влияние их полей.

Для практических расчетов принимается $C_v=5-6$ для материалов с энергией дефекта упаковки более $0,2 \text{ Дж}\cdot\text{м}^{-2}$. Следовательно, плотность дислокаций можно рассчитать по формуле:

$$\rho = \beta^2 \cdot \text{ctg}^2 \nu_0 / [b^2 \cdot l \cdot f(\nu, hkl)], \quad (4.13)$$

где $f(\nu_0, hkl)$ – функция, учитывающая ориентационные и упругие особенности дислокации.

В [216,167] подтверждается, что уширение, вызванное дислокациями, пропорционально $\text{tg} \nu_0$, а плотность дислокаций, рассчитанная по выражению (4.13), удовлетворительно коррелирует с результатами прямых наблюдений дислокаций.

Предлагаемую методику целесообразно использовать для определения плотности дислокаций в деформированных материалах при $\rho > 10^8 \text{ см}^{-2}$, когда прямые методы практически неприменимы.

Движущая сила миграции МЧПС определялась при формировании ГДПС на основе порошков марок ПЖРВ 2.200.26 и Н4Д2М.

Для определения физического уширения линии (220) были изготовлены эталонные образцы, которые после горячей допрессовки до беспористого состояния подвергались отжигу при 900°C в течение одного часа. Для фиксации дислокационной структуры, характерной для высокотемпературной пластической деформации, образцы деформировались в высокоплотном состоянии по схеме свободнойковки. Для подавления процесса разупрочнения в ходе статической рекристаллизации в период последеформационного охлаждения образцы после деформирования охлаждались в воде. Так как скорость процессов упрочнения и разупрочнения существенно зависит от скорости деформации, то осадка образцов производилась на оборудовании, на котором осуществляется горячая

допрессовка пористых заготовок. Значения модулей сдвига металлов приведены в [216].

При расчете вектора Бюргера использовались предпочтительные направления и плоскости скольжения [219]. Результаты определения плотности дислокаций сведены в табл. 4.24.

Таблица 4.24 – Влияние степени и температуры деформации на плотность дислокаций

Степень пластической деформации, %	Плотность дислокаций, см ⁻² , при температуре деформации, °С					
	20	500	800	900	1000	1100
2	10 ⁸	10 ⁸	10 ⁸	10 ⁸	10 ⁸	10 ⁸
5	5·10 ⁸	5·10 ⁸	5·10 ⁸	4·10 ⁸	10 ⁸	10 ⁸
10	9·10 ⁸	8·10 ⁹	7·10 ⁹	2·10 ⁹	10 ⁹	7·10 ⁸
15	10 ⁹	10 ¹⁰	6·10 ⁹	10 ⁹	4·10 ⁸	10 ⁸
20	10 ¹⁰	10 ¹⁰	10 ¹⁰	10 ⁹	2·10 ⁸	10 ⁸
25	10 ¹¹	6·10 ¹¹	10 ¹⁰	10 ⁹	2·10 ⁸	10 ⁸
30	10 ¹¹	8·10 ¹¹	5·10 ¹⁰	10 ⁹	2·10 ⁸	8·10 ⁷
35	10 ¹¹	10 ¹¹	5·10 ¹⁰	10 ⁹	5·10 ⁷	10 ⁷

Полученные результаты наглядно свидетельствуют об интенсивном протекании динамических разупрочняющих процессов. При температурах деформации выше 900°С отсутствует первая стадия упрочнения. Дальнейшая деформация фиксирует некоторое упрочнение, которое сменяется разупрочнением, переходящим в установившуюся стадию деформации. Наличие этой стадии при горячей деформации можно рассматривать как её основное отличие от холодной деформации. Плотность дислокаций, которая соответствует установившейся стадии, зависит от природы материала и температуры, и скорости деформации. С повышением температуры

деформации уменьшается плотность дислокаций и, следовательно, напряжение пластического течения на установившейся стадии. Обращает на себя внимание тот факт, что во всем рассматриваемом температурном интервале деформации наблюдается стадия упрочнения. Таким образом, для начала динамической рекристаллизации требуется определенная критическая деформация.

Анализ кривых “напряжение–деформация” показывает, что в материалах с низкими значениями энергии упаковки, к которым относится и железо, динамическая рекристаллизация характеризуется одновременным протеканием процессов упрочнения и разупрочнения [216, 218]. Полученные результаты свидетельствуют о протекании в данных условиях деформирования, определяемых как температурой и степенью деформации, так и ее скоростью, двух механизмов релаксационных процессов. Относительно высокие плотности дислокаций (10^9 – 10^{10} см⁻²), близкие к дислокационной структуре, формируемой при холодной деформации, объясняются зарождением и ростом зародышей рекристаллизации, и сохранением в структуре материала наклепанных областей. С повышением температуры цикл динамической рекристаллизации заканчивается. В ходе деформации более низкая плотность дислокаций соответствует чередованию в различных микрообъемах материала циклов упрочнения и разупрочнения.

Основываясь на полученных экспериментальных результатах, построим диаграмму, позволяющую определить значение движущей силы миграции МЧПС в зависимости от режимов горячей допрессовки (рис.4.30) [218].

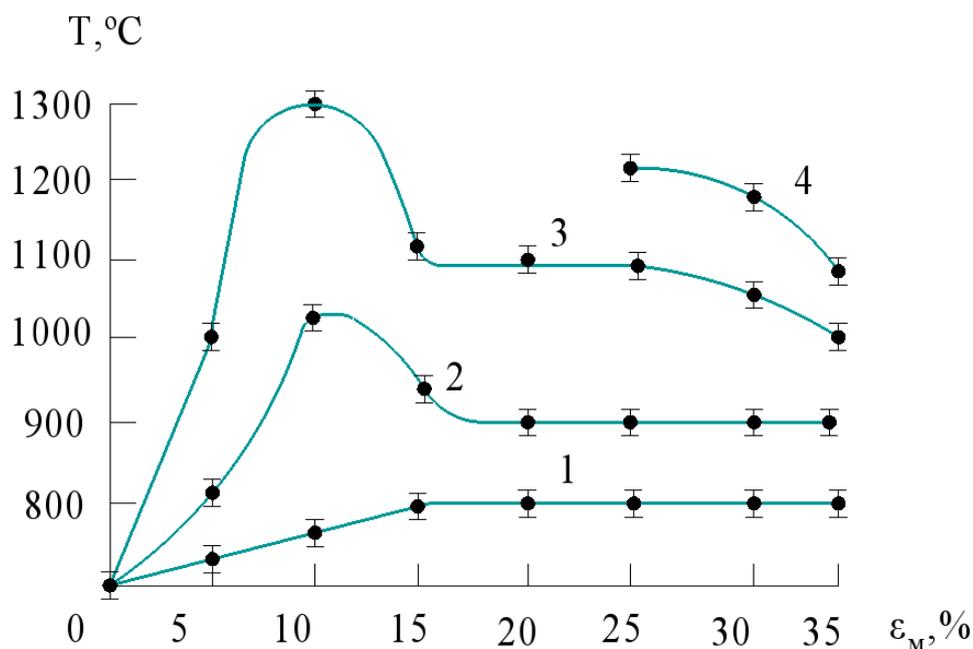


Рисунок 4.30– Изоэнергетические линии движущей силы миграции МЧПС в Дж/м²: 1–10⁴; 2–10³; 3–10²; 4–10

Таким образом, величина движущей силы миграции МЧПС изменяется в пределах 10–10⁴ Дж·м⁻² в зависимости от степени деформации.

Следует отметить несоответствие между понятием «сила» и её размерностью. Движущая сила миграции МЧПС, обусловленная разностью накопленной энергии пластической деформации в единичном объеме материала, должна иметь размерность [Дж/м³]. Так как понятие «движущая сила» относится к поверхностному структурному элементу и, учитывая, что в единичном объеме материала располагается МЧПС единичной площади, то упомянутая выше разность энергии деформации приходится на единицу площади МЧПС, что соответствует размерности [Дж/м²]. То есть, под движущей силой миграции подразумевается энергия, вызывающая миграцию МЧПС единичной площади. Такую же размерность имеет и сила торможения миграции МЧПС.

4.4 Торможение миграции межчастичной поверхности сращивания

Авторы в работах [7,10,21] отмечают, что целью обеспечения заданного уровня свойств ГДПС является формирование внутрикристаллитного сращивания, осуществляемого в результате миграции межчастичной поверхности сращивания (МЧПС). Специфика ГДПС заключается в текущей морфологии структуры МЧПС, характеризующейся зернограничными дефектами, несвойственными традиционным компактным материалам. К ним наряду с оксидными включениями и субмикропорами, происхождение и залечивание которых и меры по недопущению их образования рассмотрены в [59,62,63] относится отличающаяся по своим параметрам сегрегация примесных и легирующих элементов. Экспериментальное исследование сегрегаций в зоне сращивания показывает, что МЧПС, свободная от сегрегаций, не может быть сформирована даже при использовании наиболее химически чистого порошка. Формирование ГДПС происходит в значительной мере в результате миграции МЧПС. Логичным представляется анализ сил, препятствующих этому процессу.

4.4.1 Торможение миграции межчастичной поверхности сращивания субмикропорами

Оценим силу торможения миграции МЧПС ($F_{пт}$), вызванную её взаимодействием с субмикропорами. Расположение субмикропор на МЧПС термодинамически выгодно, так как общая энергия системы снижается за счет уменьшения межчастичной поверхностной составляющей. Следовательно, для освобождения МЧПС от субмикропор должна быть затрачена энергия, равная увеличению её площади. Предположим, что приращение площади МЧПС равно суммарной площади сечения ансамбля зернограничных субмикропор, приходящихся на единицу ее площади [3,21,218].

Тогда
$$F_{пт} = N_{п} \cdot \sigma_{гр} \cdot S, \quad (4.14)$$

где $N_{п}$ —концентрация зернограничных субмикропор;

$\sigma_{гр}$ — зернограничная поверхностная энергия;

S —площадь сечения субмикропоры.

При электронно–микроскопическом исследовании зоны сращивания было установлено, что концентрация зернограничных субмикропор составляет $(3,3–3,8) \cdot 10^{12} \text{ м}^{-2}$, размеры которых изменяются в интервале $(2–7) \cdot 10^{-7} \text{ м}$ [50,124].

Определим поверхностную энергию, являющуюся движущей силой рассматриваемого процесса. Поверхностная энергия является характеристикой металла, играющей важную роль в процессе сращивания порошкового материала. С термодинамической точки зрения поверхностная энергия является составляющей общей энергии системы, поэтому движущая сила консолидации порошкового тела зависит от величины поверхностной энергии. Методы измерения поверхностной энергии металлов и сплавов разработаны для жидкого состояния. Измерение поверхностной энергии в твердом состоянии представляет значительные трудности из–за отличия реальной поверхности твердого тела от наблюдаемой и невозможности проведения обратимого изотермического процесса образования новой поверхности [125]. Поэтому разрабатываются косвенные методы определения поверхностной энергии, основанные на учете силы взаимодействия атомов в кристаллической решетке, а также их смещений в области дефектов кристаллического строения [126, 127]. В настоящее время особенности характера межатомного потенциала известны для ограниченного круга элементов. Поэтому более широко распространены методы расчета, основанные на использовании упругих и термодинамических констант твердого тела в рамках моделей упругого континуума. В [128] показано, что правильное применение данных моделей дает результаты, хорошо

согласующиеся с имеющимися экспериментальными данными и наиболее надежными квантово–механическими расчетами.

Рассчитаем значения поверхностной энергии металлов на основе энергии образования вакансий, определенной при рассмотрении континуальной модели жестких связей. В используемой модели образование вакансии рассматривается как образование полости атомного размера путем удаления из узла кристаллической решетки иона в виде ячейки Вигнера–Зейтца. Следовательно, энергию, затраченную на образование вакансии, можно рассматривать как энергию, приходящуюся на поверхность вакансионной полости.

Преобладающим механизмом образования вакансий является механизм Шоттки, заключающийся в перемещении вакансии с поверхности кристалла в объем. Поэтому для расчета поверхностной энергии надо учитывать число граней, ограничивающих вакансионные полости в объеме и на поверхности кристалла.

$$\sigma = \frac{U_v}{\sum_{i=1}^K A_i - \sum_{i=1}^N A_i}, \quad (4.15)$$

где U_v – энергия образования вакансий;

σ – поверхностная энергия;

A_i – площадь грани элементарного многогранника;

K – координационное число, равное числу граней, ограничивающих вакансионную полость в объеме кристалла;

N – координационное число поверхностного атома, равное числу граней элементарного многогранника на поверхности кристалла.

В случае ОЦК–металлов координационные числа должны учитывать наличие двух координационных сфер. Выразим площади граней через параметр кристаллической ячейки (a). В случае плотноупакованных кристаллических структур на одну координационную связь приходится

площадь грани элементарного многогранника, равная $0,157 \cdot a^2$. Для ОЦК–металлов для первой координационной сферы на одну координационную связь приходится площадь грани элементарного многогранника, равная $0,325 \cdot a^2$, для второй координационной сферы – $0,125 \cdot a^2$. Для расчета площади вакансионной полости в объеме металла учитываем все возможные координационные связи. Рассмотрим два случая зарождения поверхностной вакансии с учетом топографии поверхности, представляющей собой фрагменты плоскостей решетки с низкими миллеровскими индексами, как наиболее плотноупакованные, разделенные ступеньками. Такое положение соответствует усредненному значению U_v , так как вакансии могут перемещаться одновременно с разных кристаллографических плоскостей. В первом случае вакансия зарождается в углу ступеньки, что соответствует 4 координационным связям для плотноупакованных кристаллических структур и 1,33 и 1 – для первой и второй координационных сфер ОЦК–металлов. Во втором случае вакансия зарождается непосредственно на ступеньке, что возможно при высоких температурах вследствие энергетических флуктуаций. При таком механизме число координационных связей удваивается. Такое различие в расчетных формулах даст минимальное и максимальное значения поверхностной энергии металла. Для расчета поверхностной энергии по выражению (4.3) использованы значения энергии образования вакансий, приведенные в [131–135] и параметров кристаллических ячеек, приведенные в [104].

По результатам расчета значение энергии свободной поверхности железа находится в пределах $1,4–2,8$ Дж/м². Полученные расчетные значения поверхностной энергии согласуются с литературными данными, систематизированными в [126]. Воспользуемся соотношением зернограничной и поверхностной энергии, равным 0,4 [137]. Подставляя исходные значения в формулу (4.1), получим интервал значений силы торможения субмикрорами МЧПС ($F_{пт}=0,06–1,6$ Дж/м²).

4.4.2 Сегрегационное торможение миграции межчастичной поверхности сращивания

В работе [220] были проведены исследования по определению силы сегрегационного торможения в случае отрыва МЧПС от сегрегационной атмосферы. При условии, что работа, совершаемая против силы сегрегационного торможения $F_{ст}$, должна диссипироваться за счет диффузии сегрегированных атомов, происходящей при миграции МЧПС, расчет $F_{ст}$ проводится по следующему выражению:

$$F_{ст} = \sum_{i=1}^n (C_{приві} \cdot x_{cdi} \cdot K_{эл} \cdot k \cdot T \cdot \ln(C_{максі} / C_{мі})) / (a^3 \cdot (C_{максі} - C_{мі})), \quad (4.16)$$

где $C_{макс}$, $C_{приві}$, $C_{мі}$ – максимальная, приведенная и внутризеренная концентрации i -ого компонента; x_{cdi} – ширина сегрегационной зоны (рис. 4.31); $K_{эл}$ – число атомов, приходящихся на одну элементарную кристаллическую ячейку; k – постоянная Больцмана; T – абсолютная температура; a – параметр кристаллической решетки.

Приведенная концентрация рассчитывается по формуле:

$$C_{приві} = \int_c^d C(x)_i \cdot dx / x_{cdi}, \quad (4.17)$$

где $C(x)_i$ – функция, описывающая распределение i -ого компонента в сегрегационной области.

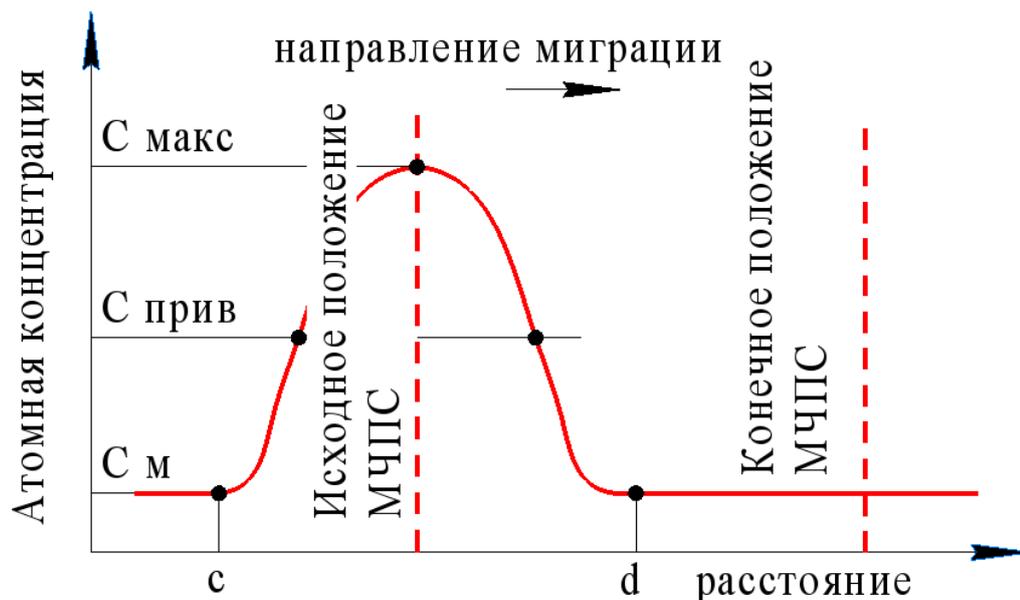


Рисунок 4.31– Взаимодействие мигрирующей МЧПС с сегрегированными атомами

В основу расчета $F_{ст}$ положены экспериментальные данные ОЭС свободных поверхностей пористых заготовок, приведенные во второй главе.

Произведем расчет силы сегрегационного торможения для рассматриваемых материалов для диапазона температур 950–1150°C.

Рассмотрим материал ПЖРВ 2.200.26. Приведем химический состав поверхностных слоев частицы порошка (табл. 4.25).

Таблица 4.25 – Химический состав поверхностных слоев частицы порошка ПЖРВ 2.200.26

Марка порошка	Атомное содержание компонентов, %					
	C	O	P	S	Mn	Si
ПЖВ2.200.26	25	19	8	8	5	6

Представим взаимодействие мигрирующей межчастичной поверхности сращивания с сегрегационными атомами частицы порошка ПЖРВ 2.200.26 согласно рисунку 4.32.

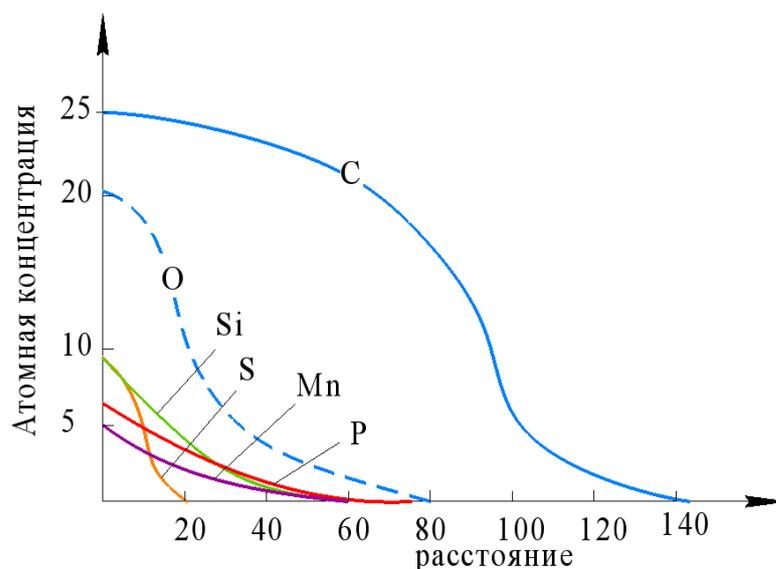


Рисунок 4.32 – Взаимодействие мигрирующей МЧПС с сегрегированными атомами порошка ПЖРВ 2.200.26

Данные рисунка 4.32 представим в таблицу, в которой укажем значения максимальной концентрации химических элементов ($C_{\text{макс}}$), приведенной концентрации ($C_{\text{прив}}$) и концентрации элементов внутризеренную ($C_{\text{м}}$).

Таблица 4.26 – Значения параметров сегрегации химических элементов

Параметры сегрегации	Химические элементы, % (ат)					
	C	O	S	Mn	Si	P
ПЖРВ 2.200.26						
$C_{\text{прив}}$	13	10	4	2,5	4,5	3
$C_{\text{макс}}$	25	19	8	5	8	6
$C_{\text{м}}$	2	1,5	0,4	0,3	0,3	0,5
$X_{\text{cd}}/2$	140	80	20	60	60	60

Произведем расчет силы сегрегационного торможения по формуле 4.16. Результаты представим в таблице 4.27.

Таблица 4.2 – Силы сегрегационного торможения для материала ПЖРВ 2.200.26

Т°С	$F_{ст}$, кДж/м ²
950	1,46
1000	1,58
1050	1,62
1100	1,68
1150	1,74

Аналогичным способом произведем расчет силы сегрегационного торможения для остальных порошков. Результаты представим в таблице 4.28.

Таблица 4.28– Силы сегрегационного торможения для порошков

Т°С	$F_{ст}$, кДж/м ²				
	ПЖРВ 2.200.26	ABC 100.30	Astaloy 0,85Mo	ПЛ–Н4Д2М	Distaloy HP–1
950	1,46	1,22	1,82	2,37	2,07
1000	1,58	1,27	1,88	2,46	2,15
1050	1,62	1,32	1,96	2,56	2,24
1100	1,68	1,37	2,06	2,66	2,32
1150	1,74	1,42	2,14	2,75	2,41

В основу расчета $F_{ст}$ положены исследования, приведенные в [220], а также экспериментальные данные ОЭС свободных поверхностей пористых заготовок, приведенные во второй главе. Зависимости $F_{ст}$ от температуры горячей допрессовки показаны на рис. 4.33–4.37.

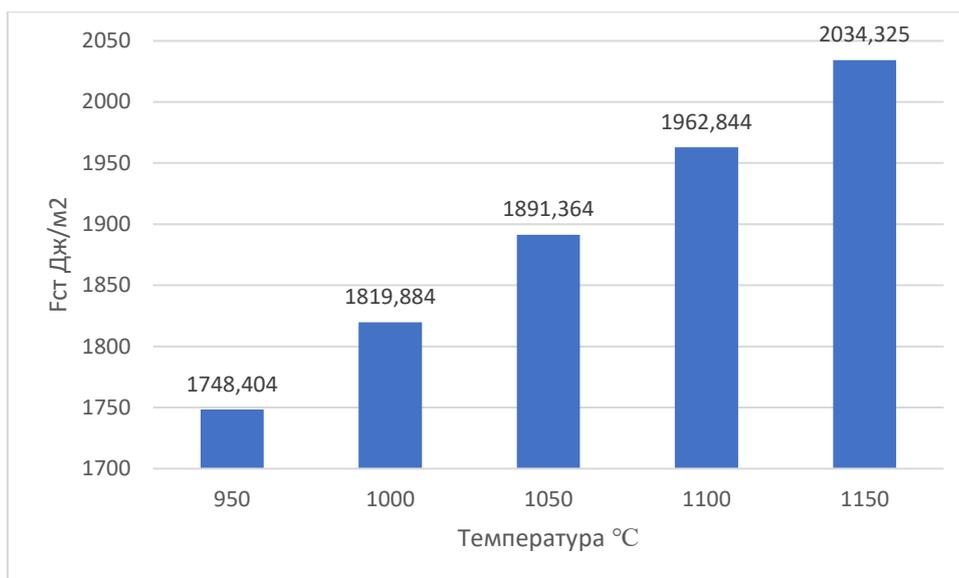


Рисунок 4.33– Зависимость силы сегрегационного торможения от температуры горячей допрессовки для порошка ПЖРВ 2.200.26

Далее представим графически силы сегрегационного торможения от температуры горячей допрессовки для остальных материалов.

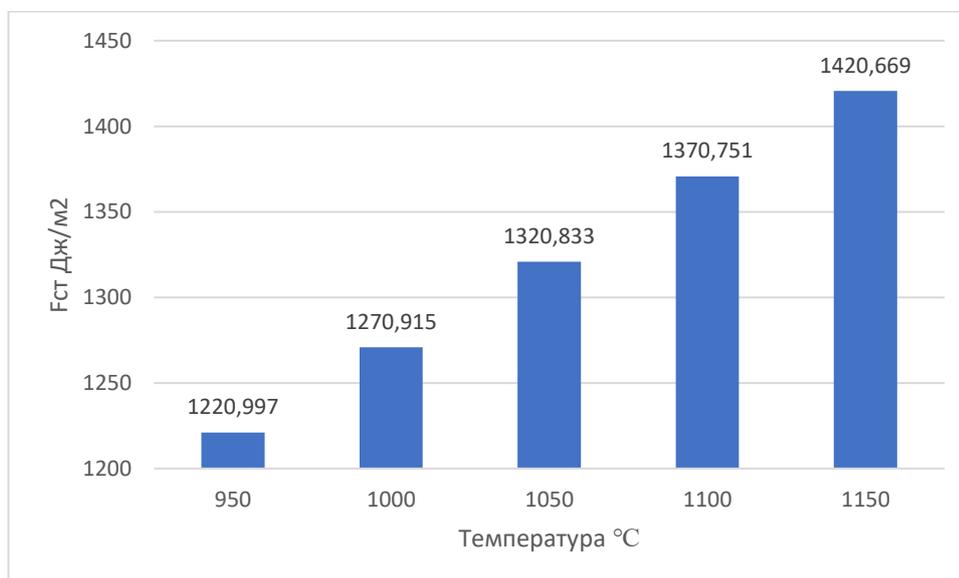


Рисунок 4.34– Зависимость силы сегрегационного торможения от температуры горячей допрессовки для порошка АВС 100.30

Для порошка марки ABC 100.300 силы сегрегационного торможения гораздо меньше, чем у порошка ПЖРВ 2.200.26, что объясняется химической чистотой шихты. Сила $F_{ст}$ при температуре горячей допрессовки 1150°C меньше, чем сила $F_{ст}$ порошка ПЖРВ 2.200.26 при температуре 950°C.

С ростом температуры горячей допрессовки тормозящий эффект от сегрегации возрастает. Это обстоятельство может быть объяснено увеличением несоответствия исходной и равновесной сегрегации, которая с повышением температуры уменьшается [221].

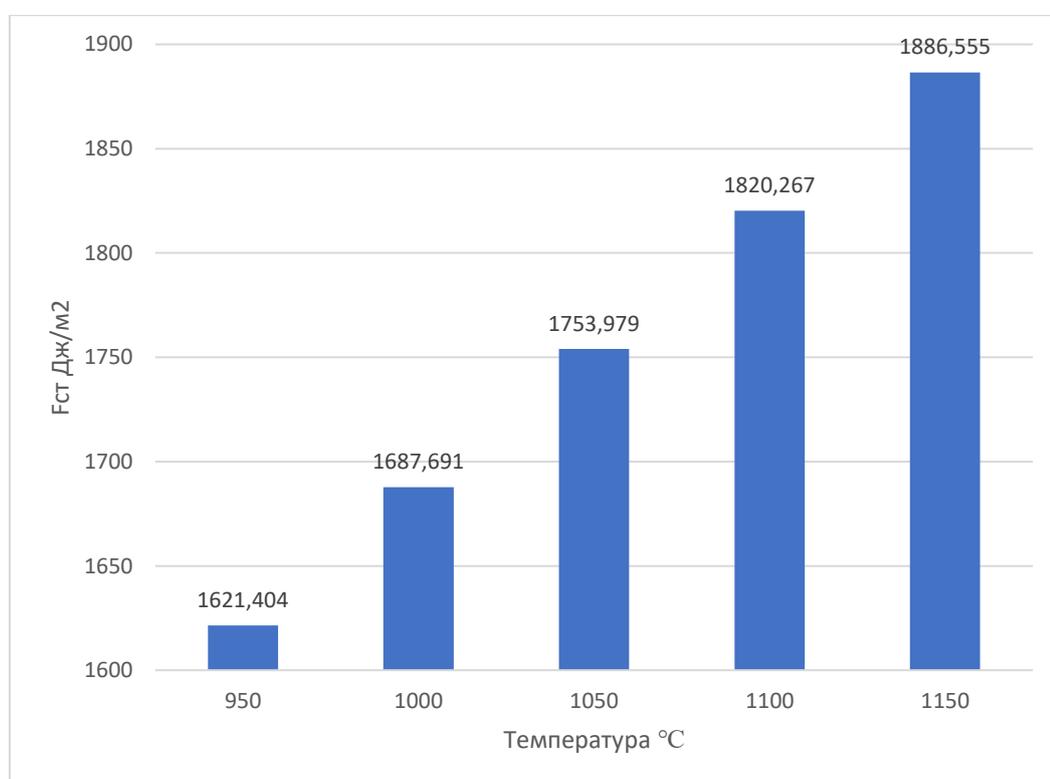


Рисунок 4.35– Зависимость силы сегрегационного торможения от температуры горячей допрессовки для порошка Astaloy 0,85Mo

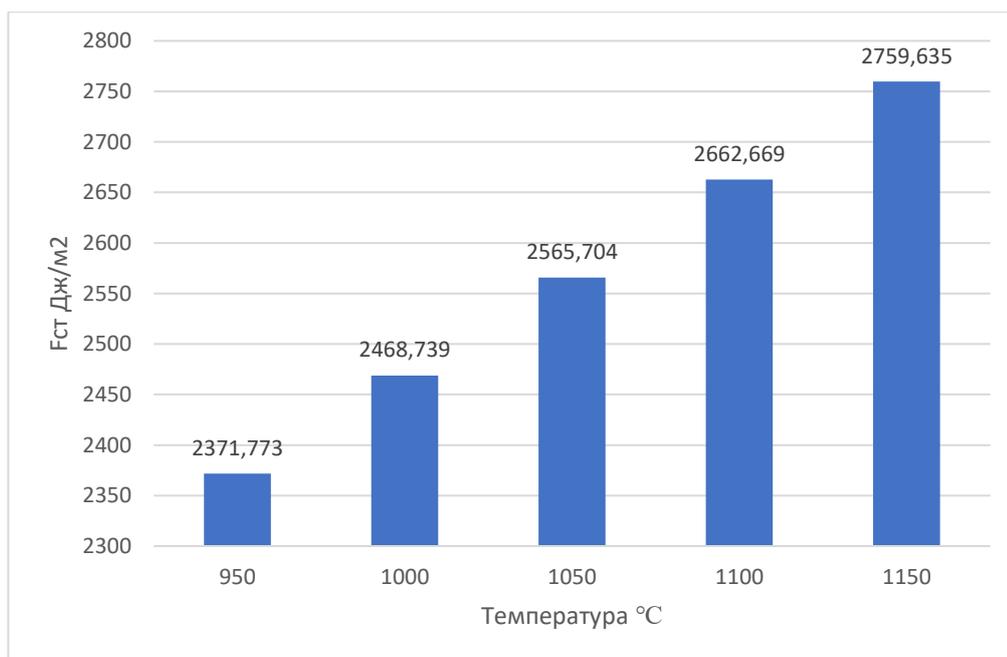


Рисунок 4.36– Зависимость силы сегрегационного торможения от температуры горячей допрессовки для порошка ПЛ–Н4Д2М

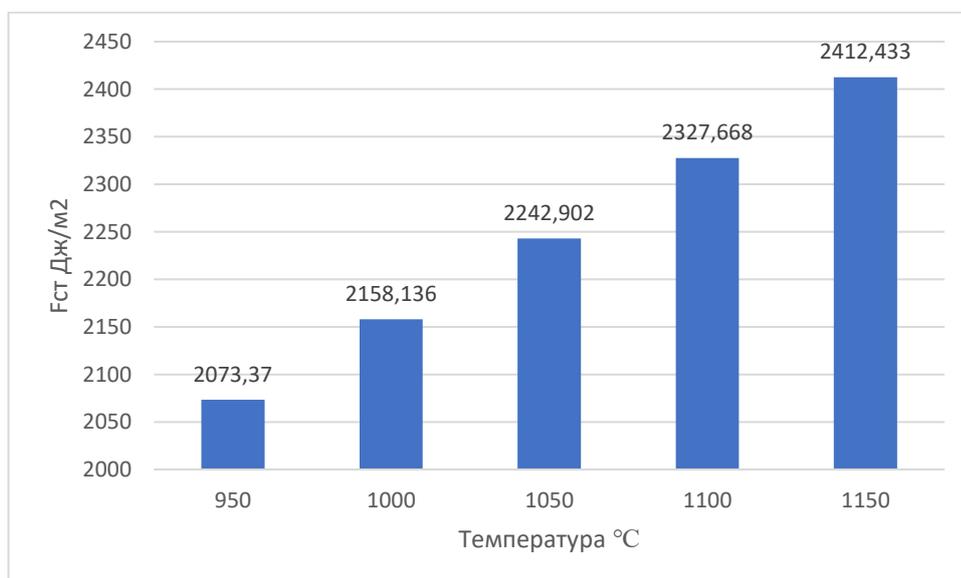


Рисунок 4.37– Зависимость силы сегрегационного торможения от температуры горячей допрессовки для порошка Distaloy HP–1

Из представленных данных видно, что максимальная сила $F_{ст}$ соответствует материалу из порошка ПЛ–Н4Д2М при всех температурах горячей допрессовки.

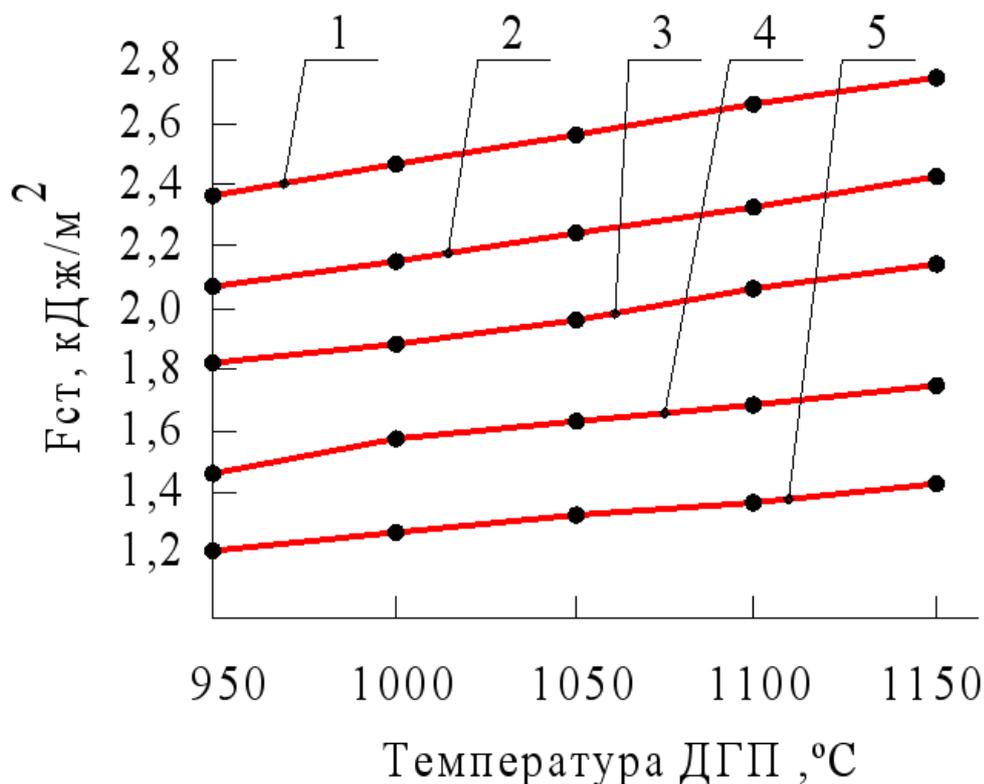


Рисунок 4.38 – Зависимость силы сегрегационного торможения от температуры горячей допрессовки для рассматриваемых материалов:
 1–Н4Д2М; 2– Distaloy HP-1; 3– Astaloy 0,85Mo; 4– ПЖРВ 2.200.26;
 5– ABC 100.300

Полученный результат показывает, что максимальный эффект, тормозящий миграцию МЧПС, вызванный субмикropорами, оказывается примерно на два порядка меньше, чем тормозящее действие на миграцию МЧПС, обусловленное сегрегацией. Влияние субмикropор на МЧПС следует учитывать при действии движущих сил миграции, соизмеримых со значением $\approx 1 \text{ Дж/м}^2$.

В работах [220,221] проведена оценка влияния введения в шихту углерода на силу сегрегационного торможения миграции МЧПС. Добавление углерода в шихту оказывает неоднозначное влияние на изменение тормозящего эффекта миграции МЧПС.

Увеличение силы сегрегационного торможения миграции МЧПС при формировании ГДПС, полученных из углеродсодержащей шихты на основе легированных порошков, по сравнению с чистыми железными порошками объясняется расширением сегрегационной области ионов углерода. В случае применения порошков марок Distaloy HP-1 и Astaloy 0,85Mo введение в шихту углерода приводит к некоторому снижению силы сегрегационного тормозящего эффекта и повышению подвижности МЧПС вследствие изменения параметров сегрегации кислорода, серы и молибдена.

В случае, когда движущая сила миграции МЧПС недостаточна для ее отрыва от сегрегированных атомов, и миграция сопровождается их увлечением, для вычисления силы сегрегационного торможения МЧПС выражение 4.16 необходимо скорректировать для учета изменения диффузионного потока. При выводе формулы 4.17 использовалось определение значения диффузионного потока как разности в количестве атомов, образующих сегрегацию по обе стороны МЧПС. Для того, чтобы использовать формулу 4.17, выведенную для миграции МЧПС с отрывом от сегрегационной атмосферы, вводится понятие приведенной концентрации, вычисляемой по следующему выражению:

$$C^I_{прив_i} = \frac{\int_c^e C(x)_i dx - \int_e^d C(x)_i dx}{x_{cdi}}, \quad (4.18)$$

где $C(x)_i$ – функция, описывающая распределение i -го компонента в сегрегационной области;

x_{cdi} – ширина сегрегационной области.

Следует отметить, что в этом случае F_{cm} является переменной величиной, зависящей от элементарного акта миграции МЧПС, характеризуемого значением x_{fe} (рис.4.39).

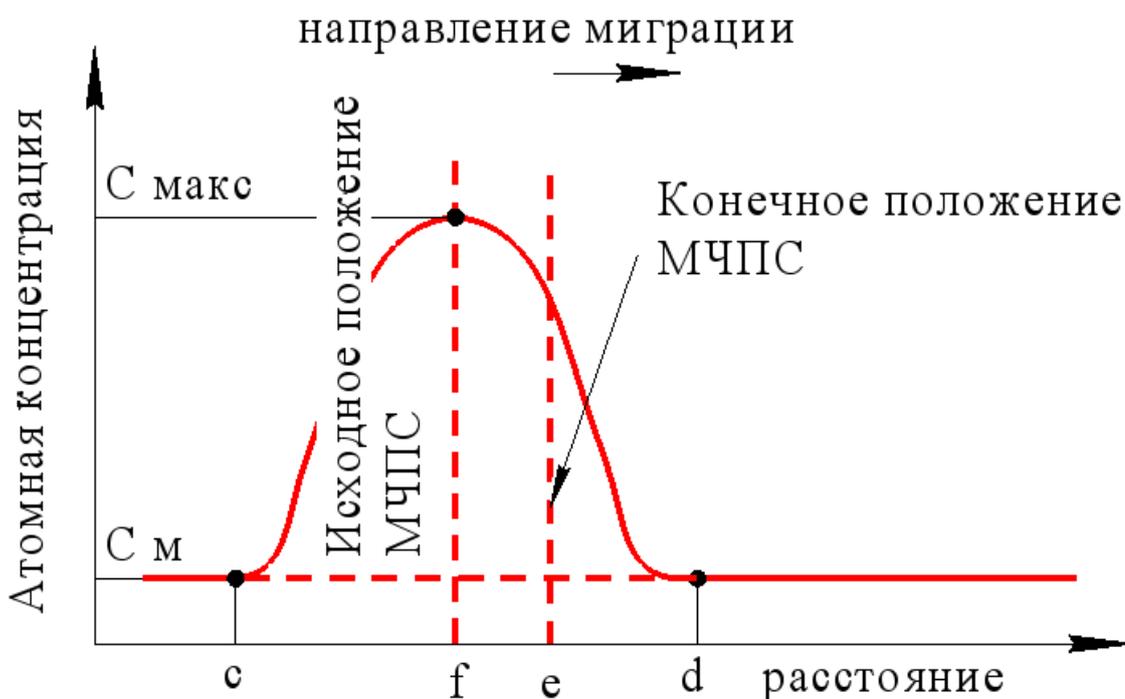


Рисунок 4.39—Взаимодействие мигрирующей МЧПС с увлекаемой сегрегационной атмосферой

Авторы в работе [220,221] указывают, что чем больше значение движущей силы миграции МЧПС, тем более протяженным оказывается отрезок $f-e$, и тем больше сила сегрегационного торможения. Для всех исследованных материалов на рассматриваемой зависимости можно выделить три участка. В области малых перемещений МЧПС (5–10 нм) сила сегрегационного торможения относительно невелика, но весьма чувствительна к изменению аргумента. При достижении определенного значения расстояния $f-e$, соответствующего ширине сегрегационного скопления одного из компонентов, ход зависимости становится плавным до достижения максимальной величины тормозящего эффекта.

