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

Егоров Максим Сергеевич

Научно–технологические принципы межчастичного сращивания спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными частицами

Специальность 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Автореферат диссертации
на соискание учёной степени доктора технических наук

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

Ростов–на–Дону – 2024

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Научно–технический прогресс основывается на разработке новых технологических процессов, к которым относится порошковая металлургия (ПМ), характеризующаяся возможностью создавать материалы с уникальным сочетанием свойств, разрабатывать экологически безопасные и ресурсосберегающие технологии позволяющие существенно снижать материальные и энергетические затраты на производство единицы продукции, уменьшать или полностью исключать механическую обработку. Традиционные методы ПМ, основанные на сочетании операций прессования и спекания, остаются в настоящее время достаточно перспективными для производства порошковых деталей, эксплуатация которых основана на сохранении в структуре материала значительной остаточной пористости. Однако повышение скоростно–силовых характеристик эксплуатации деталей машин, наблюдаемое во многих отраслях промышленности, требует применения новых материалов с высоким уровнем механических свойств. Для их производства наиболее эффективны методы ПМ, основанные на горячей деформации порошковых и композиционных заготовок, обеспечивающей минимальное значение остаточной пористости. Наиболее перспективным методом получения высокоплотных порошковых материалов и изделий является горячая обработка давлением пористых заготовок (ГОДПЗ).

Одним из основополагающих процессов формирования горячедеформированных порошковых сталей (ГДПС) является сращивание материала частиц на уже имеющихся и вновь образующихся контактных поверхностях. Роль сращивания особенно велика при производстве материалов, работающих в нагруженных условиях. 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. Также вызывает особый интерес, как введение ультрадисперсных частиц будет влиять на сращивание порошковых материалов при различных видах формования или объемной деформации.

Поэтому исследование межчастичного сращивания при формировании спеченных и горячедеформированных порошковых сталей остается актуальной задачей порошкового материаловедения

Диссертационная работа обобщает результаты исследований по созданию спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, выполненных автором за период с 2004 по настоящее время. Актуальность подтверждена проведением работы по проекту НИР ДГТУ «Физические и технологические аспекты упрочнения металлических материалов» (регистрационный номер в Единой государственной информационной системе учета (ЕГИСУ № АААА–А20–120012490046–3)).

Степень разработанности темы. Технология динамического горячего прессования (ДГП) порошковых изделий из пористых заготовок, впервые использовалась П.Г. Соболевским. Значимый вклад в теорию и практику динамического горячего прессования внесла Новочеркасская научная школа под руководством Юрия Григорьевича Дорофеева. Фундаментальный вклад в обобщение технологий по производству порошковых сталей был сделан академиком Анциферовым В.Н. Работы М.Ю. Бальшина, Г.М. Ждановича, С.С. Кипарисова заложили основы создания контактной теории прессования металлических порошков.

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 были поставлены следующие **задачи**:

1. Исследовать и теоретически проанализировать кинетику образования контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием при различных уровнях деформационного, термического и термодеформационного воздействия на технологических стадиях получения спеченной и горячедеформированной порошковых сталей.
2. Выявить механизмы развития межчастичного сращивания на стадиях формировании 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.

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 $(0{,}1–1{,}3)\cdot10^3$ Дж/м^2, а при горячей допрессовке $(4{,}2–12{,}6)\cdot10^3$ Дж/м^2. При этом интервал значений сил сегрегационного торможения миграции границы при температуре допрессовки 950 – 1150°С для легированных порошков составляет 1,85–2,86 кДж/м^2, для чистого железа – 1,20–1,75 кДж/м^2. 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 ультрадиспесными частицами нитрида кремния Si_3N_4 и оксида никеля NiO по–разному влияет на уплотняемость: твердые частицы Si_3N_4 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 Si_3N_4 в количестве 0,5–0,8 %, 2% и 0,1%, соответственно.

5. Использование в качестве легирующих добавок ультрадисперсных

NiO и Si_3N_4 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 активирует протекание динамических релаксационных процессов, способствуя росту механических свойств не менее чем на 10%.

Практическая значимость

1. Получен патент №2168392 РФ, МКИ B22F 7/02, 3/02. Способ изготовления беспористых порошковых изделий / С.Н. Егоров, М. С. Егоров, В.В. Синельщиков и др. – Заявл. 28.12.98; Опубл. 10.06.2001, Бюл. №16.
2. Получено свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ №2021666831 «Расчет пористости ультразвуком» / М.С. Егоров, Р.В. Егорова, А.В. Пузаренко, А.М. Егоров // Заявитель и правообладатель ФГБОУ ДГТУ № 2021666831. Заявл. 08.10.2021. Опубл.20.10.2021г.
3. Получено свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2022612686 Российская Федерация. Определение значений плотности материала в зависимости от геометрических параметров холоднопрессованных заготовок: № 2022612050: заявл. 15.02.2022: опубл. 28.02.2022 / М. С. Егоров, Р. В. Егорова, И. В. Елманов ; заявитель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет».
4. Получено свидетельство о государственной регистрации базы данных № 2023620370 Российская Федерация. Порошковая металлургия: производство, обработка и применение порошков: № 2022624025: заявл.29.12.2022: опубл. 25.01.2023 / М. С. Егоров; заявитель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет».
5. Получено свидетельство о государственной регистрации базы данных № 2023620201 Российская Федерация. Адаптивные технологии: история, текущее состояние, перспективы: № 2022623753: заявл.19.12.2022: опубл. 13.01.2023 / М. С. Егоров; заявитель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет».
6. Получено свидетельство о государственной регистрации базы данных № 2023624747 Российская Федерация. Порошковая металлургия и композиционные материалы: формирование межчастичного сращивания спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными частицами: № 2023624229: заявл. 24.11.2023: опубл. 19.12.2023 / М. С. Егоров, Р. В. Егорова; заявитель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Донской государственный технический университет
7. Разработан способ получения порошковой легированной смеси на основе железа содержашей 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 режимы спекания материалов, обусловливающих формирование структуры зоны сращивания с долей контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, более 85%
11. Разработаны 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» из стали Н4Д2М+0,5%С+2%NiO (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 стали 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 АО «Клевер», что подтверждается актом внедрения.

15. Разработана технологическая инструкция на процесс изготовления «Синхронизатор С.22» первичного вала коробки передач» методом динамического горячего прессования из стали 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 АО «Клевер», что подтверждается актом внедрения.

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 формирование 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.

5. 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

Постановка задачи исследования, выбор путей её решения, обработка данных, анализ результатов, обобщение полученных закономерностей, формулирование выводов, подготовка статей в научных изданиях, документов по защите результатов интеллектуальной

деятельности, технической документации, учебных пособий и программ. Все экспериментальные результаты и теоретические выводы, приведенные в диссертации, получены самим автором или при его непосредственном участии. Персональное участие в экспериментах по горячей штамповке образцов, подбору технологических параметров спекания, термической обработки. Автор лично принимал участие при внедрении результатов диссертации на предприятиях.

За помощь в получении и обсуждении результатов автор выражает искреннюю признательность сотрудникам кафедры НИТУ МИСИС «ПМиФП» В.Ю. Лопатину, Ж.В. Еремеевой.; сотрудникам кафедры «Материаловедение и технологии металлов» ДГТУ: д-р техн. наук, профессору В.Н. Пустовойту, д-р техн. наук профессору Ю.М. Домбровскому; сотрудникам кафедры «Технология машиностроения, технологические машины и оборудование» ЮРГТУ (НПИ) имени М.А. Платова и лично д-р техн. наук В.Ю. Дорофееву; всем соавторам статей, а также коллегам по научной работе Егорову С.Н., Егоровой Р.В.

Личная благодарность проректору по УРиМД д-р техн. наук, профессору А.Н. Бескопыльному и ректору ДГТУ д-р техн. наук, профессору Б.Ч. Месхи за помощь в подготовке диссертации.

Реализация полученных результатов

Материалы диссертационной работы используются в учебном процессе ДГТУ при подготовке бакалавров по профилю «Материаловедение и технология металлов», «Металлургия черных металлов» и магистров по направлению 15.04.02 «Технологические машины и оборудование» и 22.04.01 «Материаловедение и технологии получения и обработки металлических материалов со специальными свойствами» в курсах «Порошковая металлургия» (для бакалавров), «Порошковые материалы с особыми свойствами», «Процессы и материалы порошковой металлургии», «Современные материалы для аддитивных технологий (для магистрантов)». Изданы в печатном виде 2 монографии, 3 учебных пособия и комплект УМКД.

Апробация результатов

Основные положения диссертационной работы доложены, обсуждены и одобрены на международных и всероссийских научных конференциях период с 2015 г. по н.в., в том числе:

1) Тенденции развития науки и образования: г. Самара, 2015г;
2) Инновации в металлообработке: взгляд молодых специалистов г. Курск, 2015г.
3) Наука в России: перспективы исследования и разработки: г. Новосибирск, 2017г.
4) Фундаментальные основы механики г. Новокузнецк, 2018 г.
5) Теория и практика сварочного производства г. Ростов–на–Дону 2018 г.
6) 8–ая Международная научно–практическая конференция «Инновационные технологии в образовании» «ИТНО–2020» 2020 г., г. Ростов–на–Дону
7) Международная конференция по современным тенденциям в производственных технологиях и оборудовании: машиностроение и материаловедение (ICMTMTE 2019) Севастополь, 2019 г.
8) Международный форум по вопросам новых перспектив двустороннего развития российско–французского сотрудничества в области материаловедения и биотехнологий с использованием крупномасштабных научных объектов. г. Париж, Франция 2019г;
9) 16–ая международная научно–техническая конференция «Динамика технических систем» г. Ростов–на–Дону 2020г.
10) 14–ая Международная конференция «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» 2020г. г. Минск, Беларусь
11) Трибология – машиностроению 2020. Proceedings of XIII International scientific conference “Tribology for Mechanical Engineering” 2020г.г.Москва
12) International Scientific and Practical Conference Environmental Risks and Safety in Mechanical Engineering (ERSME–2020) 2020, Rostov–on–Don

13) XIII международная научно– практическая конференция, посвященная 90–летию Донского государственного технического университета «Состояние и перспективы развития агропромышленного комплекса» Ростов–на–Дону, 2020 г.
14) Международная научно–техническая конференция "Машиностроительные Технологические Системы" (METS21), г. Ростов–на–Дону 2021г.
15) Научно–практическая конференция Intelligent Manufacturing and Materials 2021 (IMM 2021). г. Ялта.
16) 2–я международная научно–практическая конференция «Современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов» SPM–2021, г. Курск 2021г.
17) 4–я международная научно–практическая конференция «Современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов», посвященная памяти академика А.А. Байкова СМП–04, г. Курск 2023г.
18) 16-я Международная конференция «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» 22-24 мая 2024 года, Минск, Беларусь.

Публикации

Основные научные результаты, изложенные в диссертации, опубликованы в 50 работах, в том числе в 1 патенте, 2 электронных свидетельствах на программы для ЭВМ, 3 электронных свидетельствах о регистрации баз данных, 20 публикациях в изданиях, рекомендованных ВАК РФ из них 9 публикаций в рецензируемых изданиях, индексируемых в международной базе цитирования Scopus, 4 публикациях в рецензируемых изданиях, индексируемых в международных базах цитирования Scopus, 18 статьях в сборниках научных конференций и в 2 монографиях.