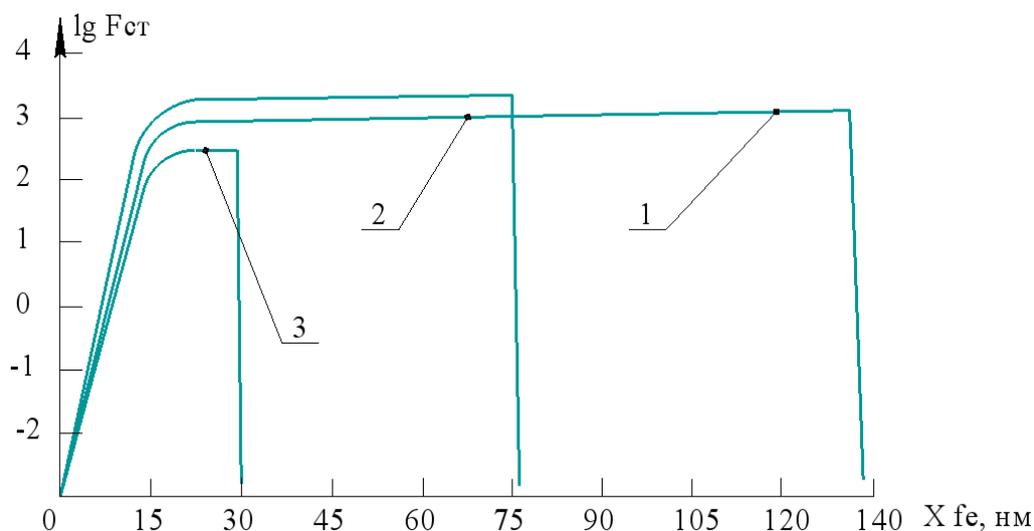


Рисунок 4.40—Зависимость силы сегрегационного торможения миграции МЧПС от величины ее перемещения для ГДПС, изготовленных из порошков ПЖРВ 2.200.26, ABC 100.30 (линия 1); H4D2M (2), Distaloy HP–1, Astaloy 0,85Mo (3)

Для ГДПС, изготовленных из порошков Distaloy HP–1 и Astaloy 0,85Mo, значения силы сегрегационного торможения близки, поэтому на графике они представлены одной линией 1. На третьем участке, соответствующему резкому падению $F_{ст}$, происходит переход от увлечения МЧПС сегрегационной атмосферы к отрыву от нее. В этом случае миграция МЧПС перестает зависеть от сегрегационного фактора.

Следует отметить, что второй участок рассматриваемой зависимости наиболее протяжен у стали из порошков Distaloy HP–1 и Astaloy 0,85Mo. Следовательно, для отрыва от тормозящей ее миграцию сегрегационной атмосферы МЧПС должна переместиться на большее расстояние, что создает лучшие условия для залечивания субмикропор.

С ростом температуры горячей деформации тормозящий эффект от сегрегации возрастает. На наш взгляд это обстоятельство может быть объяснено увеличением несоответствия исходной сегрегации и равновесной, которая с повышением температуры уменьшается вплоть до полного исчезновения.

4.5 Выводы по главе 4

1. Были проведены ультразвуковые исследования порошковых сталей, по результатам которых определены значения модуля упругости спеченных и холоднопрессованных порошковых сталей. Значения модуля Юнга (E , ГПа) определялись для чистых железных и легированных образцов с пористостью 40–12%. Модуль Юнга для холоднопрессованных образцов из чистых железных порошков составлял 3,1–7,6 ГПа в диапазоне пористости 40% – 12%, а для таких же спеченных материалов составлял 13,3 – 162,2 ГПа в том же диапазоне пористости. Для легированных холоднопрессованных образцов модуль Юнга составлял 3,5 – 8,5 ГПа и для спеченных образцов 19,6–170 ГПа.

2. Доля контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием ($\alpha_{\text{ВКС}}$) определяется по соотношению модулей Юнга эталонного образца и исследуемого материала. Перед рассмотрением сращивания при горячем уплотнении было оценено качество сращивания, достигаемое до этой технологической операции. Доля контактного сечения $\alpha_{\text{ВКС}}$ уменьшается для спеченных образцов от значений 0,8 при пористости 10% до значений менее 0,2 при пористости более 35%, тогда как для неспеченных образцов доля контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием лежит в диапазоне 0,04 – 0,02 при пористости 10 – 35%. Спекание позволяет значительно улучшить качество сращивания на контактной поверхности.

3. Были определены значения модуля Юнга спеченных горячедеформированных образцов в зависимости от изменения температуры уплотнения (950 – 1150°C) и пористости (40 – 1%). Полученные результаты позволили констатировать, что в интервале температур 950°C – 1050°C приращение относительного контактного сечения происходит медленнее, чем для температур горячей допрессовки выше 1050°C для образцов с пористостью 40 – 25 %. Для образцов с пористостью менее 20% повышение

температуры горячей допрессовки более 1050°C не приводит к увеличению приращению относительного контактного сечения. Данное обстоятельство свидетельствует о том, что на определенной стадии горячей допрессовки происходит разрушение контактной поверхности вследствие межчастичного скольжения с последующим образованием новых контактных поверхностей и формированием в этих областях внутрикристаллитного сращивания.

4. Установлено, что разрушение контактной поверхности в результате приложения внешнего давления зависит от качества межчастичного сращивания и её площади. Определена зависимость отношения прироста контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием к приросту общей контактной поверхности ($\Delta\alpha_{\text{ВКС}}/\Delta\alpha$) от температуры горячей допрессовки в диапазоне 950 – 1150°C. Развитие контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием при изменении пористости на 5% существенно зависит от исходного состояния прессовки. При исходной пористости 40% уплотнение заготовки сопровождается незначительным приростом контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием независимо от температуры допрессовки ($\Delta\alpha_{\text{ВКС}}/\Delta\alpha \leq 0,2$), что может быть истолковано как сочетание процессов разрушения и образование контактных поверхностей с завершённым сращиванием. Уплотнение заготовки с исходной пористостью 30% аналогичная картина уплотнения наблюдается в интервале температуры уплотнения 950 – 1050 °C. При более высокой температуре горячей деформации формирование контактной поверхности превалирует над процессом её разрушения. При температуре горячей деформации 1150°C значение $\Delta\alpha_{\text{ВКС}}/\Delta\alpha = 0,6$. С уменьшением исходной пористости данная тенденция усиливается. И при минимальном значении этого параметра $\Pi=12\%$ формирование внутрикристаллитного сращивания происходит с интенсивностью близкой с образованием контактной поверхности $0,8 \leq \Delta\alpha_{\text{ВКС}}/\Delta\alpha \leq 1,0$.

5. Определены области технологических режимов горячей деформации, влияющие на сохранение или разрушение предварительно сформированной контактной межчастичной поверхности для спеченных и неспеченных пористых образцов. Для спеченных образцов разрушение контактной поверхности начинается с пористости 35% при температуре горячей штамповки менее 1050°C. При температуре выше 1050°C сохраняются сформированные контактные поверхности межчастичной для этой пористости.

6. Определены пределы прочности σ_B (МПа) и относительного сужения ψ (%) горячедеформированных порошковых материалов в зависимости от исходной пористости (10 – 40%) для температур горячей штамповки 950-1150°C с шагом 100°C. Зависимости механических свойств порошковых материалов от значений исходной пористости имеют экстремальный характер. Максимальный предел прочности σ_B горячедеформированных спеченных образцов из ПЖРВ 2.200.26 равен 360 МПа при исходной пористости 30% и температуре $T_{ДТП}=1150^\circ\text{C}$. Для образцов из Н4Д2М $\sigma_B=550$ МПа при $P_{ИСХ}=30\%$ и температуре $T_{ДТП}=1150^\circ\text{C}$. Относительное сужение для образцов ПЖРВ 2.200.26 при этом $\psi=35\%$, для образцов Н4Д2М $\psi=30\%$.

7. Для повышения уровня механических свойств горячедеформированных порошковых материалов провели дополнительную горячую пластическую деформацию, степень которой определяется долей контактной поверхности с межкристаллитным сращиванием ($\epsilon_{доп}$). В качестве критерия формирования внутрикристаллитного сращивания также использовался модуль Юнга. Предел прочности для образцов из материала Н4Д2М повышается со значений $\sigma_B=500$ МПа сформированных при температуре $T_{ДТП}=950^\circ\text{C}$ и начальной пористости $P_{ИСХ}=20\%$ до значений $\sigma_B=600$ МПа и для образцов из материала ПЖРВ 2.200.26 предел прочности изменяется со значений $\sigma_B=335$ МПа до $\sigma_B=367$ МПа при тех же значениях

пористости и температуры. Также наблюдается рост значений относительного сужения образцов.

8. Определены механические свойства горячедеформированных порошковых сталей в зависимости от содержания углерода (0,1 – 0,8%) и исходной пористости ($P_{ИСХ}=10 – 40\%$). Добавление в шихту порошка углерода практически не влияет на назначение оптимальных режимов горячей допрессовки для материалов на основе нелегированных железных порошков. Определены области технологических режимов горячей штамповки, влияющих на сохранение или разрушение предварительно сформированной контактной межчастичной поверхности для порошковых сталей с содержанием 0,5%С. Если при горячей допрессовке не достигается формирование внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности, то к таким материалам применяли дополнительную пластическую деформацию с критической степенью деформации. Предел прочности горячедеформированных сталей после дополнительной пластической обработки с критической степенью деформации составил для ПЖР2.200.26+0,5%С $\sigma_B=480$ МПа, а для Н4Д2М+0,5%С $\sigma_B=950$ МПа.

9. Установлено влияние ультрадисперсных частиц нитрида кремния на механические свойства горячедеформированных порошковых сталей. Оптимальным содержанием частиц Si_3N_4 является значение 0,1% (мас.) так как при этом наблюдается увеличение оптимальной величины исходной пористости и предела прочности горячедеформированных сталей. Применение дополнительной пластической деформации с критической степенью деформации увеличивает значения предела прочности сталей, которые составляют для ПЖР2.200.26+0,5%С + 0,1% Si_3N_4 $\sigma_B=580$ МПа, Н4Д2М+0,5%С + 0,1% Si_3N_4 $\sigma_B=985$ МПа.

10. Установлено влияние ультрадисперсных частиц оксида никеля на механические свойства горячедеформированных порошковых сталей. Установлено, что модифицирование стали 2% (мас.) NiO совместно с 0,5%

углерода приводит к увеличению предела прочности. Дополнительная обработка порошковых горячедеформированных сталей способствует их упрочнению. Пределы прочности составляют $\sigma_{\text{в}}=565$ МПа для стали ПЖР2.200.26+0,5%С +2% NiO и для стали Н4Д2М+0,5%С +2% NiO $\sigma_{\text{в}}=976$ МПа. Определена область технологических режимов горячей допрессовки, обеспечивающих формирование качественного межчастичного сращивания на всей контактной поверхности порошковых сталей. Эта область соответствует температурам горячей допрессовки 1050 –1150°С и исходной пористости в интервале 20 – 40 %.

11. Условием формирования внутрикристаллитного сращивания является миграция межчастичной поверхности с отрывом от включений неметаллической фазы и микропор с установлением равновесной концентрации примесных и легирующих элементов. Движущая сила миграции зависит от уровня термомеханического воздействия на уплотняемый порошковый материал и составляет на стадии спекания $(0,1-1,3) \cdot 10^3$ Дж/м², а при горячей допрессовке $(4,2-12,6) \cdot 10^3$ Дж/м². На основании результатов Оже-спектроскопии определен интервал значений сил сегрегационного торможения миграции границы при температуре допрессовки 950–1150°С для сталей на основе легированных порошков составляет 1,85–2,86 кДж/м², на основе железного порошка железа 1,20–1,75 кДж/м².

ГЛАВА 5 ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ С УЛЬРАДИСПЕРСНЫМИ ЧАСТИЦАМИ

Термическая обработка является наиболее распространенной последеформационной операцией, применяемой к порошковым сталям (ПС). Принципиальные положения теории этого процесса, разработанные для компактных материалов, справедливы и для рассматриваемых ПС. Однако, специфика структуры последних вносит количественные и качественные изменения в кинетику процессов, происходящих при различных видах термической обработки. Поэтому при разработке новых материалов необходимо уделять большое внимание исследованию влияния термической обработки на их структуру и свойства.

5.1 Термическая обработка спеченных порошковых сталей

5.1.1 Роль пористости в развитии фазовых превращений

Исследования порошковых материалов, в том числе и термической обработки, показывают существенное влияние пористости, как одной из особенностей их структуры, на развитие фазовых превращений как при нагреве, так и при охлаждении [222-224].

Присутствие пор в порошковых материалах и порошковых сталях, а также присутствие большого содержания неметаллических включений, включая те, которые модифицируют структуру, и плотность дислокаций, облегчает процесс формирования зародышей новых фаз. Это утверждение подкреплено результатами термодинамического анализа фазовых превращений, проведенного на основе соответствующих данных [225, 226].

Увеличенная диффузионная подвижность атомов, обусловленная наличием ускоренных путей диффузии в дефектных микроструктурах порошковых сталей [227], благоприятно сказывается быстрому появлению и увеличению новых фаз в процессе диффузионных фазовых превращений. Анализ проведенных исследований показывает, что среди всех особенностей исходной структуры поликристаллических материалов решающее влияние на процессы фазовых превращений оказывает пористость [228].

Увеличение пористости порошковых сталей приводит к изменению температурных интервалов и кинетики протекания фазовых превращений, связанных с распадом аустенита, как при непрерывном изменении температуры, так и в изотермических условиях.

Можно также отметить, что пористость является важным фактором, влияющим на температурный интервал протекания мартенситного превращения в порошковых сталях разного состава, причем это влияние носит линейный характер - чем выше пористость, тем больше температура начала образования мартенсита.

При этом необходимо сказать, что влияние пористости на характеристики фазовых превращений в порошковых сталях является универсальным и неустранимым, поскольку оно не зависит от таких факторов, как исходные материалы, легирование или технология изготовления, определяющих формирование структуры этих материалов.

В работе [229] авторами была проведена оценка влияния пористости на фазовые превращения в порошковых сталях.

Авторы в работах [230, 231] раскрывают развитие изменений, происходящих при фазовых превращениях в пористых материалах. Они описываются следующими пятью точками зрения:

1. Пористый материал становится более устойчивым при уменьшении поверхностной энергии, что рассматривается термодинамической позиции

2. Уменьшением коэффициентов сопротивления пористого образца деформациям при фазовых превращениях.

3. Формирование зародышей новой фазы образуется при наличии свободной поверхности пор.

4. Наличие в неправильных структурах железной матрицы увеличенной диффузионной активности атомов

5. Пористая железная матрица обладает повышенными дефектами.

Эти факторы, рассмотренные с разных точек зрения, влияют на развитие фазовых превращений в материалах с пористой структурой.

Важно понимать, что значение пористости в порошковых спеченных сталях не может охватить все поры, поэтому в этой главе мы рассмотрим влияние свободной поверхности пор как характеристику порошковой стали. Необходимо отметить, что свободная поверхность пор также как и все остальные параметры (пористость, размеры исходных частиц, технологические параметры спекания) несет в себе особенности технологии изготовления и может служить одним из параметром пористого материала. Свободная поверхность пор также зависит от кристаллического строения пористых материалов и дополняет теорию фазовых превращений в спечённых пористых сплавах.

Были проведены исследования микроструктуры порошковых сталей, в особенности интересовали стали с различным значением пористости для материала из порошка ПЖРВ 2.200.26+0,5%С. Образцы использовались после спекания. Режимы спекания выбирались из условий формирования межчастичного сращивания описанные в главе 3. Для образцов с пористостью 10-30% были определены отношения S/V_M и S/V где S – площадь свободной поверхности пор; V – объём всего пористой заготовки; V_M – объём металлических частиц в порошковом теле (рис.5.1).

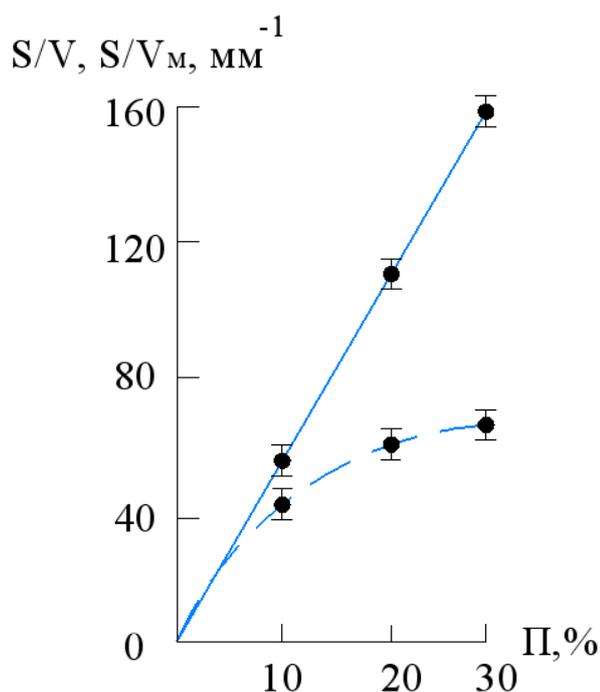


Рисунок 5.1 – Зависимость характеристик S/V (штриховая линия) и S/V_M (сплошная линия) спеченных порошковых сталей от пористости

Проведенные исследования установили, что отношение S/V_M имеет линейную зависимость от значений пористости по сравнению с отношением S/V (рис. 5.1). Линейная зависимость площади свободной поверхности к объему металлических частиц от пористости применяется для более четкого количественного описания процессов термической обработки порошковых сплавов.

Важно отметить, что мы будем рассматривать поверхностную энергию как одним из факторов фазового превращения. Свободная поверхность материала имеет поверхностное натяжение и изменяется с амплитудой при фазовом превращении $\Delta\sigma_{1\rightarrow 2}$, где индексы 1 и 2 относятся к начальным и конечным фазовым превращениям. Следуя из этого, можно предположить, что изменение термодинамического превращения в объеме материала определяется по формуле:

$$G(\Delta\sigma_{1\rightarrow 2}) \sim \Delta\sigma_{1\rightarrow 2} \cdot S/V_M \quad (5.1)$$

Авторы в работе [228] отмечают следующее:

1. Если изменение свободной энергии системы при фазовом превращении $G(\Delta\sigma_{1\rightarrow 2})$ сравнимо с совокупным изменением ее свободной энергии, обусловленным наличием поверхностных натяжений на границе фаз [227].

2. Это должно приводить либо к увеличению степени переохлаждения при прямом превращении и уменьшению степени перегрева при обратном, либо наоборот, в зависимости от знака $\Delta G(\Delta\sigma_{BT})$ [228].

3. Указанный эффект должен усиливаться с ростом пористости материала, так как отношение площади поверхности к объему (S/V_m) является возрастающей функцией пористости [228].

Авторами в работе [233] показано, что увеличение пористости понижает устойчивость сплава с повышением и понижением температуры. В подтверждении в работах [234,235] проведена оценка изменения температур фазовых переходов в зависимости от поверхностной энергии пористого материала связанная с анализом уменьшения термодинамической устойчивости. Установлено, что на разницу температур фазовых переходов влияют границы зерен являющиеся элементами структуры с повышенной свободной энергией.

Авторами в работе [232] также показана, что пористость с одной стороны увеличивает поверхностную энергию системы с другой стороны вызывает изменение значений температур фазовых превращений по сравнению с компактными сталями, что связано с изменением термодинамической устойчивости. Авторы используют следующую формулу для описания температурных изменений:

$$\Delta T = \Delta U \cdot T / q \quad (5.2)$$

где ΔU - энергия границ зерен, отнесенная к единице объема материала;

q - удельная скрытая теплота фазового перехода, происходящего при температуре T в монокристалле металла.

Для пористого тела формула (5.2) для фазовых превращений $\alpha \rightarrow \gamma$, $\gamma \rightarrow \alpha$ изменяет свой вид:

$$-\Delta T_{\gamma \rightarrow \alpha} = \Delta T_{\alpha \rightarrow \gamma} = S \cdot \sigma \cdot T^{\alpha \rightarrow \gamma} / V_M \cdot q^{\alpha \rightarrow \gamma} \quad (5.3)$$

где: $S\sigma/V_M$ - поверхностная энергия, зависящая от пористости и отнесенная к единице объема металла.

Произведем расчет изменения температуры фазовых превращений для порошковой стали ПЖРВ 2.200.26 с пористостью 30%. Подставляя в уравнение (5.3) значения $\sigma \approx 2 \text{ Н/м}$ [233], $q^{\alpha \rightarrow \gamma} \approx -7 \cdot 10^7 \text{ Дж/м}^3$ [233], $T^{\alpha \rightarrow \gamma} = 1184 \text{ К}$, $S/V_M \approx 10^5 \text{ м}^{-1}$ получим $\Delta T_{\alpha \rightarrow \gamma} \approx -3 \text{ К}$. Следовательно, для образцов с меньшей пористостью это значение уменьшается.

Можно заключить, что эффекты, связанные с наличием пористости и протеканием фазовых превращений в пористых сталях, не могут быть объяснены рассмотренным фактором изменения термодинамической устойчивости.

Рассмотрим воздействие локального упругого сопротивления, возникающего на границах свободной поверхности пор в пористых железных сталях. Также проанализируем влияние этого сопротивления на процесс зарождения мартенсита и на изменение температуры мартенситного превращения в порошковых сталях по сравнению с компактными сталями.

Авторы в работах [232, 233] отмечают, что высокая пористость материала, обеспечивающая наличие большой доли свободной поверхности, создает благоприятные условия для зарождения новых фаз при фазовых превращениях, особенно при высоком уровне упругой энергии, за счет релаксации упругих напряжений на поверхностях пор.

Наличие пористости с высокой долей свободной поверхности способствует зарождению новых фаз при фазовых превращениях, особенно при значительном вкладе упругой энергии, за счет релаксации упругих напряжений на свободных поверхностях пор.

В пористых спеченных сталях протекание диффузионных фазовых превращений ускоряется за счет преимущественного зарождения и роста новых фаз в приповерхностных слоях вокруг пор, где диффузионная подвижность атомов существенно повышена по сравнению с объемом материала. Это связано с одновременным ускорением как стадии зарождения, так и стадии роста новой фазы в условиях повышенной диффузионной подвижности атомов в приповерхностных слоях пористого материала.

Наличие свободных поверхностей пор и соответствующих приповерхностных слоев с аномальными свойствами, а также дефектность пористой железной основы являются ключевыми факторами, обуславливающими специфику протекания фазовых превращений в спеченных пористых сталях по сравнению с компактными материалами.

Для анализа влияния пористости на фазовые превращения целесообразно сосредоточиться на ее влиянии на плотность дислокаций и концентрацию вакансий, поскольку другие факторы дефектности, не связанные напрямую с пористостью, выводятся из рассмотрения.

Таким образом можно заключить, что пористость, то есть наличие пор в спеченном материале, не может быть причиной существенного повышения плотности дислокаций. Внутренние напряжения от сил поверхностного натяжения в порах в спеченных сталях признаются, но они не могут привести к значительному росту плотности дислокаций из-за своей недостаточной величины по сравнению с требуемым для этого уровнем внешнего давления.

Автор в работе [235] указывает, что пористость спеченных сталей приводит к повышению концентрации вакансий по сравнению с литыми сталями из-за растяжения железной матрицы вокруг пор, вызванного действием поверхностного натяжения на границе раздела пора-материал, которое можно определить по формуле:

$$\sigma' \approx 2\sigma \cdot (1-\nu) / (R_p \cdot \nu), \quad (5.4)$$

где: ν – относительная плотность.

Определим изменение химического потенциала вакансий μ_v :

$$\Delta\mu_v = \sigma' \cdot \omega \quad (5.5)$$

где: ω - атомный объем

Учитывая, что относительное изменение концентрации вакансий $\Delta C_v/C_v$ для разбавленных твердых растворов выражается как:

$$\Delta C_v/C_v = \Delta\mu_v/(k \cdot T) \quad (5.6)$$

где: k - постоянная Больцмана, T - абсолютная температура, окончательно имеем:

$$\Delta C_v/C_v = 2\sigma \cdot (1 - \nu) \cdot \omega / (R_{II} \cdot \nu \cdot k \cdot T) \quad (5.7)$$

Используя для сплава железо-углерод наименьшую температуру фазового перехода $T=727^\circ\text{C}$ и значения других постоянных: $\sigma \approx 2\text{Дж/м}^2$, $\omega \approx 10^{-28} \text{ м}^3$, $R_{II} \approx 10^{-7} \text{ м}$, $\nu \approx 0,3$, получаем значение относительного изменения концентрации вакансий $\Delta C_v/C_v \approx 0,1-0,2$. Следовательно, повышение концентрации вакансий в припоровом объеме способствует ускорению диффузионных процессов, так как коэффициент диффузии по вакансионному механизму D_v прямо пропорционален C_v .

Автор в работе [235] отмечает: «пористость материала, обеспечивая наличие свободной поверхности пор, активирует диффузионные фазовые превращения и зарождение новых фаз за счет повышенной диффузионной подвижности атомов на поверхности пор и возможности релаксации напряжений, причем эффект тем сильнее, чем больше отношение площади поверхности пор к объему материала» [235].

Автор в работе [235] указывает: «активация диффузионных превращений на свободной поверхности пор и в приповерхностных слоях вокруг них происходит по причине увеличенной диффузионной подвижности атомов. Имеется возможность релаксации напряжений, инициируемых в процессе фазовых превращений, за счет наличия свободной поверхности пор. При этом вероятность ускорения зарождения новых фаз в результате

проявления обоих факторов пропорциональна отношению площади поверхности пор к объему материала (S/V_m) [235]».

Авторы в работах [223,225,229] констатируют, что наблюдаемые линейные зависимости характеристик фазовых превращений от пористости согласуются с линейной зависимостью отношения площади поверхности пор к объему от пористости, что подтверждает предположение об определяющей роли свободной поверхности пор в интенсификации фазовых превращений.

Таким образом, можно заключить, что свободная поверхность пор является одной из важных величин при рассмотрении фазовых превращений в порошковых спеченных материалах, обеспечивая снижение напряжений и повышенную диффузионную подвижность атомов. Отношение поверхности пор к объему материала является важной характеристикой, определяющей эти процессы.

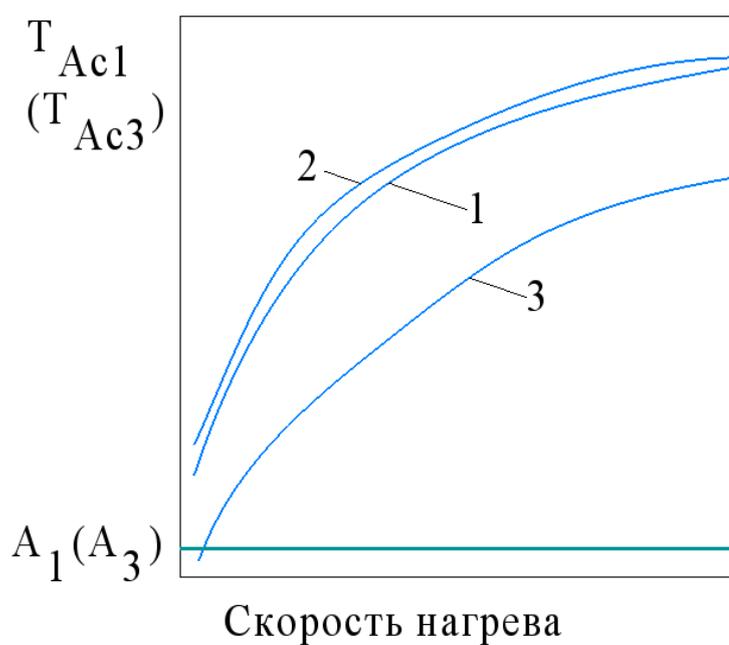
5.1.2 Аустенитизация в спеченных порошковых сталях

Образование аустенита в спеченных ПС, происходящее в изотермических условиях или при непрерывном нагреве, имеет свои особенности по сравнению с аустенитизацией компактных сталей. На протекание фазовых превращений в порошковых сталях влияет целый комплекс факторов, и скорость нагрева является лишь одним из них. Не менее важными являются состав стали, ее структурные характеристики, наличие пластической деформации и другие факторы.

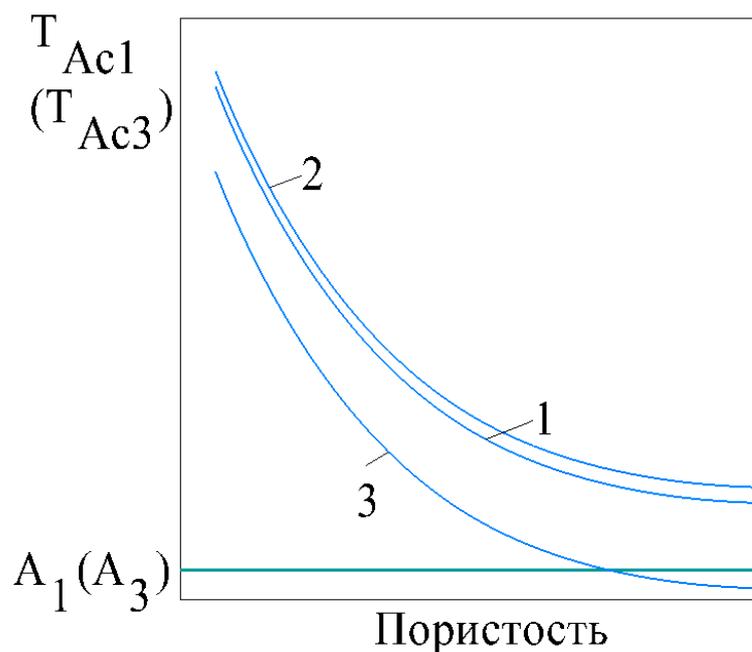
Рассмотрим изменения положения критических точек A_{c1} и A_{c3} при нагреве образцов, содержащих 0,5 и 0,8% С и изготовленных на основе железных порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М с добавлением упрочняющих добавок NiO (1%) и Si_3N_4 (0,2%). Фиксирование начальной и конечной стадий образования аустенита осуществлялось закалкой в воде. Схематично влияние скорости нагрева, пористости и наличия упрочняющих добавок показано на

рисунке 5.2. При увеличении скорости нагрева и плотности ПС температура критических точек A_{c1} и A_{c3} повышается.

Обращает на себя внимание различный характер влияния на температуру критических точек введение в состав ПС ультрадисперсных добавок. При добавлении оксида никеля температура критических точек повышается, добавление части нитрида кремния приводит к ее снижению. Данное обстоятельство связано с различным характером взаимодействия добавок с металлической матрицей при формировании ПС на стадии спекания. В результате взаимодействия с углеродом оксид никеля восстанавливается в металлический никель и растворяется в железной основе, так как суммарная концентрация никеля не превышает порог растворимости.



а)



б)

Рисунок 5.2 – Зависимость положения точек A_{c1} и A_{c3} от скорости нагрева (а) и от пористости (б):

1 – ПС без добавок, 2 – ПС+1% NiO, 3 – ПС+0,2%Si₃N₄.

Приведем результаты химического анализа ПС после спекания при 1150°C в течение 90 мин. (табл. 5.1).

Таблица 5.1– Химический состав ПС после спекания

Материал	Содержание элементов, масс. %						
	C	O	Mo	Ni	Cu	Mn	Si
ПЖРВ2.200.26 +0,5%С	0,45-0,52	0,23	-	-	-	0,15	0,05
ПЖРВ2.200.26 +0,8%С	0,78-0,82	0,22	-	-	-	0,15	0,05
ПЖРВ2.200.26 +0,6%С+1%NiO	0,48-0,51	0,24	-	0,9-1,1	-	0,15	0,07
ПЖРВ2.200.26 +0,9%С+1%NiO	0,78-0,83	0,24	-	0,9-1,1	-	0,15	0,07
ПЛ-Н4Д2М +0,5%С	0,46-0,53	0,24	0,4-0,5	3,7-4,3	1,3-1,7	0,15	0,05
ПЛ-Н4Д2М +0,6%С+1%NiO	0,46-0,52	0,25	0,4-0,5	4,8-5,2	1,3-1,7	0,15	0,07

Следовательно, введение в шихту частиц оксида никеля приводит к повышению содержания никеля как легирующего элемента в феррите и аустените, что приводит к замедлению диффузионных процессов, являющихся основным механизмом аустенитизации и повышению температуры критических точек.

Добавление частиц нитрида кремния не приводит к изменению состава металлической матрицы, так как эта добавка не взаимодействует с железом во всем температурном интервале спекания и нагрева под термическую обработку и сохраняется как структурная составляющая в виде включений. В зависимости от уровня межчастичного сращивания эти включения располагаются на границах зерен или внутри зерна. И том, и в другом случае они способствуют образованию зародышей новой фазы, интенсифицирующей фазовое превращение. Кроме того, наличие в шихте ультрадисперсных частиц нитрида кремния обуславливает формирование структуры с тонкопластинчатым перлитом с межпластиночным расстоянием 0,4-0,6 мкм. В противном случае структура перлита характеризуется межпластиночным расстоянием 0,7-0,8 мкм. Увеличение дисперсности перлита способствует снижению температуры критических точек A_{c1} и A_{c3} .

Приведем значение критических точек A_{c1} и A_{c3} для исследуемых сталей (таблица 5.2) для скоростей нагрева 60-400°С/мин.

Таблица 5.2 – Температура критических точек A_{c1} и A_{c3} спеченных порошковых сталей

Основа сплава	Содержание углерода, %	Пористость, %	Температура точек, °С	
			A_{c1}	A_{c3}
ПЖРВ 2.200.28	0,5	10	742*	825
			738**	823
			733***	819
		20	740	820
			736	815
			731	813
		30	732	815
			730	813
			729	810

Продолжение таблицы 5.2

	0,8	10	742	-
			738	
			734	
		20	737	-
			735	
			731	
		30	732	-
			730	
			727	
ПЖРВ 2.200.28 + 1%NiO	0,5	10	744	827
			739	825
			734	822
		20	742	823
			738	820
			732	817
	30	734	817	
		733	815	
		731	812	
	0,8	10	744	-
			742	
			740	
20		739	-	
		738		
		736		
30	735	-		
	732			
	730			
ПЖРВ 2.200.28 + 0,2%Si ₃ N ₄	0,5	10	736	819
			733	817
			730	813
		20	736	815
			730	811
			727	808
	30	727	810	
		724	807	
		722	804	
	0,8	10	736	-
			732	
			729	
20		731	-	
		729		
		725		
30	728	-		
	724			
	723			
Н4Д2М	0,5	10	745	827
			740	825
			733	824

		20	740	824
			736	821
			731	818
		30	735	811
			732	807
			729	805
Н4Д2М+ 1%NiO		10	747	830
			743	833
			735	835
		20	744	826
			740	828
			733	830
30	736	815		
	734	817		
	731	818		
Н4Д2М + 0,2%Si ₃ N ₄		10	740	821
			736	816
			729	811
		20	735	819
			731	815
			726	810
		30	730	805
			728	802
			725	799

Примечание: скорости нагрева, °/мин: *- 400; **-200; ***-60.

Экспериментальные результаты показывают, что добавление в шихту оксида никеля повышает температуру критических точек, а – нитрида кремния её снижает. При этом эффективность добавления нитрида кремния, превосходит эффект влияния от введения оксида никеля. Поэтому выбор температуры термической обработки определяется химическим составом, скоростью нагрева и пористости.

Структурные особенности порошковых сталей, связанные с наличием дефектов, пор и неоднородностей, облегчают зарождение аустенита при нагреве, что ведет к ускорению кинетики аустенитного превращения в этих материалах по сравнению с компактными сталями.

Вопреки ожиданиям, основанным на температурно-временных параметрах спекания (диапазон температуры спекания 950-1150°C), способствующих росту зерна аустенита, структура полученных сталей не

становится крупнозернистой, что требует дальнейшего изучения и объяснения.

Пористая структура порошковых сталей и особенности их строения эффективно сдерживают рост аустенитного зерна при нагреве, причем это торможение роста усиливается с уменьшением плотности материала. Поэтому данные стали являются наследственно мелкозернистыми, номера размера зерен аустенита представлены в таблице 5.3.

В работах [230-232] отмечается: «углерод способствует росту аустенитного зерна за счет облегчения самодиффузии железа, а карбидообразующие элементы препятствуют этому процессу, влияя на самодиффузию железа и концентрацию углерода в твердом растворе аустенита. Это приводит к противоположным эффектам на склонность к росту аустенитного зерна [229-232]».

Наличие в порошковых сталях легирующих элементов, таких как Ni, Cu, Mo также влияют на рост зерна аустенита. Влияние оказывает их концентрация, температура спекания и другие параметры. Например, при температуре спекания больше 1100°C в порошковых сталях, содержащих Ni, можно наблюдать рост зерен аустенита. В порошковых сталях, содержащих Cu, однозначно будет происходить рост зерен аустенита в независимости от температуры спекания.

Увеличение значений пористости с 10 до 30% сопровождается изменением номера зерна аустенита с 4-5 до 6-7.

Таблица 5.3 – Зависимость номера зерна аустенита от пористости

П, %	Размер зерна аустенита, мкм					
	ПЖРВ 2.200.26 +0,5%С	ПЖРВ 2.200.26 +0,5%С+ 1%NiO	ПЖРВ 2.200.26 +0,5%С +0,2% Si ₃ N ₄	Н4Д2М +0,5%С	Н4Д2М +0,5%+ 1%NiO	Н4Д2М +0,5%С+ 0,2%Si ₃ N ₄
10	75-98	80-110	50-65	80-100	80-110	60-75
20	70-90	60-75	40-55	75-95	65-80	45-55
30	30-45	35-60	28-40	40-70	55-70	35-45

Из таблицы 5.3 следует, что увеличение пористости уменьшает склонность к росту зерна аустенита.

Таким образом, спеченные ПС имеют пониженную склонность к росту зерна аустенита. Добавление в шихту нитрида кремния способствует формированию мелкозернистой структуры во всем исследуемом интервале пористости.

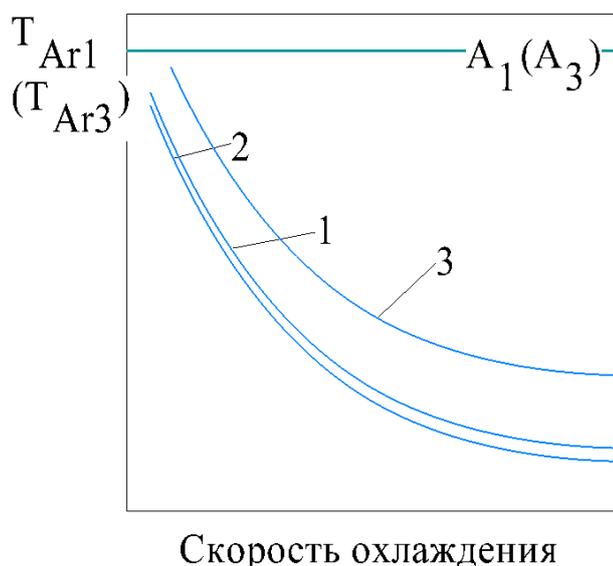
5.1.3 Фазовые превращения в порошковых спеченных сталях при охлаждении

Образование феррито-цементитной смеси из аустенита при охлаждении порошковой спеченной стали можно описать двумя процессами: во-первых, бездиффузионный процесс превращения $Fe_{\gamma} \rightarrow Fe_{\alpha}$ и, во-вторых, образование Fe_3C по причине диффузии углерода в железную матрицу.

В работах [235, 236] авторами отмечается “повышая $V_{\text{охлаждения}}$ однозначно увеличивается дисперсность феррито-цементитной смеси с увеличением значений твердости образцов. Резкое охлаждение аустенита со скоростями выше критической приводит к смене механизма превращения - вместо диффузионного распада происходит бездиффузионный переход аустенита в мартенситную структуру [235,236]”.