Объём и структура работы

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка использованных источников и приложений. Общий объем работы составляет 442 страницы, в том числе 55 таблиц, 177 рисунка, 16 страниц приложений. Список литературы включает в себя 243 источника.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность решаемой проблемы, сформулированы цель и задачи исследования, изложены научная новизна и практическая значимость работы, а также приведены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе обобщены литературные данные о закономерностях уплотнения, формирования структуры и физико–механических свойств порошковых материалов и влияние на эти процессы ультрадисперсных частиц. Описаны превращения в порошковых легированных сталях при различных видах термической обработки. Также приводятся сведения о теории соединения металлов, рассмотрено влияние дефектов порошковых заготовок на механизмы сращивания. Содержание главы ограничено рассмотрением металлов, наиболее широко применяемых в производстве горячедеформированных порошковых материалов (ГДПМ). Анализ представленных работ показывает, что важным технологическим этапом является подготовка шихты, в которой содержаться 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 основополагающих процессов формирования порошковых материалов 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 спеченных и в горячедеформированных порошковых сталях позволит четко определить задачу и направление дальнейшего исследования в рамках диссертационной работы.

Во второй главе представлена характеристика используемых материалов и оборудования, на котором производились исследования, а также описаны методики проведения экспериментов.

В работе использовались железные порошки производства ПАО Северсталь г. Череповец ПЖРВ 2.200.26, ПЛ–Н4Д2М и шведской фирмы «Хёганес»: ABC 100.30, Distaloy HP–1, Astaloy 0,85 Mo. В шихту вводили 2 добавки в виде ультрадисперсных частиц: NiO и Si_3N_4. Представленные частицы изготовлены в организации «Плазмотерм». Легирующим элементом исследуемых материалов является углерод, вводившийся в шихту в виде графита карандашный ГК–1.

Перед использованием порошки проходили контроль на универсальном лазерном приборе измерения размера частиц модели FRITSCH ANALYSETTE 22 MicroTecplus и анализаторе субмикронных частиц Beckman COULTER №5. Для приготовления шихты использовались двухконусный смеситель марки RT–NM05S (Тайвань) и ультразвуковая станция для просеивания и смешивания порошка марки AS–SPC (Китай). Прессование осуществлялось на гидравлическом прессе модели TS0500–6 (Китай) в лабораторных пресс–формах. Пористость холоднопрессованных заготовок составляла 10–30%. Нагрев и спекание производили в камерной электропечи с защитной атмосферой ПКЗ – 1,0-7 (Россия) в диапазоне температур 900-1150°С в среде защитного газа- диссоциированного аммиака.

Динамическое прессование заготовок производилось по технологии горячей штамповки пористых заготовок, разработанной проф. Ю.Г. Дорофеевым. Горячая штамповка осуществлялась на кривошипном прессе модели К2232 (Россия). Нагрев перед горячей штамповкой, осуществляли в среде диссоциированного аммиака при температуре 900°С–1150°С. После ДГП проводили операцию дополнительной пластической деформации с различной степенью деформации (0,5-3,5%).

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

Определение остаточной пористости образцов и их плотность определяли по ГОСТ 18898-89. Измерение твёрдости проводили по ГОСТ 9013-59 на твердомере Роквелла ТК-2М и на твердомере Бринелля ТШ-2М по ГОСТ 9012-59. Микротвердость исследовалась с использованием микротвердомера ПМТ–3. Определение ударной вязкости спеченных и горячедеформированных образцов проводили по ГОСТ 26528-85 на маятниковом копре МК-30А. Испытания на растяжение спеченных и горячедеформированных порошковых сталей производили на разрывной машине МГС-В15. 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 (Германия), а на следующем этапе производили замеры скорости звука в поперечном направлении V_t дефектоскопом Krautkramer USM 25. Трибологические испытания спеченных порошковых сталей проводили по схеме “ палец-диск” на трибометре Т-11 (Польша).

Микроструктурный анализ спеченных и горячедеформированных образцов выполнялся на оптическом микроскопе «NEOPHOT–21» (Германия) и на металлографическом микроскопе «МЕТАМ РВ-22» (Россия). Полирование осуществлялось

на автоматическом станке LaboPol-2 фирмы Struers с использованием в качестве абразивного вещества пасты ГОИ. Рентгенофазовый анализ проводился на рентгенофазовом дифрактометре ДРОН–2. Тонкое строение структуры изучали на растровом электронном микроскопе ZEISS SUPRA 25 (Германия) и на электронном микроскопе марки S - 3400N фирмы HitachiHigh – Technologies Corporation (Япония), оснащенным рентгеновским энерго - дисперсионным спектрометром NORAN. Методом Оже–электронной спектроскопии на спектрометре модели PHI–680 фирмы “Physical Elecrtronics (США) были исследованы горячедеформированные порошковые образцы.

В третьей главе рассмотрены закономерности развития межчастичного сращивания при формировании спеченных сталей. Повышение продолжительности и температуры спекания приводит к консолидации порошкового материала, выраженной значениями объемной усадки и изменении пористости. При этом увеличивается контактная поверхность.

Принципиальное значение для оценки качества контактной поверхности спеченных формовок имеет степень развития на них межчастичного сращивания, обусловливающий уровень структурно– чувствительных свойств. 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. Оценить качество сращивания можно по доли относительной контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием ($\alpha_{ВКС}$) как отношение площади контактного поверхности с внутрикристаллитным сращиванием ($S_{ВКС}$) к площади контактной поверхности ($S_{конт}$):

$$\alpha_{ВКС}=S_{ВКС}/S_{конт}=F_i/(F_{max}\cdot\alpha_{конт}), \qquad (1)$$

где F_i – текущее значение свойства тела;

F_{max} – значение свойства эталона.

Развитие контактной поверхности с внутрикристаллитным сращивание при спекании показано на рис. 1.

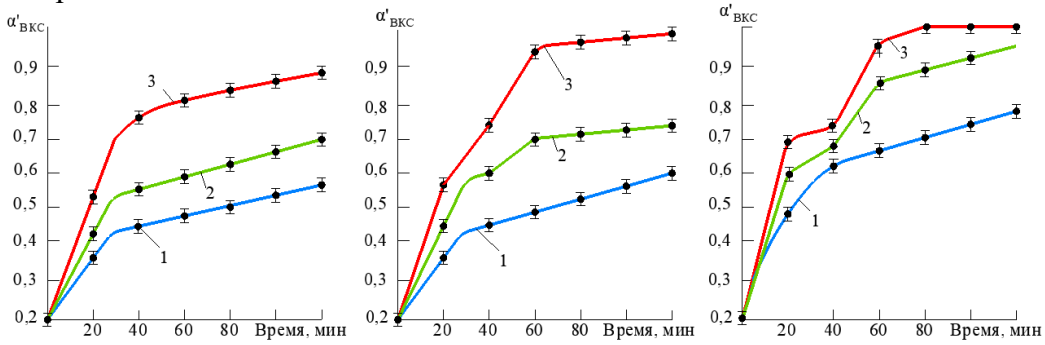


Рис.1 – Стадии развития внутрикристаллитного сращивания на контактной поверхности в зависимости от режимов спекания и исходной плотности железных порошков (а–6,9 г/см^3; б–7,2 г/см^3; в–7,35 г/см^3):1 – 950ºС; 2– 1050ºС; 3–1150ºС

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 плотностью, причем с повышением температуры спекания её интенсивность увеличивается.

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. Важно также отметить появление внутризеренных субмикропор (рис. 2),

образовавшихся в результате миграционного отрыва от них межчастичной поверхности сращивания (рис.3).

Рис. 2 – Зернограничные субмикропоры (линейные размеры 3,092x1,499 μm)

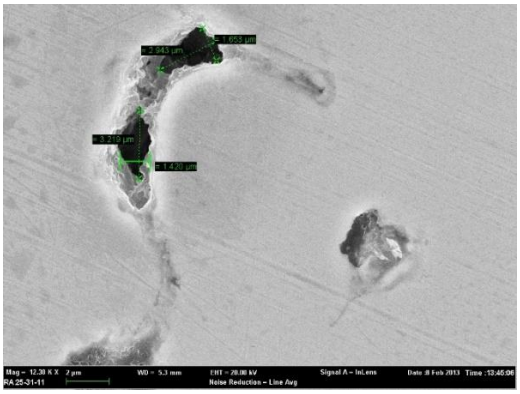
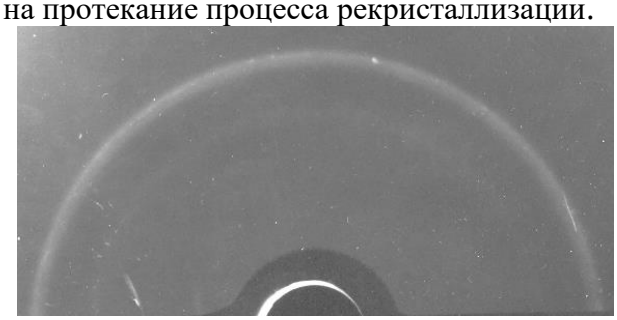
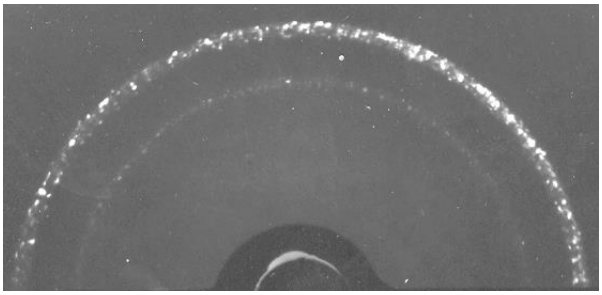


Рис. 3 – Структура зоны сращивания, внутризеренная субмикропора (линейные размеры 3,219x1,420 μm и 2,943x1,653 μm

Установлено, 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. 4), в которых при высокой температуре после определенной выдержки наблюдается разрыв линии на отдельные рефлексы, указывающие на протекание процесса рекристаллизации.



а)



б)

Рис. 4 – Дебаеграммы материала из порошка ПЖРВ 2.200.26 после спекания при температуре 1000 ºС при различных выдержках: а – 10 мин; б – 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. Повышение температуры спекания и плотности материала, косвенно характеризующей степень деформации обусловливают кинетику развития внутрикристаллитного сращивания.

В работе установлено, что испытание на растяжение спеченных образцов и значения относительного контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием показали, что критерием развития внутрикристаллитного сращивания для порошковых материалов 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 сращивание менее 0,85 излом характеризуется наличием относительно гладких поверхностей интеркристаллитного скола (рис.5). На изломе образцов с относительной площадью контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием 0,85 на фоне

интеркристаллитного скола наблюдаются элементы поверхности вязкого разрушения с более развитым рельефом (Рис.6).

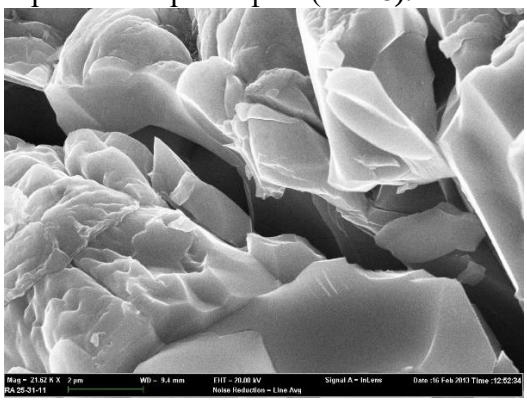


Рис. 5 – Интеркристаллитный скол поверхности разрушения образца АВС 100.30 при относительной площади контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием менее 0,85

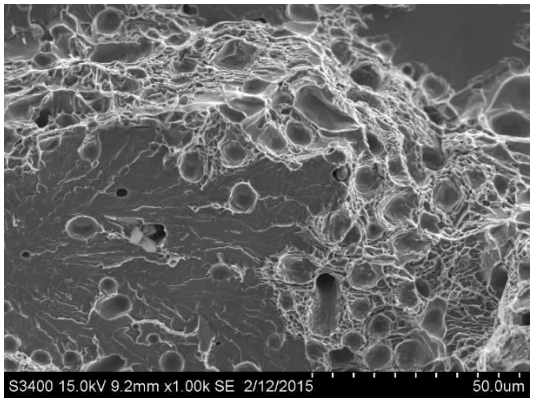


Рис. 6 – Поверхности разрушения образца АВС 100.30 при относительной площади контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием 0,85 и более

Практический интерес представляет выявление областей технологических режимов спекания (рис.7) и исходной плотности, создающих формирование структуры зоны сращивания с долей контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, превышающей значение 85%.

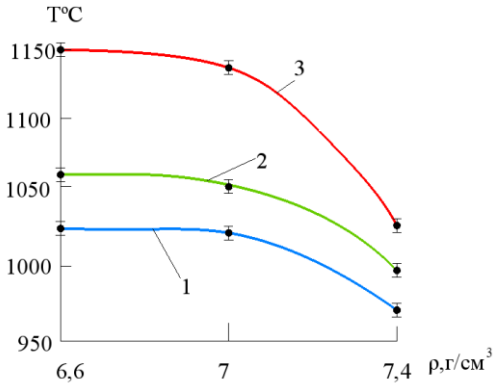


Рис. 7 – Зависимость критерия сращивания от исходной плотности и режимов спекания формовок из легированных порошков: 1 – 90 мин, 2– 60 мин, 3 –30 мин.

Линия на графике разделяет область условий спекания на зоны. Проведение спекания по условиям, соответствующим зоне выше линии разграничения, обеспечивает формирование контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием, отвечающим вышеизложенному требованию. По данным зависимостям можно определить критические технологические режимы спекания в зависимости от исходной плотности, обеспечивающие относительное контактное сечение с внутрикристаллитным сращиванием со значением 0,85. Критерием формирования спеченных сталей с высоким уровнем механических свойств является доля контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием. При значении критерия более 85% проявляется локализованная деформации при растягивающих напряжениях, и наблюдаются участки вязкого разрушения.

В работе рассмотрено влияние содержание углерода на механические свойства спеченных сталей при различных режимах спекания (рис.8). Уровень плотности выбран из рекомендаций по формированию конструкционных материалов, которые предлагают интервал плотности в случае железного порошка 6,6–7,6 г/см^3. Спекание проводили в среде диссоциированного аммиака в течение 30 минут при температуре 1150°С.

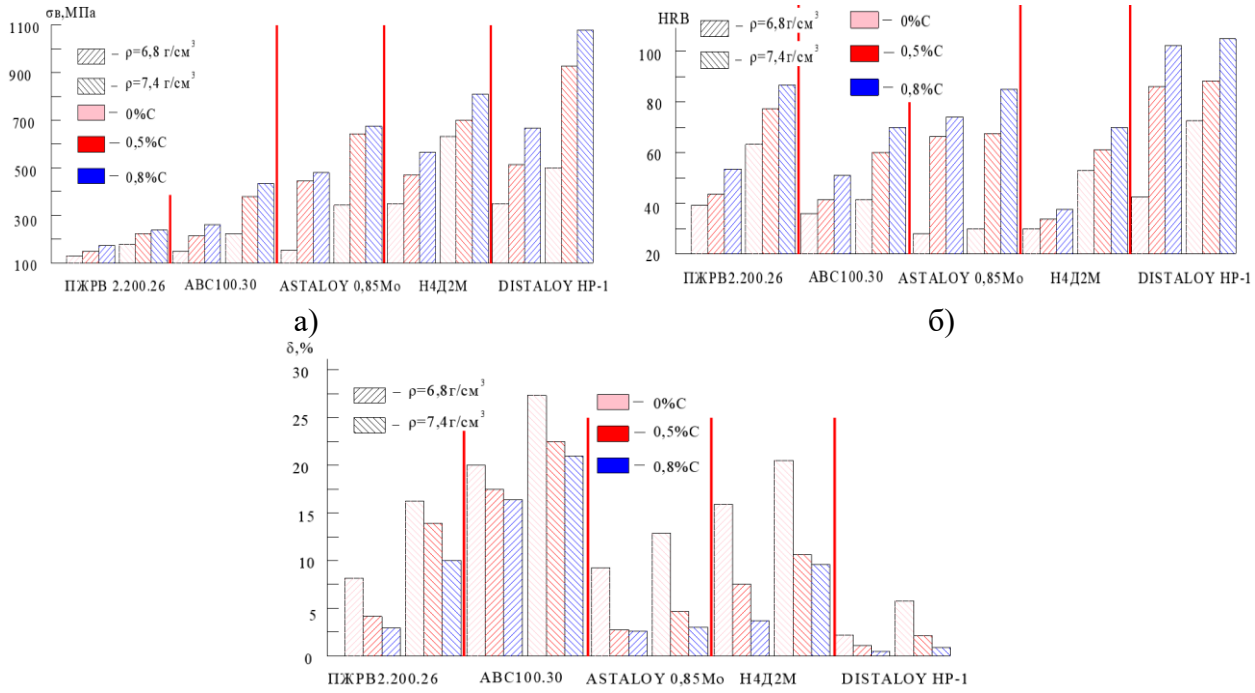
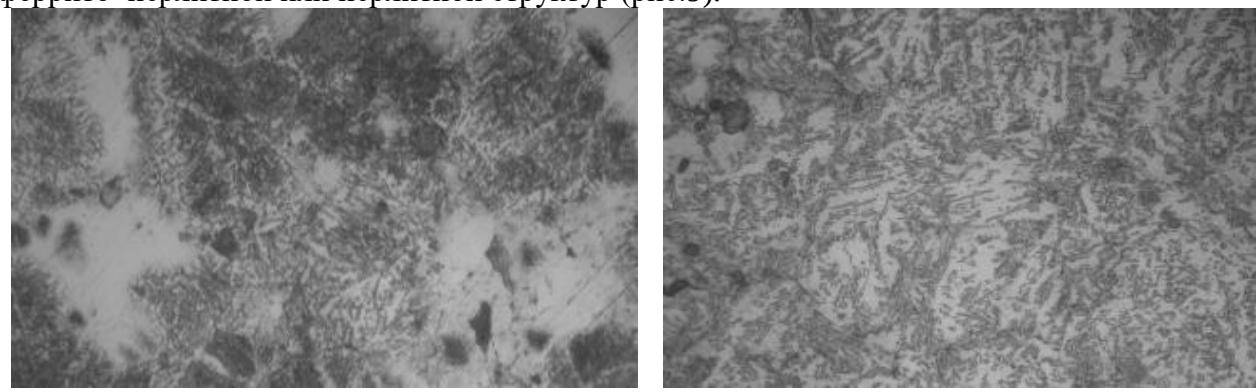


Рис. 8– Значения механических свойств спеченных сталей в зависимости от плотности и содержания углерода

Указанные значения 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. Достаточно высокие прочностные свойства объясняются формированием внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности, гомогенизацией легирующих элементов и мелкозернистой ферритной, феррито–перлитной или перлитной структур (рис.9).



а) б)

Рис.9 – Микроструктуры спеченной стали на основе порошка Distaloy HP-1 плотностью 7,4 г/см^3 с различным содержанием углерода, х 500:
а – 0,5%С; б – 0,8% С

Широкое применение в разработке новых функциональных конструкционных материалов нашли ультрадисперсные частицы. В настоящее время установлено, что повышение дискретности структурных элементов приводит к изменению механических свойств. В работе изучено влияние количества вводимой ультрадисперсной частицы нитрида кремния на структурообразование и межчастичное сращивание порошковых сталей. Зависимости усадки спеченных образцов из рассматриваемых материалов представлены на рис.10.

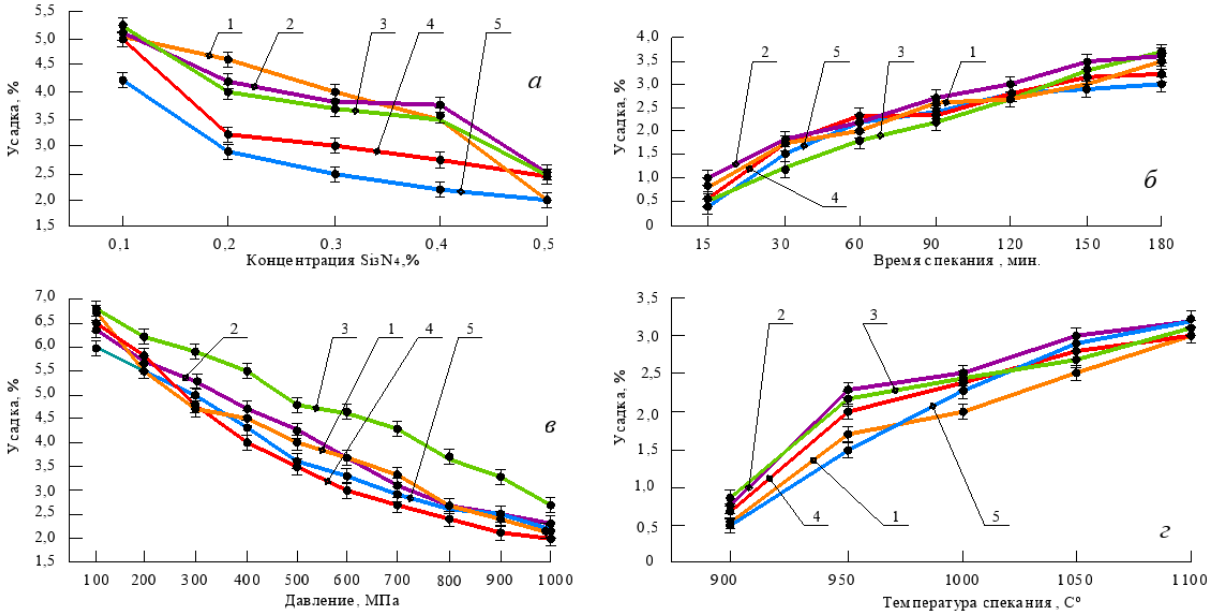


Рис.10 – Зависимость объемной усадки для порошковых сталей от: а) концентрации ультрадисперсной добавки нитрида кремния; б) времени спекания с добавлением 0,2% Si_3N_4 ; в) давления прессования с добавлением 0,2%Si_3N_4; в) температуры спекания с добавлением 0,2% Si_3N_4 для материалов: 1– ПЛ–Н4Д2М; 2– Distaloy HP–1; 3– Astaloy 0,85Mo; 4 – АВС 100.30; 5– ПЖРВ 2.200.26

Как видно из результатов, приведенных на рис. 10, при введении ультрадисперсных частиц Si_3N_4 свыше 0,2 мас. % имеет место большее межчастичное трение, а также трение частиц шихты со стенками матрицы, что сказывается на уплотняемости данного материала. При равномерном распределении по поверхности частиц железа частицы нитрида кремния на начальной стадии деформации будут оставлять на поверхности механические повреждения, тем самым увеличивая её дефектность, что так же будет способствовать ускорению процесса спекания. Наличие нитридной фазы повышает твердость материала, а её расположение на поверхности частиц не приводит к существенному упрочнению материала (рис.11).