Рассмотрим процесс фазовых превращений порошковых спеченных сталей в зависимости от их структурного состояния. Была установлена зависимость расположения точек A_{r1} и A_{r3} от таких параметров как: $V_{\text{охлаждения}}$, пористости образцов и введения в состав стали ультрадисперсных частиц. Данные представлены на рисунке 5.5. Эти параметры по-разному влияют на температурные интервалы фазовых превращений и кинетику превращения аустенита. Более высокая скорость охлаждения замедляет, а большая пористость ускоряет превращение аустенита, сдвигая температурные интервалы в противоположных направлениях.

Влияние добавок оксида никеля и нитрида кремния разнонаправлено. Если первая добавка понижает температуру критических точек, то вторая её повышает. Причина этого обстоятельства описана в подразделе 5.1.2. Значения критических точек для спеченных ПС эвтектоидного состава для скоростей охлаждения 60-400°С/мин приведены в таблице 5.4. У ПС на основе порошка Н4Д2М температура критических точек ниже по сравнению с железным порошком, что обусловлено замедлением диффузионных процессов в легированной матрице.



а)

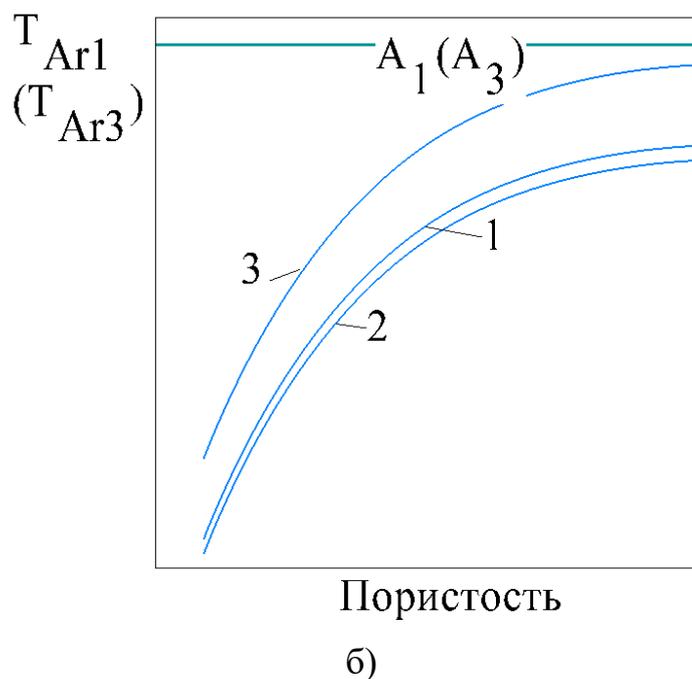


Рисунок 5.3 – Зависимость положения точек A_{r1} и A_{r3} от скорости охлаждения (а) и от пористости (б):

1 – ПС без добавок, 2 – ПС+1% NiO, 3 – ПС+0,2%Si₃N₄

Таблица 5.4 – Температурные точки A_{r1} и A_{r3} порошковых сталей

Основа сплава	Содержание углерода	Пористость, %	Температура точки A_{r1} , °C	Температура точки A_{r3}
ПЖРВ 2.200.26	0,5	10	695*	725
			693**	722
			690***	719
		20	705	730
			702	727
			698	720
	30	712	737	
		710	735	
		708	732	
	0,8	10	715	-
			713	-
			710	-
20		718	-	
		713	-	
		708	-	
30	720	-		
	716	-		
	712	-		

Продолжение таблицы 5.4

ПЖРВ 2.200.26 + 1%NiO	0,5	10	693	723
			690	720
			688	717
	0,5	20	703	728
			700	725
			696	718
	0,5	30	710	735
			708	732
			705	728
0,8	10	712	-	
		710	-	
		708	-	
0,8	20	716	-	
		711	-	
		705	-	
0,8	30	723	-	
		720	-	
		716	-	
ПЖРВ 2.200.26 + 0,2%Si ₃ N ₄	0,5	10	700	730
			695	726
			693	722
	0,5	20	710	736
			707	732
			702	726
	0,5	30	718	740
			715	737
			712	735
0,8	10	720	-	
		722	-	
		724	-	
0,8	20	723	-	
		720	-	
		717	-	
0,8	30	725	-	
		722	-	
		718	-	
Н4Д2М	0,5	10	692	723
			690	719
			687	715
	0,5	20	700	726
			698	723
			695	716

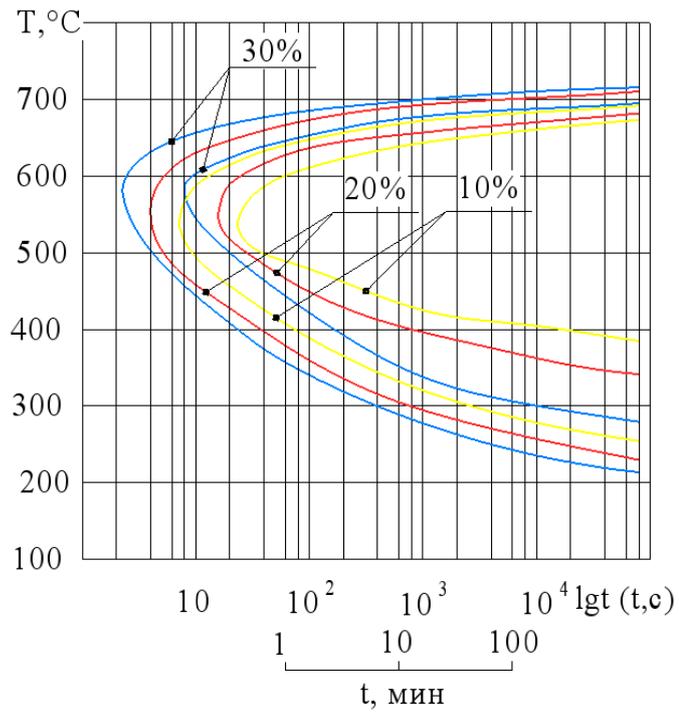
Продолжение таблицы 5.4

		30	708	734
			705	730
			702	728
		0,8	10	710
708				
702				
20	714		-	
	711			
	706			
30	717	-		
	712			
	708			
Н4Д2М +1%NiO	0,5	10	690	720
			686	717
			682	713
		20	700	725
			696	722
			692	716
	30	705	730	
		703	728	
		697	722	
	0,8	10	707	-
			704	
			698	
20		711	-	
		708		
		706		
30	715	-		
	710			
	706			
Н4Д2М + 0,2%Si ₃ N ₄	0,5	10	696	724
			692	720
			688	718
		20	706	732
			702	728
			698	722
	30	714	736	
		710	730	
		706	725	
0,8	10	716	-	
		714		
		710		

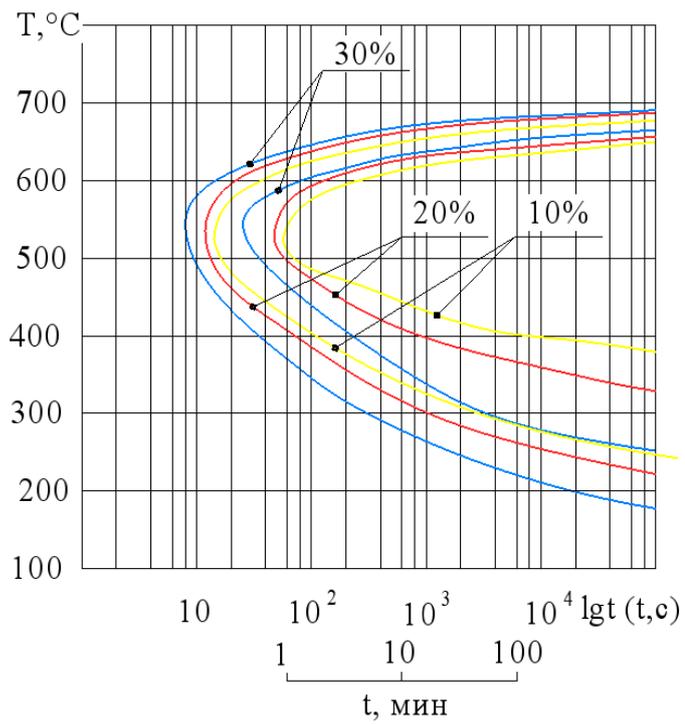
		20	718 720 722	-
		30	720 722 726	-
Примечание: скорости охлаждения, °/мин: *- 60; **- 200; ***- 400.				

При медленном охлаждении аустенит распадается на эвтектоидную феррито-цементитную смесь, дисперсность которой зависит от степени переохлаждения. Переохлажденный аустенит сохраняется в течение инкубационного периода, по истечению которого начинается его распад. Для описания распада аустенита используют С-образные кривые (рис. 5.4).

Анализ диаграмм изотермического превращения аустенита порошковых сталей ПЖРВ 2.200.26+0,8%С и Н4Д2М+0,8%С показывает, что с увеличением пористости устойчивость переохлажденного аустенита уменьшается, о чем свидетельствует смещение С-образных кривых смещаются влево, область минимальной устойчивости аустенита переходит в сторону повышенных температур. Общее время изотермического распада аустенита возрастает. Эти экспериментальные данные подтверждают положения о роли поверхности пор в фазовых превращениях, приведенных в подразделе 5.1.1.



а)



б)

Рисунок 5.4 – Диаграмма изотермического превращения аустенита образцов:
 а – из стали ПЖРВ2.200.26+0,8%С; б – из стали Н4Д2М+0,8% с пористостью 10%; 20%, 30%

При использовании легированного порошка С – образные кривые смещаются влево и в область более низких температур, что подтверждает теоретическое положение о диффузионном характере образования феррито-цементитной смеси при распаде аустенита. Покажем влияние ультрадисперсных добавок (0,2% Si_3N_4 и 1%NiO) на распад аустенита. Эксперименты были проведены в области минимальной устойчивости аустенита. Результаты показаны на рисунке 5.5. Сплошная линия относится к стали на основе порошка ПЖРВ2.200.26, штриховая линия – к стали на основе порошка Н4Д2М.

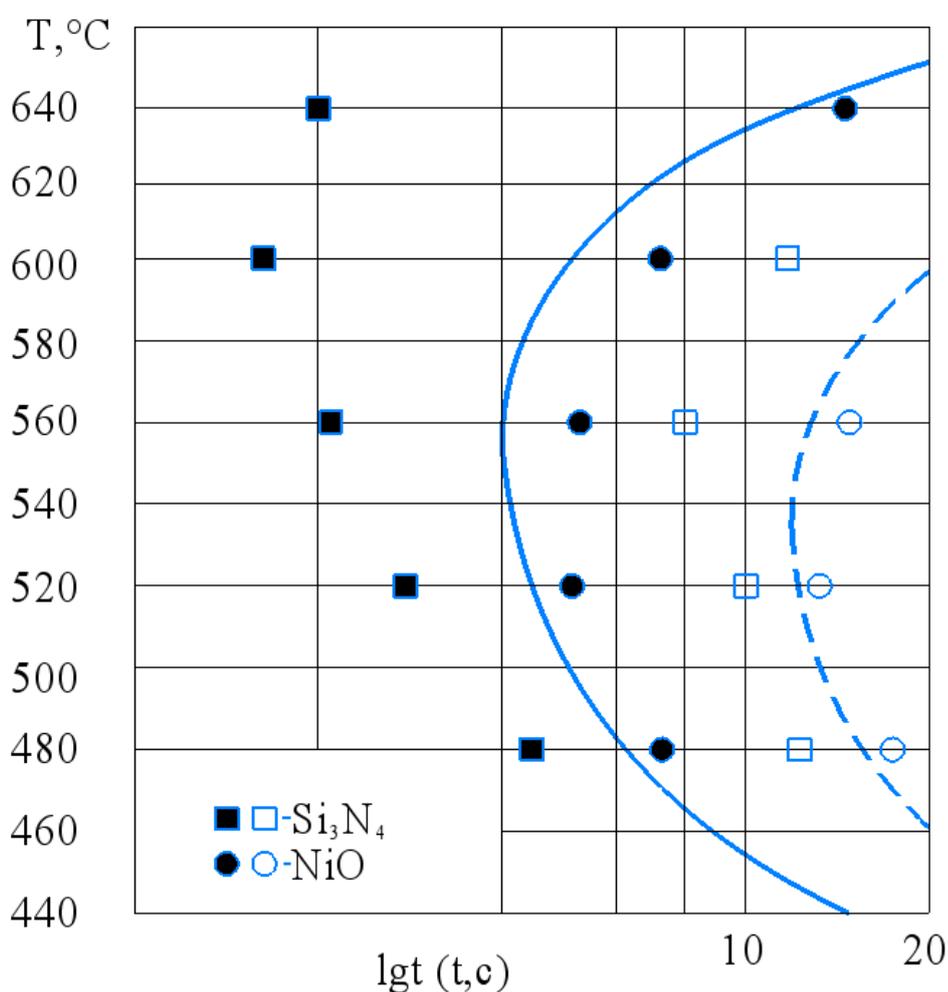


Рисунок 5.5 – Влияние ультрадисперсных добавок в сталь на основе порошка ПЖРВ2.200.26 (заштрихованные маркеры); - на основе порошка Н4Д2М (незаштрихованные маркеры) на начальную фазу распада аустенита

Добавление нитрида кремния способствует распаду аустенита, повышая температуру минимальной устойчивости аустенита и сокращению инкубационного периода. Это объясняется созданием включениями добавки областей облегченного появления зародышей феррита и карбида железа. Добавление оксида никеля приводит к повышению содержания никеля в твердом растворе, что замедляет диффузионные процессы и распад аустенита.

В работе [235] показано, что «в интервале температур 700 - 600°C аустенит распадается на пластинчатый перлит, при температуре минимальной устойчивости продуктом распада аустенита является троостит, а в области температур от 500 до 250°C превращение аустенита происходит с образованием бейнита»[235].

Для доэвтектоидных сталей распаду аустенита предшествует выделение феррита. При этом поверхность пор является областью преимущественного выделения и роста ферритных включений, по сравнению с высокоугловыми границами. Такой механизм зарождения зерен феррита обуславливает отсутствие видманштеттовой структуры, снижающей механические свойства. Выделение избыточной ферритной составляющей происходит стадийно. Сначала происходит образование микрообъема со кристаллической структурой близкой к равновесной структуре феррита. Затем этот микрообъем трансформируется в устойчивый центр новой фазы, путем диффузионного изменения химического состава.

Особенности порошковой структуры стали, а именно наличие свободных поверхностей пор с повышенной диффузионной подвижностью атомов, приводит к преимущественному зарождению ферритной фазы именно на этих поверхностях, что отражается в смещении С-кривых превращения аустенита на диаграммах. Приведём механические свойства спечённых ПС (пористость 10%) в зависимости от температурного интервала превращения (таблица 5.5).

Таблица 5.5 – Механические свойства спеченных порошковых сталей

Состав стали	Температурный интервал, °С	Механические свойства		
		σ_B , МПа	HRB	δ , %
ПЖРВ2.200.26+0,8%С	700-680	220	70	11
	650-630	260	82	13
	600-550	280	88	13
ПЖРВ2.200.26+0,8%С+1%NiO	700-680	222	71	11
	650-630	262	83	12
	600-550	281	89	12
ПЖРВ2.200.26+0,8%С+0,2%Si ₃ N ₄	700-680	270	85	10
	650-630	290	90	10
	600-550	310	95	9
Н4Д2М+0,8%С	680-660	780	80	8
	630-600	795	83	9
	570-540	800	87	10
Н4Д2М+0,8%С+1%NiO	680-660	850	92	11
	630-600	860	103	11
	570-540	880	106	12
Н4Д3М+0,8%С+0,2% Si ₃ N ₄	680-660	810	102	7
	630-600	860	105	8
	570-540	880	108	8

Повышение скорости охлаждения снижает температурный интервал распада аустенита. При этом возрастает дискретность феррито-цементитной смеси, обуславливающая повышение предела прочности и твердости. Рассмотрим влияние ультрадисперсных добавок. Введение оксида никеля в шихту на основе порошка ПЖРВ2.200.26 практически не влияет на

механические свойства стали. Благоприятное влияние этой добавки проявилось на стадии спекания, в ходе которого произошло восстановление оксида и растворение никеля в железной матрице. Охлаждение после спекания привело к образованию перлитной структуры без металлографически выявляемых дисперсно-упрочняющих включений. Поэтому при последующей термической обработке, основанной на аустенито-перлитном превращении, отсутствует эффект упрочнения от дополнительных включений. При использовании порошка Н4Д2М влияние вводимой в шихту добавки оксида никеля более заметен. Это обстоятельство можно объяснить концентрацией никеля в ферритной составляющей до 5% и повышением эффективности упрочнения феррита с ростом содержания никеля в твердом растворе. В отличие от оксида никеля введенные в шихту частицы нитрида кремния сохраняются в структуре стали в виде включений упрочняющей фазы. Данный характер структуры способствует зарождению зародышей новых фаз при распаде аустенита и повышает предел прочности и твердость за счет эффекта дисперсионного упрочнения.

5.1.4 Мартенситное превращение при закалки спеченных сталей

Среди видов термической обработки сталей закалке уделяется особое внимание. Поэтому мартенситное превращение исследовалось во многих работах [229,236,237]. Авторы указывают, что хотя общая линейная зависимость M_n от пористости признана, для практического применения этого положения требуется экспериментальное определение фактической температуры M_n для стали, изготовленной из конкретного порошкового состава. Авторы в работах [236,237] рекомендуют значения оптимальных температурных интервалов нагрева под закалку спеченных порошковых сталей с пористостью 10,20,30% соответственно 850-870-890(0,5%С), 820-850-

880±10°C (0,8 и 1,2%С), время выдержки при нагреве было принято одинаковым и выбрано из расчета 2мин/мм² [236,237].”

Исследования мартенситного превращения в сталях эвтектоидного состава, проведенные на используемых отечественных порошках, показали заметное влияние пористости на начало мартенситного превращения, смещая его в область более высоких температур (рис. 5.6).

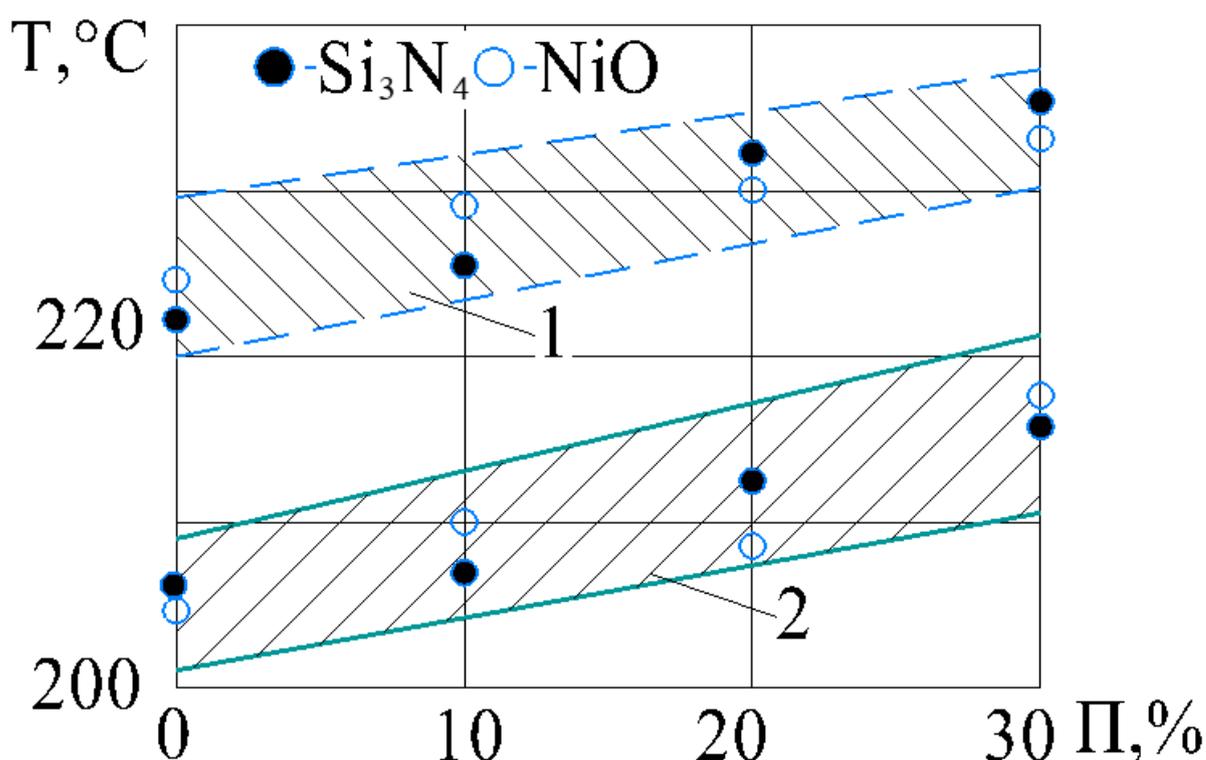


Рисунок 5.6 – Температура начала мартенситного превращения M_n в зависимости от пористости для сталей с 0,8% С:
зона 1 – Н4Д2М; зона 2–ПЖРВ 2.200.26

На рисунке 5.5 выделены температурные интервалы начала мартенситного превращения для спеченных ПС. Маркерами указаны температуры M_n для сталей с ультрадисперсными добавками. Результаты экспериментов показали, что добавки не влияют на температуру M_n , так как маркеры находятся в температурных интервалах соответствующих сталей.

Пористость в спеченных сталях способствует ускорению мартенситного превращения за счет следующих факторов: более легкого зарождения мартенсита на поверхности пор и меньшего сопротивления пористого аустенита деформациям превращения. Это приводит к повышению температуры начала мартенситного превращения с ростом пористости.

Также, увеличение температуры M_n с повышением пористости объясняется сегрегациями в исходном аустените вследствие повышенной диффузионной подвижности ионов в дефектных микрообъемах матрицы. В-третьих, возможность изменения степени дефектности и организации дефектной структуры спеченных ПС в объемах у поверхностей пор.

При достижении температуры мартенситного превращения энергетически выгодным становится образование небольших объемов мартенсита, которые зарождаются преимущественно на существующих в структуре скоплениях дефектов кристаллического строения.

Высокая температура и длительность спекания делают маловероятным влияние пор на плотность дислокаций или дефектную структуру вокруг них. Предполагается, что поры не влияют на температуру, начала мартенситного превращения M_n через изменение дефектной структуры. Можно заключить что присутствие пор в спеченных сталях влияет на кинетику мартенситного превращения, не изменяя дефектную структуру, а путем обеднения углеродом приповерхностных слоев и релаксации упругих напряжений на поверхности пор, что меняет энергетический баланс процесса.

Таким образом, основная мысль заключается в том, что распределение мартенсита и аустенита в спеченной стали может быть различным и зависит от технологии, получения стали и ее легирования (Ni, Mo и др). В одном случае мартенсит преимущественно образуется у поверхности пор, а в другом - в межпоровом пространстве, с образованием аустенитной оторочки вокруг пор. Степень легирования порошковой стали определяет, будет ли мартенситное превращение развиваться преимущественно у поверхности пор,

в межпоровом пространстве или относительно индифферентно по отношению к месту зарождения. Это зависит от технологии получения ПС и ее химического состава.

Для анализа структуры закаленных спеченных сталей были проведены рентгеновские исследования состояния мартенсита. Для исследования использовались образцы углеродистых спеченных сталей пористостью 10; 20; 30%, содержащие 0,5; 0,8 и 1,2% углерода. Температуру и время под закалку спеченных сталей определяли по результатам измерения твердости и микроструктурного анализа. Охлаждение при закалке исследуемых спеченных сталей проводили в воде, имеющей нормальную температуру для исключения появления немартенситных продуктов распада переохлажденного аустенита.

Результаты рентгеновских исследований состояния мартенсита закаленных спеченных сталей с ультрадисперсными добавками (1% NiO; 0,2% Si₃N₄) представлены на рисунках 5.7-5.9.

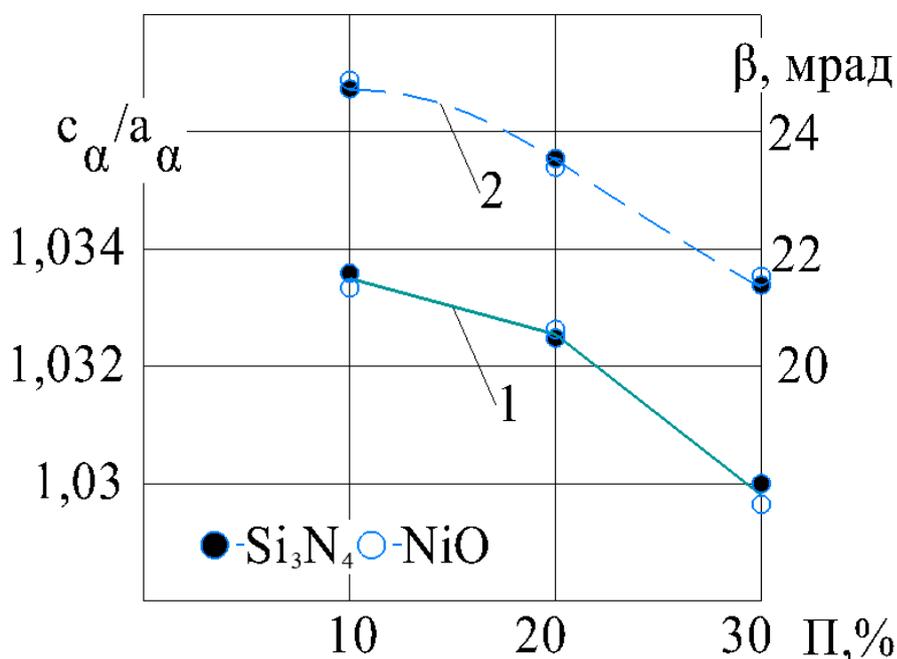


Рисунок 5.7 – Зависимость тетрагональности мартенсита (1) и физического уширения профиля РДЛ {211} мартенситного синглета (2) от пористости (0,8 %C)

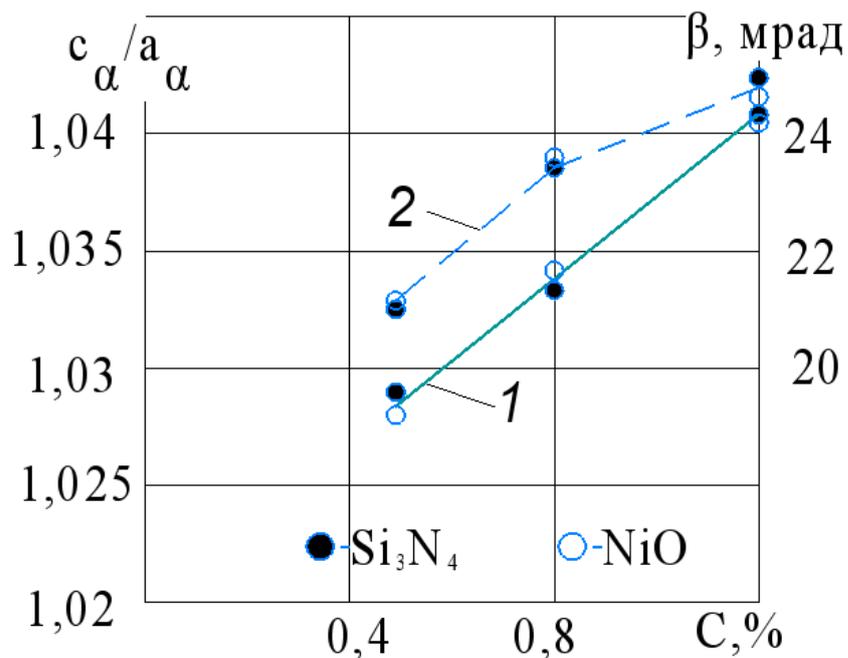


Рисунок 5.8 – Зависимость тетрагональности мартенсита (1) и физического уширения профиля РДЛ {211} мартенситного синглета (2) от содержания углерода ($\Pi=10\%$).

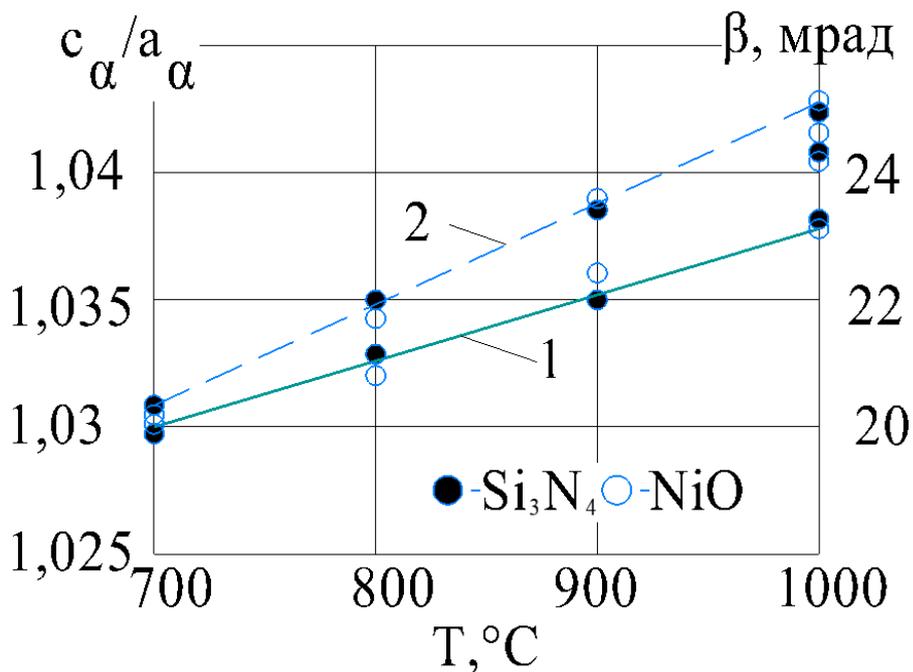


Рисунок 5.9 – Зависимость тетрагональности мартенсита (1) и физического уширения профиля РДЛ {211} мартенситного синглета (2) от температуры нагрева (0,8% С, $\Pi=10\%$)

Из результатов исследования следует, что закономерности изменения характеристик мартенсита от содержания углерода и температуры нагрева подчиняются закономерностям, характерным для компактных сталей. Повышение пористости приводит к уменьшению степени тетрагональности c_{α}/a_{α} и физического уширения профиля РДЛ {211} мартенситного синглета (β).

Введение ультрадисперсных добавок практически не влияют на характеристики мартенсита. Рассмотрим влияние пористости и применение ультрадисперсных добавок на минимальный инкубационный период аустенитного распада и критическую скорость закалки (табл. 5.6).

Таблица 5.6 – Минимальный инкубационный период распада и критическая скорость закалки

Состав стали	Пористость, %	Минимальный инкубационный период распада аустенита, с	Критическая скорость закалки, °/с
ПЖРВ2.200.26+0,8%С	10	7	47
	20	3	73
	30	2,1	95
ПЖРВ2.200.26+0,8%С+1%NiO	10	8	42
	20	4	68
	30	2,8	88
ПЖРВ2.200.26+0,8%С+0,2%Si ₃ N ₄	10	5	180
	20	2	200
	30	1,5	240
Н4Д2М+0,8%С	10	11	26
	20	10,5	30
	30	8	34
Н4Д2М+0,8%С+1%NiO	10	12	24
	20	11	27
	30	10	30
Н4Д2М+0,8%С+0,2% Si ₃ N ₄	10	9	25
	20	8	28
	30	6	37,5

Из основ порошковой металлургии известно, что при повышении пористости снижается теплопроводность стали. В качестве охлаждающей жидкости использовалась вода при 18°C, обеспечивающая скорость охлаждения 600 °C/с в температурном интервале 650-450°C. Критическая скорость закалки значительно уступает охлаждающей способности закалочной жидкости.

Введение в шихту нитрида кремния уменьшает продолжительность инкубационного периода распада аустенита и увеличивает критическую скорость закалки. Добавление оксида никеля приводит к противоположному результату – увеличивает длительность инкубационного периода аустенитного распада и понижает критическую скорость закалки.

Проведенные исследования согласуются с работами авторов [230,235,236] в следующих моментах:

“1. Мартенситное превращение аустенита в компактных и порошковых сталях подчиняется одним и тем же основным закономерностям.” [230].

“2. Наличие пористости и связанные с ней структурные особенности в порошковых сталях (обедненные углеродом области, повышенная дефектность, микровключения) обеспечивают другую движущую силу превращения.” [235,236].

“3. Эти структурные особенности порошковых сталей могут служить центрами зарождения мартенситного превращения, которое в этом случае начинается раньше.” [235,236].

“4. Повышение пористости и усложнение структурного состояния порошковых сталей приводит к повышению точки начала мартенситного превращения (M_n) и снижению твердости мартенсита.” [235,236].

Можно отметить основные причины снижения твердости мартенсита:

1. Повышение температуры начала мартенситного превращения (точки M_n) в порошковых сталях из-за их пористой структуры. При последующем охлаждении ниже M_n происходит частичный распад пересыщенного твердого

раствора мартенсита, снижая содержание углерода и тетрагональность кристаллической решетки.

“2. Уменьшение тетрагональности мартенсита при одинаковом содержании углерода в стали по мере увеличения пористости. Это обнаружено также рядом авторов в работах [228, 235, 236].”.

“3. Мартенсит представляет собой пересыщенный твердый раствор, образующийся за короткий период времени по сдвиговому механизму. Особенности этого превращения в пористой структуре также могут влиять на свойства получаемого мартенсита. Таким образом, главная мысль состоит в том, что пониженная твердость мартенсита в порошковых сталях обусловлена повышением температуры M_n , частичным распадом пересыщенного мартенсита при охлаждении, уменьшением тетрагональности из-за пористости, а также особенностями кинетики и механизма $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в пористой структуре.” [235,236].

5.1.5 Отпуск спеченных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами

В теории фазовых превращений структурные изменения при отпуске закаленных сталей связаны с распадом мартенсита, превращением остаточного аустенита, формированием цементита и коагуляцией включений цементита [234,235]. Исследования процесса отпуска закаленной спеченной ПС показали, что пористость и добавка ультрадисперсного порошка нитрида кремния способствуют снижению температурных интервалов превращений при отпуске. Добавление ультрадисперсного порошка оксида никеля, действует в противоположном направлении, повышая температурные интервалы превращений при отпуске. Схематично данные зависимости показаны на рисунке 5.10.

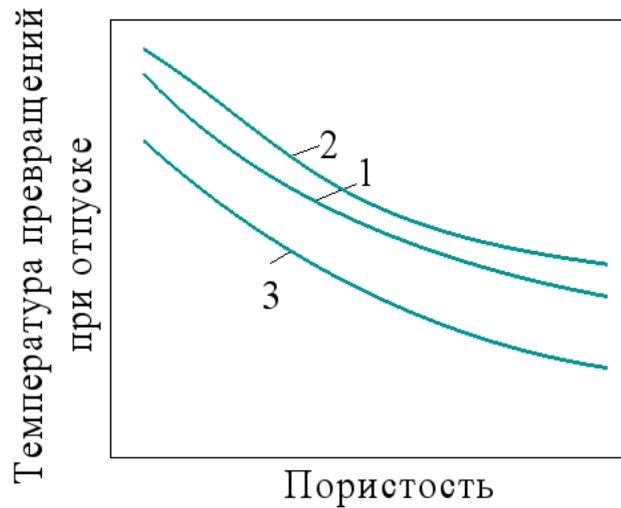


Рисунок 5.10 – Зависимость температуры превращений при отпуске от пористости: 1 – ПС без добавок, 2 – ПС+1% NiO, 3 – ПС+0,2%Si₃N₄.

Рассмотрим влияние ультрадисперсных добавок на изменение тетрагональности мартенсита стали (рис. 5.11-5.13). Основой стали является порошок ПЖРВ2.200.26.

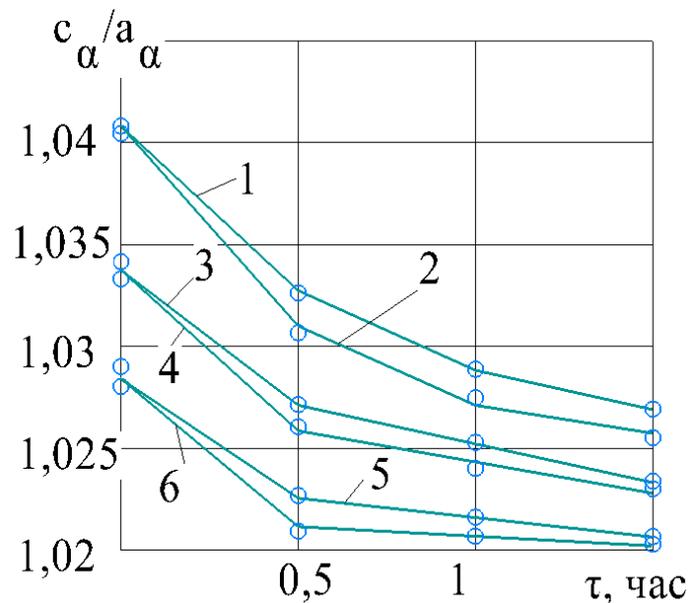


Рисунок 5.11 – Зависимость тетрагональности мартенсита от времени выдержки при температуре отпуска 100°C и состава стали:

- 1–ПЖРВ+1,2%С, ПЖВ+1,2%С+1%NiO; 2–ПЖРВ+1,2%С+0,2%Si₃N₄;
- 3–ПЖРВ+0,8%С, ПЖВ+0,8%С+1%NiO; 4–ПЖРВ+0,8%С+0,2%Si₃N₄;
- 5–ПЖРВ+0,5%С, ПЖВ+0,5%С+1%NiO; 6–ПЖРВ+0,5%С+0,2%Si₃N₄

Установлено, что увеличение времени выдержки при 100°C усиливает степень распада мартенсита как по двухфазному, так и по однофазному механизмам. Для закаленных спеченных ПС с содержанием углерода 0,8% и 1,2% двухфазная стадия распада мартенсита завершается при 100°C соответственно за 0,5 и 1 час выдержки. В закаленной спеченной ПС с содержанием углерода 0,5% двухфазный распад мартенсита полностью завершается уже в процессе закалочного охлаждения до комнатной температуры до начала отпуска.

Добавление в шихту оксида никеля не оказывает влияние на превращение мартенсита при низкой температуре отпуска, что свидетельствует об отсутствии влияния повышения содержания никеля в мартенсите на диффузию атомов углерода. Включения нитрида кремния облегчают образование карбидной фазы, что проявляется в снижении тетрагональности мартенсита.

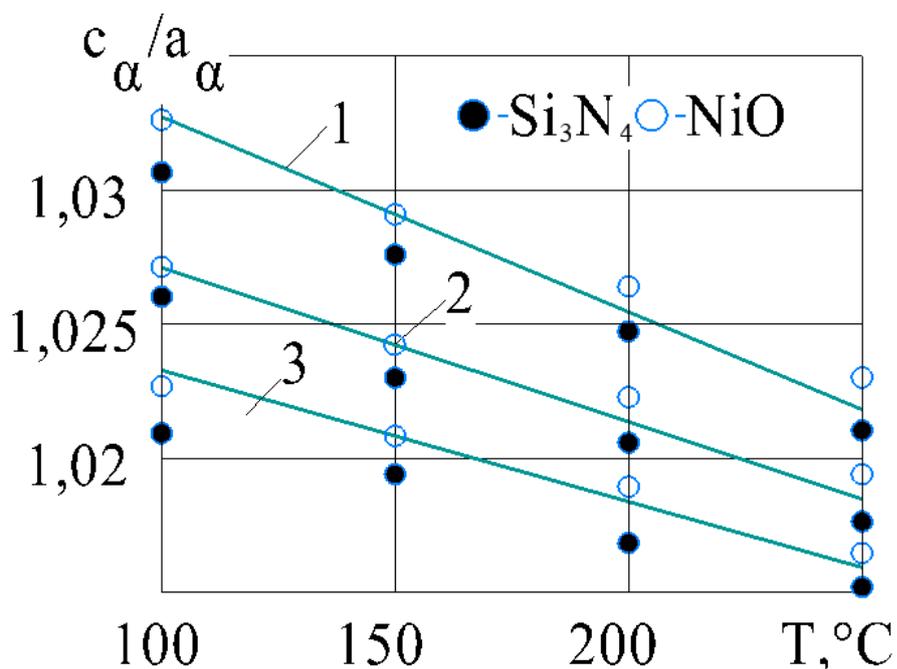


Рисунок 5.12 – Зависимость тетрагональности мартенсита от температуры отпуска при выдержке в течении 0,5 часа и состава стали при П=15%
1–1,2%С; 2–0,8%С; 3–0,5%С

При температуре отпуска 150°C и выше сказывается замедление снижения тетрагональности мартенсита с введением в состав шихты ультрадисперсного оксида никеля. Этот эффект усиливается при формировании спеченной ПС на основе порошка Н4Д2М (рис. 5.13).