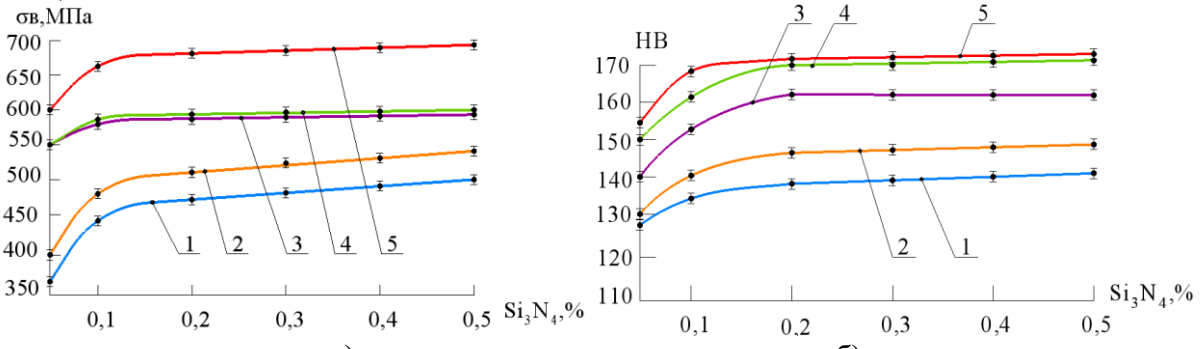
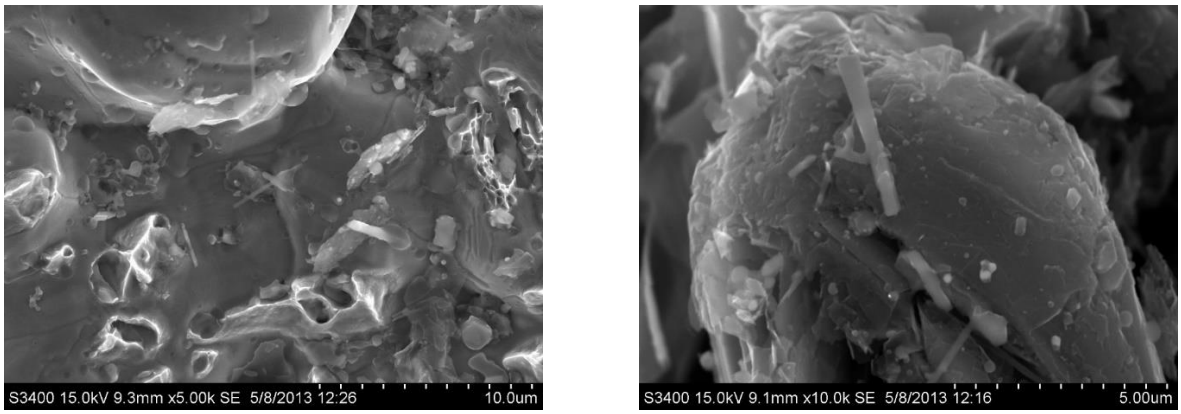


Рис.11 – Зависимость предела прочности (а), твердости (б) порошковых сталей от концентрации ультрадисперсных частиц нитрида кремния:
1 – ПЖРВ2.200.26; 2 – АВС100.30; 3 – Astaloy 0,85Mo; 4 – Н4Д2М; 5 – Distaloy HP–1

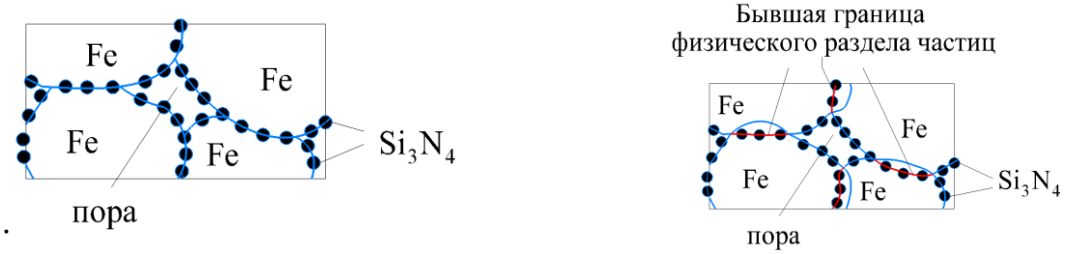
Включения Si_3N_4 не взаимодействуют с материалом основы и располагаются на поверхности частиц железного порошка (Рис.12). Такое строение характерно для межкристаллитного сращивания, при котором поверхностные включения не проникают в объем материала.



а) б)

Рис.12 – Поверхности порошковой стали Distaloy HP-1 с содержанием: а) 0,1 % Si_3N_4; б) 0,2 % Si_3N_4

На рис.13,а схематично показана структура спеченной стали, модифицированного ультрадисперсными частицами Si_3N_4. При формировании внутрикристаллитного сращивания (рис.13,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.



а) б)

Рис.13– Схематичное структурное состояние спеченных сталей с ультрадисперсной частицей Si_3N_4

В случае добавления в железную шихту углерода и формирования внутрикристаллитного сращивания, характеризуемого прорастанием 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 Si_3N_4.

Анализируя представленные результаты исследований, можно сделать вывод о положительном влиянии модифицирования сталей ультрадисперсными частицами Si_3N_4 на твердость и предел прочности спеченных сталей. Наличие нитридной фазы повышает твердость материала, а её расположение на поверхности частиц не приводит к существенному упрочнению материала. Твердость материала обусловлена высокой твердостью ультрадисперсного нитрида кремния HV_{10}=16,8–17,2 ГПа. При неизменных концентрации Si_3N_4 и плотности материла его твердость находится на постоянном уровне, прочность материала несколько возрастает за счет эффекта дисперсионного упрочнения железной основы нитридными включениями, расположенными в приграничных объемах. Учитывая влияние нитрида кремния на уплотняемость и механические свойства спеченных сталей, оптимальное содержание нитрида кремния составляет 0,1–0,2% (масс.).

В работе рассмотрен характер изменения плотности порошковых сталей от давления прессования при введении 0,5%, 1% и 2% ультрадисперсных частиц NiO. Данные для материала ПЖРВ 2.200.26 представлены на рисунке 14.

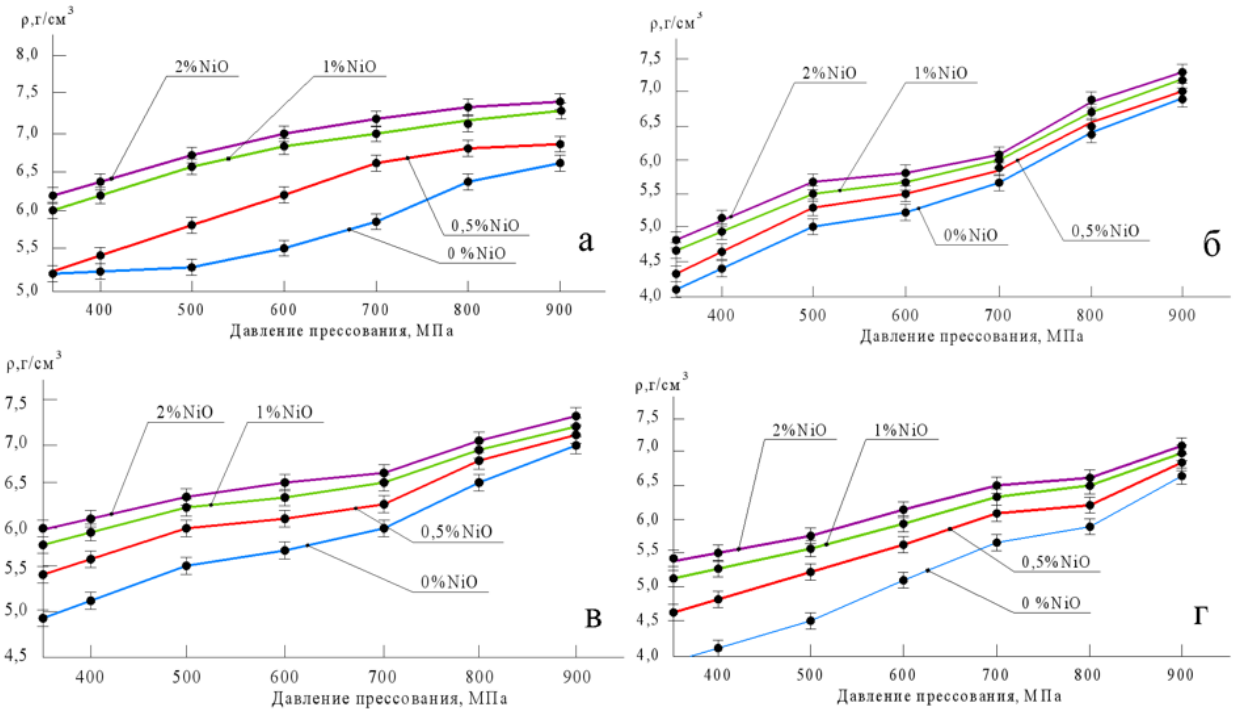


Рис.14 – Зависимость плотности ПЖРВ 2.200.26 с ультрадисперсными частицами оксида н

Представленные зависимости показывают, что добавление частиц NiO способствует увеличению плотности заготовок при всех давлениях прессования, тем самым улучшая уплотняемость шихты, что можно объяснить благоприятным влиянием добавки на уплотняемость смеси за счет заполнения пустот на стадии структурной деформации. Увеличение давления прессования от 200 до 900 МПа при любом количестве введенной добавки сопровождается увеличением плотности прессовок. Наибольшая плотность при введении оксида никеля в указанные материалы достигается при давлении формования 900МПа и содержании ультрадисперсных частиц в количестве 2 мас.%.

Введение ультрадисперсной частицы NiO повышает предел прочности спеченной стали. В случае использования безуглеродистой шихты экстремальное значение предела прочности наблюдается при содержании ультрадисперсной частицы NiO 1%, при применении шихты с 0,5%С максимальное значение предела прочности достигается при введении частиц в количестве 0,5% (Рис. 15).

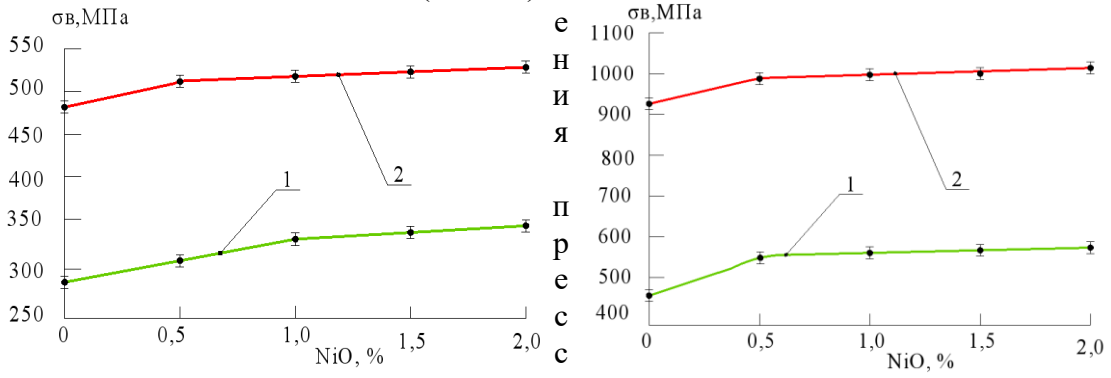


Рис.15 – Зависимость предела прочности спеченных сталей АВС100.30 (а); DistaloyHP–1(б) от содержания частиц NiO: 1 – 0%С; 2 – 0,5%С

Наличие графита в шихте способствует восстановлению оксида никеля и, следовательно, интенсифицирует диффузию этого элемента в аустенит. В тоже время повышение количества ультрадисперсных частиц увеличивают структурную нестабильность

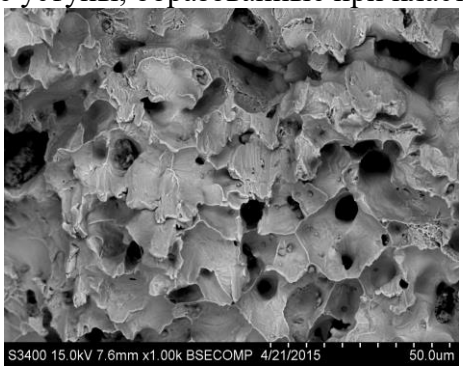
:

а) ПЛ–Н4Д2М; б) ПЖРВ200.26; в) DistaloyHP–1; г) Astaloy 0,85Mo

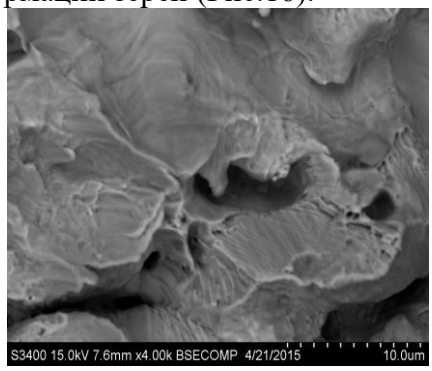
в исходном материале, что также снижает интенсивность диффузионных процессов. В результате действия этих двух конкурирующих процессов сохраняется практическая независимость предела прочности стали с содержанием 0,5%С от количества частиц более 0,5%.

Положительное влияние добавки 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. Содержание никеля находится в области существования ограниченного твердого раствора Ni в Feα.

Проведенные фрактографические 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.16).



а)



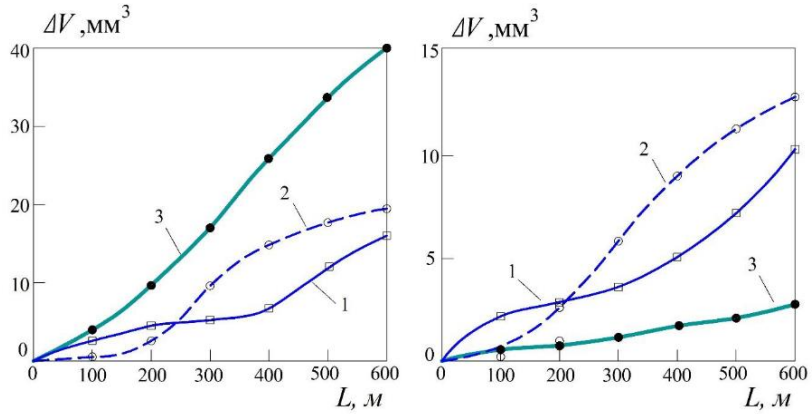
б)

Рис.16– Фрактографии порошковых сталей а) Astaloy 0,85Mo +1%NiO+0,5%C, б) ПЛ Н4Д2М+1%NiO+0,5%С

Проведенные исследования позволили констатировать что легирование порошковых сталей нитридом кремния Si_3N_4 и оксидом никеля NiO по–разному влияет на уплотняемость: твердые частицы Si_3N_4 ухудшают уплотняемость, поскольку внедряются в железо и препятствуют пластической деформации, а NiO её улучшает в результате восстановления и заполнения микропор.

В работе проведены исследования трибологических характеристик спеченных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами при трении 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. Данные об объёмном износе ΔV для индентора и контртела при различных сочетаниях материалов трущихся тел представлены на рис. 17 а,б.

Наибольшие значения объёмного износа ΔV принадлежат 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 трибоконтакте (рис.17 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. 17,б).



а) б)

Рис.17 – Объёмный износ ΔV индентора (а) и контртела (б) в зависимости от пути трения L: 1 – сталь 20; 2 – сталь 45; 3 – сталь 30ХГСА

В результате проведённых исследований было установлено, что наилучшими трибологическими свойствами обладает сочетание материалов ПЖРВ 2.200.26+0,5%C+1%NiO - сталь 20. Эта пара трения характеризуется минимальным средним коэффициентом трения, наименьшим объёмным износом материала ПЖРВ 2.200.26+0,5%C+1%NiO, минимальным отклонением геометрии трибоконтакта от начального положения, а также небольшим масштабом поверхностных повреждений индентора.

В четвертой главе проведено комплексное исследование формирования межчастичного сращивания при горячей штамповке пористых порошковых прессовок с ультрадисперсными частицами.

Специфика формирования высокоплотного порошкового материала, предполагает максимальную степень уплотнения, рассмотрения элементарных актов сращивания в условиях непрерывно меняющейся площади контактной поверхности при различных уровнях термодеформационного воздействия на материал. Поэтому возникает дополнительная взаимосвязь между уплотнением и сращиванием заключающаяся, с одной стороны, в развитии контактной поверхности при уплотнении и, с другой стороны, в недопустимости разрыва уже сформированной контактной поверхности в ходе пластического течения пористого материала и в залечивании образовавшейся трещины при последующем уплотнении. При деформации заготовок возможны разрыв раннее возникающих контактов и их восстановление со сращиванием.

Качество связи зависит от степени взаимодействия поверхностных атомов зерен, контактирующих частиц порошка. Этот критерий был взят за основу классификации сращивания как межкристаллитного и внутрикристаллитного. Возникшие связи могут разрушаться на последующих этапах обработки с образованием новых, причем преимущественно разрушаются участки с межкристаллитным сращиванием. Для исследования кинетики развития сращивания на стадии горячей допрессовки был определен модуль Юнга прессовок, уплотненных до высокоплотного состояния с уменьшением пористости на 5% (таблица 1). Режимы статического холодного прессования и нагрева выбирались из условия недопустимости окисления контактной поверхности кислородом, захлопнутым в закрытых порах. 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 завершенным сращиванием (рис. 18).

Таблица 1 – Зависимость модуля Юнга (Е, ГПа) горячедеформированного порошкового материала от пористости и температуры уплотнения

Т,ºС	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 Mo								
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

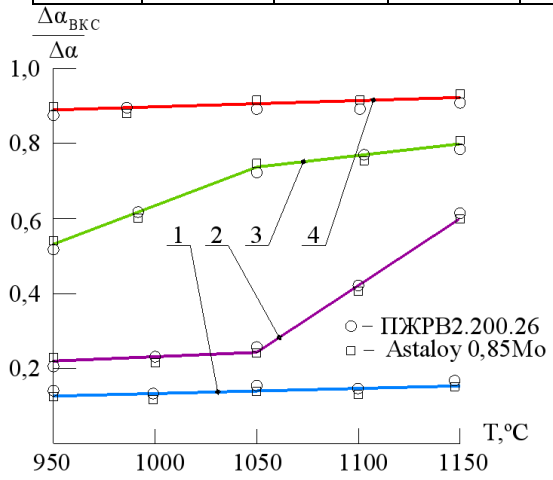


Рис. 18 – Зависимость отношения приращения относительного контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием к приращению общей контактной поверхности при изменении пористости на 5% от температуры допрессовки: 1 – 40%...35%; 2 – 30%...25%; 3 – 20%...15%; 4 – 12%...7%

Уплотнение заготовки с исходной пористостью 30% наблюдается в интервале температуры уплотнения 950 – 1050ºС. 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.

В работе определены области технологических режимов горячей штамповки спеченных и не спеченных порошковых заготовок, при соблюдении которых не происходит разрушения контактной поверхности, сформированной на стадии спекания (Рис.19).

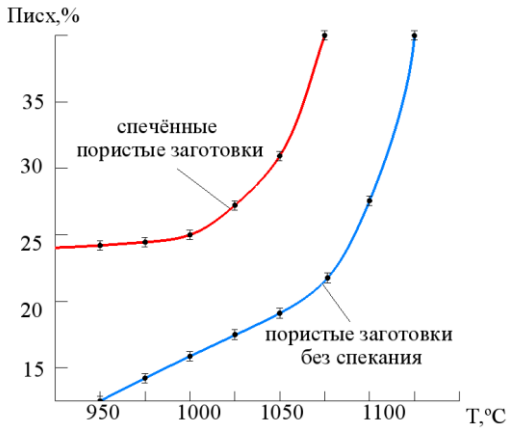
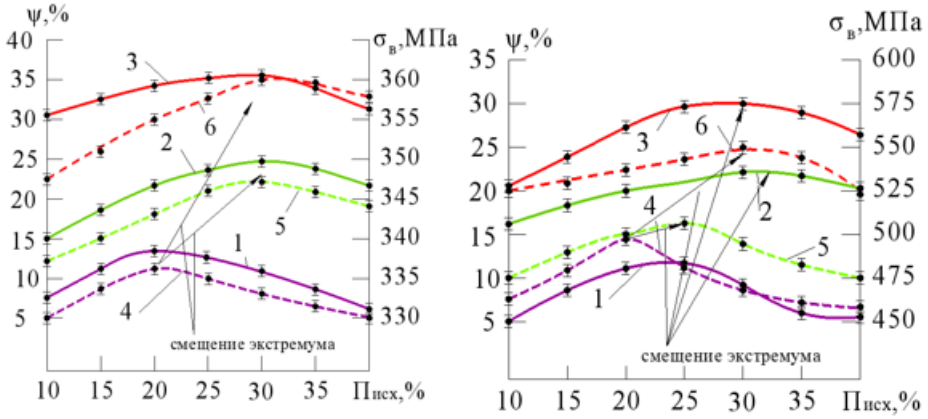


Рис.19 – Области технологических режимов горячей штамповки, влияющих на сохранение или разрушение предварительно сформированной контактной межчастичной поверхности

Выше линий расположена область технологических режимов, при которых происходит частичное или полное разрушение старых контактных поверхностей с образованием новых, что является нежелательным. 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 (рис.20).

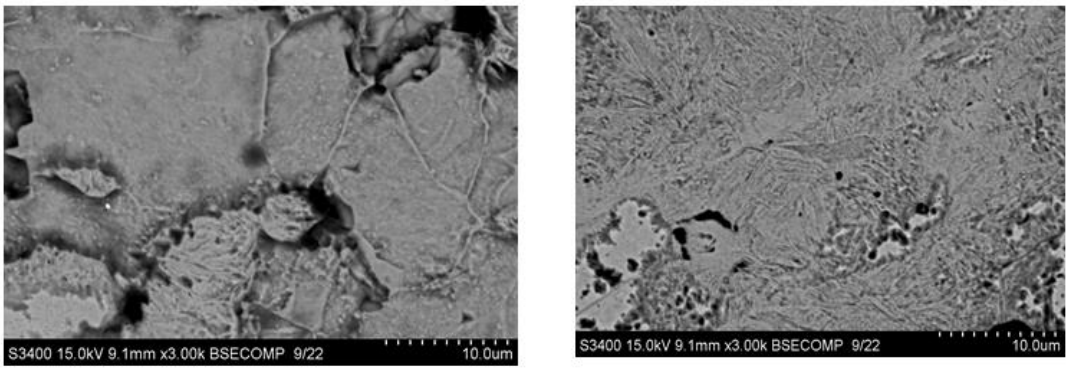


а) б)

Рис.20 – Зависимость относительного сужения (1–3) и предела прочности (4–6) от исходной пористости при различной температуре горячей допрессовки
а) ПЖРВ2.200.26, б) Н4Д2М: 1,4 – 950ºС; 2,5 – 1050ºС; 3,6 – 1150ºС

Экстремумы значений предела прочности и относительного сужения, указанные на рис. 20 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 формирование 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 и оптимальные режимы горячей допрессовки, распространяются на все исследуемые марки порошка.

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 с незавершенным (межкристаллитным) межчастичным сращиванием (рис.21).



а) б)

Рис.21 – Микроструктура с незавершенным сращиванием горячедеформированной стали ПЖР2.200.26. Температура горячей допрессовки: а) 950ºС; б) 1150ºС

Контактные участки с межкристаллитным сращиванием 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 сращиванием ($\varepsilon_{доп}$).

На основании проведенных исследований представлены значения критической степени дополнительной пластической деформации как функции технологических режимов горячей допрессовки (рис.22). Степень дополнительной пластической деформации, при которой достигается внутрикристаллитное сращивание на всей контактной поверхности, назовем критической степенью деформации.