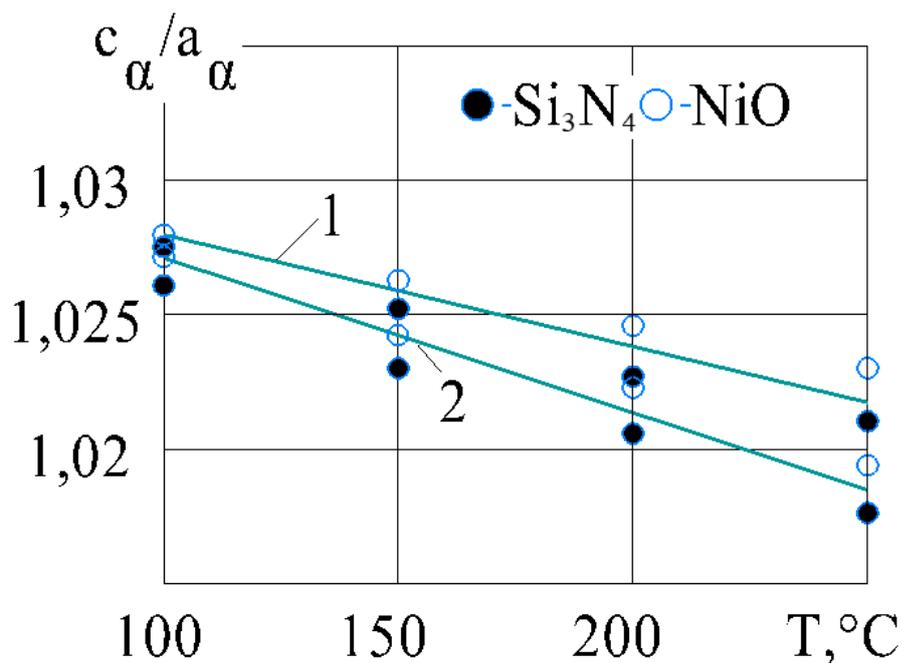


Рисунок 5.13 – Зависимость тетрагональности мартенсита от температуры отпуска при выдержке в течении 0,5 часа и состава стали:
1–Н4Д2М+0,8%С; 2–ПЖРВ2.200.26+0,8%

Рассмотрим влияние пористости на характеристики мартенсита (рис. 5.14).

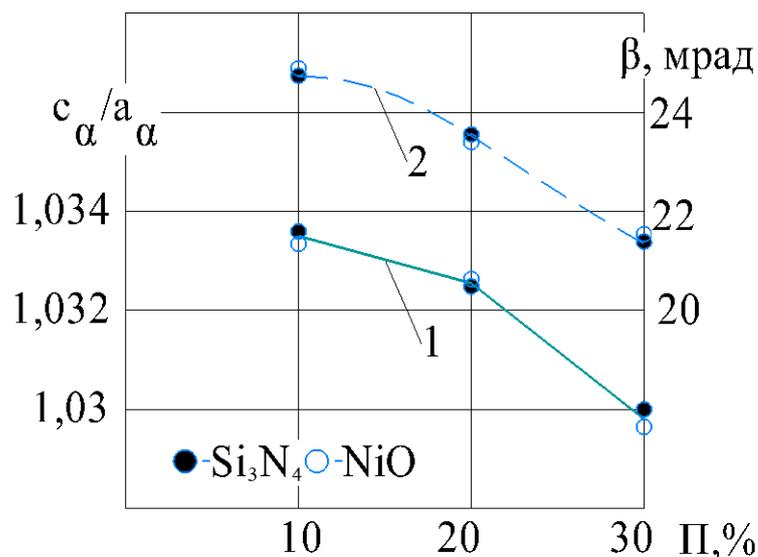


Рисунок 5.14 – Зависимость тетрагональности мартенсита (1) и физического уширения профиля РДЛ {211} мартенситного синглета (2) от пористости при температуре отпуска 100°С в течение 0,5 час (1,2%С)

Приведенные данные свидетельствуют об активизации распада мартенсита с увеличением пористости. “Первой стадией распада пересыщенного углеродом α -твердого раствора при отпуске является выделения промежуточных метастабильных карбидов, предшествующая образованию и коагуляции кристаллов цементита.” [236].

При низкотемпературном отпуске легированных сталей состав выделяющихся карбидов определяется исходным составом мартенсита, поскольку диффузия легирующих элементов ограничена, а их атомы включаются в решетку карбидов. Зарождение карбидов зависит от содержания углерода в мартенсите. Причиной наблюдаемых процессов при отпуске является наличие в спеченной стали свободной поверхности пор, характеризующейся высокой диффузионной подвижностью атомов и, в частности, углерода.

При отпуске закаленных сталей остаточный аустенит претерпевает превращение в определенном температурном диапазоне, который сужается с

увеличением времени отпуска, а продуктами этого превращения становятся пересыщенный углеродом феррит и карбиды [236,237].

Превращение остаточного аустенита при отпуске сталей аналогично бейнитному превращению, где сдвиговый переход $\gamma \rightarrow \alpha$ контролируется диффузией углерода, а выделение карбидов может происходить из аустенита или феррита в зависимости от состава стали и параметров отпуска.

Повышение температуры отпуска выше 100°C ($\tau=0,5\text{ч}$) приводит к уменьшению объемной доли остаточного аустенита V_γ спеченных ПС (рис. 5.14).

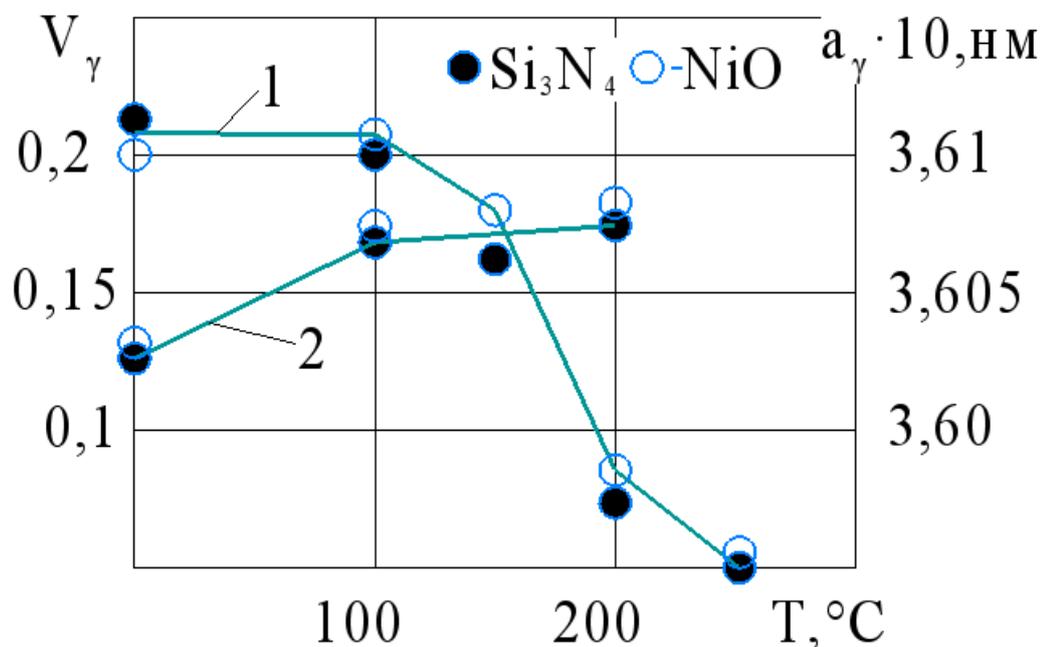
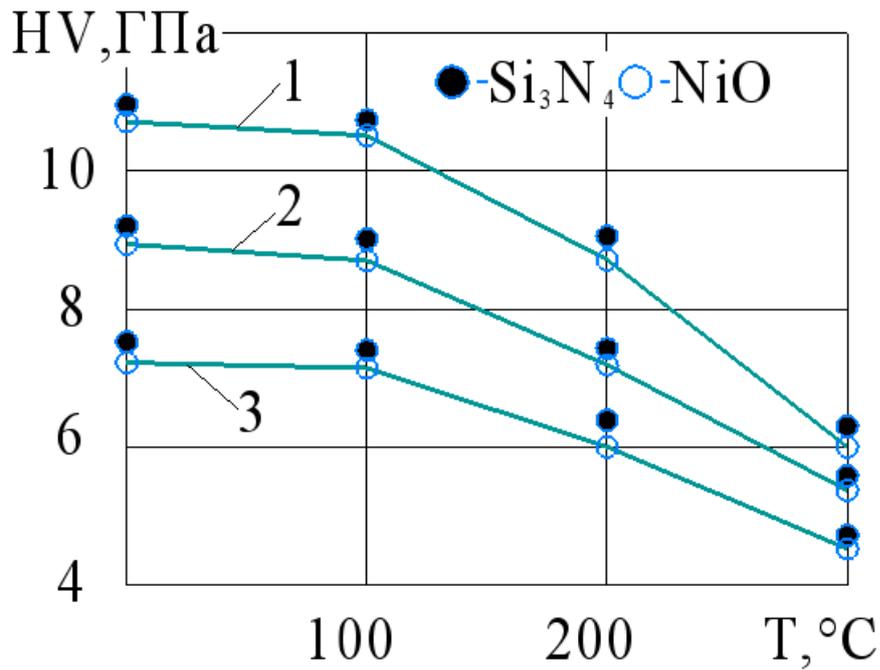


Рисунок 5.14 – Зависимость объемной доли V_γ (1) и параметра решетки a_γ (2) остаточного аустенита от температуры отпуска спеченной стали (0,8% C; П-10%)

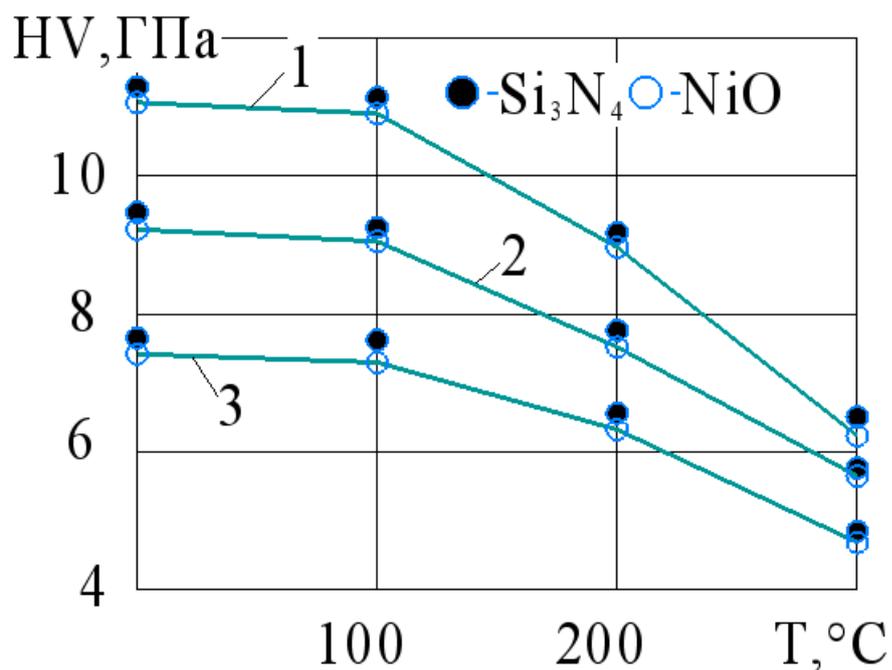
Превращение остаточного аустенита при отпуске закаленной спеченной ПС завершается при температуре 250°C . При этом изменяется параметр решетки a_γ остаточного аустенита. Повышение температуры отпуска приводит к росту a_γ вследствие уменьшения жесткости металлической матрицы и выделением карбидной фазы из аустенита. Добавление в шихту оксида никеля

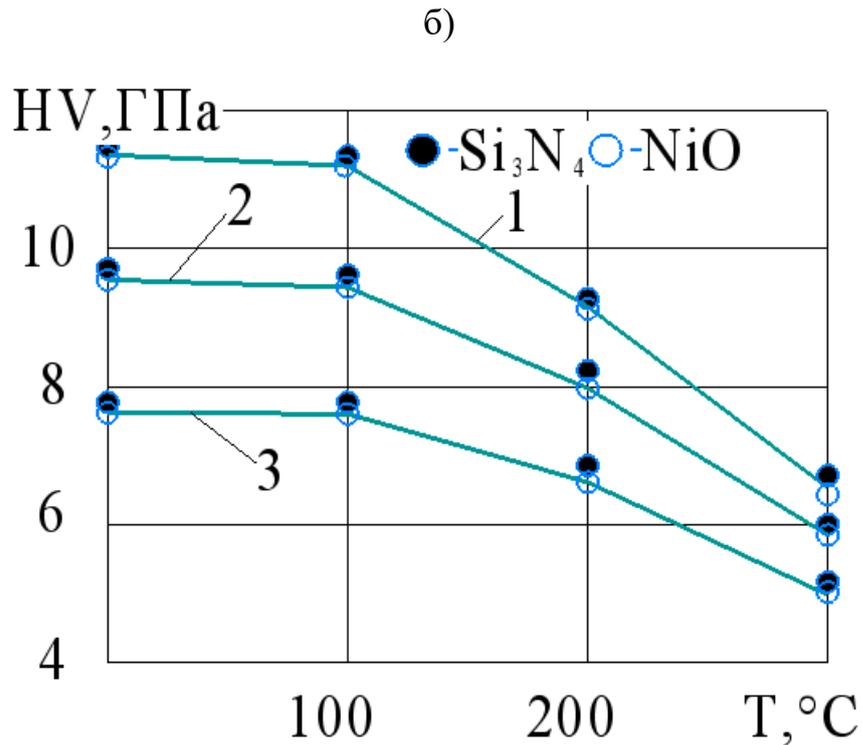
приводит к образованию твердого раствора никеля в аустените и повышению его параметра, так как ионный радиус никеля превышает ионный радиус железа [238].

Результаты измерения микротвердости мартенсита спеченных ПС, модифицированных ультрадисперсными добавками, с различными пористостями и содержание углерода представлены на рис. 5.15.



a)



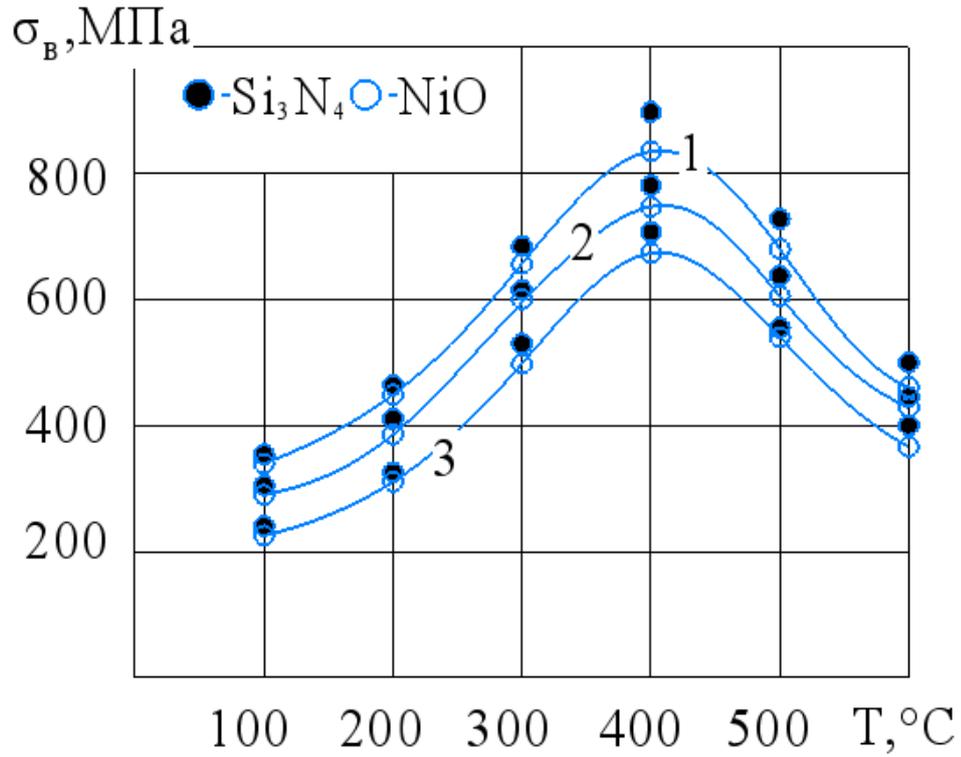


в)

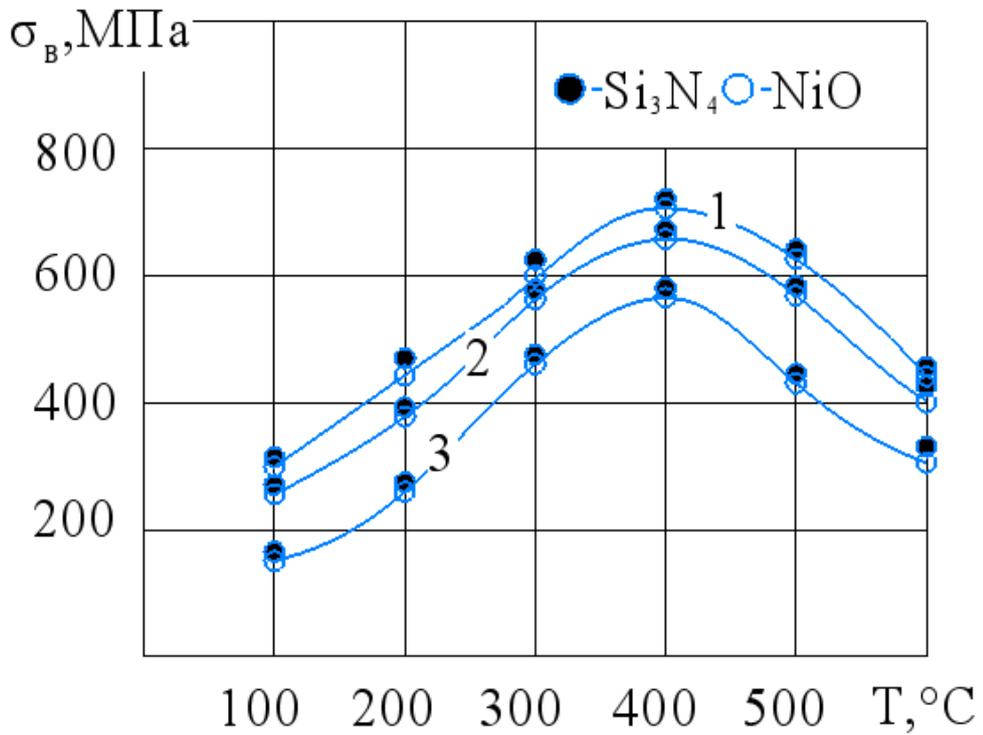
Рисунок 5.15–Зависимость микротвердости мартенсита спеченных ПС с ультрадисперсными добавками с содержанием углерода 0,5% (а), 0,8% (б), 1,2% (в) от температуры отпуска ($\tau=0,5$ ч):
 1– П=10%; 2– П=20%; 3– П=30%

Как видно из рис.5.15, наблюдается различный характер изменения микротвердости мартенсита на начальной стадии отпуска до температуры 100°C и в интервале температур 100-300°C независимо от значений остаточной пористости. Добавление в шихту ультрадисперсных частиц нитрида кремния способствует повышению микротвердости мартенсита, так как твердость нитрида кремния превосходит твердость мартенсита.

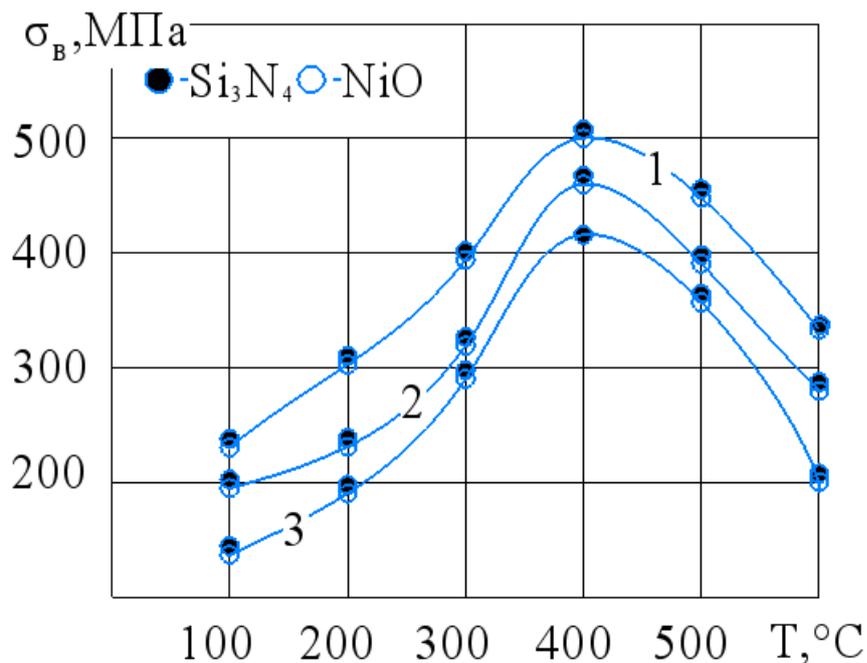
Рассмотрим характер изменения механических свойств спеченных ПС с ультрадисперсными добавками при отпуске (рис. 5.16. 5.17).



а)



б)

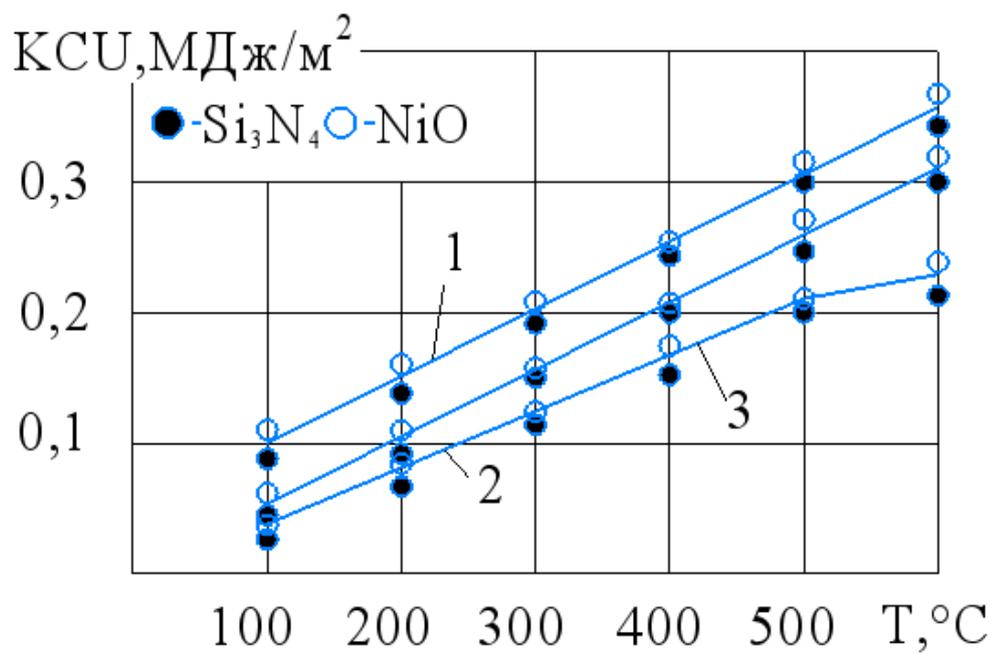


в)

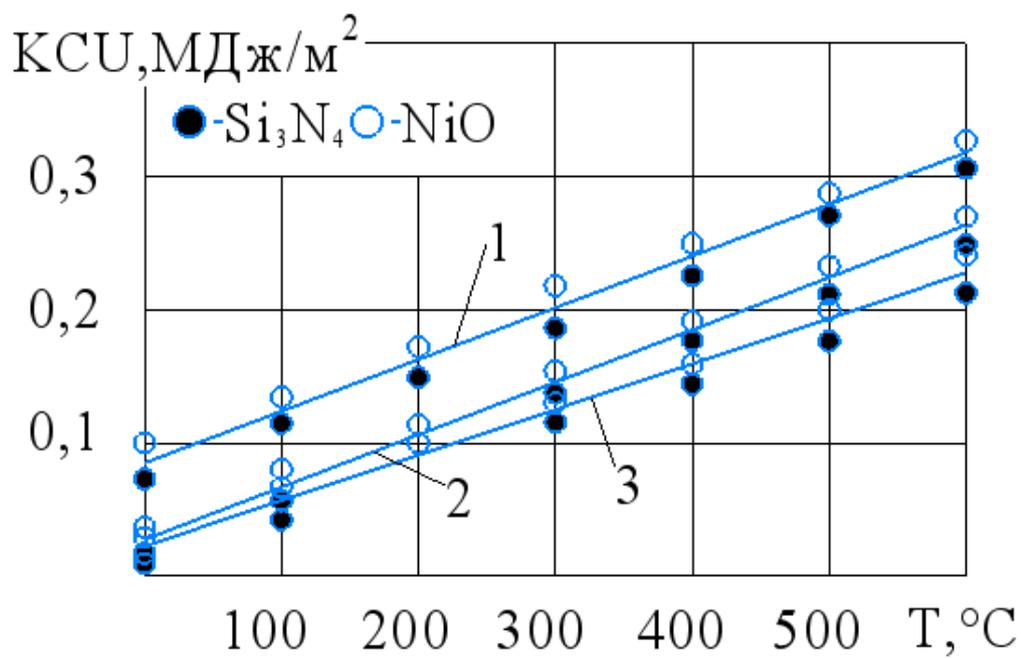
Рисунок 5.16 – Зависимость предела прочности спеченных ПС с ультрадисперсными добавками с содержанием углерода 0,5% (а), 0,8% (б), 1,2% (в) от температуры отпуска ($\tau=0,5$ ч):

1– П=10%; 2– П=20%; 3– П=30%

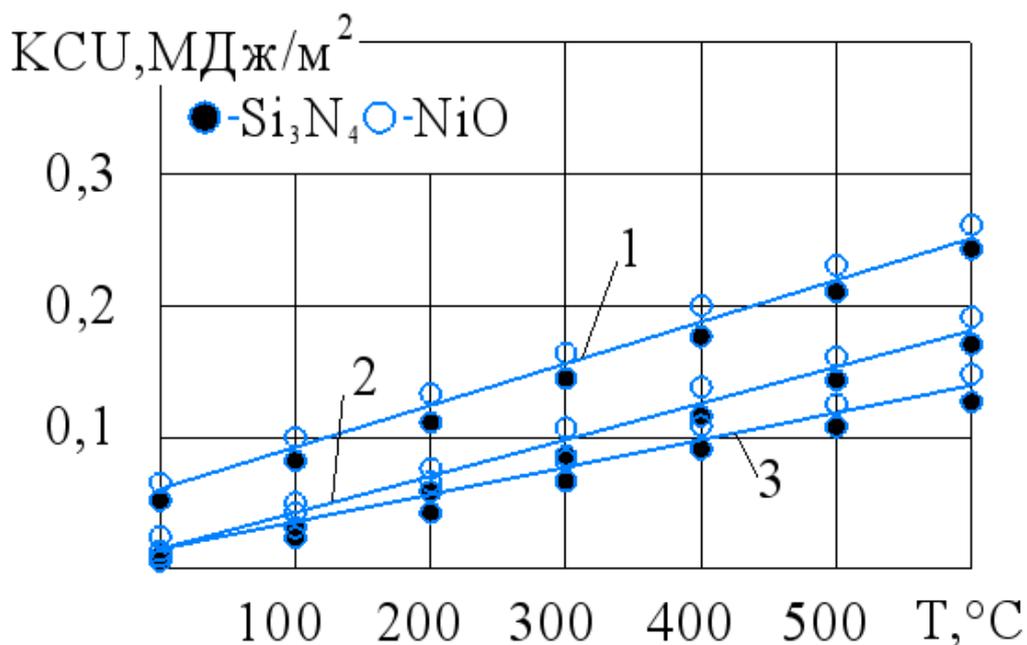
Предел прочности спеченных ПС при повышении температуры отпуска возрастает, достигает максимальных значений, а затем снижается. С повышением пористости прочность спеченных ПС уменьшается как по причине ослабления несущего сечения, так и в результате увеличения количества пор, играющих роль концентраторов напряжения.



a)



б)



в)

Рисунок 5.17 – Зависимость ударной вязкости спеченных ПС с ультрадисперсными добавками с остаточной пористостью 10% (а), 20% (б), 30% (в) от температуры отпуска ($\tau=0,5$ ч):
1-0,5%С; 2- 0,8%С; 3- 1,2%С

Характер зависимостей ударной вязкости закаленных ПС от температуры отпуска в отличие от экстремальных зависимостей предела прочности является практически линейным. Повышение пористости негативно сказывается на значениях ударной вязкости, механических свойств, как предел прочности при растяжении и ударная вязкость.

Повышение содержания углерода в порошковых сталях приводит к некоторому росту прочности и снижению пластичности из-за изменения структурного состояния матрицы, вызванного особенностями протекания мартенситного превращения и превращений при отпуске в этих сталях. В частности, в результате интенсификации мартенситного превращения (повышения температуры его начала и усиления темпа его развития) в высокоуглеродистых спеченных ПС фиксируется малая объемная доля остаточного аустенита, которая не в состоянии оказать преобладающее (над

действием мартенсита) влияние на изменение характеристик их прочности при отпуске.

В закаленных порошковых сталях прочностные свойства при низких температурах отпуска определяются конкурирующим влиянием содержания углерода в мартенсите и остаточного аустенита, а максимальная прочность достигается при температуре отпуска 400°C , которая выше, чем для компактных сталей.

Так, по данным работ [238,239] эта температура для среднеуглеродистых сталей, содержащих порядка $0,5\%C$, находится в пределах $200-205^{\circ}\text{C}$. Полученные результаты в первом приближении можно объяснить следующими положениями.

Таким образом, установлено различные подходы к достижению максимальных прочностных свойств в компактных и спеченных порошковых сталях, связанных с необходимостью учета концентрации напряжений в порах порошковых сталей, что требует формирования более пластичной структуры при более высоких температурах отпуска.

Наличие в составе спеченных ПС ультрадисперсных добавок не оказывает существенного влияния на уровень значений предела прочности и ударной вязкости. Частицы оксида никеля теряют свою идентичность на стадии спекания ПС. А включения нитрида кремния могут играть роль упрочняющей фазы, а также являться источниками концентрации напряжений на границе структурных элементов, отличающихся уровнем механических свойств.

Общим для кинетики фазовых превращений в спеченных ПС является облегчение зарождения зародышей новой фазы и уменьшением работы их образования.

5.2 Влияние режимов отжига на структуру и свойства горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами

Производство высокоплотных горячедеформированных сплавов из металлических порошков остается одним из перспективных направлений порошковой металлургии, что объясняется высоким уровнем эксплуатационных свойств и широкой номенклатурой геометрических форм получаемых изделий. При формировании таких материалов протекают различные процессы, отвечающие за их технический уровень, особое место среди которых занимает сращивание между частицами.

Термическая обработка является наиболее распространенной последеформационной операцией, применяемой к порошковым сталям [132]. Принципиальные положения теории этого процесса, разработанные для компактных материалов, справедливы и для порошковых. Однако, специфика структуры последних вносит количественные и качественные изменения в кинетику процессов, происходящих при различных видах термической обработки. Поэтому при разработке новых сплавов необходимо уделять большое внимание исследованию влияния термической обработки на их структуру и свойства [3, 5, 219].

Свойства ГДПС зависят от условий их формирования, оказывающих существенное влияние на уплотнение, структурообразование и характер межчастичного сращивания. В результате деформационного, термического и термодформационного воздействия на стали на подавляющей части контактной межчастичной поверхности сращивание заканчивается насыщением межатомных связей с трансформацией межчастичной поверхности сращивания (МЧПС) в высокоугловые межзеренные границы. На контактных участках, возникающих на последней стадии уплотнения, МЧПС характеризуется неравновесной сегрегацией и наличием зернограничных субмикропор. В четвертой главе описано формирование ГДПС,

модифицированных ультрадисперсными добавками, и показано, что качественное межчастичное сращивание достигается либо в процессе горячей допрессовки, либо в результате дополнительной обработки с критической степенью деформации. Рассмотрим возможность заменить эту дополнительную технологическую операцию отжигом. Для достижения поставленной цели использовали ГДПС, при формировании которых температура горячей допрессовки составляла 950°C и 1150°C с различным уровнем межчастичного сращивания. Влияние температуры отжига на механические свойства ГДПС представлено в таблице 5.7. В числителе приведены значения свойств ГДПС, сформированных при 1150°C, в знаменателе – при 950°C.

Таблица 5.7 - Зависимость механических свойств ГДПС от температуры отжига

Состав ГДПС	Свойства	Температура отжига, °C		
		800	900	1000
ПЖРВ+0,5%С	σ_B , МПа	480/435	490/430	470/425
	Ψ , %	33/8	35/12	30/18
	КСУ, МДж/м ²	0,45/0,25	0,5/0,27	0,35/0,3
ПЖРВ+0,5%С+0,1%Si ₃ N ₄	σ_B , МПа	540/480	550/470	530/470
	Ψ , %	33/7	36/10	32/15
	КСУ, МДж/м ²	0,5/0,28	0,53/0,35	0,56/0,37
ПЖРВ+0,5%С+2%NiO	σ_B , МПа	520/450	520/460	505/465
	Ψ , %	34/5	35/10	35/14
	КСУ, МДж/м ²	0,46/0,25	0,5/0,27	0,36/0,29
Н4Д2М+0,5%С	σ_B , МПа	880/840	890/830	870/840
	Ψ , %	25/10	30/11	28/13
	КСУ, МДж/м ²	0,51/0,15	0,6/0,16	0,45/0,18
Н4Д2М+0,5%С+0,1%Si ₃ N ₄	σ_B , МПа	935/900	940/890	920/880
	Ψ , %	34/13	36/15	30/18

	КСУ, МДж/м ²	0,58/0,16	0,6/0,17	0,45/0,2
Н4Д2М+0,5%С+2%NiO	σ_B , МПа	900/870	910/860	880/850
	Ψ , %	30/11	32/12	28/14
	КСУ, МДж/м ²	0,52/0,16	0,54/0,17	0,51/0,2
ПЖРВ+0,8%С	σ_B , МПа	610/460	620/480	600/490
	Ψ , %	25/4	27/6	20/8
	КСУ, МДж/м ²	0,65/0,35	0,7/0,4	0,55/0,43
ПЖРВ+0,8%С+0,1%Si ₃ N ₄	σ_B , МПа	670/515	680/525	680/535
	Ψ , %	25/4	28/6	22/8
	КСУ, МДж/м ²	0,70/0,38	0,73/0,48	0,76/0,53
ПЖРВ+0,8%С+2%NiO	σ_B , МПа	650/485	650/490	635/510
	Ψ , %	25/4	27/5	27/7
	КСУ, МДж/м ²	0,66/0,35	0,7/0,42	0,56/0,46
Н4Д2М+0,8%С	σ_B , МПа	1050/1000	1060/1015	1030/1025
	Ψ , %	19/6	24/7	22/9
	КСУ, МДж/м ²	0,72/0,2	0,83/0,22	0,66/0,27
Н4Д2М+0,8%С+0,1%Si ₃ N ₄	σ_B , МПа	1105/1030	1110/1060	1090/1070
	Ψ , %	25/10	27/12	24/14
	КСУ, МДж/м ²	0,78/0,21	0,85/0,24	0,77/0,29
Н4Д2М+0,8%С+2%NiO	σ_B , МПа	1080/1010	1090/1030	1060/1040
	Ψ , %	19/8	25/9	21/11
	КСУ, МДж/м ²	0,73/0,22	0,75/0,25	0,71/0,28

Приведенные результаты показывают, что наблюдаются отличия влияния температуры отжига на механические свойства ГДПС, сформированных при различных температурах горячей допрессовки. При отжиге сталей, сформированных при температуре горячей допрессовки 1150°С, повышение температуры отжига приводит к снижению предела прочности. Для этих сталей зависимости относительного сужения и ударной

вязкости носят экстремальный характер. Экстремальные значения данных свойств достигаются при температуре отжига 900°C . Такой характер зависимости сохраняется как при изменении содержания углерода, так и при использовании ультрадисперсных добавок и может быть объяснен следующими обстоятельствами. Повышение температуры отжига до 900°C сопровождается увеличением пластичности и ударной вязкости за счет устранения строчечности и снятию внутренних напряжений. Дальнейшее повышение температуры отжига до 1000°C приводит к устранению сфероидизации и росту зерен и полному снятию эффекта термомеханической обработки. Микроструктура доэвтектоидной стали показана на рис. 5.18. При температуре отжига 800°C наблюдается строчечность структуры, а при 1000°C – более крупные сфероидизированные зерна.

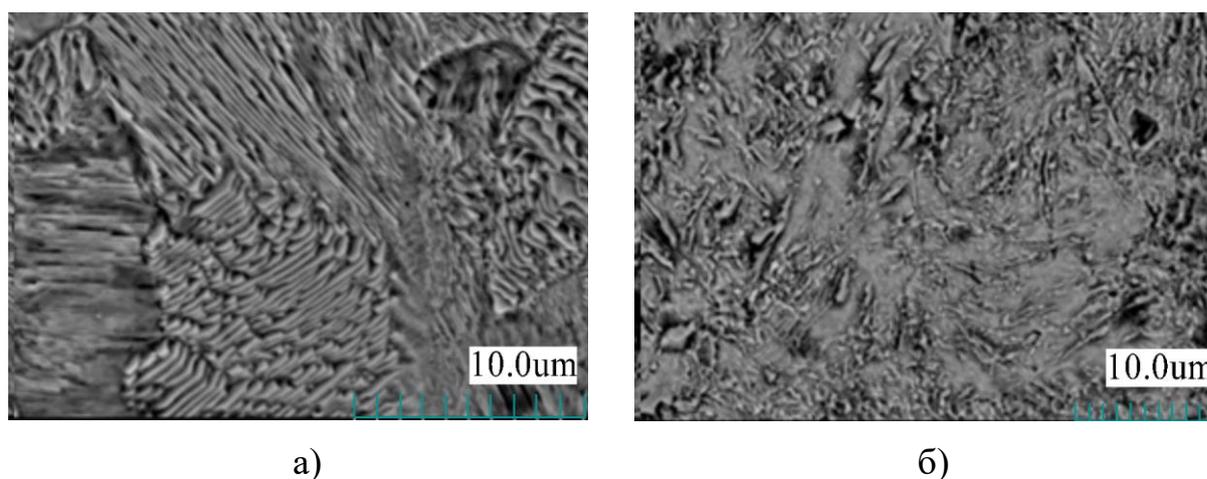


Рисунок 5.15 – Микроструктура порошковой стали на основе порошка $\text{H4Д2M}+0,5\%\text{C}+2\%\text{NiO}$ после отжига при температуре 800 (а) и 1000°C (б)

Следует отметить положительное влияние ультрадисперсных добавок на механические свойства отожженных ГДПС. Введение нитрида кремния оказалось более эффективным по сравнению с оксидом никеля.

ГДПС, сформированные при температуре горячей допрессовки 950°C , характеризуются незавершенным сращиванием на контактных поверхностях и пониженными механическими свойствами. Повышением температуры

отжига приводит к росту значений предела прочности, относительного сужения и ударной вязкости независимо от содержания углерода и применения ультрадисперсных добавок. Данное обстоятельство свидетельствует о повышении качества сращивания. Именно эта структурная морфология является определяющей уровень механических свойств данных ГДПС. Тем не менее сохраняется существенное различия в значениях относительного сужения и ударной вязкости отожжённых ГДПС, сформированных при температуре 950° и 1150°С.

Тот факт, что отжиг при высокой температуре не устраняет различие в уровне этих механических свойств свидетельствует, что данный вид термообработки не приводит к полному завершению межчастичного сращивания. Одного термического воздействия оказывается недостаточным для устранения структурного различия в зоне межчастичного взаимодействия, что подчеркивает превалирующую роль пластической деформации в формировании внутрикристаллитного сращивания.

5.3 Влияние режимов закалки и отпуска на структуру и свойства горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами

Влияние структуры порошковых сталей на термодинамику образования зародышей новой фазы и кинетику превращения можно регулировать технологией изготовления изделий. Формирование ГДПС с минимальной остаточной пористостью приближает критические точки порошковых сталей к соответствующим критическим точкам компактных материалов.