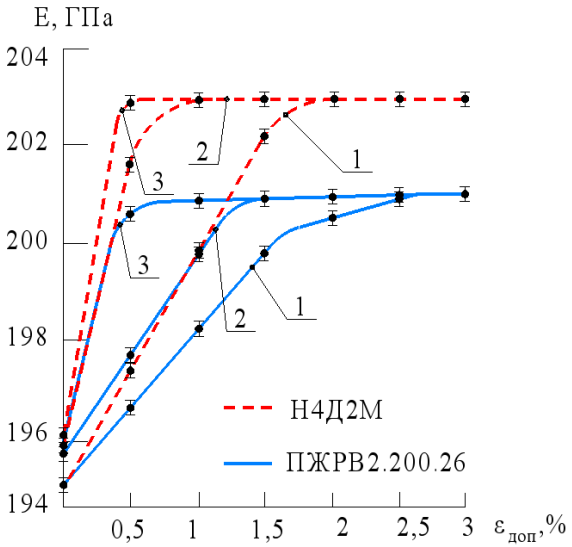


Рис. 22 – Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошкового материала, сформированного при исходной пористости 30% при температуре горячей допрессовки °С: 1–950; 2–1050; 3–1150

Механические свойства горячедеформированных порошковых сталей в результате дополнительной пластической деформации повышаются, 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 горячедеформированных порошковых сталей является дополнительная пластическая деформация, степень которой должна быть не менее критической степени деформации. Механические свойства порошковых сталей до (линии 1–6) и после (линии 7,8) дополнительной деформации представлены на рис.23.

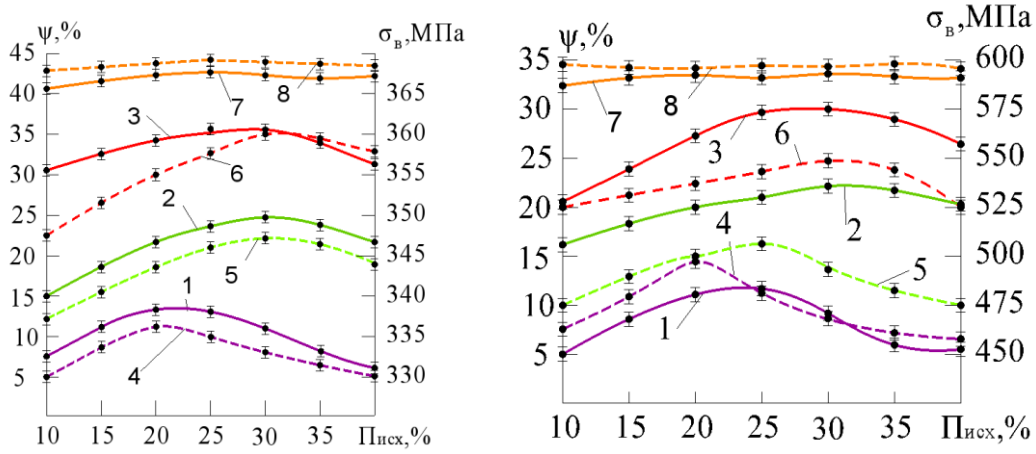


Рис.23 – Зависимости относительного сужения (сплошные линии) и предела прочности (прерывистые линии) от исходной пористости при различной температуре горячей допрессовки а) ПЖРВ2.200.26; б) Н4Д2М:
линии 1,4 – 950ºС; 2,5 – 1050ºС; 3,6 – 1150ºС; 7,8– после дополнительной обработки горячедеформированных сталей

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. На рис. 24 показана поверхность

разрушения горячедеформированной заготовки, спеченной в течение одного часа. Обращает на себя внимание фрагмент этой поверхности, обозначенный точкой 8.

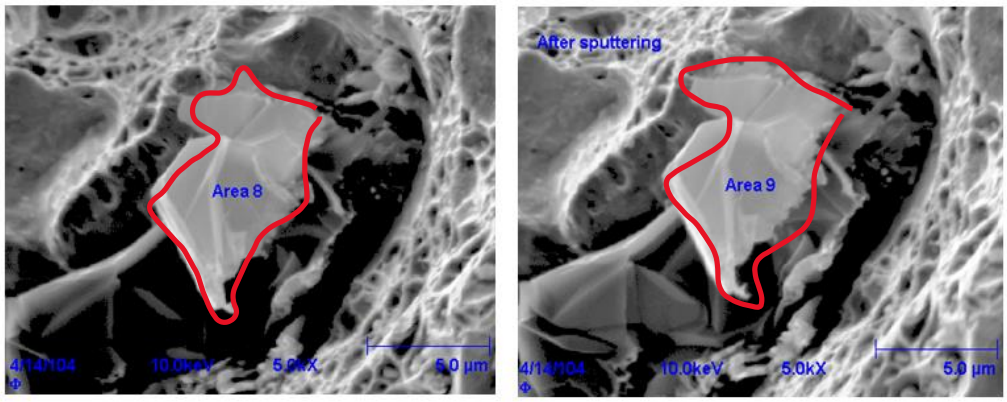
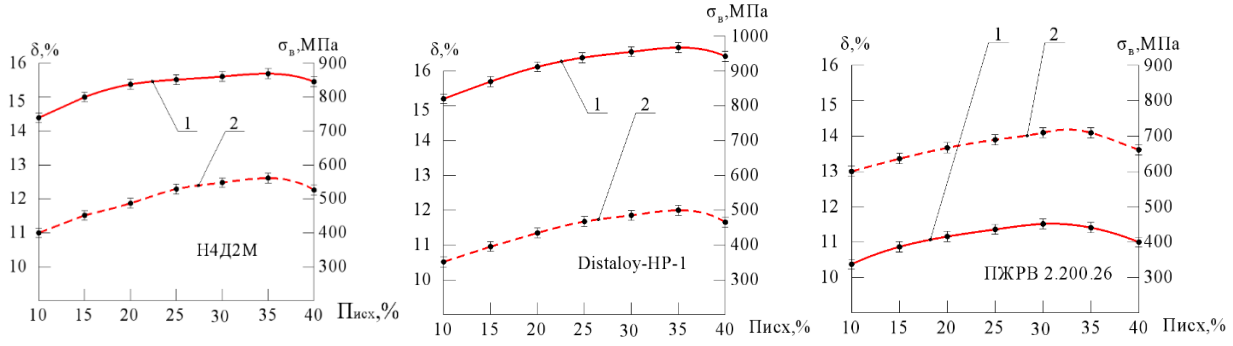


Рис.24– Включение на поверхности разрушения заготовки. Спекание 1000°С, 60 мин.: а – до аргонного травления; б – после аргонного травления

Концентрация углерода остается на высоком уровне (~40 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.

Роль углерода на развитие контактной поверхности рассмотрена на зависимости механических свойств порошковой стали от исходной пористости представлена на рис.25.



а) б) в)

Рис.25 – Зависимость механических свойств порошковых сталей с 0,5%С от исходной пористости: Н4Д2М (а); Distaloy HP–1 (б); ПЖРВ 2.200.26 (в)

У легированных сталей 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 либо сохранением и развитием предварительно сформированной контактной поверхности на стадии горячей допрессовки. Анализ экспериментальных данных позволяет определить область технологических режимов горячей штамповки пористой порошковой заготовки (рис.26), при соблюдении которых не происходит разрушения контактной поверхности, сформированной до горячей допрессовки.

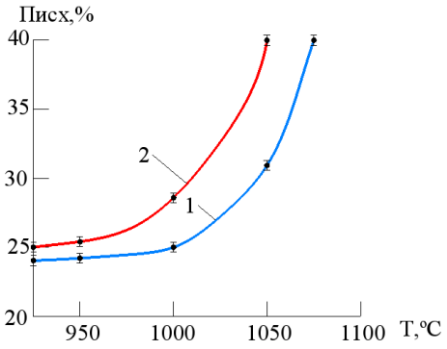


Рис. 26 – Области технологических режимов горячей штамповки, влияющих на сохранение или разрушение предварительно сформированной контактной межчастичной поверхности для сталей (табл.2)

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.

Таблица 2 – Области технологических режимов горячей допрессовки на рисунке 26

Исходный порошок	Содержание углерода, %	Маркировка линии разграничения
ПЖР2.200.26; АВС100.30; Astaloy 0,85 Mo; Н4Д2М; Distaloy HP–1	0	Линия 1
ПЖР2.200.26; АВС100.30;	0,5	Линия 1
Astaloy 0,85 Mo; Н4Д2М; Distaloy HP–1	0,5	Линия 2

Добавление в шихту 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. Экспериментальные результаты определения параметров горячедеформированных сталей с содержанием углерода 0,5% (плотности, модуля Юнга и относительной контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием ($\alpha_{ВКС}$) от режимов горячей допрессовки показали, что в температурном диапазоне исследования достигается значение плотности материала, соответствующей его беспористому состоянию (таблица 3).

Таблица 3 – Удельная работа уплотнения (МДж/м^3) для достижения беспористого состояния

T, ºC	Железная основа порошковой стали с содержанием 0,5%С				
	ПЖРВ2.200.26	АВС100.30	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.

Применительно к исследуемым сталям с содержанием 0,5%С используем технологический прием, заключающейся в дополнительной горячей пластической деформации с определением критической степени деформации. Результаты дополнительной пластической деформации порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М, сформированных при исходной пористости 30%. Дополнительная пластическая деформация проводилась при температуре 1050ºС (рис.27).

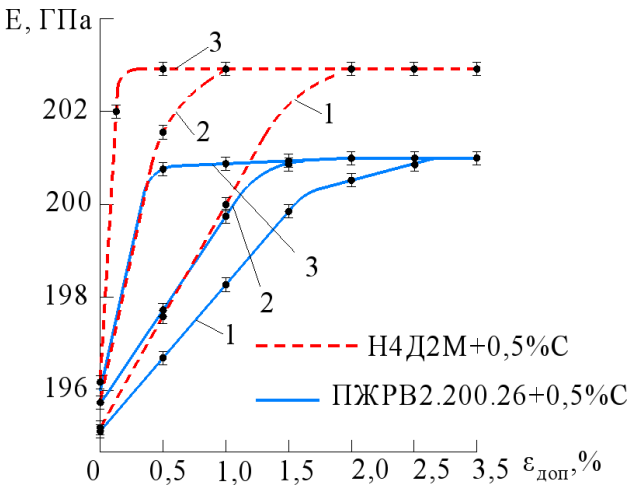


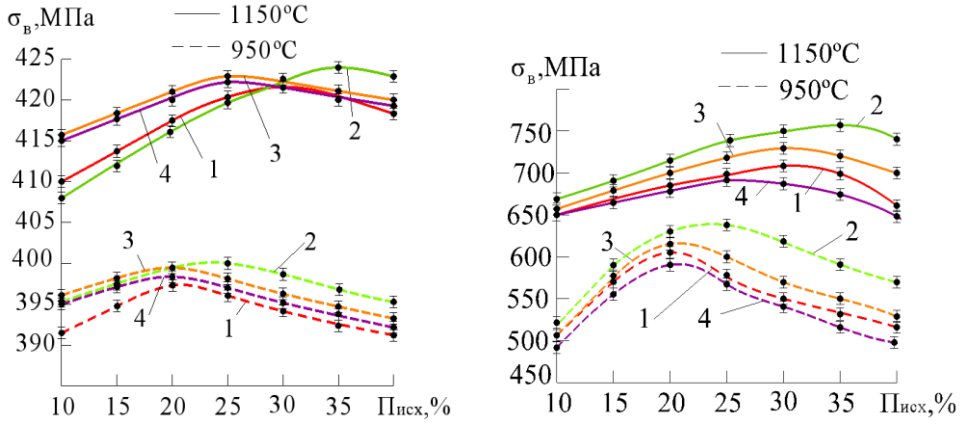
Рис.27 – Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошковых сталей, сформированных при температуре горячей допрессовки ºС:1–950; 2–1050; 3–1150.