Эффективным методом повышения механических свойств является закалка с последующим отпуском [134, 147]. Условия закалки определяются в первую очередь содержанием углерода. ГДПС являются наследственно мелкозернистыми. Легирование некарбидообразующими элементами не влияет на склонность зерен аустенита к росту в пределах температуры нагрева

до 1100°C. Данное обстоятельство позволяет расширить температурный интервал нагрева под закалку; для ГДПС с содержанием углерода 0,5% он составляет 825 – 845°C.

Как показано в подразделе 5.2 дополнительный нагрев не позволяет полностью устранить зоны контактной поверхности с незавершенным сращиванием. Поэтому закалке с последующим отпуском подвергались образцы ПЖРВ.2.200.26+0,5%С и Н4Д2М+0,5%С после горячей допрессовки при температуре 1150°C с добавлением в каждый материал ультрадисперсных частиц (2% NiO, 0,1% Si₃N₄). Охлаждение проводили в воде и в масле. Скорость охлаждения составляла при температуре минимальной устойчивости аустенита соответственно 600 ÷ 500 и 150 ÷ 100 °C/с.

Закалка ГДПС дает возможность получить однородную структуру мартенсита с высокой твердостью (HV 7,5 ГПа). Это объясняется незначительной пористостью и благоприятной структурой, образующейся в процессе ГШ. На рисунке 5.16 показана микроструктура ГДПС, полученной на основе порошка ПЖРВ2.200.26 и содержащей 0,5%С.

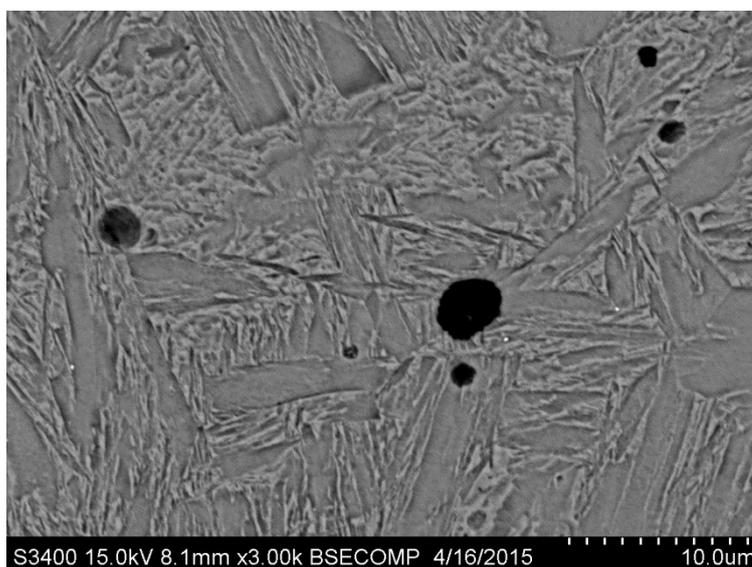


Рисунок 5.16 – Мартенсит горячедеформированной порошковой стали
ПЖРВ.2.200.26+ 0,5%С

Данная структура закаленной стали не содержит феррита и остаточного аустенита, что позволяет заключить о корректном проведении закалки.

Твердость закаленных ГДПС при температуре закалки 835°C представлена в табл. 5.8.

Таблица 5.8 – Твердость закаленных ГДПС

Порошковая сталь					
ПЖРВ. 2.200.26+ 0,5% С	ПЖРВ. 2.200.26+ 0,5% С+ 2% NiO	ПЖРВ. 2.200.26+ 0,5% С+0,1% Si ₃ N ₄	H4Д2М+ 0,5% С	H4Д2М+ 0,5% С+ 2% NiO	H4Д2М+ 0,5% С+ 0,1% Si ₃ N ₄
HRC при охлаждающей среде					
Вода			Масло		
50-52	50-52	54	49-51	49-51	55

Модифицирование сталей нитридом кремния повышает твердость после закалки.

Окончательное формирование структуры и свойств ГДПС происходит при отпуске. Влияние температуры отпуска на механические свойства ГДПС представлено в таблице 5.9.

Таблица 5.9 – Зависимость механических свойств ГДПС от температуры отпуска

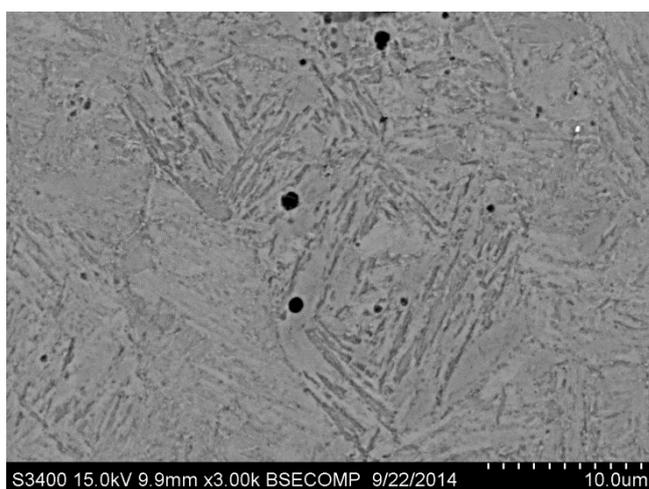
Состав ГДПС	Свойства	Температура отпуска, °С			
		250	350	450	550
ПЖРВ+0,5% С	σ _в , МПа	1180	920	825	760
	Ψ, %	18	22	30	35
	HRC	45	42	38	33
ПЖРВ+0,5% С+ 0,1% Si ₃ N ₄	σ _в , МПа	1230	950	860	780

Окончание табл. 5.9

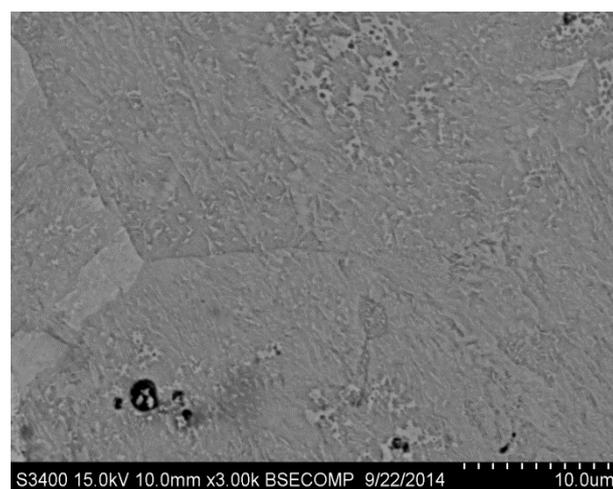
	Ψ, %	18	22	30	35
	HRC	47	45	40	35
ПЖРВ+0,5% С+2%NiO	σ _в , МПа	1190	935	840	765
	Ψ, %	19	23	29	35
	HRC	45	42	38	33
Н4Д2М+0,5%С	σ _в , МПа	1420	1260	1090	1070
	Ψ, %	16	20	28	32
	HRC	46	43	39	34
Н4Д2М+0,5% С+ 0,1%Si ₃ N ₄	σ _в , МПа	1450	1290	1130	1090
	Ψ, %	17	24	30	34
	HRC	48	46	41	35
Н4Д2М+0,5% С+ 2%NiO	σ _в , МПа	1430	1270	1100	1080
	Ψ, %	16	20	28	32
	HRC	46	43	39	32

Для всех исследуемых материалов наблюдается похожий характер изменения свойств. С повышением температуры отпуска предел прочности и твердость сталей снижаются, показатель пластичности увеличивается, достигая максимальных значений при 550°C. При этой температуре весь комплекс механических свойств выше, чем у исходных и отожженных сталей.

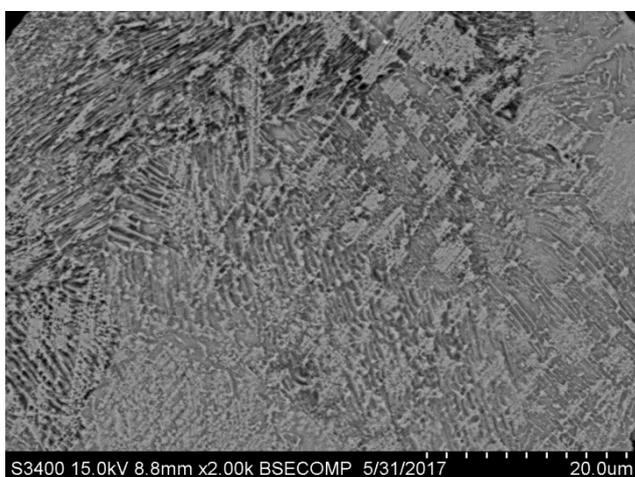
Микроструктуры закаленной и отпущенной ГДПС Н4Д2М+2%NiO показаны на рис. 5.17



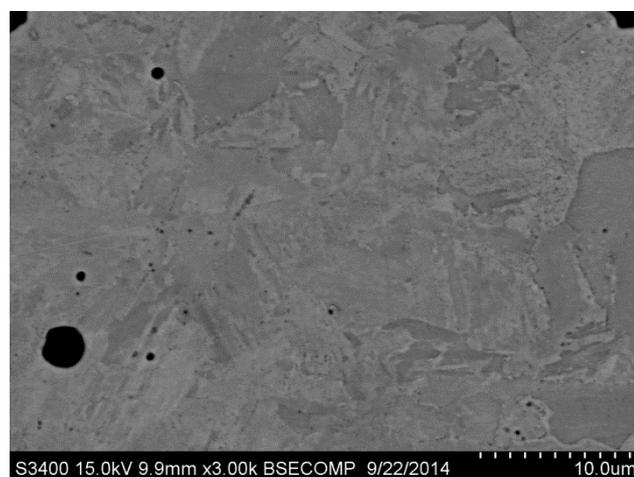
а)



б)



в)

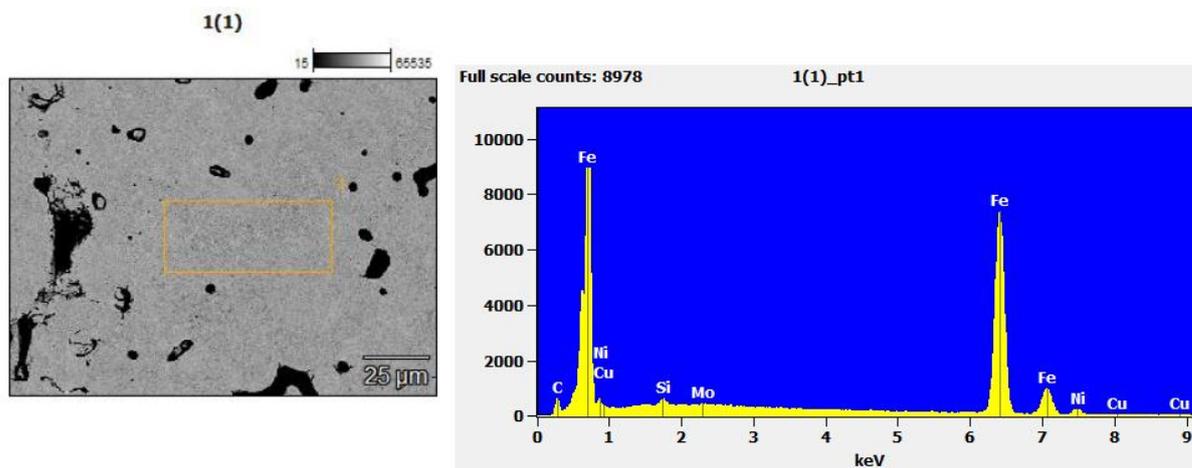


г)

Рисунок 5.17 – Микроструктура Н4Д2М +0,5%С+2%NiO после закалки и отпуска при температуре:
а – 250; б – 350; в – 450; г - 550°С × 650

Таким образом, в результате закалки и отпуска можно получить заданную структуру ГДПС. Уровень их механических свойств зависит от качества межчастичного сращивания. В случае его незавершенности повысить механические свойства упрочняющей термической обработкой не удастся.

Для контроля химического состава полученных после термической обработки (закалка и отпуск) порошковых низколегированных сталей был проведен микрорентгеноспектральный анализ на сканирующем электронном микроскопе S-3400N. Результаты микрорентгеноспектрального анализа представлены на рисунке 5.18.



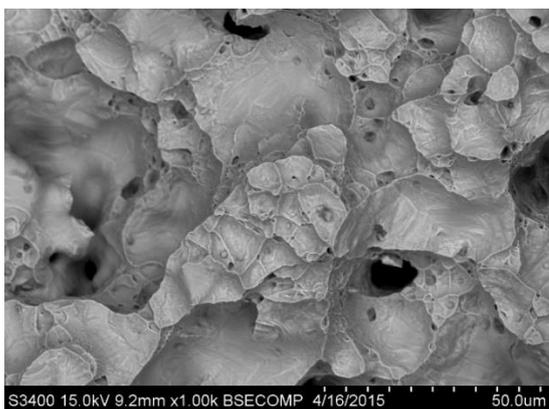
	<i>Si-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Ni-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Mo-L</i>
<i>1(1)_pt1</i>	0.5	94.3	3.6	1.1	0.5

	<i>Si-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Ni-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Mo-L</i>
<i>1(1)_pt1</i>	1.1	94.3	3.4	1.0	0.3

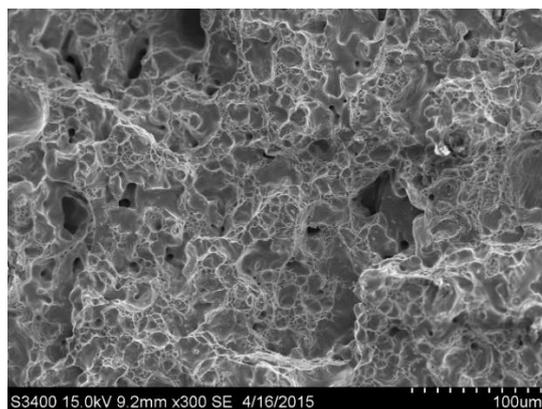
Рисунок 5.18 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа порошковой стали Н4Д2М+0,5%С+2%NiO после проведения термической обработки (закалка и отпуск)

Наличие всех легирующих элементов, находящихся в порошковой стали после термической обработки, определили рентгеноспектральным анализом.

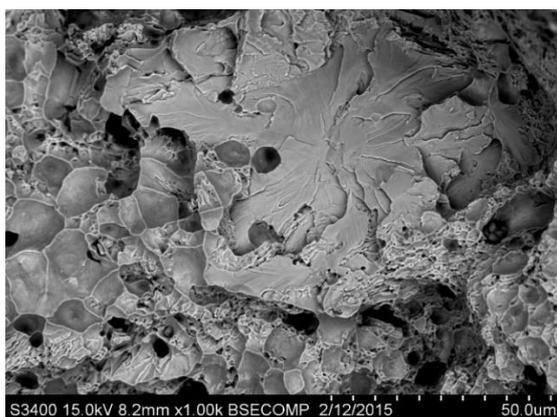
Фрактографическое исследование изломов на сканирующем электронном микроскопе S-3400N позволило выявить особенности разрушения ГДПС после проведения термической обработки (закалка и отпуск). Изломы образцов закаленных и отпущенных ГДПС представлены на рисунке 5.19.



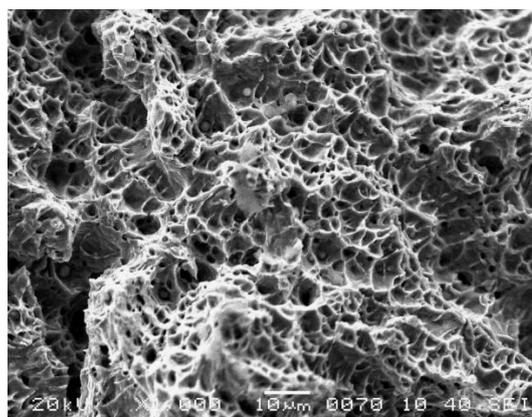
а)



б)



в)



г)

Рисунок 5.19 – Фрактография изломов порошковых сталей после отпуска:

а, в – 250°C; б, г – 550°C

а, б) Н4Д2М+0,5%С+2%NiO; в, г) ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+2%NiO

Анализ фрактограмм показал, что преобладающими элементами поверхностей разрушения ГДПС, отпущенных при 250°C, являются интеркристаллитный и транскристаллитный сколы, расположенные на различных уровнях и различающиеся размером областей развития трещины. На рис 5,19 (а) и 5.19 (в) отчетливо разрешаются ступеньки на крупных элементах скола, придающие структуре вид ручьистых узоров, что является морфологическим признаком интеркристаллитного разрушения. На более мелких фасетках наблюдается гладкая поверхность, образованная в результате распространения трещины вдоль кристаллографической плоскости. Такой вид поверхности излома характерен для транскристаллитного скола. Наличие

несплошностей в областях как интеркристаллитного, так и транскристаллитного сколов не позволяет однозначно определить предпочтительную область зарождения трещины. Это обстоятельство косвенно свидетельствует о соответствии сил межатомного взаимодействия внутри зерна и на межзеренной поверхности, что может являться признаком достижения внутрикристаллитного сращивания при формировании ГДПС.

Для ГДПС, отпущенных при температуре 550°C, на поверхности разрушения преобладающим элементом является чашечный излом, представляющий собой совокупностью отдельных ямок, диаметр которых колеблется в диапазоне 8-20 мкм. Четкое разрешение глубины ямок и высоты перемычек, свидетельствует о высокой способности материала к микропластической деформации в очаге распространения трещины.

Таким образом можно заключить, что упрочняющая термическая обработка позволяет изменять механические свойства ГДПС. Управление уровнем механических свойств ПС возможно при условии формирования внутрикристаллитного сращивания.

5.4 Выводы по главе 5

1. Установлено, что наличие пористости с высокой долей свободной поверхности способствует зарождению новых фаз при фазовых превращениях, особенно при значительном вкладе упругой энергии, за счет релаксации упругих напряжений на свободных поверхностях пор;

2. Показано, что свободная поверхность пор является одной из важных величин при рассмотрении фазовых превращений в порошковых спеченных материалах, обеспечивая снижение напряжений и повышенную диффузионную подвижность атомов. Отношение поверхности пор к объему материала является важной характеристикой, определяющей эти процессы.

3. Рассмотрены изменения положения критических точек A_{c1} и A_{c3} при нагреве образцов, содержащих 0,5 и 0,8% С и изготовленных на основе железных порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М с добавлением упрочняющих добавок NiO (1%) и Si_3C_4 (0,2%). Показано, что добавление в шихту оксида никеля повышает температуру критических точек, а – нитрида кремния её снижает. При этом эффективность добавления нитрида кремния, превосходит эффект влияния от введения оксида никеля. Поэтому выбор температуры термической обработки определяется химическим составом, скоростью нагрева и пористости. Определена зависимость размера зерен аустенита от пористости для порошковых сталей с ультрадисперсными частицами. Для стали ПЖРВ 2.200.26 + 0,5%С + 0,2% Si_3N_4 при пористости 10% размеры зерен аустенита составляют 50-65 мкм, тогда как при пористости 30% их размер равен 28 - 40 мкм. Такая же тенденция изменения размера зерен аустенита наблюдается и у легированной стали Н4Д2М + 0,5% С + 0,2% Si_3N_4 . Таким образом, спеченные ПС имеют пониженную склонность к росту зерна аустенита. Добавление в шихту нитрида кремния способствует формированию мелкозернистой структуры во всем исследуемом интервале пористости.

4. Рассмотрены закономерности фазовых превращений в порошковых спеченных сталях с ультрадисперсными частицами при охлаждении. Более

высокая скорость охлаждения замедляет, а большая пористость ускоряет превращение аустенита, сдвигая температурные интервалы в противоположных направлениях. Определены значения критических точек для спеченных порошковых сталей эвтектоидного состава для скоростей охлаждения 60-400°C/мин. Влияние частиц оксида никеля и нитрида кремния разнонаправлено. Если первая добавка понижает температуру критических точек, то вторая её повышает. У ПС на основе порошка Н4Д2М температура критических точек ниже по сравнению с железным порошком, что обусловлено замедлением диффузионных процессов в легированной матрице.

5. Проведен анализ диаграмм изотермического превращения аустенита порошковых сталей ПЖРВ 2.200.26+0,8%С и Н4Д2М+0,8% С с пористостью 10%; 20%, 30%. При использовании легированного порошка С – образные кривые смещаются влево и в область более низких температур, что подтверждает теоретическое положение о диффузионном характере образования феррито-цементитной смеси при распаде аустенита.

6. Показано влияние ультрадисперсных частиц (0,2% Si₃N₄ и 1%NiO) на распад аустенита. Установлено, что добавление нитрида кремния способствует распаду аустенита, повышая температуру минимальной устойчивости аустенита и сокращению инкубационного периода. Это объясняется созданием включениями добавки областей облегченного появления зародышей феррита и карбида железа. Добавление оксида никеля приводит к повышению содержания никеля в твердом растворе, что замедляет диффузионные процессы и распад аустенита. Определены механические свойства спеченных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами от температурного интервала превращений.

7. Рассмотрены закономерности мартенситного превращения при закалке спеченных сталей с ультрадисперсными частицами. Установлено, что пористость в спеченных сталях способствует ускорению мартенситного превращения за счет следующих факторов: более легкого зарождения

мартенсита на поверхности пор и меньшего сопротивления пористого аустенита деформациям превращения. Это приводит к повышению температуры начала мартенситного превращения с ростом пористости. Установлено, что введенные частицы не влияют на температуру M_n , так как их значения находятся в температурных интервалах соответствующих сталей.

8. Определены основные закономерности изменения характеристик мартенсита от содержания углерода и температуры нагрева. Повышение пористости приводит к уменьшению степени тетрагональности c_β/a_β и физического уширения профиля РДЛ $\{211\}$ мартенситного синглета (β). Введение ультрадисперсных добавок практически не влияют на характеристики мартенсита. Введение в шихту нитрида кремния уменьшает продолжительность инкубационного периода распада аустенита и увеличивает критическую скорость закалки. Добавление оксида никеля приводит к противоположному результату – увеличивает длительность инкубационного периода аустенитного распада и понижает критическую скорость закалки.

10. Исследованы процессы отпуска спеченных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами. Пористость и ультрадисперсные частицы нитрида кремния способствуют снижению температурных интервалов превращений при отпуске. Добавление ультрадисперсных частиц оксида никеля, действует в противоположном направлении, повышая температурные интервалы превращений при отпуске. Установлено, что увеличение времени выдержки при 100°C усиливает степень распада мартенсита как по двухфазному, так и по однофазному механизмам. Для закаленных спеченных ПС с содержанием углерода 0,8% и 1,2% двухфазная стадия распада мартенсита завершается при 100°C соответственно за 0,5 и 1 час выдержки. В закаленной спеченной ПС с содержанием углерода 0,5% двухфазный распад мартенсита полностью завершается уже в процессе закалочного охлаждения до комнатной температуры до начала отпуска. Определены значения микротвёрдости мартенсита спеченных ПС с ультрадисперсными частицами с

разными значениями пористости и содержанием углерода. Добавление в шихту ультрадисперсных частиц нитрида кремния способствует повышению микротвердости мартенсита, так как твердость нитрида кремния превосходит твердость мартенсита. Определены механические свойства спеченных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами. Предел прочности спеченных ПС при повышении температуры отпуска возрастает, достигает максимальных значений, а затем снижается. С повышением пористости прочность спеченных ПС уменьшается как по причине ослабления несущего сечения, так и в результате увеличения количества пор, играющих роль концентраторов напряжения. Характер зависимостей ударной вязкости закаленных ПС от температуры отпуска в отличие от экстремальных зависимостей предела прочности является практически линейным. Повышение пористости негативно сказывается на значениях ударной вязкости. механических свойств, как предел прочности при растяжении и ударная вязкость.

11. Рассмотрено влияние температуры отжига на механические свойства ГДПС сформированных при температурах 950°C и 1150°C. При отжиге сталей, сформированных при температуре горячей допрессовки 1150°C, повышение температуры отжига с 800°C до 1000°C приводит к снижению предела прочности. Максимальное значение предела прочности у стали состава $H4D2M+0,8\%C+0,1\%Si_3N_4$ сформированной при температуре ДГТП 1150°C составляет 1105 МПа при температуре отжига 800°C. Максимальные значения относительного сужения и ударной вязкости для сталей сформированных при температуре ДГП 1150°C достигаются при температуре отжига 900°C. Повышение температуры отжига до 900°C сопровождается увеличением пластичности и ударной вязкости за счет устранения строчечности и снятия внутренних напряжений. Для ГДПС, сформированных при температуре горячей допрессовки 950°C характеризующихся незавершенным срачиванием, повышение температуры отжига приводит к росту значений

предела прочности, относительного сужения и ударной вязкости независимо от содержания углерода и применения ультрадисперсных добавок. Отжиг при высокой температуре не устраняет различие в уровне механических свойств свидетельствует, что данный вид термообработки не приводит к полному завершению межчастичного сращивания. Одного термического воздействия оказывается недостаточным для устранения структурного различия в зоне межчастичного взаимодействия, что подчеркивает превалирующую роль пластической деформации в формировании внутрикристаллитного сращивания.

12. В работе рассмотрено влияние режимов закалки и отпуска на структуру и свойства ГДПС с ультрадисперсными частицами. Максимальная твердость HRC при температуре закалки 835°C наблюдается у сталей составов ПЖРВ.2.200.26+0,5%С+0,1%Si₃N₄ (HRC 54) и Н4Д2М+0,5% С+0,1%Si₃N₄ (HRC 55). Модифицирование сталей нитридом кремния повышает твердость после закалки. Для сталей этих составов наблюдается и максимальные значения предела прочности при температуре отпуска 250°C: ПЖРВ.2.200.26+0,5%С+0,1%Si₃N₄ ($\sigma_b=1230$ МПа) и Н4Д2М+0,5% С+0,1%Si₃N₄ ($\sigma_b=1430$ МПа). При температуре отпуска 550°C у этих сталей наблюдается максимальные показатели пластичности: ПЖРВ.2.200.26+0,5%С+0,1%Si₃N₄ ($\Psi=35\%$) и Н4Д2М+0,5%С+0,1%Si₃N₄ ($\Psi=34\%$). Таким образом можно заключить, что упрочняющая термическая обработка позволяет изменять механические свойства ГДПС. Управление уровнем механических свойств ПС возможно при условии формирования внутрикристаллитного сращивания.

ГЛАВА 6 РЕАЛИЗАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ В ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Проведенные исследования были направлены на решение тех проблем, которые наиболее часто встречаются в процессе разработки горячей штамповки.

Разработка технологического процесса изготовления детали из нового порошкового материала должна основываться на закономерностях формирования его структуры и свойств. Для ГДПМ особое внимание должно уделяться созданию условий для завершения межчастичного сращивания в ходе горячей допрессовки. При этом следует стремиться к совпадению номинальной и активированной площадей контактного сечения [7]. Очевидно, что какая бы ни была структура в объеме материала, окруженном бывшей поверхностью частицы порошка, до определенного уровня межчастичного взаимодействия сращивания свойства порошкового материала будут определяться не морфологическими структурными особенностями, а качеством сращивания. При наличии в структуре ГДПС участков межкристаллитного сращивания, для повышения механических свойств приходится прибегать к их дополнительной пластической деформации ГДПС. Таким образом, если целью уплотнения является достижение совпадения площади контактной поверхности с номинальным сечением, то целью межчастичного сращивания - активация всей контактной поверхности, следствием которой является количественное равенство их площадей, и, в итоге, совпадение площади сечения детали с активированной поверхностью. Данная формулировка цели сращивания служит основой для его анализа на всех технологических операциях получения ГДПС.

6.1 Промышленное применение технологии динамического горячего прессования

Важной проблемой при горячей штамповке является разработка оптимальной геометрии и распределения массы деформируемой заготовки для обеспечения не только уплотнения (при остаточной пористости 1%), но и требуемого пластического течения, а также возможности получения, даже при тонких поперечных сечениях, детали с равномерной плотностью, без металлургических дефектов. В идеале, технологу при выборе термомеханических режимов горячей штамповки необходимо стремиться (при производстве сложных конструкционных деталей) к созданию условий поперечного перемещения материала. Такое уплотнение, как показывает практика штамповки простых по форме деталей, не обеспечивает существенного роста механических характеристик. Проработка материала в результате пластического течения в направлении, поперечном приложению нагрузки, дает ощутимый эффект по повышению эксплуатационных характеристик деталей.

При разработке технологии штамповки конкретной детали необходимо учитывать особенности её конфигурации, высотные и поперечные размеры, их соотношение, наличие специальных конструктивных элементов, а также деформируемость материала заготовок. С учетом сказанного разработана классификация деталей по технологическим группам в зависимости от степени их сложности и соотношения продольных и поперечных размеров, которая упрощает выбор форм и размеров заготовок, схем холодной и горячей штамповки, конструкции оснастки и штамповочного оборудования.

6.2 Классификация технологических процессов с использованием горячей штамповки

В настоящее время разработаны различные варианты технологических процессов горячей штамповки, классифицируемые по признакам, приведенным ниже.

Признаки классификации:

1. Последовательность технологических операций:

- приготовление шихты-формование заготовок-спекание - нагрев-горячая штамповка;

- приготовление шихты - формование заготовок- нагрев - горячая штамповка;

-приготовление шихты - формование заготовок – нагрев - горячая штамповка - гомогенизация;

- приготовление шихты- нагрев шихты в матрице- горячая штамповка

2. Виды защитной среды:

- защитная среда на всех видах операциях применяется;

- защитная среда применяется только на операциях нагрева;

- без защитной среды.

3. Степень механизации:

- Ручная подача и выдача заготовок;

- механизация трудоемких операций;

- частичная и полная автоматизация и роботизация.

4. Вид устройства для нагрева заготовок:

- электропечи толкательного типа;

- электропечи конвейерного типа;

- электропечи карусельного типа;

- устройства индукционного нагрева

5. Особенности конструкции штампа:

- с наличием и без облоя;
- с подогревающе-охлаждающими устройствами;
- со сплошной или разъемной матрицей;
- с направляющими колонками и без них

6. Тип штамповочного оборудования:

- молоты различных типов;
- универсальные и специализированные механические прессы;
- специальные устройства с различным приводом.

7. Особенности процесса горячей штамповки:

- штамповка пуансонами, заходящими в полость матрицы;
- штамповка пуансонами, не заходящими в полость матрицы;
- поперечная штамповка;
- штамповка с элементами экструзии.

Конкретное промышленное применение той или иной схемы горячей штамповки пористых заготовок диктуется сложностью изготавливаемой детали, составом шихты, требованиями к эксплуатационным характеристикам, масштабом производства и другими факторами. При изготовлении высокоплотных деталей на основе железных порошков чаще применяют технологию по схеме: приготовление шихты - формование заготовок из шихты - спекание - нагрев - горячая штамповка. Совмещение нагрева перед горячей штамповкой со спеканием сокращает продолжительность цикла и количество технологического оборудования, однако применяется только в случае использования однокомпонентных материалов или порошков-сплавов. Исследования, выполненные непосредственно в производственных условиях, показали, что исключение операции спекания, даже при применении однокомпонентной шихты, состоящей из низших марок железного порошка,

приводит к снижению механических характеристик материала по сравнению с первой из описанных технологий.

Вариант технологии: приготовление шихты - нагрев шихты в матрице - ГШ, несмотря на малооперационность, не нашел широкого промышленного применения. Его применяют для изготовления небольших партий деталей из труднодеформируемых порошковых материалов. Основная трудность реализации указанной технологии – это необходимость применения инструмента из жаропрочных материалов. Реализация технологии с применением защитной среды на всех операциях горячей штамповки в вакууме, аргоне и других защитных газах связана с большими материальными затратами.

В наиболее распространенном в практике процессе защитная среда, восстановительная или нейтральная, используется только на операциях спекания и нагрева заготовок. При производстве деталей из химически нейтральных материалов или окислов (например, ферритов) спекание и нагрев осуществляются без защитной среды.

Использование горячей штамповки с применением электропечей толкательного, конвейерного или карусельного типа рекомендуется при производстве деталей сложной конфигурации. Устройства индукционного нагрева проще, дешевле, однако могут применяться лишь при производстве деталей простой конфигурации, как правило, подвергнутых предварительному спеканию. Выбор типа оборудования определяется масштабами производства, уровнем механизации и автоматизации процесса. Мощность оборудования зависит от массы, конфигурации заготовок, а также свойств материала. Целесообразность использования конкретного варианта технологии по степени механизации определяется практически масштабами производства.

Способ штамповки пуансонами, заходящими в полость матрицы, наиболее предпочтительнее и широко применяется в практике.

Для относительно невысоких заготовок рекомендуется штамповка пуансонами, не заходящими в полость матрицы. Этот способ характеризуется минимальными потерями на внешнее трение, повышенной стойкостью инструмента и простотой его изготовления. Поперечная горячая штамповка имеет аналогию с дорнированием и рекомендуется при изготовлении длинномерных деталей.

Штамповка выдавливанием применяется при изготовлении сложных по форме деталей из простых заготовок. Способ обеспечивает повышение механических характеристик материала. Конструкция штампа должна иметь подогревающе-охлаждающие устройства и направляющие колонки, что повышает надежность процесса и улучшает качество деталей

6.3 Технология изготовления синхронизатора коробки передач

Результаты проведенных исследований были использованы при разработке технологии горячей штамповки зубчатого синхронизатора первичного вала коробки передач. Модуль $m=2$; число зубьев $Z=30$; угол давления $\alpha=20^\circ$. В настоящее время серийные синхронизаторы изготавливаются из калиброванного прутка стали АС20ХГНМ. При механической обработке этой детали около 60% материала удаляется в виде стружки. Обработка ведется на семи станках-автоматах. Применение горячей штамповки позволит сократить до минимума отход материала, уменьшит трудоёмкость, количество станков-автоматов, а также повысит эксплуатационные характеристики изделия.

Порошковая шихта для изготовления синхронизатора коробки передач имела следующий состав: Ni:3,6-4,4 %; Cu:1,3-1,7%; Mo:0,4-0,5; Mn-0,15%; Fe-ост %. В шихту добавляли 2% ультрадисперсного оксида никеля (NiO) производства компании «Плазмотерм». Размер частиц составлял 40 нм. Углерода в виде карандашного графита добавляли 0,5 % от массы шихты.

Чертеж заготовки для горячего прессования синхронизатора представлен на рис. 6.1. Кроме наружных зубьев синхронизатор имеет три прямоугольных шлица в отверстии. Попытка формирования внутренних шлицев при горячей штамповке из пористой заготовки с цилиндрическим отверстием путём радиального течения материала в пазы на игле штампа не дала положительных результатов. Материал не заполнял прямых углов в пазах даже при давлениях 1200 МПа, а стойкость иглы снижалась настолько, что пришлось отказаться от этой схемы прессования и применять пористые заготовки с уже сформированными внутренними шлицами.

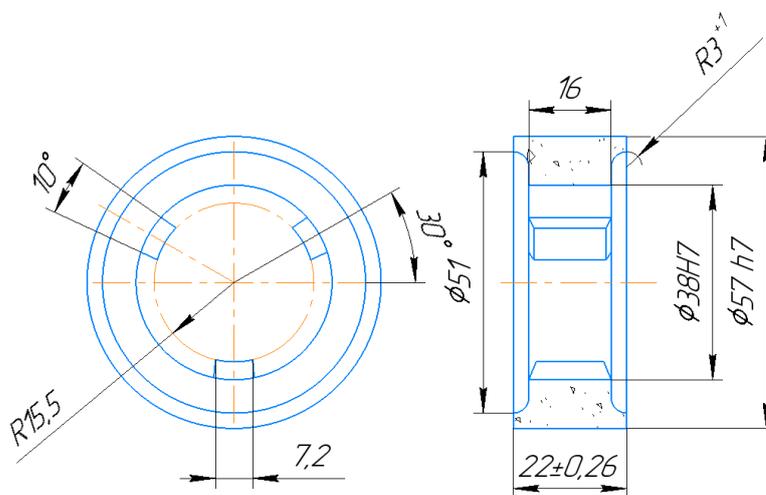


Рисунок 6.1 – Пористая заготовка синхронизатора

Для улучшения формообразования шлицев и повышения стойкости иглы, пазы в ней были выполнены с закруглением острых кромок радиусами до 1 мм, а окончательная форма шлицев обеспечивалась при протягивании.

При формировании наружных зубьев проблем не возникло. Для обеспечения гомогенной структуры заготовки спекали при температуре 1100°C в течении 120 минут и имели после этого пористость в пределах 30%. Формирование зубьев осуществлялось при горячей штамповке за счёт радиального течения периферийных объёмов цилиндрической заготовки во впадины зубьев матрицы. Температура нагрева заготовок составила 1100°C, матрицы - 450°C, давление горячей штамповки- 950МПа. Наружные зубья

синхронизатора после штамповки имели окончательные размеры. Последующая механическая обработка ступицы заключалась в чистовом протягивании внутреннего отверстия, поскольку достижение требуемой точности его $\pm 0,02$ мм при горячей штамповке экономически нецелесообразно. Кроме этого, производилось шлифование торцов, так как достижение точности размеров по высоте затруднено.

Одним из важнейших условий промышленной реализации разработанных технологических схем является их рациональное аппаратное оформление. Прежде всего, это относится к необходимости разработки конструкции штампов, которые должны учитывать специфику используемых пористых порошковых заготовок, обеспечивать высокую производительность, быть надежными в работе, легко поддаваться автоматизации.

Указанные задачи были решены в разработанной конструкции штампа по заказу компании «Клевер» (рис.6.2). В основы проектирования положена методика, описанная в [242].

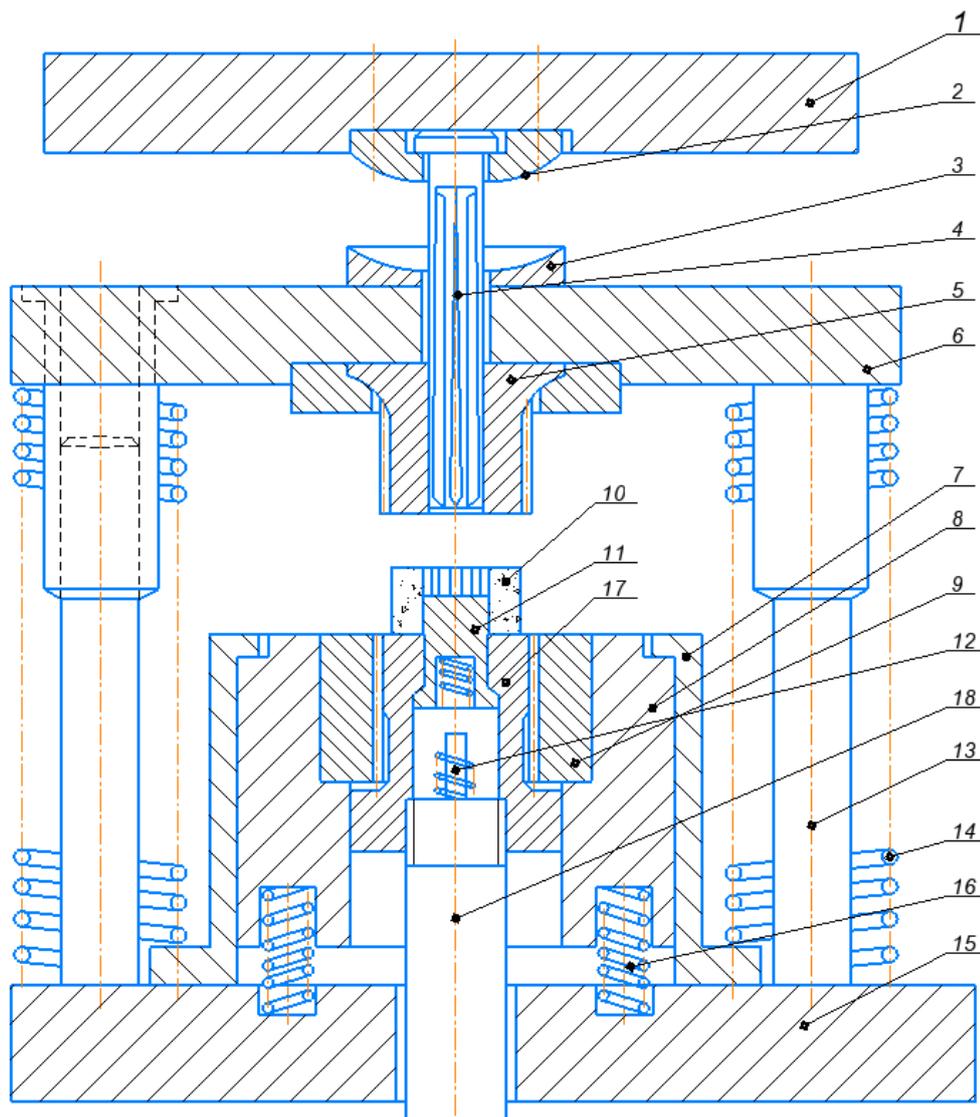


Рисунок 6.2 – Производственный штамп с устройством ориентации заготовок ступицы синхронизатора

При подаче в штамп пористой заготовки, имеющей внутренние шлицы, возникла необходимость её ориентации относительно пазов на игле. Устройство для ориентации было реализовано в штампе, снабженном фиксатором с пружиной, установленными в выталкивателе (рис. 6.2 поз. 11). Такое устройство даёт возможность надёжно ориентировать заготовку относительно формообразующих элементов инструмента. В результате этого достигается требуемая точность расположения сформированных внутренних и наружных элементов детали [242]. Улучшается распределение плотности по объёму по объёму изделий и, как следствие, физико-механические и

эксплуатационные свойства материала, увеличивается стойкость инструмента за счёт равномерного распределения в нём напряжений [242].