На основании проведенных исследований можно заключить, что дополнительная горячая пластическая деформация способствует формированию внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности (табл.4).

Таблица 4 – 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+0,5%С	570	18	79
АВС100.30+0,5%С	550	18	78
Astaloy 85 Mo+0,5%С	680	15	80
Н4Д2М+0,5%С	950	14	97
Distaloy HP–1+0,5%С	1090	14	99

В работе рассмотрено влияние модифицирования горячедеформированных порошковых сталей ультрадисперсными частицами Si_3N_4 на формирование межчастичного сращивания. Для оценки влияния на свойства материала легирующих элементов было исследовано формирование горячедеформированной стали на основе железных порошков отечественного производства ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М. Рассмотрено влияние модифицирования стали ультрадисперсными частицами Si_3N_4 на механические свойства в зависимости от исходной пористости и температуры горячей допрессовки (рис.28).



а) б)

Рис.28– Зависимость предела прочности порошковых сталей ПЖРВ2.200.26 (а) и Н4Д2М (б) от исходной пористости и температуры ДГП при модифицировании 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.

Оптимальным содержанием частиц Si_3N_4 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.

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.

В работе представлены результаты дополнительной пластической деформации порошкового материала на основе порошков ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М с исходной пористостью 35%, модифицированного 0,1% Si_3N_4, проведенной при температуре 1050ºС (рис.29). В качестве критерия формирования внутрикристаллитного сращивания используется модуль Юнга.

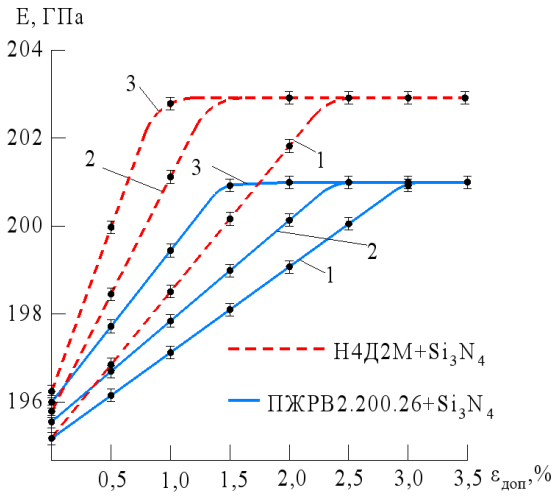


Рис.29 – Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошковых материалов, сформированных при температуре горячей допрессовки ºС :1–950; 2–1050; 3–1150

Модифицирование горячедеформированных порошковых материалов без добавления углерода частицами Si_3N_4 не обеспечивает формирование на стадии горячей допрессовки внутрикристаллитного сращивания на всей бывшей межчастичной поверхности и увеличивает критическую степень дополнительной пластической деформации. Применение дополнительной обработки с критической степенью деформации способствует повышению механических свойств, которые представлены в таблице 5.

Таблица 5 – 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_3N_4	510	17	85
Н4Д2М+0,1%Si_3N_4	820	13	90

В работе представлены результаты влияния модифицирования нитридом кремния порошковой стали с содержанием углерода 0,5%. Принципиально характер зависимостей не изменяется, который остается экстремальным. Повышение температуры горячей допрессовки способствует повышению прочностных и пластических свойств. Оптимальным содержанием ультрадисперсной добавки является 0,1%. Характерно повышение предела прочности порошковых горячедеформированных сталей при модификации частицами Si_3N_4 оптимальной концентрации (табл. 6)

Таблица 6 – 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+0,1% Si_3N_4	580	14	208
Н4Д2М+0,5%С+0,1% Si_3N_4	985	13	290

На основании проведенных исследований можно оценить упрочнение порошковых горячедеформированных сталей при введении 0,5% углерода и 0,1% нитрида кремния и дополнительной обработки с критической степенью деформации. (табл. 7).

Таблица 7 – Значения пределов прочности при формировании порошковых горячедеформированных сталей при различных видах упрочнения

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 +0,1%Si_3N_4	424	510
ПЖРВ.2.200.26 +0,5%С+ 0,1% Si_3N_4	550	580
Н4Д2М	550	595
Н4Д2М+0,5%С	890	950
Н4Д2М+0,1% Si_3N_4	760	820
Н4Д2М+0,5%С+0,1% Si_3N_4	935	985

Таким образом, можно заключить, что модифицирование порошковой стали ультрадисперсными частицами Si_3N_4 приводит к упрочнению материала и более эффективна в сочетании с добавлением в шихту углерода. Дополнительная обработка порошковых горячедеформированных сталей способствует их упрочнению.

В работе рассмотрено влияние модифицирования порошковых сталей ультрадисперсными частицами оксида никеля на предел прочности и относительное сужение зависимости от исходной пористости и температуры горячей допрессовки (рис.30).

Экспериментальные результаты показывают, что модифицирование стали частицами оксида никеля, приводит к аналогичному эффекту, достигаемому при введении частиц нитрида кремния. При концентрации частиц NiO 2–3% (мас.) экстремум свойств смещается в сторону бóльших значений исходной пористости. Оптимальным содержанием частиц NiO является значение 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. Значения модуля Юнга (195–196 ГПа) ниже эталонных значений.

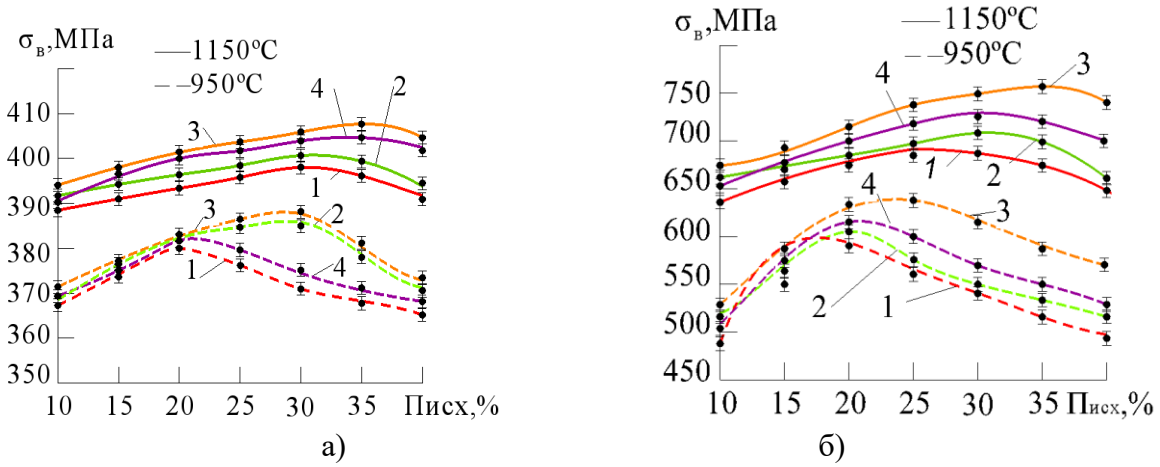


Рис.30– Зависимость предела прочности порошковых сталей ПЖРВ2.200.26 (а) и Н4Д2М (б) от исходной пористости и температуры ДГП при модифицировании частицами NiO: 1 – 0,5%; 2 – 1%; 3 – 2%; 4 – 3%

При концентрации NiO 2–3% (мас.) экстремум свойств смещается в сторону бóльших значений исходной пористости. Оптимальным содержание 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.

Результаты дополнительной пластической деформации порошковых сталей ПЖРВ2.200.26 и Н4Д2М с исходной пористостью 35%, модифицированного 2% NiO проведенной при температуре 1050ºС приведены на рис.31.

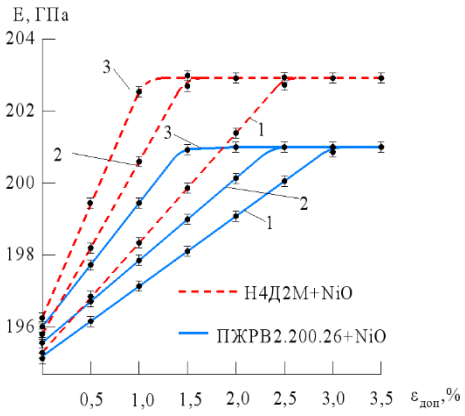


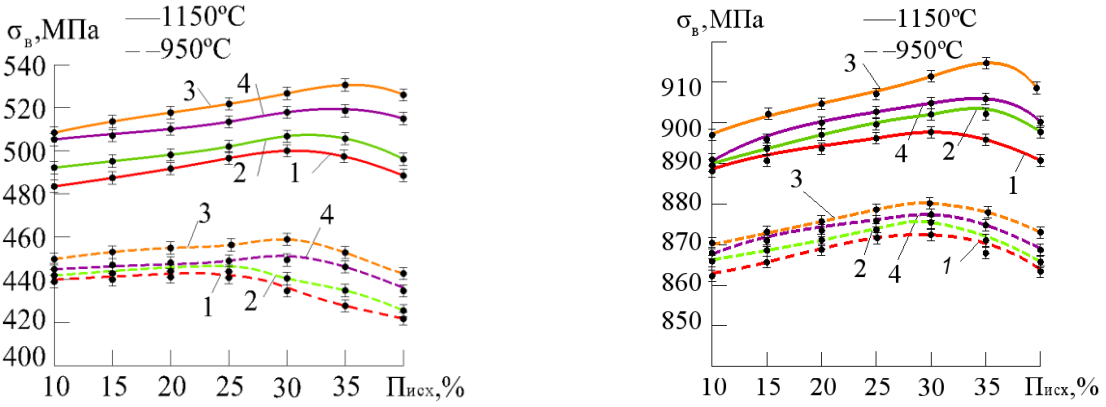
Рис.31 – Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошковых материалов, сформированных при температуре горячей допрессовки: 1–950º; 2–1050º; 3–1150º

На основании проведенных исследований можно заключить, что внутрикристаллитное сращивание сформировано не на всей контактной поверхности, что подтверждается механическими свойствами. Следовательно, имеется ресурс на улучшение качества сращивания в результате дополнительной пластической деформации с критической степенью(табл.8).

Таблица 8 – 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	20	83
Н4Д2М+2% NiO	790	22	88

В работе провели исследования модифицирования стали частицами оксида никеля с добавлением 0,3% и 0,5% С на предел прочности и относительное сужение зависимости от исходной пористости и температуры горячей допрессовки. Больший эффект упрочнения достигается при добавлении 0,5%С (рис.32). Оптимальным содержанием ультрадисперсной добавки остается 2%, обусловившей повышение не только предела прочности, но и пластичности порошковых горячедеформированных сталей.



а) б)

Рис.32 – Зависимость предела прочности порошковой стали ПЖРВ2.200.26+0,5%С (а) и Н4Д2М+0,5%С (б) от исходной пористости и температуры ДГТ при модифицировании оксидом никеля: 1 – 0,5%; 2 – 1%; 3 – 2%; 4– 3%

В работе определена степень критической деформации для горячедеформированной порошковой стали с остаточным содержанием углерода 0,5%, модифицированной 2% NiO с исходной пористостью 40% (рис.32). Повышение механических свойств проводили путь применения дополнительной пластической деформации при температуре 1050ºС, используя в качестве критерия внутрикристаллитного сращивания модуль Юнга.