Штамп работает следующим образом. Нагретую заготовку 10 устанавливают на торце выталкивателя 17 и ориентируют фиксатором 3. При ходе ползуна вниз игла 4 входит в отверстие ориентированной заготовки, соприкасается с фиксатором и вытесняет его из зоны формирования в отверстие выталкивателя 17. Пружина 12 под этим сжимается. Одновременно в полость матрицы 9 опускается заготовка и выталкиватель, затем верхний пуансон 5 входит в матрицу и формует изделие. При обратном ходе ползуна прессы детали штампа перемещаются вверх. Одновременно выталкиватель, посредством механизма выталкивания извлекает спрессованную деталь из полости матрицы. Фиксатор под действием пружины занимает исходное положение, изделие удаляется из зоны штампа и цикл работы повторяется. Использование предлагаемого штампа даёт возможность ориентировать заготовки сложной формы, обеспечивая возможность автоматизации процесса. Проведенные сравнительные испытания на срез зубьев серийных и порошковых ступиц показали, что прочность зубьев порошковых горячедеформированных ступиц синхронизатора на 40% выше, чем у серийных. Объясняется это тем, что созданная при горячей штамповке с элементами течения материала у порошковых ступиц имеет более благоприятное расположение волокон, в отличие от серийных [242].

6.4 Технология изготовления детали «Втулка» №СС42049 левой опоры шнека подборщика кормоуборочного П3000

Анализ особенностей конструкции детали свидетельствует о том, что данная втулка имеет простую форму, в её состав входит 2 наружных фаски 60° и 2 внутренние фаски $1 \times 45^\circ$. Также можно отметить, что данная втулка имеет тонкие стенки.

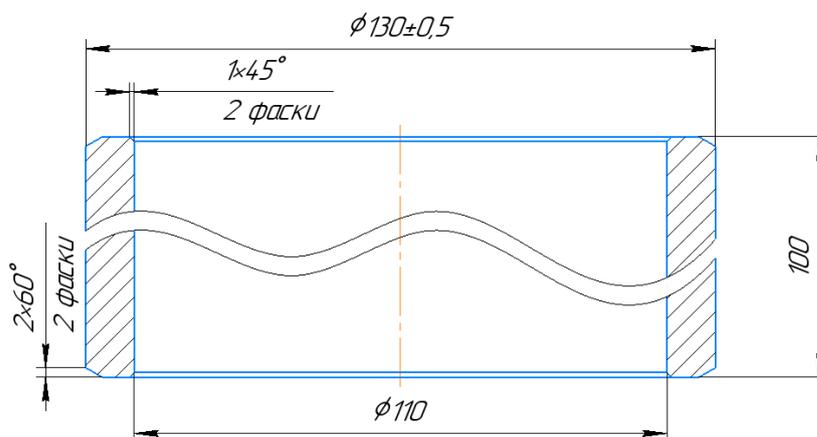


Рисунок 6.4 – Чертеж детали «Втулка» №СС42049 левой опоры шнека подборщика комбоуборочного П3000

Анализ конструкции детали свидетельствует о том, что по степени сложности ее можно отнести к 3й группе (Отношение h_k / δ составляет больше 5 при значении h_k не менее 40 мм) и подгруппе А (Сплошные (плоские) и полые детали постоянного сечения).

Порошковая шихта для изготовления детали «Втулки» средней опоры шнека подборщика комбоуборочного имела следующий состав: порошок ПЖРВ 2.200.26+0,5% С+2%NiO. На рисунке 6.5 показана схема изготовления ТП для детали.

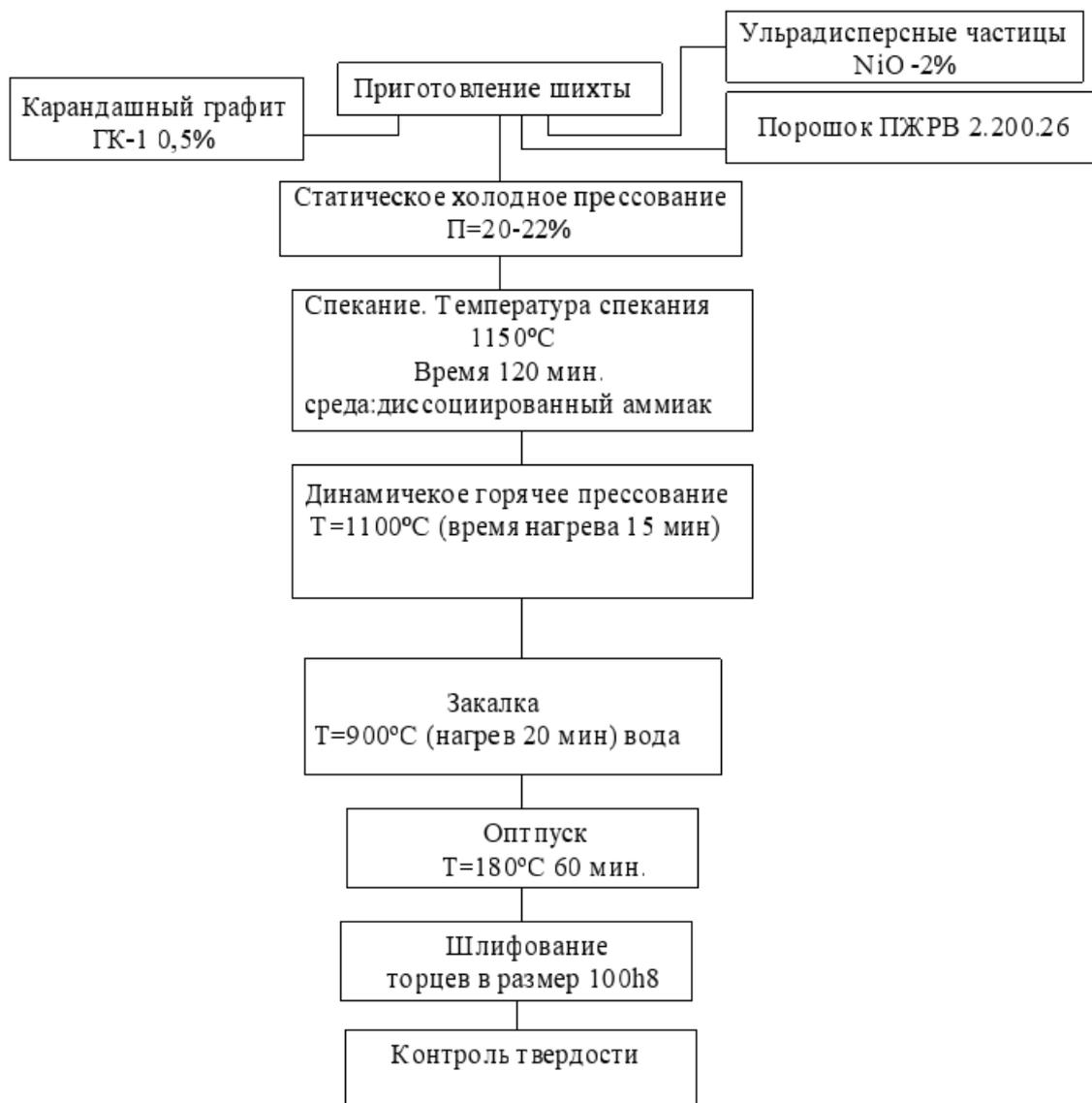


Рисунок 6.5 – Схема изготовления ТП для детали «Втулка» средней опоры

Исходя из этого, при разработке схемы ДГП необходимо учесть, что втулка представляет собой цилиндрическую форму. Отношение высоты детали к толщине ее стенки свидетельствует о необходимости использования схемы двухстороннего прессования. На основании проделанного анализа разработана схема ДГП детали (рис. 6.6).

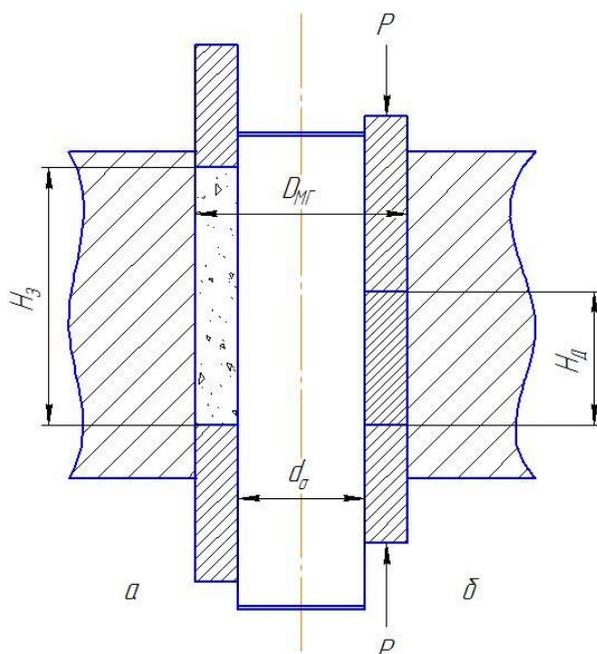


Рисунок 6.6 – Схема ДГП втулки: а – положение перед началом ДГП;
б – положение в конце ДГП

Разработанная схема ДГП позволяет сконструировать пористую заготовку и определить её параметры. Наружный диаметр детали 130 мм, масса заготовки должна быть равна массе всей детали.

Для повышения пластичности заготовки принимаем минимально рекомендованную её пористость (20%), получаемую при статическом холодном прессовании в жестких стальных пресс-формах, ее подвергаем предварительному спеканию при $t_{сп}=1150^{\circ}\text{C}$ и пористости 20% и плотности готовой детали $\rho_d=7,7 \text{ г/см}^3$, плотность заготовки будет составлять $\rho_3=5,8 \text{ г/см}^3$. Температура нагрева перед ДГП принимаем $t_3=1100^{\circ}\text{C}$,

На основании принятой конструкции заготовки разрабатываем схему статического холодного прессования. Поскольку заготовка имеет форму простой цилиндрической втулки и $\frac{h_k}{\delta} = 10 \text{ мм}$, то принимаем схему двухстороннего прессования, которая изображена на (рис.6.7). Уплотнение порошковой шихты из насыпного состояния H_n до требуемой высоты пористой

заготовки H_3 осуществляется за счет приложения нагрузки к верхнему и нижнему пуансонам [243].

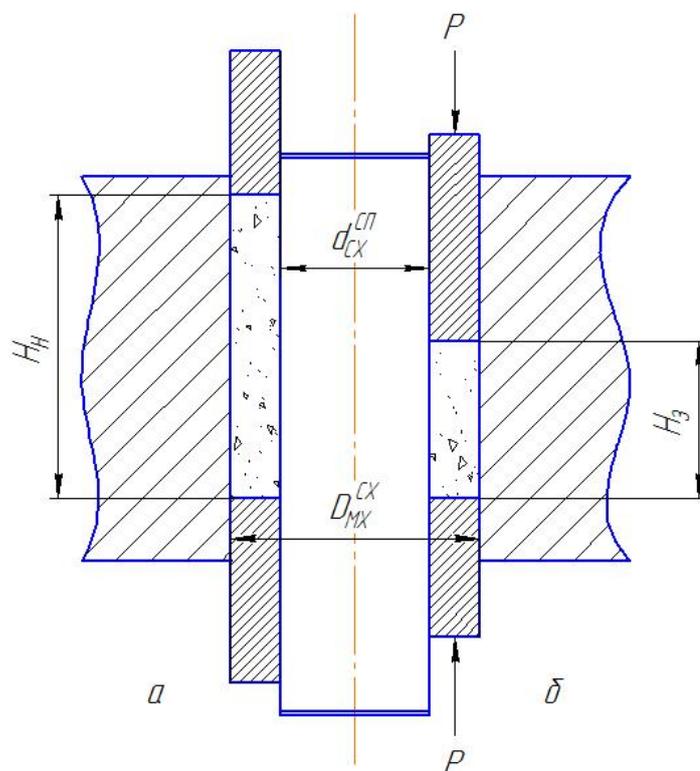


Рисунок 6.7 – Схема прессования пористой заготовки:
а – положение перед прессованием, б – положение в конце
прессования

Технологические поперечные размеры рабочего штампового инструмента рассчитываются с учётом:

- поперечных размеров получаемой детали;
- усадки изделия после горячей до прессовки;
- рабочей температуры штампового инструмента;
- упругой деформации штампового инструмента;

Учитывая, что изделие после ДГП и охлаждения до комнатной температуры претерпевает усадку, матрица в процессе горячего формования детали нагревается и деформируется, поперечный размер полости матрицы определяется по формуле приведенной в [243]:

$$D_{\text{мг}} = D_{\text{д}} \cdot (1 + \alpha_{\text{д}} t_{\text{д}}) \cdot (1 - \alpha_{\text{м}} t_{\text{м}}), \quad (6.1)$$

где $D_{\text{д}}$ – поперечный размер рабочей полости матрицы, мм;

$\alpha_{\text{д}}$ – коэффициент линейного расширения материала детали, 1/град;

$\alpha_{\text{м}}$ – коэффициент линейного расширения матрицы, 1/град;

$t_{\text{д}}$ – температура начала охлаждения сформованной детали, °С;

$t_{\text{м}}$ – рабочая температура матрицы, °С.

Поперечные размеры рабочей полости матрицы ДГП:

$$D_{\text{м.г.}} = 130 \cdot (1 + 16,4 \cdot 10^{-6} \cdot 1100) \cdot (1 - 13,2 \cdot 10^{-6} \cdot 200) = 131,94 \text{ мм}$$

Принимаем $D_{\text{м.г.}} = 132 \text{ мм}$

Определение поперечных геометрических размеров стержня:

$$d_{\text{сг}} = d_{\text{д}} (1 + \alpha_{\text{д}} t_{\text{д}}) (1 - \alpha_{\text{с}} t_{\text{с}}), \quad (6.2)$$

где $d_{\text{д}}$ – поперечный размер сечения детали, мм;

$\alpha_{\text{с}}$ – коэффициент линейного расширения стержня, мм;

$t_{\text{с}}$ – рабочая температура стержня, мм.

$$d_{\text{с.г.}} = 110 (1 + 16,4 \cdot 10^{-6} \cdot 1100) (1 - 13,2 \cdot 10^{-6} \cdot 200) = 111,64 \text{ мм}$$

Принимаем $d_{\text{с.г.}} = 112 \text{ мм}$

Определяем поперечные размеры рабочей полости матрицы для статического холодного прессования. Поскольку пористая заготовка подвергается предварительному спеканию перед ДГП и в процессе спекания происходит ее усадка (уменьшение размеров за счет уменьшения пористости), то принимаем:

$$S = 0,15 \text{ мм}, b_{\text{сп}} = 0,8\%; a_{\text{уп}} = 0,8\%.$$

Холоднопрессованные пористые порошковые заготовки при спекании изменяют свои линейные размеры. С учётом изменения размеров заготовок при спекании поперечный размер определяется следующим образом:

$$D_{\text{з.х.}}^{\text{сп}} = \frac{D_{\text{д}} (1 + \alpha_{\text{д}} t_{\text{д}}) + (1 - \alpha_{\text{м}} t_{\text{м}}) - 2S}{(1 + \alpha_{\text{з}} t_{\text{з}})} \cdot \frac{100 \pm b_{\text{сп}}}{100}, \quad (6.3)$$

где $\alpha_{\text{з}}$ – коэффициент линейного расширения материала пористой заготовки, 1/град;

t_3 – температура заготовки, °С;

b_{cn} – коэффициент изменения размеров заготовки при спекании, %;

S – величина технологического зазора между нагретой заготовкой и стенками матрицы, мм.

$$D_{3.X}^{cp} = \frac{130(1+16,4 \cdot 10^{-6} \cdot 1100)(1-13,2 \cdot 10^{-6} \cdot 200) - 2 \cdot 0,15 \cdot \frac{100+0,8}{100}}{(1+16,7 \cdot 10^{-6} \cdot 1150)} = 130,22 \text{ мм}$$

Принимаем $D_{3.X}^{cp} = 130$ мм.

Внутренний размер пористой заготовки, подвергающейся спеканию:

$$d_{3.X}^{cp} = \frac{d_d(1+\alpha_d t_d) + (1-\alpha_m t_m) + 2S}{(1+\alpha_3 t_3)} \cdot \frac{100+B_{cp}}{100} \quad (6.4)$$

$$d_{3.X}^{cp} = \frac{110(1 + 16,4 \cdot 10^{-6} \cdot 1100)(1 - 13,2 \cdot 10^{-6} \cdot 200) + 2 \cdot 0,15 \cdot \frac{100 + 0,8}{100}}{(1 + 16,7 \cdot 10^{-6} \cdot 1150)} = 110,14 \text{ мм}$$

Принимаем $d_{3.X}^{cp} = 110$ мм

Принимая, что масса заготовки должна быть равна массе изготавливаемой детали, получим:

$$m_d = m_3; \quad m_3 = V_3 \cdot \rho_3, \quad (6.5)$$

где V_3 – объем заготовки, см³;

ρ_3 – плотность заготовки, г/см³.

Далее определяем массу детали и объем заготовки.

$$m_d = V_d \cdot \rho_d, \quad (6.6)$$

где V_d – объем детали, см³;

$$V_d = \frac{\pi}{4} \cdot (D^2 - d^2) \cdot h \cdot \rho_d \quad (6.7)$$

ρ_d – плотность детали, $\rho_d = 7,7$ г/см³.

$$m_d = \frac{\pi}{4} \cdot (13^2 - 11^2) \cdot 10 \cdot 7,7 = 2901,36 \text{ г}$$

Принимаем $m_d = 2901$ г

Принимая, что $m_d = m_3$, определяем высоту заготовки:

$$m_3 = \frac{\pi(D_{3,x}^2 - d_{3,x}^2)}{4} \cdot H_3 \cdot \rho_3; \quad (6.8)$$

$$2901 = \frac{3,14(13^2 - 11^2)}{4} \cdot H_3 \cdot 5,8$$

$$H_3 = \frac{11604}{874,176} = 13,27 \text{ см} = 132,7 \text{ мм}$$

Принимаем $H_3 = 133 \text{ мм}$

Насыпную высоту порошковой шихты определяем из равенства:

$$m_d = m_3 = m_{ш}. \quad (6.9)$$

Принимаем $\rho_H = 2,8 \text{ г/см}^3$.

$$m_{ш} = \frac{\pi(D_{3,x}^2 - d_{3,x}^2)}{4} \cdot H_H \cdot \rho_H, \quad (6.10)$$

$$H_H = \frac{11604}{422,016} = 27,49 \text{ см} = 274,9 \text{ мм}.$$

Принимаем $H_H = 275 \text{ мм}$

Поскольку изготовление холоднопрессованных заготовок необходимо осуществлять с использованием схемы двухстороннего прессования, то пресс-форму проектируем с плавающей матрицей. Плавание матрицы осуществляется с помощью упругих элементов, изготовленных из технической резины.

Для повышения жёсткости и прочности матрицы, а также с целью экономии дорогостоящей инструментальной стали заключаем матрицу в обойму по горячей посадке.

Ограничение хода верхнего пуансона осуществляется упорами, изготовленными из конструкционных углеродистых сталей.

Высотные размеры деталей пресс-формы необходимо определить исходя из величины хода прессования:

$$\Delta H = H_H - H_3 = 275 - 133 = 142 \text{ мм} \quad (6.11)$$

где ΔH – величина хода прессования, мм;

H_H – насыпная высота порошковой шихты, мм;

H_3 – высота пористой заготовки, мм.

Ход верхнего и нижнего пуансона:

$$\Delta H_B = \Delta H_H = \frac{142}{2} = 71 \text{ мм.}$$

Высота верхнего пуансона:

$$h_{п.в.} = \Delta H_B + h_{у.в.} + h_{з.в.}, \quad (6.12)$$

где $h_{у.в.}$ – высота верхнего упора, мм;

$h_{з.в.}$ – величина захода верхнего пуансона в матрицу, принимаем $h_{з.в.} = 8$ мм.

$$h_{у.в.} = \Delta H_H + \Delta = 71 + 4 = 75 \text{ мм,}$$

где Δ – зазор безопасности, принимаем $\Delta = 4$ мм.

Тогда, $h_{п.в.} = 71 + 75 + 8 = 154$ мм.

Аналогично определяем высоту нижнего пуансона:

$$h_{п.н.} = \Delta H_H + h_{у.н.} + h_{з.н.}, \quad (6.13)$$

где $h_{у.н.}$ – высота нижнего упора, принимаем $h_{у.н.} = 13$ мм;

$h_{з.н.}$ – величина захода нижнего пуансона в матрицу, принимаем $h_{з.н.} = 23$ мм.

Тогда, $h_{п.н.} = 71 + 13 + 23 = 107$ мм.

Далее определяем высоту матрицы:

$$H_M = h_{з.в.} + H_H + h_{з.н.} = 8 + 275 + 23 = 306 \text{ мм.}$$

Величина упругого элемента:

$$H_{y.э.} = h_{y.н.} + \Delta H_n = 13 + 71 = 84 \text{ мм}$$

Наружный диаметр матрицы ($D_{н.м.} = 190$ мм) и обоймы ($D_{н.об.} = 240$ мм) принимаем конструктивно, и проставляю их на рабочем эскизе пресс-формы для СХП заготовок (рис.4.6).

Длину стержня определяем, как сумму высоты упругого элемента и высоты матрицы:

$$H_c = H_{y.э.} + H_m = 84 + 306 = 390 \text{ мм}$$

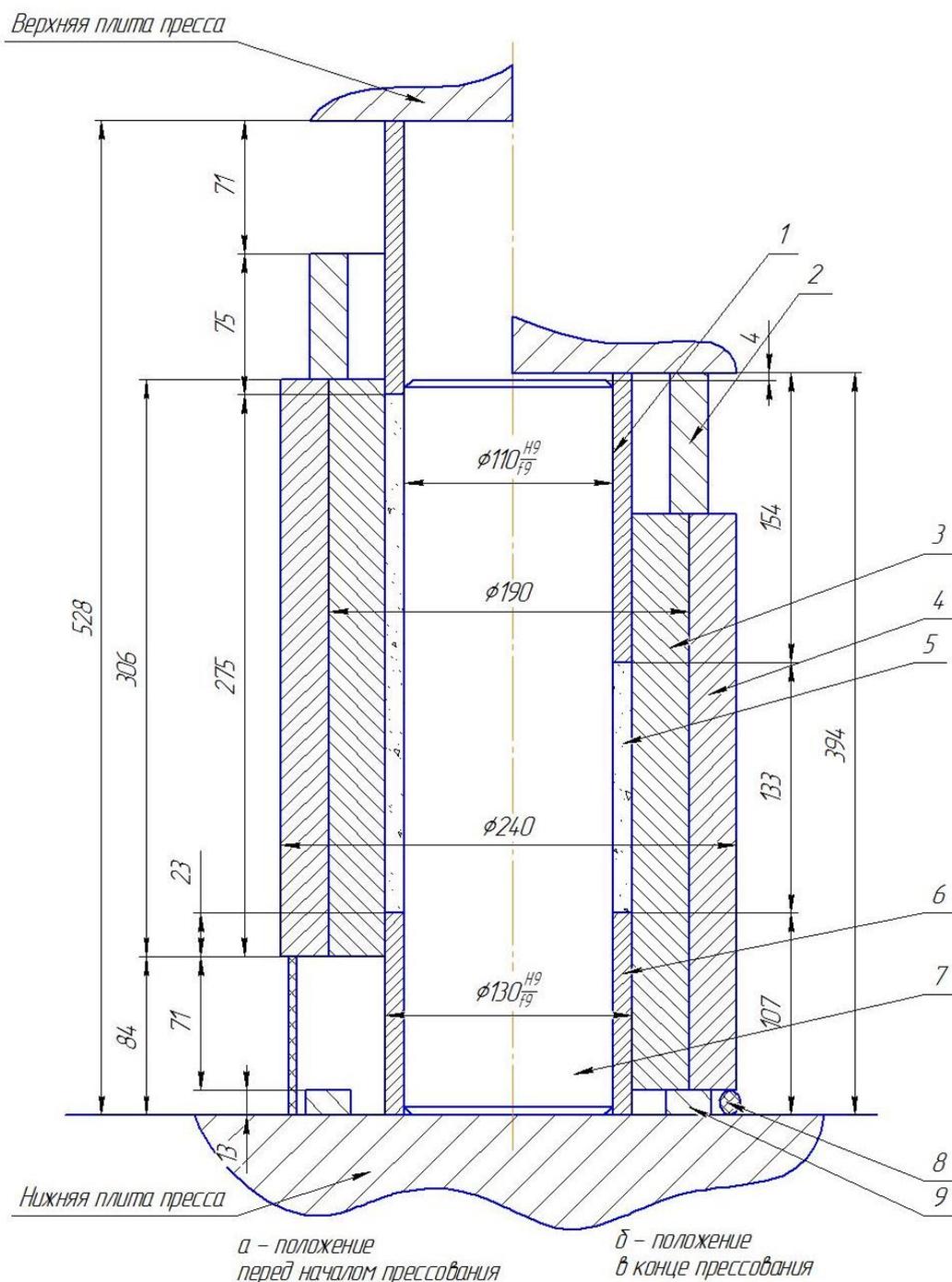


Рисунок 6.8 – Пресс форма СХП порошковой заготовки:

а – положение перед началом прессования, б – положение в конце прессования

Перед началом эксплуатации пресс-формы происходит ее сборка в следующем порядке. На нижнюю плиту пресса устанавливается нижний упор 9, нижний пуансон 6 в сборе со стержнем 7 и упругим элементом 8. После

этого матрица 3, запрессованная в обойму 4, сопрягается с внутренней рабочей полостью и нижним пуансоном 6 и устанавливается на упругий элемент 8. Пресс-форма, таким образом, подготовлена к засыпке порошковой шихты в рабочую полость матрицы. После засыпки шихты на верхний торец матрицы устанавливается верхний упор 2, а в ее рабочую полость верхний пуансон 1. Матрица готова к работе.

Прессование заготовки осуществляется следующим образом. Включается пресс и его верхняя плита, перемещаясь вниз, давит на верхний пуансон 1, он уплотняет порошковую шихту до тех пор до тех пор, пока верхняя плита прессы не коснется верхнего упора 2. При дальнейшем движении плиты прессы вниз пуансон 1, упор 2 и матрица 3 с обоймой 4 одновременно перемещаются относительно неподвижного нижнего упора 6 и стержня 7, сжимая упругий элемент 8. Таким образом, за счет «плавания матрицы» осуществляется ход нижней подпрессовки порошковой шихты. Процесс прессования заканчивается в момент касания нижнего торца матрицы 3 и обоймы 4 нижнего упора 9. После этого на специальных подставках устанавливается матрица и с помощью стальной подставки и плиты прессы при ее движении вниз осуществляется извлечение спрессованной заготовки из полости матрицы. Диаметр подставки должен быть на 1.5–2.0 мм меньше диаметра рабочей полости матрицы. Далее цикл изготовления пористой заготовки повторяется.

Для ДГП детали использована схема двухстороннего прессования. Ограничение хода прессования верхнего пуансона осуществляется за счёт использования в конструкции штампа верхнего и нижнего упоров, изготовленных из конструкционных углеродистых сталей. Для повышения прочности и жёсткости матрицы помещаем её в стальную обойму по горячей осадке.

Для определения высоты заготовки H_3 вычислим массу m следующим образом:

$$m = m_d = \frac{\pi(D_{3.x}^2 - d_{3.x}^2)}{4} \cdot h \cdot \rho_d = 2901 \text{ г} \quad (6.14)$$

Эта масса должна быть равна той части массы заготовки, которая идет на формирование изделия, таким образом:

$$H_3 = \frac{4}{3,14} \cdot \frac{2901}{(13^2 - 11^2) \cdot 5,8} = 133 \text{ мм}$$

После этого находим $\Delta H_H = \Delta H_B$:

$$\Delta H_H = H_3 - H_d = 133 - 100 = 33 \text{ мм}$$

Высота верхнего упора без учета зазора безопасности:

$$h_{y.v.} = \Delta H_H + \Delta = 33 + 4 = 37 \text{ мм}$$

Тогда высоту верхнего пуансона определяем следующим образом (принимаем $h_{3.v.} = 7,5 \text{ мм}$):

$$h_{п.в.} = \Delta H_B + h_{y.v.} + h_{3.v.} = 33 + 37 + 7,5 = 77,5 \text{ мм}$$

Высоту нижнего упора принимаем конструктивно равной 15 мм, т.е. $h_{y.n.} = 15 \text{ мм}$.

Высоту нижнего пуансона находим как сумму ΔH_H , $h_{y.n.}$ и $h_{3.n.}$. (принимаем $h_{3.n.} = 18,5 \text{ мм}$).

$$h_{п.н.} = h_{y.n.} + \Delta H_H + h_{3.n.} = 15 + 33 + 18,5 = 66,5 \text{ мм.}$$

Высота упругого элемента:

$$H_{y.э.} = \Delta H_H + h_{y.n.} = 33 + 15 = 48 \text{ мм.}$$

Определяем высоту рабочей полости матрицы H_M :

$$H_M = h_{3.n.} + h_{3.v.} + H_3 = 18,5 + 7,5 + 133 = 159 \text{ мм}$$

Высота стержня:

$$H_c = H_M + H_{y.э.} = 159 + 48 = 207 \text{ мм}$$

Наружный диаметр матрицы ($D_{н.м.} = 190$ мм) и обоймы ($D_{н.об.} = 240$ мм) принимаем конструктивно) рисунок 6.9

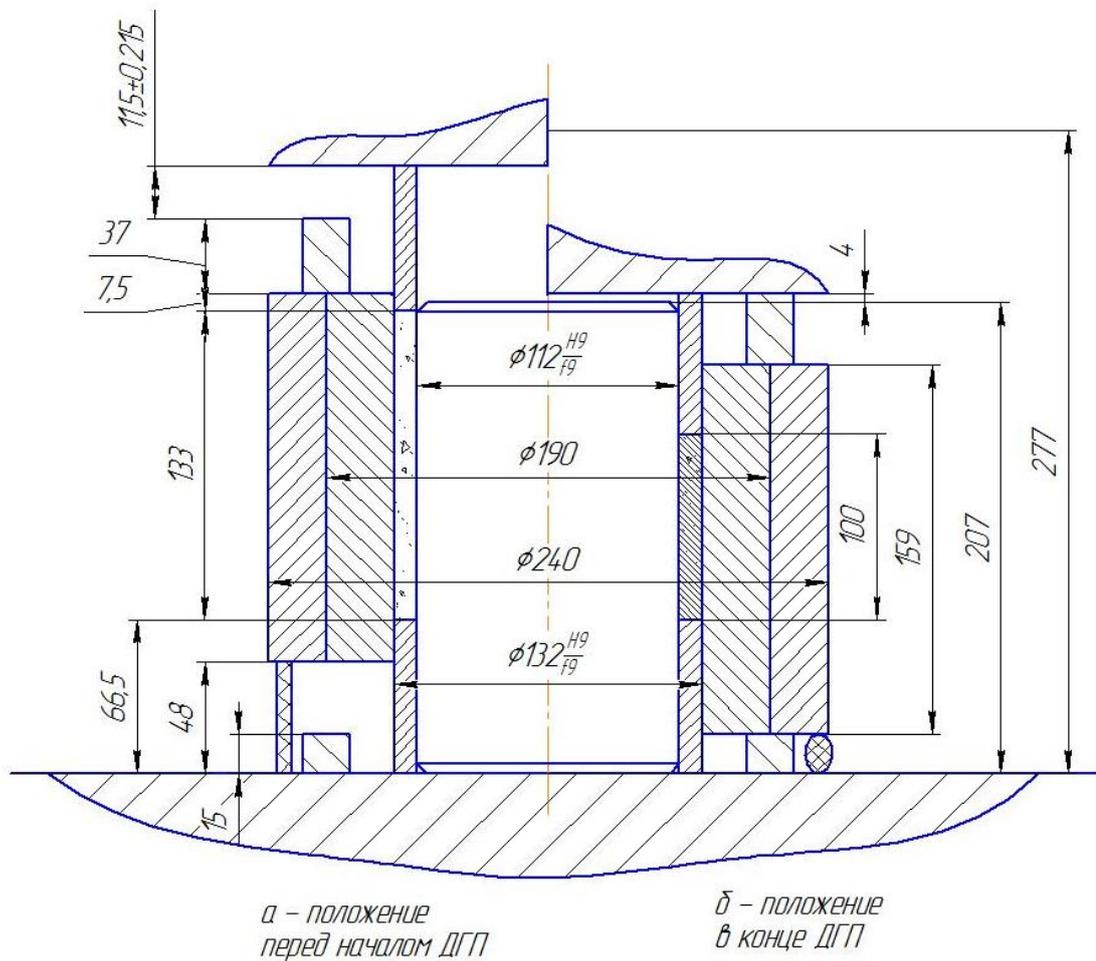


Рисунок 6.9 – Штамп ДГП:

а – положение перед началом ДГП, б – положение в конце ДГП

6.5 Технология изготовления детали «Кольцо упорное» №245КУ-АВ-50

Промышленная реализация результатов исследований проводилась в ООО «Фопро-М». Была разработана технология изготовления детали «Кольцо упорное». Чертеж детали представлен на рисунке 6.10. Данная деталь входит в сборочный узел дизельной насосной установки ДНУ – 180/212.

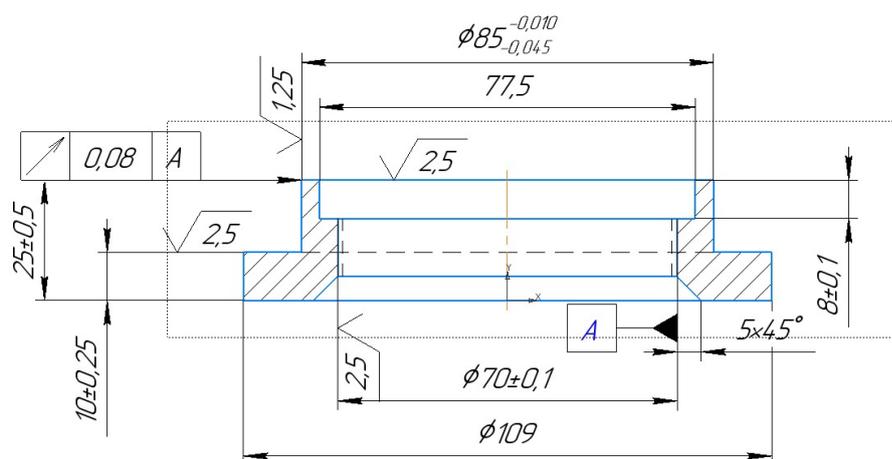


Рисунок 6.10 – Чертеж детали «Кольцо упорное»

По заданию предприятия была разработана технологическая инструкция на процесс изготовления данной детали.

Порошковая шихта для изготовления детали «Кольцо упорное» имела следующий состав: порошок Н4Д2М+0,5%С+2%NiO. На рисунке 6.5 показана схема изготовления для детали.

По заводскому варианту уплотнительное кольцо изготавливается из прутка стали 60Х с последующей механической и термической обработкой. Коэффициент использования материала 0,56. Для повышения эксплуатационных свойств производится термообработка в виде нормализации и отпуска. Предел прочности стали на растяжение после нормализации и отпуска 690 МПа. При переходе на порошковую технологию коэффициент использования материала возрастает с 0,56 до 0,98, при этом

освобождается станочное оборудование – токарные станки. Деталь имеет достаточно широкие допуски на размеры и значения шероховатости, реализовать которые технологией смешивания – прессования и спекания порошковой стали не представляет трудностей. Однако посадочные размеры требуют окончательной обработки на шлифовальных станках.

Технология получения детали «Кольцо упорное» включает в себя следующие операции:

1) Смешивание производили в лопастном смесителе и в ультразвуковой станции для просеивания и смешивания порошка AS-SPC производства Китай. Шихта состояла из 0,5% графита карандашного ГК-1; 2% ультрадисперсного оксида никеля, остальное – порошок Н4Д2М. Отклонение от однородности в контрольных пробах, отобранных из разных мест партии шихты, не должно превышать 2-3 %.

2) Прессование на гидравлическом прессе модели П6330 при давлении 800 МПа заготовок пористостью 20 %. Дозировка порошка – объемная; масса заготовки – 0,71 кг; допустимое отклонение – не более $0,5 \cdot 10^{-3}$ кг.

3) Спекание в защитной атмосфере диссоциированного аммиака в одну стадию в течение 120 минут при температуре 1100 °С, остаточная пористость детали после проведения спекания составляет 20...19 %.

4) Горячая штамповка на кривошипно-шатунном прессе модели IRONMAC KD 23D-25. Температура нагрева заготовок составила 1150°С, матрицы - 250°С, давление горячей штамповки - 950МПа.

4) Термообработка: закалка с температуры 850 °С в масло и отпуск при 300°С в течение 60 минут.

5) Окончательная механическая обработка поверхностей детали, чтобы обеспечить требуемые допуски на размеры. Механическая обработка производится на обрабатывающем центре Haas- VF-2YT.

После изготовления детали «Кольцо упорное» необходимо было провести испытания изделия на износостойкость поверхности в процессе

трения по различных конструкционным сталям без применения смазочного материала. Трибологические испытания проводились при постоянной нагрузке и скорости скольжения для различных значений пути трения. Трибологические испытания проводились по схеме трения «палец-диск» для инденторов которые были вырезаны из готовой детали «Кольцо упорное» размерами диаметр 6 мм, длина 11 мм) и контртел (диски диаметром 25,4 мм, высотой 10 мм) из стандартных конструкционных сталей марок 45 и 30ХГСА. Начальная шероховатость поверхностей трения составляла Ra 0,11- 0,15 мкм. Испытания проводились по методике, описанной в работе [176].

В результате проведённых испытаний было установлено, что наилучшими трибологическими свойствами обладает сочетание материалов Н4Д2М+0,5%С+2%NiO - сталь 45. Эта пара трения характеризуется минимальным средним коэффициентом трения, наименьшим объёмным износом материала порошковой детали, минимальным отклонением геометрии трибоконтакта от начального положения, а также небольшим масштабом поверхностных повреждений индентора. Процесс трения по стали 30ХГСА сопровождается средним коэффициентом трения, не значительным объёмным износом и не значительными изменениями поверхностной микрорельефа индентора. Полученные данные полностью удовлетворили требования предприятия.

6.6 Выводы по главе 6

Практические рекомендации, построенные на теоретических результатах настоящей работы, нашли применение на машиностроительных предприятиях Ростовской области.

1. Разработана и внедрена технология изготовления синхронизатора коробки передач (ТИ № С.22 ТМ78А411J). Разработана конструкция производственного штампа ДГП с устройством ориентации заготовок.

2. Разработана и внедрена технология изготовления детали «Втулка» № СС42049 левой опоры шнека подборщика кормоуборочного ПЗ000 (ТИ № ПЗ000-СС42049). Проведены расчеты размеров матриц для холодного и горячего прессования, а также разработана пресс форма для статического холодного прессования и штамп для ДГП.

3. Разработана и внедрена технология изготовления детали «Кольцо упорное» (ТИ 245КУ-АВ-50-2023). Отмечено, что при переходе на технологию применения порошковой заготовки коэффициент использования материала увеличился до 0,98. Получен акт внедрения на предприятии ООО «ФОПРО-М» г. Ростов-на-Дону.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

Итог научных разработок, изложенных в диссертации, может быть кратко сформулирован в виде следующих общих выводов:

1. Установлены закономерности образования контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием при формировании спеченных и горячедеформированных порошковых сталей. Формирование внутрикристаллитного сращивания заключается в трансформации контактной поверхности в высокоугловую границу по механизмам поверхностной диффузии при спекании и миграции межзеренной поверхности сращивания при горячей допрессовке. Критерием развития межчастичного сращивания является доля контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием.

2. Превалирующим механизмом формирования внутрикристаллитного сращивания является миграция межчастичной поверхности с движущей силой, достаточной для ее отрыва от включений неметаллической фазы и микропор с установлением равновесной концентрации примесных и легирующих элементов.

3. Движущая сила миграции межчастичной поверхности сращивания зависит от уровня термомеханического воздействия на уплотняемый порошковый материал и составляет на стадии спекания $0,1-1,3$ кДж/м², а при горячей допрессовке $4,2-12,6$ кДж/м². При этом интервал значений сил сегрегационного торможения миграции границы при температуре допрессовки $950-1150^{\circ}\text{C}$ для легированных порошков составляет $1,85-2,86$ кДж/м², для чистого железа - $1,2-1,75$ кДж/м². Введение ультрадисперсных частиц позволяет управлять процессом структурообразования на стадии развития контактной поверхности путем изменения соотношения движущей силы миграции к силе её торможения.

4. Введение в шихту графита интенсифицирует процессы формирования внутрикристаллитного сращивания по сравнению с материалами из безуглеродной шихты, т.к. межчастичная поверхности сращивания является областью облегченного зарождения зерен феррита и

цементитных пластин, прорастающих через бывшую границу физического раздела частиц.

5. Сформулированы основные требования к ультрадисперсным частицам, вводимым в состав порошковой шихты сталей. Исследованы частицы различной природы, которые оказывают определяющее влияние на процессы формирования структуры и свойств как нелегированных, так и легированных порошковых сталей в процессе их получения: прессования, спекания, горячей штамповкой и последующей термической обработкой.

6. Методом Оже-спектроскопии определено влияние сегрегационных скоплений легирующих элементов и примесей на формирование внутрикристаллитного сращивания. Выявлено распределение атомов легирующих и примесных элементов на характерных участках излома. Факт вытеснения атомов легких элементов атомами металлов, образующих в железе твердые растворы замещения, свидетельствует о высокой диффузионной подвижности последних в процессе горячей пластической деформации. Положительное влияние легирования на формирование внутрикристаллитного сращивания заключается в возможности управления условиями миграции МЧПС и в создании условий для полного залечивания субмикропор. Особенность никеля как легирующего элемента ГДПМ на основе железа заключается в расположении ионов никеля в сжатых областях кристаллической решетки.

7. Определено влияние морфологических особенностей структуры зоны сращивания на характер разрушения порошковой стали. Зоны вязкого излома и участки транскристаллитного скола образуются в местах наиболее полного протекания процессов сращивания. Оптимальными с этой точки зрения являются участки межчастичных контактов, сформированные статическом холодном прессовании, на которых при последующем спекании и доуплотнении создаются благоприятные условия для образования металлических связей. Структура контактных областей с межкристаллитным

срашиванием обуславливает разрушение по механизму интеркристаллитного скола.

8. Определено влияние ультрадисперсных добавок на кинетику фазовых превращений при термической обработке порошковых сталей. Наличие ультрадисперсных добавок влияет на температуру критических точек, длительность инкубационного периода распада аустенита, критическую скорость закалки. Уменьшение пористости приводит к снижению влияния ультрадисперсных добавок.

9. Использование ультрадисперсных добавок позволяет сформировать горячедеформированные стали с внутрикристаллитным срашиванием на всей контактной поверхности без дополнительной пластической деформации, что обусловлено релаксационными процессами и фазовой перекристаллизацией на стадии последеформационного охлаждения.

10. Разработаны принципы оптимизации технологии получения спеченной и горячедеформированной порошковых сталей с заданным уровнем функциональных свойств, на основе которых реализовано изготовление в промышленных условиях синхронизатора коробки передач (ТИ № С.22 ТМ78А411J), втулки № СС42049 левой опоры шнека подборщика кормоуборочного ПЗ000 (ТИ № ПЗ000-СС42049), кольца упорного (ТИ 245КУ-АВ-50-2023) на предприятиях Ростовской области.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Постановление правительства от 29 марта 2019 года № 377 «Об утверждении государственной программы Российской Федерации "Научно-технологическое развитие Российской Федерации": [сайт].- Москва: URL: <http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&prevDoc=102543863&backlink=1&&nd=102540386> (дата обращения 12.02.2024г.).- Текст : электронный

2. **ГОСТ 17359–82** Порошковая металлургия «Термины и определения», разработан Академией наук Украинской ССР и Всесоюзным Советом научно-технических обществ, Внесен Академией наук Украинской ССР, Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 июня 1982 г. N 2583-С.:81. – Текст: непосредственный

3. **Егоров, М. С.** Межчастичное сращивание при формировании горячедеформированных порошковых сталей, полученных из легированных порошков: специальность 05.16.06 "Порошковая металлургия и композиционные материалы: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / Егоров Максим Сергеевич. – Новочеркасск, 2004. – 148 с. – Текст : непосредственный.

4. **Егоров, М. С.** Методы получения железных, стальных порошков и конструкционных материалов на их основе / М. С. Егоров, Ж. В. Еремеева, Р. В. Егорова; Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, Донской государственный технический университет. – Ростов–на–Дону : Донской государственный технический университет, 2021. – 251 с. – ISBN 978–5–7890–1924–5. – Текст : непосредственный.

5. **Дорофеев, Ю. Г.** Динамическое горячее прессование пористых порошковых заготовок. – Москва.: Металлургия, 1977. – 216 с. – Текст : непосредственный.

6. **Севостьянова, А. А.** Преимущества порошковой металлургии и перспективы ее развития / А. А. Севостьянова, И. А. Ахвердян, Д. И. Бережная

// Студенческий вестник. – 2018. – № 18–2(38). – С. 34–36. – Текст: непосредственный.

7. **Дорофеев, Ю.Г.** Исследование сращивания металлов при динамическом горячем прессовании / Ю.Г. Дорофеев, С.Н. Попов Порошковая металлургия.– 1971.–№2.– С.44–51. – Текст : непосредственный.

8. **Егоров, С. Н.** Научные основы межчастичного сращивания при формировании горячедеформированных порошковых материалов и принципы выбора технологических параметров их получения: специальность 05.16.06 "Порошковая металлургия и композиционные материалы": диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук / Егоров Сергей Николаевич. – Новочеркасск, 2003. – 270 с. – Текст : непосредственный.

9. **Дорофеев, В.Ю.** Процессы сращивания в порошковой металлургии / В.Ю. Дорофеев, И.А. Кособоков, В.И. Лозовой и др /Новочерк. политехн. ин–т. Новочеркасск.–1990.–88 с. – Текст : непосредственный.

10. **Дорофеев, Ю. Г.** Становление, формирование и перспективы развития Новочеркасской научной школы в области изучения функциональных порошковых материалов / Ю. Г. Дорофеев // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2008. – № 1. – С. 50–55. – Текст: непосредственный.

11. Указ Президента Российской Федерации от 07.07.2011 № 899 «Об утверждении приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в Российской Федерации и перечня критических технологий Российской Федерации» [сайт]. - Москва: URL: <http://www.kremlin.ru/acts/bank/33514> (дата обращения 18.01.2024г).: - Текст: электронный

12. **Перельман, В.Е.** Формование порошковых материалов. – Москва: Металлургия, 1979.–232с. – Текст : непосредственный.

13. **Самсонов, Г.В.** Горячее прессование / Г.В. Самсонов, М.С. Ковальченко – Киев: Гостехиздат УССР, 1961.–212с. – Текст : непосредственный.

14. **Миненко, В.А.** Экспериментальная установка для исследования процессов изготовления изделий из предварительно нагретых металлических порошков / В.А. Миненко, Ю.М. Шуляков // Технология получения и исследование порошков и материалов с особыми свойствами: Сб.науч.тр/КуАИ.– Куйбышев: КуАИ. 1983. С 41–46 – Текст : непосредственный.

15. **Дорофеев, Ю.Г.** Конструкционные порошковые материалы и изделия / Ю.Г. Дорофеев, Л.Г. Мариненко, В.И. Устименко. Москва: Металлургия, 1986.–144 с. – Текст : непосредственный.

16. **Doban, B.** Controlled Rolled Low Alloy Powder Forget Stells / *Doban B. Davis T.J* //Powder Metallurgy. 1985 V.28 №4. P. 225–230 – Текст : непосредственный.

17. **Егоров, М. С.** Влияние операции спекания на свойства дисперсно– упрочненных сплавов на основе железа / М. С. Егоров, Р. В. Егорова // Известия Юго–Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. – 2022. – Т. 12, № 2. – С. 81–95. – DOI 10.21869/2223–1528–2022–12–2–81–95. – Текст : непосредственный.

18. **Дорофеев, Ю.Г.** Динамическое горячее прессование пористых материалов / Ю.Г. Дорофеев, В.И. Устименко – Москва: Наука, 1968. – 120 с. – Текст : непосредственный.

19. **Дорофеев, Ю. Г.** Порошковая металлургия – отрасль прогрессивная. Опыт и перспективы развития. – Ростов н/Д: Кн. изд–во, 1982.– 192 с. – Текст : непосредственный.

20. **Кипарисов, С. С.** Порошковая металлургия / С.С Кипарисов, Г.А. Либенсон – Москва: Металлургия, 1980.– 495 с – Текст : непосредственный.

21. **Дорофеев, В.Ю.** Межчастичное сращивание при формировании порошковых горячедеформированных материалов/ В.Ю. Дорофеев, С.Н. Егоров – Москва: Metallurgizdat, 2003.–151 с. – Текст : непосредственный.
22. **Раковский, В. С.** Спеченные материалы в технике. – Москва: Metallurgiya, 1978.– 231 с. – Текст : непосредственный.
23. **Дорофеев, В.Ю.** Процессы сращивания в порошковой металлургии / В.Ю. Дорофеев, И.А. Кособоков, В.И. Лозовой и др.//Новочерк. политехн. ин–т. Новочеркасск.–1990.–88 с. – Текст : непосредственный.
24. **Бар, Дж.** Порошковая металлургия материалов специального назначения. – Москва: Metallurgiya, 1977.– 374 с. – Текст : непосредственный.
25. **Буланов, В. Я.** Прогнозирование свойств спеченных материалов / В.Я. Буланов, В.Н. Небольсинов – М.: Наука, 1981. – 156 с. – Текст : непосредственный.
26. **Бальшин, М. Ю.** Научные основы порошковой металлургии волокна. Москва: Metallurgiya, 1972.– 336 с. – Текст : непосредственный.
27. **Дорофеев, Ю. Г.** Динамическое горячее прессование пористых порошковых заготовок. – Москва: Metallurgiya, 1977. – 216 с. – Текст : непосредственный.
28. **Пятов, В. В.** Теоретические и технологические основы холодной экструзии порошковых материалов / В. В. Пятов ; УО "ВГТУ". – Витебск : ВГТУ, 2002. – 237 с. – Текст : непосредственный.
29. **Ганин, С. В.** Определение реологических характеристик и моделирование процесса экструзии порошковых материалов / С. В. Ганин, М. Ю. Замоздра, В. Н. Цеменко // Современные материалы и передовые производственные технологии (СМППТ–2019) : Тезисы докладов международной научной конференции, Санкт–Петербург, 25–28 июня 2019 года. – Санкт–Петербург: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Санкт–Петербургский

политехнический университет Петра Великого", 2019. – С. 97. – Текст : непосредственный.

30. **Ковальченко, М. С.** Уплотнение пористого тела при горячей ковке / Порошковая металлургия.– 1974.– №6.– С. 29–36. – Текст : непосредственный.

31. **Гропянов, А. В.** Порошковые материалы / А.В. Гропянов, Н.Н. Ситов, М.Н. Жукова СПб.: ВШТЭ СПбГУПТД. – 2017. – Т. 74. – Текст : непосредственный.

32. **Субич, В.** Уплотнение, консолидация и разрушение пористых материалов / В. Субич, В.Демин, Н.Шестаков – Litres, 2022. – Текст : непосредственный.

33. **Цыркин, А.Т.** Исследование особенностей получения структуры и свойств металокерамических материалов для тяжело нагруженных узлов тепловозов. Автореф. дис. канд. тех. наук. – Новочеркасск, 1971.–23с. – Текст : непосредственный.

34. **Дорофеев, В. Ю.** Исследование процесса формования зубчатых колес из нагретых пористых порошковых заготовок, структуры и свойства их материала. – Дисс. канд. техн. наук. – Новочеркасск, 1982.– 181с. – Текст : непосредственный.

35. **Павлов, В.А.** Горячая объемная штамповка порошкового титана / В.А. Павлов, Л.И. Живов, В.В. Щербина и др.// Порошковая металлургия. – 1973.– №8.– С. 15 – 19. – Текст : непосредственный.

36. **Свистун, Л. И.** Теоретические и технологические основы горячей штамповки порошковых карбидосталей конструкционного назначения : дис. – Южно–Российский государственный технический университет, 2010. – Текст: непосредственный.

37. **Павленко, Д. В.** Особенности уплотнения спеченных титановых сплавов методами обработки давлением //Обработка материалов давлением. – 2017. – №. 1. – С. 173–180. – Текст : непосредственный.

38. **Энгстром, У.** Свойства материалов, полученных при теплом прессовании улучшенных порошков / У. Энгстром, Б. Йохансон, П. Кнутссон // Материалы науч.–прак. конфер. «Современные технологии, материалы и изделия порошковой металлургии». – Ростов–на–Дону, 2002.–С.16. – Текст : непосредственный.

39. **Кулик, О.П.** Новые технологии расширяют области применения порошковой продукции / О.П. Кулик, Д.А. Левина, Л.И. Чернышев // Порошковая металлургия.–2001.–№5/6.–С. 105–108. – Текст: непосредственный.

40. **Шоршоров, М.Х.** Разработка прогрессивных технологий получения и обработки металлов, сплавов, порошковых и композиционных наноматериалов. / М.Х. Шоршоров, А.Е. Гвоздев, В.И. Золотухин, А.Н. Сергеев / монография. Тула: Изд–во ТулГУ, 2016. 235 с – Текст : непосредственный.

41. **Баглюк, Г.А.** Усовершенствование процессов деформирования порошковых материалов на основе управления силами контактного трения // Порошковая металлургия.–2002.–№1–2.–С.19–25.– Текст : непосредственный.

42. **Агеев, Е. В.** Получение порошков из отходов твердых сплавов методом электроэрозионного диспергирования //Электрометаллургия. – 2011. – №. 10. – С. 24. – Текст : непосредственный.

43. **Агеев, Е. В.** Метод получения наноструктурных порошков на основе системы WC–Co и устройство для его осуществления / Е.В. Агеев, Б.А. Семенихин, Р.А. Латыпов //Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии. – 2010. – №. 5. – С. 39–42. – Текст : непосредственный.

44. **Рогозин, В.Д.** Взрывная обработка порошковых материалов. – Волгоград, РПК «Политехник», 2002.– 135 с. – Текст : непосредственный.

45. **Ильющенко, А. Ф.** Высокоплотные порошковые стали и технологии изготовления из них конструкционных деталей сложной формы / А. Ф. Ильющенко, Е. С. Севастьянов, П. Н. Киреев // 50 лет порошковой

металлургии Беларуси. История, достижения, перспективы – Минск, ГНПО ПМ, 2010. – Глава 11. – С.218–229. – Текст : непосредственный.

46. **Егорова, Р. В.** механические свойства горячедеформированных порошковых сталей / Р. В. Егорова, М. С. Егоров // Инновации в металлообработке: взгляд молодых специалистов : Сборник научных трудов Международной научно–технической конференции, Курск, 02–03 октября 2015 года / Ответственный редактор Чевычелов С.А. – Курск: ИП Пучков Игорь Иванович, 2015. – С. 124–127. – Текст : непосредственный.

47. **Роман, О. В.** Развитие высокоэнергетических методов прессования в порошковой металлургии // Порошковая металлургия.– Минск: Вышэйш. шк. 1977.– С. 3–8. – Текст : непосредственный.

48. **Дэвис, Р.** Применение высоких скоростей для прессования металлических порошков иковки порошковых заготовок. — В сб.: Порошковая металлургия, вып.1. – Минск: Высшая школа, 1977.– Вып.1.– С. 26 – 29. – Текст : непосредственный.

49. **Рогозин, В.Д.** Взрывное прессование слоистых металлокерамических элементов электротехнического назначения / В.Д. Рогозин, С.П. Писарев, Ю.П. Трыков и др. // Слоистые композиционные материалы – 98: Труды науч.–техн. конфер. / Волгоград, 1998.– С. 139–140. – Текст : непосредственный.

50. **Рогозин, В.Д.** Параметры нагружения при сварке взрывом с запрессовкой порошка в трубчатых элементах / В.Д. Рогозин, С.П. Писарев // Сварочное производство.– 1998.– №11.– С.7–9. – Текст : непосредственный.

51. **Лысак, В.И.** Прессование порошков взрывом / В. И. Лысак, А. В. Крохалев, С. В. Кузьмин [и др.]. – Москва: Издательство "Машиностроение–1", 2015. – 252 с. – Текст : непосредственный.

52. **Крохалев, А. В. и др.** О возможности получения твердых сплавов из смесей порошков карбидов с металлами взрывным прессованием без спекания //Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и

функциональные покрытия. – 2017. – №. 2. – С. 22–30. – Текст : непосредственный.

53. **Крохалев, А. В.** Закономерности формирования твердых сплавов из смесей порошков карбида хрома с титаном с использованием энергии взрыва //Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2012. – №. 1. – С. 32–37. – Текст : непосредственный.

54. **Батурин, В.Е.** Исследование особенностей холодного и горячего прессования порошковых заготовок / В.Е. Батурин, Ю.Д. Клебанов, Б.В. Розанов и др. // Порошковая металлургия. – 1973.– №8.– С. 10 – 14. – Текст : непосредственный.

55. **Патент № 2759282 С1 Российская Федерация, МПК С22F 1/18, В22F 3/15, С22С 27/04.** Способ изготовления изделий из сплавов молибдена: № 2021107418 : заявл. 22.03.2021: опубл. 11.11.2021 / Д. В. Прохоров, М. И. Карпов, В. И. Внуков [и др.]; заявитель Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела Российской академии наук. – Текст : непосредственный.

56. **Патент № 2542039 С1 Российская Федерация, МПК В22F 3/02, С22С 29/18.** Способ изготовления высокотемпературного антифрикционного материала: № 2013154885/02 : заявл. 10.12.2013: опубл. 20.02.2015 / Г. Ю. Сморгчов, А. И. Рачковский, Д. Н. Кондрохин; заявитель Российская Федерация, от имени которой выступает Государственная корпорация по атомной энергии "Росатом"–Госкорпорация "Росатом", Федеральное государственное унитарное предприятие "Российский Федеральный ядерный центр–Всероссийский научно–исследовательский институт экспериментальной физики–ФГУП "РФЯЦ–ВНИИЭФ". – Текст: непосредственный.

57. **Эшкобилов, О. Х.** Исследование процессов производства прутков малого диаметра из сплавов молибдена и ниобия / О. Х. Эшкобилов //

Современные тенденции развития аграрного комплекса : материалы международной научно–практической конференции, с. Соленое Займище, 11–13 мая 2016 года / ФГБНУ «Прикаспийский научно–исследовательский институт аридного земледелия», Региональный Фонд «Аграрный университетский комплекс». – с. Соленое Займище: Прикаспийский научно–исследовательский институт аридного земледелия, 2016. – С. 1288–1290. – Текст : непосредственный.

58. **Yoo, S.H.** Powder Metallurgy/ Yoo S.H., Sudarshan T.S., Sethuram // –1999.–№4.– Р. 181–182. – Текст: непосредственный.

59. **Рогозин, В. Д.** Ударное прессование и спекание пьезокерамики ЦТС–19 / В.Д. Рогозин, С.П. Писарев, В.Ф. Казак //Физика и химия обработки материалов. – 2007. – №. 2. – С. 70–73. – Текст : непосредственный.

60. **Плетнев, А. А.** Ударное прессование образцов из порошка //XXV Региональная конференция молодых ученых и исследователей Волгоградской области.Волгоград – 2021. – С. 144–144. – Текст : непосредственный.

61. **Сердюк, Г.Г.** Опыт промышленного применения высокоскоростного (ударного) прессования металлических порошков / Г.Г. Сердюк, А.В. Сахненко, Л.И. Свистун // Порошковая металлургия.– 2000.– №9/10.– С.108 – 115. – Текст : непосредственный.

62. **Писарев, С. П.** Электрическое сопротивление и тонкая структура порошковых прессовок из TiC и Ni, полученных высокоскоростным прессованием //Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2011. – №. 5. – С. 40–43. – Текст : непосредственный.

63. **Патент № 2210460 РФ. Способ изготовления изделий из шихты на основе металлического порошка** / С.Н. Егоров, Ю.Ю. Медведев, М.С. Егоров и др.–Опубл. 06.12.2001. – Текст : непосредственный.

64. **Егоров, С.Н.** Получение высокоплотного порошкового материала методом электропластического уплотнения / С.Н. Егоров, Ю.Ю. Медведев //

Современные технологии в материаловедении–Магнитогорск: МГТУ, 2003.– С.99–102. – Текст : непосредственный.

65. **Егоров, С.Н.** Влияние режимов электропластического уплотнения на пористость порошкового материала / С.Н. Егоров, Ю.Ю. Медведев // Материалы науч.–практ. конф. «Современные технологии в машиностроении – 2003» 26–27 апр. 2003 г. / Пенза: Пензенский гос. ун–т.– 2003.–С12–14. – Текст : непосредственный.

66. **Егоров С.Н.** Зависимость временного сопротивления железных образцов от параметров процесса электропластического уплотнения порошкового материала / С.Н. Егоров, Ю.Ю. Медведев, С.М. Чухан // Материалы VIII междунар. науч.–практ. конф. «Проблемы машиностроения и технологии материалов на рубеже веков» 28–30 мая 2003 г./ Пензенский гос. ун–т.–Пенза, 2003.–С19–21. – Текст : непосредственный.

67. **Егоров, С.Н.** Исследование процесса формирования материала при динамическом горячем прессовании пористых порошковых заготовок. Автореф. дис. канд. техн. наук.– Новочеркасск, 1978. – 17 с. – Текст: непосредственный.

68. **Каракозов, Э.С.** Аналитические оценки схватывания металлов / Э.С. Каракозов, Ю.В. Мякишев, М.Х. Шоршоров // Порошковая металлургия. – 1975. – № 6. – С.87–92. – Текст : непосредственный.

69. **Дорофеев, Ю.Г.** О срачивании на контактных поверхностях металлических частиц при динамическом горячем прессовании / Ю.Г. Дорофеев, В.А. Скориков // Порошковая металлургия. – 1975. – № 6. – С. 43–47. – Текст : непосредственный.

70. **Лямин, Я.В.** Пластическая деформация при диффузионной сварке разнородных материалов / Я.В. Лямин, Р.А. Мусин // Сварочное производство.–2002.–5.– С. 24–29. – Текст : непосредственный.

71. **Дорофеев, Ю.Г.** Исследование сращивания металлов при динамическом горячем прессовании / Ю.Г. Дорофеев, С.Н. Попов // Порошковая металлургия.– 1971.–№2.– С.44–51. – Текст: непосредственный.
72. **Штерцер, А.А.** О возможном механизме схватывания твердых тел // Трение и износ.–1995.–Т.16.–№4.–С. 746–751. – Текст: непосредственный.
73. **Штерцер, А.А.** Волновая модель схватывания твердых тел // Слоистые композиционные материалы–98: Сб. тр. конф.– Волгоград: Волгоград. гос. тех. ун–т, 1998.– С. 52–53. – Текст : непосредственный.
74. **Дорофеев, Ю.Г.** Влияние окисления контактной поверхности на сращивание при динамическом горячем прессовании / Ю.Г. Дорофеев, С.Н. Егоров // Порошковая металлургия. – 1977. – № . – С. 78–81. – Текст: непосредственный.
75. **Дорофеев, Ю.Г.** Некоторые особенности окисления пористых заготовок в процессе нагрева перед динамическим горячим прессованием / Ю.Г. Дорофеев, С.Н. Егоров // Порошковая металлургия. – 1978. – № 6. – С. 26–29. – Текст : непосредственный.
76. **Дорофеев, Ю.Г.** Некоторые особенности прессования металлических порошков в вакууме / Ю.Г. Дорофеев, С.А. Горшков, С.Н. Егоров // Порошковая металлургия.–1979.–№8.– С.17–22. – Текст : непосредственный.
77. **Дорофеев, Б.Ю.** Процессы сращивания в порошковых горячештампованных материалах на основе железа. Сообщения 1–3 / Б.Ю. Дорофеев, В.Ю. Дорофеев, Ю.Н.Иващенко и др. // Порошковая металлургия. – 1988. – № 6. – С. 27–32; № 7. – С. 53–56; № 8.– С. 36–40. – Текст : непосредственный.
78. **Дорофеев, Ю.Г.** Особенности формирования порошкового материала методом динамического горячего прессования в вакууме / Ю.Г.

Дорофеев, С.Н. Егоров, С.А. Горшков // Порошковая металлургия. – 1980. – № 5. – С. 50–55. – Текст : непосредственный.

79. **Дорофеев, Ю.Г.** Срачивание на контактных поверхностях при различных технологических вариантах горячей обработки давлением порошковых материалов / Ю.Г. Дорофеев, В.Ю. Дорофеев, С.Н. Егоров и др. // Порошковая металлургия. – 1986. – № 10. – С. 31–34. – Текст : непосредственный.

80. **Иващенко, Ю.Н.** Распределение примесей на поверхности разрушения и механические свойства порошкового железа / Ю.Н. Иващенко, А.В. Крайников, А.А. Малышенко и др. // Порошковая металлургия. – 1988. – № 9. – С. 83–88. – Текст : непосредственный.

81. **Дорофеев, Ю.Г.** Исследование процесса срачивания конструкционных углеродистых сталей / Ю.Г. Дорофеев, Ю.В. Дыбов, С.Н. Егоров // Порошковая металлургия. – 1990. – № 4. – С. 69–72. – Текст : непосредственный.

82. **Финдайзен, Б.** Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы / Б. Финдайзен, Э. Фридрих, И. Калнинг и др. // Москва: Металлургия, 1988.–520 с. – Текст : непосредственный.

83. **Иващенко, Ю.Н.** О межчастичном разрушении железных порошковых материалов / Ю.Н. Иващенко, А.А. Малышенко, Ю.Н. Подрезов // Физика прочности и пластичности металлов и сплавов: Тез. докл. Всесоюзн. конф. Куйбышев: КуАИ.–1989.–С.50–51. – Текст : непосредственный.

84. **Lund, J.A.** Yielding in sintered iron–phosphorus compact // International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology.– 1984.– Vol.20.–№2.–Р. 141–148 – Текст : непосредственный.

85. **Palfalvi, A.** Influence of porosity on the mechanical characteristic of sintered porous stainless steels /A. Palfalvi, I. Vida–Simiti, I.Chicinas, R. Szabol, I. Magyarosy // Powder Metallurgy International. –1988.–Vol.20.–№4.– Р.16–19. – Текст : непосредственный.

86. **Желтонога, Л.А.** Особенности роста трещин в спеченных материалах / Л.А. Желтонога, И.П. Габриэлов // Порошковая металлургия.– 1979.–№10.–С.80–84. – Текст : непосредственный.

87. **Navara, E.** Fracture toughness of PM steels / International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology.– 1984.–Vol. 20.–№1.–Р. 33–38. – Текст : непосредственный.

88. **Жердин, А.Г.** Трещиностойкость и вязкохрупкий переход в порошковых материалах / А.Г. Жердин, С.А. Фирстов, Л.Г. Штыка // Технологическая и конструкционная пластичность порошковых материалов. – Киев: ИПМ АН УССР, 1988.–С.89–92. – Текст : непосредственный.

89. **Даниленко, Н.И.** Анизотропия трещиностойкости деформированного порошкового и литого железа / Н.И. Даниленко, А.Н. Демидик // Физика прочности и пластичности металлов и сплавов: Тезисы докл. Всесоюзн. конф. Куйбышев: КуАИ, 1989.–С.354. – Текст : непосредственный.

90. **Fleck, N.A.** Use of simple models to estimate density on fracture behaviour of sintered steels / Fleck N.A., Smith R.A // Powder Metallurgy.–1981.– Vol. 24.– №3.–Р. 126–136. – Текст : непосредственный.

91. **Ingelstrom, N.** The influence of porosity and carbon content on the fracture toughness of some sintered steels / Ingelstrom N., Ustimenko V. // Powder Metallurgy.–1975.– Vol. 19.– №36.–Р. 303–309. – Текст : непосредственный.

92. **Мильман, Ю.В.** Механические свойства спеченных материалов. Сообщение 1. Прочностные характеристики спеченных материалов // Порошковая металлургия.–1991.–№1.–С.34–45. – Текст : непосредственный.

93. **Мильман, Ю.В.** Механические свойства спеченных материалов. Сообщение 2. Влияние пористости на пластичность порошковых сплавов / Ю.В. Мильман, Р.К. Иващенко, А.П. Захарова // Порошковая металлургия. – 1991.–№3.–С.93–100. – Текст : непосредственный.

94. **Скорород, В.В.** Физико–механические свойства объемно–деформированного спеченного пористого никеля. Сообщение 1. Электросопротивление / И.Ф. Мартынова, В.В. Скорород, С.М. Солонин и др. // Порошковая металлургия.–1975.–№8.–С.79–83. – Текст : непосредственный.

95. **Скорород, В.В.** Физико–механические свойства объемно–деформированного спеченного пористого никеля. Сообщение 2. Скорость распространения ультразвуковых колебаний / И.Ф. Мартынова, В.В. Скорород, С.М. Солонин и др. // Порошковая металлургия.– 1975.–№9.–С.72–76. – Текст : непосредственный.

96. **Скорород, В.В.** Метод оценки прочностных свойств спеченных и пластически деформированных пористых металлов по их акустическим характеристикам / В.В. Скорород, М.Я. Кучер, Г.Р. Фридман // Спеченные конструкционные материалы. Киев: ИПМ АН УССР, 1976.–С.79–83. – Текст : непосредственный. – Текст : непосредственный.

97. **Скорород, В.В.** Корреляция прочностных и акустических свойств объемно–деформированного пористого железа / В.В. Скорород, М.Я. Кучер, Г.Р. Фридман // Порошковая металлургия.–1976.–№1.–С.83–87. – Текст : непосредственный. – Текст : непосредственный.

98. **Фридман, Г.Р.** Особенности распространения упругих колебаний в пористых порошковых материалах // Реологические модели и процессы деформирования пористых порошковых и композиционных материалов. Киев: ИПМ АН УССР, 1985.–С.36–40. – Текст : непосредственный.

99. **Кальнер, В.Д.** Особенности механизма холодной пластической деформации спеченного железа / В.Д. Кальнер, Б.И. Бейлинин, Я.В. Шуберт // Металловедение и термическая обработка металлов. –1982.–№10.–С.3–5. – Текст : непосредственный.

100. **Кальнер, В.Д.** О деформационном упрочнении спеченного железа при прямом выдавливании / В.Д. Кальнер, Б.И. Бейлинин, Я.В. Шуберт // Черная металлургия. –1983.–№5.–С.153–156. – Текст : непосредственный.

101. **Кальнер, В.Д.** Влияние холодной пластической деформации на механические свойства спеченного железа / В.Д. Кальнер, Б.И. Бейлинин, Я.В. Шуберт // *Металловедение и термическая обработка металлов.* –1984.–№7.– С.44–47. – Текст : непосредственный.
102. **Устименко, В.И.** Конструкционные порошковые материалы и изделия / Устименко В.И., Мариненко Л.Г., Ю.Г. Дорофеев // Москва.: *Металлургия*, 1986.–144 с. – Текст : непосредственный.
103. **Радомысельский, Ю.В.** Сегрегации примесных элементов в пористом железе / И.Д. Радомысельский, Ю.В. Мильман, Н.П. Москаленко и др. // *Порошковая металлургия.* –1986.–№3.–С.96–100. – Текст : непосредственный.
104. **Фирстов, С.А.** Влияние пористости на разрушающее напряжение порошковых материалов при вязком механизме разрушения / С.А. Фирстов, Ю.Н. Подрезов, Н.И. Луговой и др.// *Порошковая металлургия.* –1992.–№5.– С.95–99. – Текст : непосредственный.
105. **Волынова Т.Ф.** Особенности разрушения и состояние границ в порошковых материалах // *Порошковая металлургия.* –1989.–№5.–С.66–71. – Текст : непосредственный.
106. **Новиков И.И.** Дефекты кристаллического строения металлов.– Москва: *Металлургия*, 1983.–232 с. – Текст : непосредственный.
107. **Мак, Лин.** Границы зерен в металлах.– Москва: *Металлургиздат*, 1960.–322с. – Текст : непосредственный.
108. **Келли, А.** Кристаллография и дефекты в кристаллах / *Келли А., Гровс Г.*–Москва: *Мир*, 1974.–496 с. – Текст : непосредственный.
109. **Глейтер, Г.** Большеугловые границы зерен / Глейтер Г., Чалмерс Б. // Москва: *Мир*, 1975.–376 с. – Текст : непосредственный.
110. **Горелик, С.С.** Рекристаллизация металлов и сплавов.– Москва: *Металлургия*, 1978.–568 с. – Текст : непосредственный.

111. **Ост, К.Т.** Миграция границ зерен / Ост К.Т., Раттер Дж.В. // Возврат и рекристаллизация металлов: – Москва: Металлургия, 1966.–С.123–156. – Текст : непосредственный.
112. **Люкке, К.** Теория движения границ зерен / Люкке К., Штюве Г.– П. // Возврат и рекристаллизация металлов: – / Москва: Металлургия, 1966.– С.157–194. – Текст : непосредственный.
113. **Садананда, К.** Единая теория большеугловых границ зерен / Садананда К., Марцинковский М // Атомная структура межзеренных границ: – Мир, 1978.– С.87–114. – Текст : непосредственный.
114. **Гейтс, Р.** Роль зернограничных дислокаций в зернограничном проскальзывании зерен // Атомная структура межзеренных границ: Сб. стат. /Москва: Мир, 1978.– С.220–243. – Текст : непосредственный.
115. **Перевезенцев, В.Н.** Современные представления о природе структурной сверхпластичности // Вопросы теории дефектов в кристаллах: Под ред. Вонсовского С.В., Кривоглаза М.А. – Ленинград: Наука, 1987.–С.85–100. – Текст : непосредственный.
116. **Брюховецкий, В.В.** Развитие пор и миграция границ зерен в условиях высокотемпературной сверхпластической деформации сплавов Al – 4%Cu и Al –2%Cu / Брюховецкий В.В., Кузнецова Р.И., Пойда В.П. // Физика металлов и металловедение.–2003.–Т.96.–№2.–С. 106–13. – Текст : непосредственный.
117. **Пойда, В.П.** Роль зернограничного проскальзывания в пластической деформации пористых поликристаллов / Пойда В.П., Кузнецова Р.И., Шапран А.С. // Сверхпластичность / ВАНТ. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационного материаловедения».–1985.– Вып.3 (36).– С.47–50. – Текст : непосредственный.
118. **Акименко, В. Б.** Состав, структура и свойства железных и легированных порошков / В. Б. Акименко, В. Я. Буланов, И. А. Гуляев, Г. Г. Залазинский.–Екатеринбург:Наука, 1996. – 351 с. – Текст: непосредственный.

119. **Дорофеев, Ю. Г.** Особенности распределения микролегирующих элементов в горячедеформированных порошковых материалах на основе железа и их влияния на качество межчастичного сращивания / Ю. Г. Дорофеев, В. Ю. Дорофеев, Х. С. Кочкарова // МиТОМ. – 2013. – № 8. – С. 35 – 39. – Текст: непосредственный.

120. **Петросян, А. С.** Механизм упрочнения многокомпонентных порошковых материалов на основе железа и меди при спекании / Петросян А. С., Папоян С. Р //Вестник Государственного инженерного университета Армении. Серия: Metallургия, материаловедение, недропользование. – 2014. – №. 1. – С. 32–41– Текст : непосредственный.

121. **Гордовская, И. В.** Структура и свойства объемных материалов и покрытий на медной, медно–никелевой и хром–никелевой основах, модифицированных введением порошковых нанокompозитов с диборидом титана: дис. – Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, 2010. – Текст : непосредственный.

122. **Шишка, В. Г.** Выбор легирующих элементов для улучшения обрабатываемости резанием порошковых конструкционных сталей //Инженерный вестник Дона. – 2018. – №. 4 (51). – С. 11. – Текст : непосредственный.

123. **Домбровский, Ю. М.** Новые возможности поверхностного легирования стали в порошковых средах / Домбровский Ю. М., Степанов М. С. //Вестник машиностроения. – 2015. – №. 8. – С. 79–81. – Текст : непосредственный.

124. **Дьячкова, Л. Н.** Влияние дисперсных микродобавок на структуру и свойства порошковых углеродистой и высокохромистой сталей / Дьячкова Л. Н., Дечко М. М. //Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2015. – №. 2. – С. 8–14. – Текст : непосредственный.

125. **Дудрова, Э.** Структура и прочность порошковых материалов / Э. Дудрова, Л. Парилак, М. Шлесар и др.; под ред. С. А. Фирстова и М. Шлесара. – Киев: Наук. Думка, 1993. – 174 с. – Текст : непосредственный.
126. **Трефилов, В. И.** Физические основы прочности тугоплавких металлов / В. И. Трефилов, Ю. В. Мильман, С. А. Фирстов. – Киев: Наук. думка, 1975. – 315 с. – Текст : непосредственный.
127. **Браун, М. П.** Микролегирование стали / М. П. Браун. – Киев: Наук. думка, 1982. – 303 с. – Текст : непосредственный.
128. **Шатт, В** Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы. Под ред. В. Шатта. Пер.с нем. М., «Металлургия». 1983. 520 с. – Текст : непосредственный.
129. **Zapf, G.** DIMENSIONAL CHANGES OF SINTERED Fe–Ni, Fe–Cu, Fe–Ni–Cu ALLOYS / Zapf G., Niessen J., Dalal K. // Powder Metallurgy. – 1972. – Т. 15. – №. 30. – С. 228–246. – Текст: непосредственный.
130. **Жерняк, А.Ф.** Характерные особенности закалки плотных металлокерамических сталей / Жерняк А.Ф., Радомысельский И.Д // Порошковая металлургия, 1964, №4. – С.65. – Текст : непосредственный.
131. **Ермаков, С.С.** Исследование процессов при термической обработке спеченной стали / Ермаков С.С., Кукушкин Н.Н., Резников Г.Г. // Тезисы докладов III Всесоюзного семинара по конструкционным материалам и изделиям. – Киев, 1975. – С.60–61. – Текст : непосредственный.
132. **Радомысельский И.Д.** Термическая и химико–термическая обработка в порошковой металлургии // Порошковая металлургия, Киев 1967, №11. – С.42. – Текст : непосредственный.
133. **Радомысельский, И.Д.** Термическая обработка металлокерамических конструкционных сталей / Радомысельский И.Д., Аракелян Н.А. // Термическая и химико–термическая обработка в порошковой металлургии, Киев, 1969, С.123. – Текст : непосредственный.

134. **Анциферов, В.Н.** Термохимическая обработка порошковых сталей / В.Н. Анциферов, С.И. Богодухов, В.Я. Буланов, Л.М. Гревнов. – Екатеринбург: УрО РАН, 1997. – 421 с. – Текст : непосредственный.

135. **Крашенинникова, С.Я.** Некоторые особенности термической обработки порошковых материалов на основе железа / Н.Г. Крашенинникова, С.Я. Алибеков, В.И. Капранова, Р.С. Сальманов // Вестник Казанского технологического университета. – 2013. – Т. 21. – С. 128–131– Текст : непосредственный.

136. **Петросян, А. С.** Особенности термической обработки порошковых сталей марки П40ХН с повышенными свойствами / А. С. Петросян, Л. З. Галстян // Вестник Национального политехнического университета Армении. Metallurgy, materials science, non-ferrous metallurgy. – 2017. – № 2. – С. 40–48. – Текст : непосредственный.

137. **Богодухов, С. И.** Термообработка порошковых сталей // Вестник Оренбургского государственного университета. – 2004. – №. 5. – С. 150–153. – Текст : непосредственный.

138. **Ермаков, С.С.** Порошковые стали и изделия / *Ермаков С.С., Вязников Н.Ф.* // Ленинград: Машиностроение. Ленинградское отделение, 1990.– 319с. – Текст : непосредственный.

139. **Ермаков, С.С.** Термическая обработка порошковых стальных деталей.– Л.:ЛДНТП, 1981.– 24с. – Текст : непосредственный.

140. **Курдюмов, Г.В.** Превращения в железе и стали / Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р.И. // М.: Наука, 1977.–238с. – Текст : непосредственный.

141. **Ермаков, С.С.** Спеченные конструкционные материалы / Ермаков С.С., Кукушкин Н.Н., Резников Г.Т. // Киев: изд. ИПМ АН УССР, 1979.– С.56–63. – Текст : непосредственный.

142. **Ермаков, С.С.** Термическая и химико–термическая обработка металлокерамических материалов на железной основе / Ермаков С.С.,

Резников Г.Т. //Вестник машиностроения, 1973, №1.–С.60. – Текст : непосредственный.

143. **Ермаков, С.С.** Металлокерамические детали в машиностроении / Ермаков С.С., Вязников Н.Ф – Ленинград: «Машиностроение». Ленинградское отделение, 1975.–231с. – Текст : непосредственный.

144. **Шалак, А.** Влияние мелкозернистости структуры порошкового железа на повышение свойств спеченных сталей, легированных марганцем // Порошковая металлургия. –1980, №11.–С.100–105– Текст : непосредственный.

145. **Жорняк, А.Ф.** Характерные особенности закалки плотных металлокерамических сталей / Жорняк А.Ф., Радомысельский И.Д.// Порошковая металлургия, 1964, №4.–С.65. – Текст : непосредственный.

146. **Куриленок, А. А.** Технология получения антифрикционных покрытий центробежной индукционной наплавкой порошков оловянистой бронзы с наноразмерными добавками карбида титана и оксида алюминия [Электронный ресурс] : диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук: специальность 05. 02. 07 Технология и оборудование механической и физико– технической обработки / Куриленок Артем Александрович; Государственное научное учреждение "Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси". – Минск, 2018. – Текст : непосредственный.

147. **Гуревич, Ю.Г.** Термическая обработка порошковых сталей / Гуревич Ю.Г., Рахманов В.И. // М.: Металлургия, 1985.– 81с. – Текст : непосредственный.

148. **Ермаков, С.С.** Влияние холодного и горячего статического и динамического прессования на структуру и свойства спеченных материалов / Ермаков С.С., Резников Г.Т.// Порошковая металлургия. – 1977. – № 10. – С. 61 – 65. – Текст : непосредственный.

149. **Подрезов, Ю.Н.** Межчастичное разрушение порошкового железа. Структурная и химическая микронеоднородность в материалах. Сб. науч. тр. – Киев: ИПМ, 1991. – С. 70 – 77. – Текст : непосредственный.

150. **Ермаков, С. С.** Влияние технологических факторов на механические свойства и рост зерна аустенита спеченного железа. Конструкционные материалы и оборудование. Сб. науч. тр. – Киев: ИПМ АН УССР. – 1976. – С. 87 – 92. – Текст : непосредственный.

151. **Трунова, А. И.** Разработка технологии получения литейных дисперсно–упрочненных сплавов электротехнического назначения на основе меди и исследование их свойств : дис. – Сибирский федеральный университет, 2021. – Текст : непосредственный.

152. **Ловшенко, Ф. Г.** Закономерности формирования фазового состава и структуры механически легированных никелевых композиций / Ловшенко Ф. Г., Ловшенко Г. Ф. //Вестник Белорусско–Российского университета. – 2008. – №. 4. – С. 96–106. – Текст : непосредственный.

153. **Никулин, С. А.** Структура и твердость коррозионно–стойких ферритных сталей после высокотемпературного азотирования //Физика металлов и металловедение. – 2014. – Т. 115. – №. 2. – С. 198–198. – Текст : непосредственный.

154. **Шелег, В. К.** Исследование работоспособности медных покрытий, сформированных методами гальванического осаждения и деформационного плакирования гибким инструментом //Трение и износ. – 2018. – Т. 39. – №. 1. – С. 11–17. – Текст : непосредственный.

155. **Врублевский, И. А.** Получение слоев меди с пористо–капиллярной структурой методом гальванического осаждения меди //КоМУ–2022. – 2022. – С. 72–73. – Текст : непосредственный.

156. **Царева, С. Ю.** Образование углеродных нанотрубок при каталитическом пиролизе углеводородов с железосодержащим катализатором

//Известия вузов. Электроника. – 2003. – №. 1. – С. 20–24. – Текст : непосредственный.

157. **Портной, К.И.** Дисперсноупрочненные материалы / Портной, К.И., Бабич Б.И // Серия «Успехи современного материаловедения». Москва, «Металлургия», 1974. 200с. – Текст : непосредственный.

158. **Меерсон, Г.А.** Порошковая металлургия / Меерсон Г.А., Бабич Б.И., Козырев А.С., 1973, №10, с.6–9. – Текст : непосредственный.

159. **Fisher, J.S.** “Astra Metallurgica”, 1953, v.1 №3, p, 253–255. – Текст: непосредственный.

160. **Грант, Н.И.**– «Проблемы современной металлургии», 1960, №6, с.142–153. – Текст: непосредственный.

161. **Webster, D.** “Trans. AIME”, 1968, v.242, №4, p. 640–648. – Текст: непосредственный.

162. **Мее, Р.В.** “J. Inst.Metals”, 1966, v.94,№9, p. 319–327. – Текст : непосредственный.

163. **ТУ 14-5402-2002** Порошок железный диффузионно-легированный

164. **ТУ 14-5365-98** Порошок железный, распылённый воздухом

165. **HÖGANÄS HANDBOOK FOR SINTERED COMPONENTS 6.** Metallography -288p. – Текст: непосредственный.

166. **Хабибулин, И.М.** Аппаратно-программный комплекс для управления оже-электронным спектрометром / И. М. Хабибулин, А. Э. Зорькин, В. Г. Зубрилов, Д. П. Валюхов // Приборы и техника эксперимента. – 2007. – № 5. – С. 149-150. – Текст: непосредственный.

167. **Уманский, Я.С.** Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.И. Иванов и др. // М.: Металлургия,1982.– 632 с. – Текст: непосредственный.

168. **Смитлз, К. Дж.** Металлы.–М.: Металлургия, 1980.– 447 с. – Текст: непосредственный.

169. Компания ООО «Плазмотерм» / Нанопорошки металлов: [сайт], URL: http://plasmotherm.ru/catalog/metal/item_4.html (дата обращения 18.05.2023)

170. **Егорова, Р.В.** Современные технологические процессы порошковой металлургии: учебное пособие / Р.В. Егорова; ДГТУ, 2021.- 47с. – Текст: непосредственный.

171. **Еремеева, Ж.В.** Влияние технологических факторов смешивания и природы наноразмерных частиц на механические свойства порошковой легированной стали СП60ХГС / Ж. В. Еремеева, Г. Х. ро, Н. М. Ниткин [и др.] // Нанотехнологии: наука и производство. – 2016. – № 3. – С. 57-76. – Текст: непосредственный.

172. **Дорофеев, Ю.Г.** Промышленная технология горячего прессования порошковых изделий / Ю.Г.Дорофеев, Б.Г. Гасанов, В.Ю.Дорофеев и др.- М.: Металлургия, 1990.-206 с. – Текст: непосредственный.

173. Описание установки FRITSCH [сайт], URL: http://www.fritschsizing.ru/uploads/tx_downloads/r_ANALYSETTE_01 (дата обращения 20.05.2023).

174. **ГОСТ 18898-89.** Изделия порошковые. Методы определения плотности, содержания масла и пористости, Разработан и внесен Академией наук УССР, утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 N 3899, Срок проверки 1995 г., стандарт полностью соответствует ИСО 2738-87. – Текст: непосредственный.

175. **ГОСТ 9013-59.** Метод измерения твердости по Роквеллу, Разработан и всен Центральным научно-исследовательским институтом черных металлов Министерства черной металлургии СССР, утвержден и введен в действие Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при

Совете Министров СССР 04.02.59, стандарт соответствует СТ СЭВ 469-77 и ИСО 6508-86. – Текст: непосредственный.

176. **ГОСТ 9012-59.** Метод измерения твердости по Бринеллю, Разработан и внесен Министерством черной металлургии СССР, стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 468-88, ИСО 410-82*, ИСО 6506-81 Дата введения 1960-01-01. – Текст: непосредственный.

177. **ГОСТ 18227-98.** Материалы порошковые. Метод испытания на растяжение, Разработан Межгосударственным комитетом по стандартизации МТК 150 и Институтом проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, внесен Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации, принят Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98), введен в действие 01.07.2001. – Текст: непосредственный.

178. **ГОСТ 26528-85.** Материалы порошковые. Метод испытания на ударный изгиб, Разработан Академией наук Украинской ССР, внесен Академией наук Украинской ССР, Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 апреля 1985 г. № 1169– Текст: непосредственный.

179. **Егорова, Р. В.** Структура и свойства порошковых спеченных материалов для горячей штамповки деталей сложной формы: специальность 05.16.09 "Материаловедение (по отраслям)" : диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / Егорова Римма Викторовна. – Новочеркасск, 2013. – 163 с. – Текст: непосредственный.

180. **Егоров, М. С.** Взаимосвязь механических свойств и характера поверхности разрушения порошковых сталей при высокотемпературном растяжении / М. С. Егоров, Р. В. Егорова // Металлург. – 2021. – № 3. – С. 73-81. – DOI 10.52351/00260827_2021_03_73. – Текст: непосредственный.

181. **Егоров, М. С.** Трибологические характеристики сплава АВС100.30 при трении без смазки по конструкционным сталям / М. С. Егоров,

Р. В. Егорова, Е. В. Фоминов // *Металлург.* – 2022. – № 1. – С. 60-64. – DOI 10.52351/00260827_2022_01_60. – Текст: непосредственный.

182. **Скорород, В.В.** Реологические основы теории спекания.- Киев: Наук. думка, 1972.-151 с . – Текст: непосредственный.

183. **Егоров, М. С.** Развитие межчастичного сращивания при спекании металлических порошков с добавлением углерода / М. С. Егоров, Р. В. Егорова // *Безопасность техногенных и природных систем.* – 2023. – Т. 7, № 3. – С. 55-65. – DOI 10.23947/2541-9129-2023-7-3-55-65. – Текст: непосредственный.

184. **Либенсон, Г.А.** Производство спеченных изделий. Москва: *Металлургия*, 1990,236 с. – Текст: непосредственный.

185. **Дорофеев Ю.Г.** Промышленная технология горячего прессования порошковых изделий / Ю.Г.Дорофеев, Б.Г. Гасанов, В.Ю.Дорофеев и др.- Москва: *Металлургия*, 1990.-206 с. – Текст: непосредственный.

186. **Гегузин, Я.Е.** Физика спекания. –Москва: *Наука*, 1967. –360 с. – Текст: непосредственный.

187. **Никольская, Л.Н.** О функции пористости, учитывающей контакты частиц в прессовках. / Л.Н. Никольская, Б.В. Русанов, И.Д. Фридберг // *Порошковая металлургия.* –1988.– №6.– С.23-27. – Текст: непосредственный.

188. **Егоров, М.С.** Развитие контактной поверхности при спекании порошковых сталей / М. С. Егоров, Р. В. Егорова, Б. Ч. Мехи, С. Н. Егоров // *Металлург.* – 2022. – № 10. – С. 74-79. – DOI 10.52351/00260827_2022_10_74. – Текст: непосредственный.

189. **Дорофеев, В. Ю.** Развитие активированной контактной поверхности при формировании горячештампованных порошковых материалов / В. Ю. Дорофеев, М. С. Егоров, С. Н. Егоров // *Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Технические науки.* – 2004. – № 1. – С. 64а-66. – Текст: непосредственный.

190. **Егоров, С.Н.** Математическое и экспериментальное моделирование формирования контактной поверхности при уплотнении металлических порошков / С.Н. Егоров, А.П. Шубин, Т.Н. Кичик // Моделирование. Теория, методы и средства: Материалы III междунар. науч.-практ. конф., 11 апр. 2003 г.- Новочеркасск, 2003.- Ч.1.- С.37-40. – Текст: непосредственный.

191. **Егоров, М. С.** Спеченные стали, модифицированные наноразмерным нитридом кремния / М. С. Егоров, Р. В. Егорова, С. Н. Егоров // *Металлург.* – 2023. – № 3. – С. 36-41. – DOI 10.52351/00260827_2023_03_36. – Текст: непосредственный.

192. **Егорова, Р. В.** Неразрушающий контроль порошковых материалов при динамическом прессовании / Р. В. Егорова, М. С. Егоров // *Тенденции развития науки и образования.* – 2015. – № 5. – С. 21-23. – Текст: непосредственный.

193. **Григорьев, А.К.** Деформация и упрочнение порошковых материалов / А.К. Григорьев, А.П. Рудской М.: *Металлургия*, 1992.-192с. – Текст: непосредственный.

194. **Акимов, В.В.** Применение ультразвукового резонансного метода для определения упругих и пластических характеристик сплавов TiC – TiNi / В.В. Акимов, Н.А. Иванов // *Прикладная механика и техническая физика.* 2002. Т. 43. №2. С. 203 – 207. – Текст: непосредственный.

195. **Хасанов, О. Л.** Эффекты мощного ультразвукового воздействия на структуру и свойства наноматериалов: учебное пособие / О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, В.В. Полисадова, А.П. Зыкова – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 149 с. – Текст: непосредственный.

196. **Алымов, В.Т.** Применение методов неразрушающего контроля для обнаружения макроскопических дефектов в волокнистом композиционном материале / В.Т. Алымов, А.Е. Буров, И.И. Кокшаров, В.В.

Москвичев // Заводская лаборатория. 2001. Т. 67. №10. С. 26-29. – Текст: непосредственный.

197. **Кольцова, И.С.** Скорость ультразвуковых волн в феррокомпозитах / И.С. Кольцова, Е.Н. Зиновьева, А.Ю. Михалев // Акустический журнал. 2005. Т. 51. №5. С.658 – 662. – Текст: непосредственный.

198. **Layman, C.** The interaction of ultrasound with particulate composites / Layman, C., Murhy N.S., Yang R.-B., Wu J. // J. Acoust. Soc. Am. 2006. V. 119. №3. P. 1449 – 1456. – Текст: непосредственный.

199. **Карабутов, А.А.** Исследование упругих свойств однонаправленных графитоэпоксидных композитов лазерным ультразвуковым методом / Механика композиционных материалов. 1998. Т.34 №6. С.811-822. – Текст: непосредственный.

200. **Norris, A.N.** Elastic moduli approximation of higher symmetry for the acoustical properties of an anisotropic material / J. Acoust. Soc. Am. 2006. V. 119. №4. P. 2114 – 2121. – Текст: непосредственный.

201. **Кретов, Е.Ф.** Ультразвуковая дефектоскопия в энергомашиностроении / Санкт-Петербург: Издательство СВЕН 2007. – 296 с. – Текст: непосредственный.

202. **Егоров, М. С.** Влияние содержания углерода на формирование контактной межчастичной поверхности при горячей допрессовке / М. С. Егоров, Р. В. Егорова, М. В. Ковтун // Безопасность техногенных и природных систем. – 2023. – Т. 7, № 2. – С. 90-101. – DOI 10.23947/2541-9129-2023-7-2-90-101. – Текст: непосредственный.

203. **Гостев, А. С.** Роль нанопорошков в модифицировании сплавов / А. С. Гостев, Е. Г. Гостева, В. А. Гулевский. // Молодой ученый. — 2010. — № 11 (22). — Т. 1. — С. 53-55. – Текст: непосредственный.

204. **Козырева, Е. Н.** Разработка композиционных материалов для алмазного инструмента. Поверхность. Рентгеновские, синхронные и нейтронные исследования, 2020, № 6, с. 102–105. – Текст: непосредственный.
205. **Хабас, Т.А.** Нанопорошки металлов в технологии керамики /Томск: Изд-во ТПУ, 2009. - 230с. – Текст: непосредственный.
206. **Solomir, J.G.** – «Z. Metallkunde», 1961, Bd. 52, №10, S. 645-651– Текст: непосредственный.
207. **Hansen, N.** – Powder Met., 1967, v.10, №20, p. 94-115. – Текст: непосредственный.
208. **Reinolds, G.H.** – Metal Trans., 1971, v. 2, №11, p.3027-3034– Текст: непосредственный.
209. **Агте, К.** Вольфрам и молибден / Агте, К., Вацек И// Пер. с чешск. Москва, «Энергия»,1964. 456 с. – Текст: непосредственный.
210. **Jaffee, R.J.** Refractory metals and alloys. Metallurg. Soc. Conferences v. 41, Ed. R.J. Jaffee a.o/ Gordon and Breach, New York, 1967, p. 758 – Текст: непосредственный.
211. **Hausner, H.** Modern Development in Powder Metallurgy, v.5, Ed. H. Hausner, Plenum – Press, New York, 1971, p. 494. – Текст: непосредственный.
212. **Sands, R. L.** Powder Met. 1962, №10, p. 158-170 – Текст: непосредственный.
213. **Денисенко, Э.Т.** Порошковая металлургия, Киев, 1972, №9 с. 95-101. – Текст: непосредственный.
214. **Опара, Б.К.** / Изв. вуз. Цветная металлургия, 1966, №2, с. 136-139. – Текст: непосредственный.
215. **Опара, Б.К.** Изв. вуз. Цветная металлургия, 1971, №1, с. 115-118. – Текст: непосредственный.
216. **Bufferd, A.S.** Materials Engineering, 1967, v. 4, p. 98-103. – Текст: непосредственный.

217. **Самсонов, Г.В.** Физико-химические свойства элементов / Под ред. Г.В.Самсонова // Киев: Наукова думка, 1965. 808 с. – Текст: непосредственный.

218. **Егоров, М.С.** Определение движущей силы миграции межчастичной поверхности сращивания порошковых сталей / М. С. Егоров, Р. В. Егорова, С. Н. Егоров [и др.] // Заготовительные производства в машиностроении. – 2024. – Т. 22, № 4. – С. 183-187. – DOI 10.36652/1684-1107-2024-22-4-183-187. – Текст: непосредственный.

219. **Бернштейн, М.Л.** Диаграммы горячей деформации, структура и свойства сталей / М.Л. Бернштейн, С.В. Добаткин, Л.М. Капуткина и др. –Москва: Металлургия, 1989. –544 с. – Текст: непосредственный.

220. **Егоров, М. С.** Межчастичная поверхность сращивания горячедеформированных порошковых сталей / М. С. Егоров, Р. В. Егорова // Общественные и гуманитарные науки:теория и практика : Материалы Международной научно-практической конференции, Махачкала, 06 апреля 2015 года / УВО «Махачкалинский инновационный университет» УДПО «Махачкалинский центр повышения квалификации». – Махачкала: "Фирма КИТ" ИП Дагерманов И.Д., 2015. – С. 74-86. – Текст: непосредственный.

221. **Егоров, М.С.** Формирование межчастичного сращивания горячедеформированных порошковых сталей, полученных из легированных порошков / М. С. Егоров, Р. В. Егорова, Е. И. Фисунова, О. А. Авакян // Заготовительные производства в машиностроении. – 2017. – Т. 15, № 6. – С. 277-281. – Текст: непосредственный.

222. **Ермаков, С.С.** Превращения аустенита при охлаждении спеченных легированных сталей / С.С. Ермаков, И.Ю. Левицкая // Технология получения и исследование порошков и материалов с особыми свойствами. Куйбышев: КуАИ, 1983. С. 7-13. – Текст: непосредственный.

223. **Гревнов, Л.М.** Формирование зерна аустенита спеченной стали / Л.М. Гревнов, О.В. Адамова // Применение порошковых композиционных

материалов и покрытий в машиностроении: Тезисы докладов 5 Уральской конференции. Пермь: 1983. С. 49-50. – Текст: непосредственный.

224. **Гуревич, Ю.Г.** Термическая обработка порошковых сталей / Ю.Г. Гуревич, В.И. Рахманов // Москва: Металлургия, 1985. 80 с. – Текст: непосредственный.

225. **Новиков, И.И.** Теория термической обработки. М.: Металлургия, 1986. 480 с. – Текст: непосредственный.

226. **Гегузин, Я.Е.** Макроскопические дефекты в металлах. Москва: Металлургиздат, 1962. 252 с. – Текст: непосредственный.

227. **Лившиц, Е.М.** Физическая кинетика / Е.М. Лившиц, Л.П. Питаевский // Москва: Наука, 1979. 528 с. – Текст: непосредственный.

228. **Пустовойт, В.Н.** Критерий влияния пористости на фазовые превращения в спеченных сталях // Известия АН СССР. Металлы. 1991. N2. С. 90-94 – Текст: непосредственный.

229. **Ермаков, С.С.** Особенности термической обработки металлокерамических сплавов на железной основе // Металлокерамические конструкционные материалы. Киев: ИПМ АН УССР, 1972. С 188-196. – Текст: непосредственный.

230. **Анциферов, В.Н.** Исследование структуры мартенсита в спеченных углеродистых сталях / В.Н. Анциферов, В.Г. Гилев // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 1982. N5. С. 99-102. – Текст: непосредственный.

231. **Ермаков, С.С.** Порошковые стали и изделия / С.С. Ермаков, Н.Ф. Вязников // Ленинград: Машиностроение, 1990. 319 с. – Текст: непосредственный.

232. **Анциферов, В.Н.** Структура спеченных сталей / В.Н. Анциферов, Т.Г. Черепанова // Москва: Металлургия, 1981. 112 с. – Текст: непосредственный.

233. **Страумал, Б.Б.** Фазовые переходы на границах зерен / Б.Б. Страумал, Л.С. Швиндлерман // Структура и свойства внутренних поверхностей раздела в металлах. Москва: Наука, 1987. С. 171-212. – Текст: непосредственный.

234. **Могутнов, Б.Н.** Термодинамика железоуглеродистых сплавов. Москва: Металлургия, 1972. 328 с. – Текст: непосредственный.

235. **Блиновский, В.А.** Термическая обработка как одна из проблем порошковой металлургии. Спеченные стали // Применение новых материалов в сельскохозяйственном машиностроении. Ростов-на-Дону: РИСХМ, 1991. С. 100-105. – Текст: непосредственный.

236. **Блиновский, В.А.** Закономерности фазовых превращений при термической обработке спеченных сталей - основа развития ее традиционных и комбинированных методов. //1 Собрание металлургов России: Тезисы докладов. 4.1. Пенза: ПДНТП, 1993. С. 92-93. – Текст: непосредственный.

237. **Курдюмов, Т.В.** Превращения в железе и стали. Москва: Наука, 1977. 238 с. – Текст: непосредственный.

238. **Блиновский, В.А.** Превращения при отпуске закаленных спеченных сталей // Прогрессивные методы термического упрочнения в тракторном и сельскохозяйственном машиностроении. Ростов-на-Дону: РИСХМ, 1989. С. 24-27. – Текст: непосредственный.

239. **Приходько, Э.В.** Металлохимия комплексного легирования. Москва, Металлургия. 1983.-184 с. – Текст: непосредственный.

240. **Гуляев, А.П.** Металловедение. Москва: Металлургия, 1986. 544 с. – Текст: непосредственный.

241. **Шмыков, А.А.** Справочник термиста. Москва: Машгиз, 1961. 392 с. – Текст: непосредственный.

242. **Патент № 9490569, кл. В 22 F 3/02, 1974.** Штамп для динамического горячего прессования спеченных деталей: заявл. 28.04.82: опубл. 07.08.83 / Ю.Г. Дорофеев, В.И. Мирошников, А.И. Ермак [и др.]:

заявитель Новочеркасский ордена Трудового Красного Знамени политехнический институт им. Серго Орджоникидзе. – Текст: непосредственный

243. **Дорофеев, Ю.Г.** Промышленная технология горячего прессования порошковых изделий / Ю.Г. Дорофеев, Б.Г. Гасанов, В.Ю. Дорофеев, В.Н., Мищенко, В.И. Мирошников // Москва: Металлургия, 1990, 206с. – Текст: непосредственный.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ»**
(ДГТУ)

Общество с ограниченной ответственностью
«ФОПРО-М»

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по НИР и ИД



И.Н. Ефременко
« _____ » 2023 г.

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «ФОПРО-М»



А.В. Гордиенко
« _____ » 2023 г.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНСТРУКЦИЯ

на процесс изготовления детали «Кольцо упорное» № 245КУ-АВ-50
дизельной насосной установки ДНУ-180/212 на основе легированного
железного порошка с применением ультрадисперсных частиц оксида никеля

ТИ 245КУ-АВ-50-2023

Разработал ТИ зав. кафедрой МиТМ

М.С. Егоров

Ростов-на-Дону
2023г.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ»
(ДГТУ)**

Акционерное общество «Клевер»

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по НИР и ИД



И.Н. Ефременко
« 2023 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор по качеству
АО «Клевер»



Е.В. Кузнецов
« 2023 г.

Технологическая инструкция

на процесс изготовления детали «Втулка» № СС42049 левой опоры шнека
подборщика кормоуборочного ПЗ000 методом динамического горячего
прессования

ТИ № ПЗ000-СС42049

Разработал ТИ зав. кафедрой МиТМ

М.С. Егоров

Ростов-на-Дону
2023г.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ»
(ДГТУ)**

Акционерное общество «Клевер»

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по НИР и ИД



И.Н. Ефременко
« 2023 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор по качеству
АО «Клевер»



Е.В. Кузнецов
« 2023 г.

Технологическая инструкция

на процесс изготовления детали «Синхронизатор С.22» первичного вала
ТМ78А411J коробки передач методом порошковой металлургии

ТИ № С.22 ТМ78А411J

Разработал ТИ зав. кафедрой МиТМ

М.С. Егоров

Ростов-на-Дону
2023г

Общество с ограниченной ответственностью
«ФОПРО-М»

РОССИЯ, г. Ростов-на-Дону, 344055, ул. Совхозная, дом № 50, корп. 1
 тел: (863) 295-75-05 факс 295-79-00
 ИНН 6162039235 КПП 616201001 ОГРН 1036162003646
 ОКОНХ 13361 ОКПО 14546317 ОКАТО 60401382000
 Р/с 40702810900000004336 в ОАО КБ «Центр – инвест» г. Ростов-на-Дону
 К/с 30101810100000000762 БИК 046015762

«Утверждаю»
 Директор ООО «ФОПРО-М»
 А.В. Гордиенко

АКТ

опытно-промышленных испытаний детали «Кольцо упорное» № 245КУ-АВ-50 дизельной насосной установки ДНУ-180/212, изготовленного по технологии горячей штамповки пористых заготовок.

Комиссия в составе: представителя ООО «ФОПРО-М» в лице заместителя директора по производству Косухина Ю.В. и представителей Донского государственного технического университета — профессора кафедры «Материаловедение и технологии металлов», д.т.н. Пустовойта В.Н., заведующего кафедрой «Материаловедение и технологии металлов» Егорова М.С. составила настоящий акт о том, что в июне 2023 года на ООО «ФОПРО-М», проведены испытания на надежность детали «Кольцо упорное», изготовленных горячей штамповкой пористых заготовок с ультрадисперсной добавкой оксида никеля по технологии, разработанной в ДГТУ.

Испытания проводились в производственных условиях параллельно с серийно выпускаемыми деталями, изготовленными из прутка, стали 60Х с последующей механической и термической обработкой. Коэффициент использования материала 0,60. Для повышения эксплуатационных свойств производится термообработка в виде нормализации и отпуска. Предел прочности стали на растяжение после нормализации и отпуска 690Мпа. При переходе на порошковую технологию коэффициент использования материала возрастает с 0,60 до 0,98 при этом освобождается станочное оборудование- токарные станки. Деталь имеет достаточно широкие допуски на размеры и значения шероховатости, реализовать которые технологией смешивания- прессования и спекания порошковой стали Н4Д2М не представляет трудностей. Однако посадочные размеры требуют окончательной обработки на шлифовальных станках.

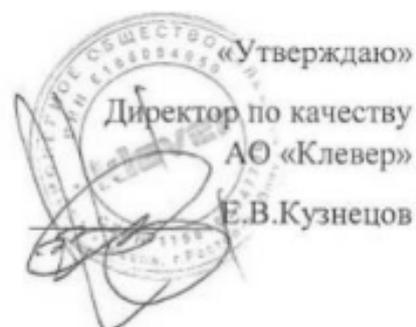
Комиссия постановила: разработанная Егоровым М.С. технология изготовления детали № 245КУ-АВ-50 рекомендована взамен существующей и внедрена на производство ООО «ФОПРО-М».

Заместитель директора по производству



[Handwritten signature]

/Косухин Ю.В./



АКТ

опытно-промышленных испытаний детали «Втулка» № СС42049 левой опоры шнека подборщика кормоуборочного ПЗ000 , изготовленной по технологии горячей штамповки пористых заготовок

Комиссия в составе: представителей ООО «Клевер» в лице начальника производства Бондарь Е.Е. и технолога Никазова И.А. и представителей Донского государственного технического университета — профессора кафедры «Материаловедение и технология металлов», д.т.н. Пустовойта В.Н, зав. кафедрой «Материаловедение и технология металлов» Егорова М.С. составила настоящий акт о том, что в период с 1-го по 20-е ноября 2023 года на ООО Клевер, г. Ростов-на-Дону, проведены испытания на надежность детали «Втулка» № СС4204 изготовленной горячей штамповкой пористых заготовок с ультрадисперсной добавкой оксида никеля по технологии, разработанной в ДГТУ.

Испытания проводились в производственных условиях параллельно с серийно выпускаемыми деталями, изготовленными из стали 45 и стали 10. В результате испытаний установлено, что испытываемые детали по надежности не уступают серийным и позволяют на 25 - 35 % увеличить ресурс изделия.

Ожидаемый от внедрения предлагаемой технологии экономический эффект составляет 986700 руб. в ценах по состоянию на 1-е ноября 2023 г. Эффект достигается за счет увеличения коэффициента использования металла до 0,9, сокращения энергетических, трудовых затрат при механической обработке, высвобождения производственных площадей, повышения предела выносливости материала.

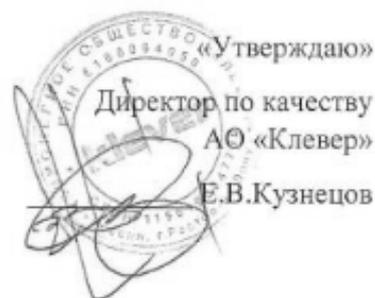
Комиссия постановила: разработанная Егоровым М.С. технология изготовления детали «Втулка» № СС42049 левой опоры шнека подборщика кормоуборочного ПЗ000 может быть рекомендована взамен существующей.

От АО «Клевер»

Е.Е.Бондарь
И.А.Никазов

От ДГТУ:

В.Н. Пустовойт
М.С. Егоров



АКТ

опытно-промышленных испытаний детали «Синхронизатор С.22» первичного вала ТМ78А411J коробки передач, изготовленной по технологии горячей штамповки пористых заготовок

Комиссия в составе: представителей ООО «Клевер» в лице начальника производства Бондарь Е.Е. и технолога Никазова И.А. и представителей Донского государственного технического университета — профессора кафедры «Материаловедение и технология металлов», д.т.н. Пустовойта В.Н., зав. кафедрой «Материаловедение и технология металлов» Егорова М.С. составила настоящий акт о том, что в период с 15 октября 2023 года на ООО Клевер, г. Ростов-на-Дону, проведено изготовление и дальнейшее испытания на надежность детали «Синхронизатор С.22» изготовленной методом порошковой металлургии, а именно горячей штамповкой заготовок с добавлением в шихту оксида никеля по технологии, разработанной в ДГТУ.

Формирование зубьев венца осуществлялось при горячей штамповке за счёт радиального течения периферийных объёмов цилиндрической заготовки во впадины зубьев матрицы. Температура нагрева заготовок составила 1100°C, матрицы- 450°C, давление горячей штамповки- 950МПа. Испытание детали проводилось на специально изготовленном стенде для испытания зубчатых венцов на износ в режиме «пробоя» синхронизатора. Результаты испытаний показали, что все изготовленные детали полностью соответствуют заявленным требованиям. Экономический эффект от внедрения предлагаемой технологии по оценкам экономического отдела предприятия составит 1340000 рублей в ценах по состоянию на 1-е ноября 2023 г.

Комиссия постановила: разработанная Егоровым М.С. технология изготовления детали «Синхронизатор С.22» может быть рекомендована взамен существующей.

От АО «Клевер»

Е.Е.Бондарь
И.А.Никазов

От ДГТУ:

В.Н. Пустовойт
М.С. Егоров



РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 168 392** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **B 22 F 3/16**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 98124023/02, 28.12.1998

(24) Дата начала действия патента: 28.12.1998

(43) Дата публикации заявки: 27.09.2000

(46) Опубликовано: 10.06.2001

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2087256 C1, 20.08.1997. RU 2011473 C1, 30.04.1994. SU 977111, 23.12.1982. FR 2226235, 20.12.1974. EP 0045985 A1, 17.02.1982. EP 0356718 A2, 07.03.1990. US 3837068, 24.09.1974.

Адрес для переписки:
347340, Ростовская обл., г. Волгодонск, ул.
Ленина 73/94, Синельщикову В.В.

(71) Заявитель(и):

Егоров Сергей Николаевич,
Синельщиков Владимир Васильевич,
Дыбов Юрий Владимирович,
Егоров Максим Сергеевич,
Синельщиков Евгений Владимирович

(72) Автор(ы):

Егоров С.Н.,
Синельщиков В.В.,
Дыбов Ю.В.,
Егоров М.С.,
Синельщиков Е.В.

(73) Патентообладатель(ли):

Егоров Сергей Николаевич,
Синельщиков Владимир Васильевич,
Дыбов Юрий Владимирович,
Егоров Максим Сергеевич,
Синельщиков Евгений Владимирович

(54) СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ БЕСПОРИСТЫХ ПОРОШКОВЫХ ИЗДЕЛИЙ

(57) Реферат:

Изобретение относится к порошковой металлургии и может быть использовано при изготовлении нагруженных порошковых деталей. Способ включает холодное прессование, нагрев, горячее уплотнение заготовки и последующее объемное деформирование, при этом горячее

уплотнение заготовки осуществляют до остаточной пористости 1-2%, а последующее объемное деформирование ведут в процессе рабочего хода прессования. Способ позволяет устранить остаточную пористость и повысить механические свойства порошковых изделий за счет улучшения срачивания контактных поверхностей.

RU 2 1 6 8 3 9 2 C 2

RU 2 1 6 8 3 9 2 C 2

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2021666831

Расчет пористости ультразвуком (Porosity calculation by ultrasound)

Правообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет» (ДГТУ) (RU)*

Авторы: *Егоров Максим Сергеевич (RU), Егорова Римма Викторовна (RU), Пузеренко Артем Витальевич (RU), Егоров Арсений Максимович (RU)*

Заявка № 2021666127

Дата поступления 08 октября 2021 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 20 октября 2021 г.



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ
Сертификат 9e22a5cf8c33b14c7944a2f86092e9a118
Благород, Илья Николаевич
Действителен с 15.01.2021 по 15.01.2035

Г.П. Ивлиев

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2022612686

Определение значений плотности материала в зависимости от геометрических параметров холоднопрессованных заготовок

Правообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет» (ДГТУ) (RU)*

Авторы: *Егоров Максим Сергеевич (RU), Егорова Римма Викторовна (RU), Елманов Илья Владимирович (RU)*

Заявка № 2022612050

Дата поступления 15 февраля 2022 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 28 февраля 2022 г.



Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации базы данных

№ 2023620370

Порошковая металлургия: производство, обработка и применение порошков

Правообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет» (ДГТУ) (RU)*

Автор(ы): *Егоров Максим Сергеевич (RU)*

Заявка № 2022624025

Дата поступления 29 декабря 2022 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре баз данных 25 января 2023 г.



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ
Сертификат 68b80077e24e100a9fedbd24145d5c7
Владелец Зубов Юрий Сергеевич
Действителен с 20.01.2022 по 26.05.2023

Ю.С. Зубов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации базы данных

№ 2023620201

**Адаптивные технологии: история, текущее состояние,
перспективы**

Правообладатель: *федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Донской государственный технический университет»
(ДГТУ) (RU)*

Автор(ы): *Егоров Максим Сергеевич (RU)*

Заявка № 2022623753

Дата поступления 19 декабря 2022 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре баз данных 13 января 2023 г.



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ
Сертификат: 68b8007f7c34c30fa94edbd34145d5c7
Владелец: **Зубов Юрий Сергеевич**
Действителен с 20.12.2022 по 26.05.2023

Ю.С. Зубов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации базы данных

№ 2023624747

Порошковая металлургия и композиционные материалы: формирование межчастичного сращивания спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными частицами

Правообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет» (ДГТУ) (RU)*

Авторы: *Егоров Максим Сергеевич (RU), Егорова Римма Викторовна (RU)*

Заявка № 2023624229

Дата поступления **24 ноября 2023 г.**

Дата государственной регистрации

в Реестре баз данных **19 декабря 2023 г.**



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ
Сертификат 429b6a07e3463264ba196683b73b4aa7
Владелец **Зубов Юрий Сергеевич**
Действителен с 18.01.2023 по 02.08.2024

Ю.С. Зубов



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**
(ДГТУ)

П Р И К А З

«20» ноября 2023 г.

№ 1406-А

г. Ростов-на-Дону

Об отнесении информации к коммерческой тайне

В соответствии со ст. 1225 Гражданского кодекса Российской Федерации
п р и к а з ы в а ю :

1. Считать сведения «Способ получения порошковой легированной смеси на основе железа, содержащей никель, медь, молибден, углерод и ультрадисперсную добавку оксид никеля» секретом производства (ноу-хау) ДГТУ.

2. Распространить на указанную информацию внутренний нормативный документ ДГТУ «Положение об информации, составляющей коммерческую тайну».

3. Лицами, имеющими доступ к указанной информации, считать следующих работников ДГТУ: заведующего кафедрой «Материаловедение и технологии металлов» Егорова Максима Сергеевича, руководителя научно-исследовательской работы Пустовойта Виктора Николаевича, начальника отдела интеллектуальной собственности Лобову Екатерину Викторовну.

4. Местом хранения информации, изложенной в материалах дела № 06.1-21/23нх, установить кафедру «Материаловедение и технологии металлов», г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина 1, ауд. 1-266.



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ДГТУ)**

П Р И К А З

«08» декабря 2023 г.

№ 1490-А

г. Ростов-на-Дону

Об отнесении информации к коммерческой тайне

В соответствии со ст. 1225 Гражданского кодекса Российской Федерации **п р и к а з ы в а ю :**

1. Считать сведения «Способ повышения механических свойств порошковых сталей с ультрадисперсными частицами» секретом производства (ноу-хау) ДГТУ.

2. Распространить на указанную информацию внутренний нормативный документ ДГТУ «Положение об информации, составляющей коммерческую тайну».

3. Лицами, имеющими доступ к указанной информации, считать следующих работников ДГТУ: заведующего кафедрой «Материаловедение и технологии металлов» Егорова Максима Сергеевича, руководителя научно-исследовательской работы Пустовойта Виктора Николаевича, начальника отдела интеллектуальной собственности Лобову Екатерину Викторовну.

4. Местом хранения информации, изложенной в материалах дела № 06.1-22/23нх, установить кафедру «Материаловедение и технологии металлов», г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина 1, ауд. 1-266.

5. Ответственным исполнителем, обеспечивающим законные формы доступа к информации, назначить заведующего кафедрой «Материаловедение и технологии металлов» Егорова Максима Сергеевича.

6. Главному бухгалтеру Соколовой И.А. осуществить постановку на бухгалтерский учет вышеуказанного объекта интеллектуальной собственности ноу-хау как нематериального актива.

7. Контроль исполнения приказа возложить на проректора по научно-исследовательской работе и инновационной деятельности Ефременко И.Н.

Ректор

Б.Ч. Месхи



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**
(ДГТУ)

П Р И К А З

«05» апреля 2024 г.

№ 378-А

г. Ростов-на-Дону

Об отнесении информации к коммерческой тайне

В соответствии со ст. 1225 Гражданского кодекса Российской Федерации
п р и к а з ы в а ю :

1. Считать сведения «Способ получения порошковой смеси на основе железного порошка ПЖРВ 2.200.26 с добавлением ультрадисперсных частиц нитрида кремния и оксида никеля с добавлением углерода» секретом производства (ноу-хау) ДГТУ.

2. Распространить на указанную информацию внутренний нормативный документ ДГТУ «Положение об информации, составляющей коммерческую тайну».

3. Лицами, имеющими доступ к указанной информации, считать следующих работников ДГТУ: заведующего кафедрой «Материаловедение и технологии металлов» Егорова М.С., руководителя научно-исследовательской работы Пустовойта В.Н., начальника отдела интеллектуальной собственности Лобову Е.В.

4. Местом хранения информации, изложенной в материалах дела № 04.1-23/24нх, определить кафедру «Материаловедение и технологии металлов», г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1, ауд. 1-266.

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по УР и МД
А.Е. Бескопыйный
10 октября 2023 г.



АКТ

О внедрении результатов диссертационной работы
Егорова Максима Сергеевича в образовательный процесс

Материалы диссертационной работы кандидата технических наук, заведующего кафедрой «Материаловедение и технология металлов» Егорова Максима Сергеевича «Научно-технологические принципы межчастичного срачивания спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными частицами» используются в образовательном процессе аспирантов направления подготовки 2.5.17 «Материаловедение», магистров направления 22.04.02 «Материаловедение и технология материалов» ФГБОУ ВО ДГТУ при изучении дисциплин: «Порошковая металлургия», «Порошковые материалы с особыми свойствами», «Материаловедение и технологии современных и перспективных материалов».

Начальник управления
образовательной политики



С.В. Носачев

И.о. декана факультета
«Технология машиностроения»



М.М. Чаава