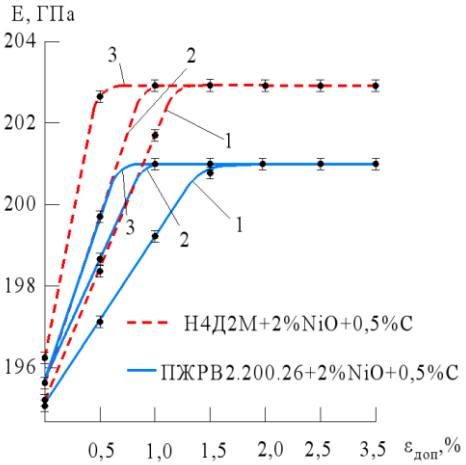


Рис.32 – Зависимость модуля Юнга от степени дополнительной пластической деформации порошковых материалов, сформированных при температуре горячей допрессовки при добавлении 0,5%С: 1–950º; 2–1050º; 3–1150º.

Проведена оценка упрочнения порошковых горячедеформированных сталей, модифицированных ультрадисперсным 2%NiO + 0,5% С и дополнительной обработки с критической степенью деформации (табл.9)

Таблица 9 – Значения пределов прочности при формировании порошковых горячедеформированных сталей при различных видах упрочнения

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

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%.

Изучение распределения примесных и легирующих элементов на свободных поверхностях спеченной заготовки важно для анализа условий межчастичного сращивания. В процессе динамического горячего уплотнения возникает физический контакт между поверхностями, в результате которого поверхностная сегрегация трансформируется в межчастичную. Если после спекания поверхностная сегрегация имела равновесный характер, то после формирования зоны сращивания она становится неравновесной.

Учитывая кратковременность динамического горячего уплотнения, трудно предположить возможность диффузионного перераспределения элементов с образованием равновесной зернограничной сегрегации. Поэтому следует рассматривать поверхностную сегрегацию как исходную, определяющую подвижность межчастичной поверхности сращивания (МЧПС). Формирование горячедеформированных порошковых сталей (ГДПС) происходит в значительной мере в результате миграции МЧПС.

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.

В условиях горячей пластической деформации природой движущей силы миграции 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, образовавшихся при деформировании. Удельная энергия дислокации зависит от модуля сдвига и вектора Бюргерса. Следовательно, для расчета движущей силы миграции была определена плотность дислокаций. Основываясь на полученных экспериментальных результатах, построена диаграмма (рис.33), позволяющая определить значения движущей силы миграции МЧПС в зависимости от режимов горячей допрессовки.

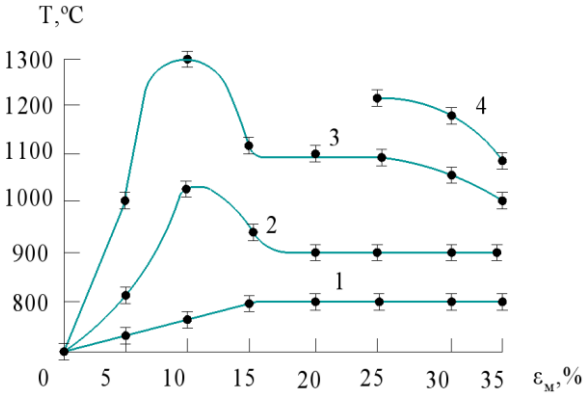


Рис.33 – Изоэнергетические линии движущей силы миграции МЧПС в Дж/м^2: 1–1,3·10^3; 2–10^3; 3–10^2; 4–0,1·10^3

Проведенные исследования позволили констатировать, что 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)·10^3 Дж/м^2, а при горячей допрессовке (4,2–12,6)·10^3 Дж/м^2.

В работе определили силу 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:

$$F_{ст}= \sum_{i=1}^{n} C_{приві}\cdot xcdi\cdot K_{эл}\cdot k\cdot T\cdot \ln(C_{максі}/ C_{мі})/(a^3\cdot(C_{максі}–C_{мі})), \qquad (2)$$

где $C_{макс}$, $C_{приві}$, $C_{мі}$– максимальная, приведенная и внутризеренная концентрации i–ого компонента; x_{cdi} –ширина сегрегационной зоны, $K_{эл}$– число атомов, приходящихся на одну

элементарную кристаллическую ячейку; k– постоянная Больцмана; Т–абсолютная температура; а – параметр кристаллической решетки.
Приведенная концентрация рассчитывалась по формуле:

$$C_{привi} = \int_{c}^{d} C(x)_i * dx / x_{cdi} \qquad (3)$$

где $C(x)_i$ – функция, описывающая распределение i–ого компонента в сегрегационной области.

В основу расчета F_{cm} положены экспериментальные данные ОЭС свободных поверхностей пористых заготовок. Зависимости F_{cm} от температуры горячей допрессовки показаны в таблице 10.

Таблица 10 – Зависимость силы сегрегационного торможения от температуры горячей допрессовки для рассматриваемых материалов

Т, °С	Fст, кДж/м^2				
	ПЖРВ 2.200.26	АВС 100.30	Astaloy 0,85Mo	ПЛ–Н4Д2М	Distaloy HP–1
950	1,46	1,2	1,85	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	1,75	1,42	2,14	2,86	2,41

Проведенные исследования позволили констатировать, что интервал значений сил сегрегационного торможения миграции границы при температуре допрессовки 950–1150°С для легированных порошков составляет 1,85–2,86 кДж/м^2, для чистого железа – 1,2–1,75 кДж/м^2

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.Структура поверхности разрушения зависит от качества межчастичного сращивания. В случае его завершения на поверхности разрушения преобладает чашечный излом, характерный для вязкого разрушения. При межкристаллитном сращивании значительную часть поверхности разрушения занимает интеркристаллитный скол. В последнем случае МЧПС служит элементов структуры, инициирующим зарождение трещины. В условиях горячей допрессовки, при которых движущая сила миграции МЧПС значительно превосходит силы торможения, происходит ее отрыв от субмикропор, которые становятся внутризеренными. При этом интенсивность их залечивания существенно замедляется. Наличие в структуре ГДПС внутризеренных субмикропор облегчает возникновение трещины и поэтому является нежелательным.

В пятой главе рассмотрено влияние термической обработки на структуру и механические свойства спеченных и горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами.

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.

В работе рассмотрено изменение 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 частиц NiO (1%) и Si_3N_4 (0,2%). Экспериментальные результаты показывают, что добавление в шихту NiO повышает температуру критических точек, а – Si_3N_4 её снижает. При этом эффективность добавления Si_3N_4, превосходит эффект влияния от введения NiO. Поэтому выбор температуры термической обработки определяется химическим составом, скоростью нагрева и пористости. Спеченные ПС имеют пониженную склонность к росту зерна аустенита. Добавление в шихту нитрида кремния способствует формированию мелкозернистой структуры во всем исследуемом интервале пористости. Также рассмотрен процесс фазовых превращений в этих же порошковых спеченных сталях при охлаждении и определены температурные точки Ar_1 и Ar_3. Анализ диаграмм

изотермического превращения аустенита (рис. 34) 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.

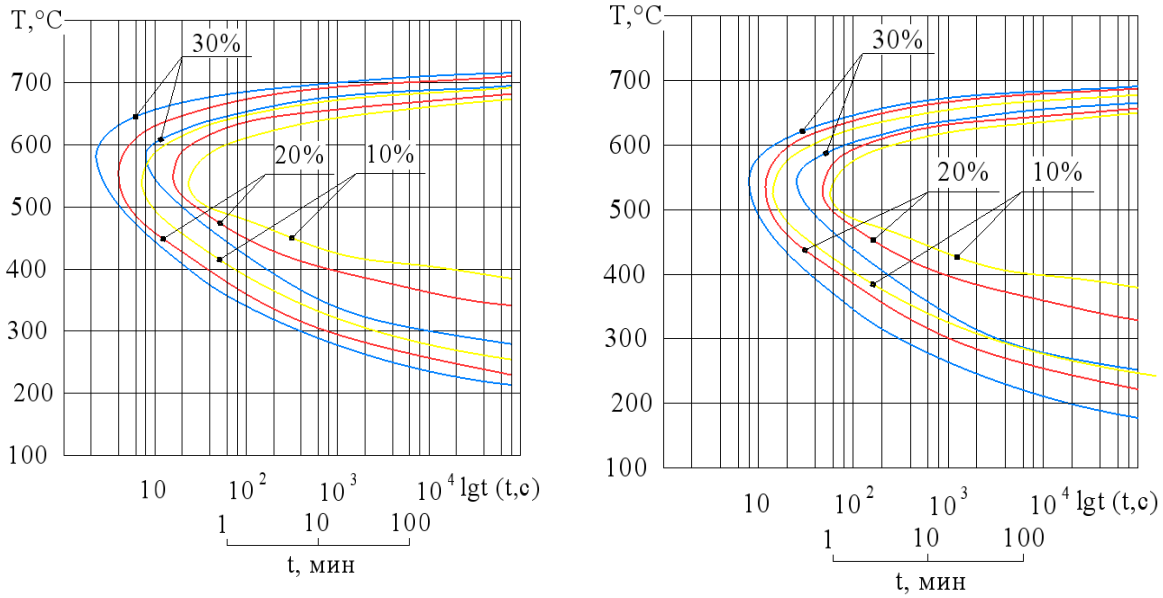


Рис.34 – Диаграмма изотермического превращения аустенита образцов: а – из стали ПЖРВ2.200.26+0,8%С; б – из стали Н4Д2М+0,8% с пористостью 10%; 20%, 30%

Добавление Si_3N_4 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 NiO приводит к повышению содержания Ni в твердом растворе, что замедляет диффузионные процессы и распад аустенита (рис.35).

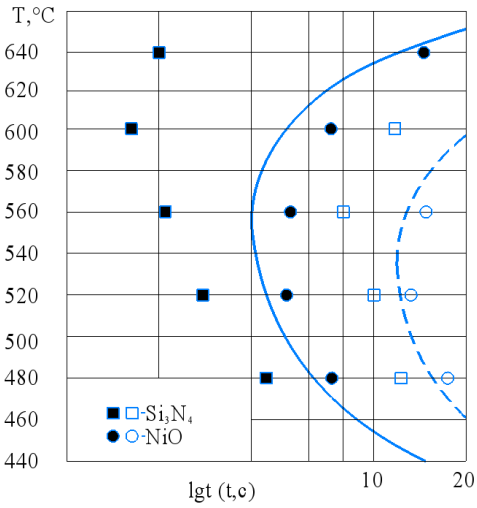


Рис. 35 – Влияние ультрадисперсных добавок в сталь на основе порошка ПЖРВ2.200.26 (заштрихованные маркеры); - на основе порошка Н4Д2М (незаштрихованные маркеры) на начальную фазу распада аустенита

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.

Введение NiO 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 Ni в железной матрице. Охлаждение после спекание привело к образованию перлитной структуры без металлографически выявляемых дисперсно-упрочняющих включений. Поэтому при последующей термической обработке, основанной на аустенито-перлитном превращении, отсутствует эффект упрочения от дополнительных включений. При использовании порошка Н4Д2М влияние вводимой в шихту добавки NiO более заметен. Это обстоятельство можно объяснить концентрацией Ni в ферритной составляющей до 5% и повышением эффективности упрочнения феррита с ростом содержания Ni в твердом растворе. В отличие от NiO введенные в шихту частицы Si_3N_4сохраняются 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.

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. 36).

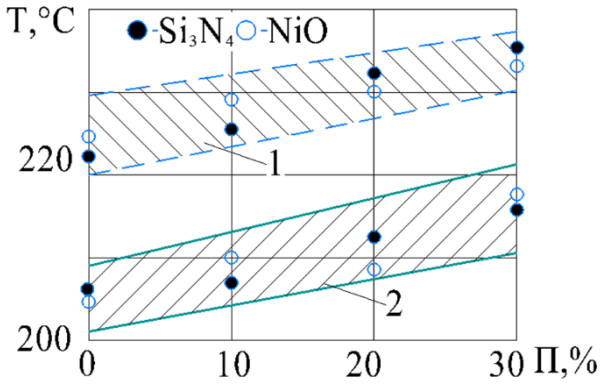
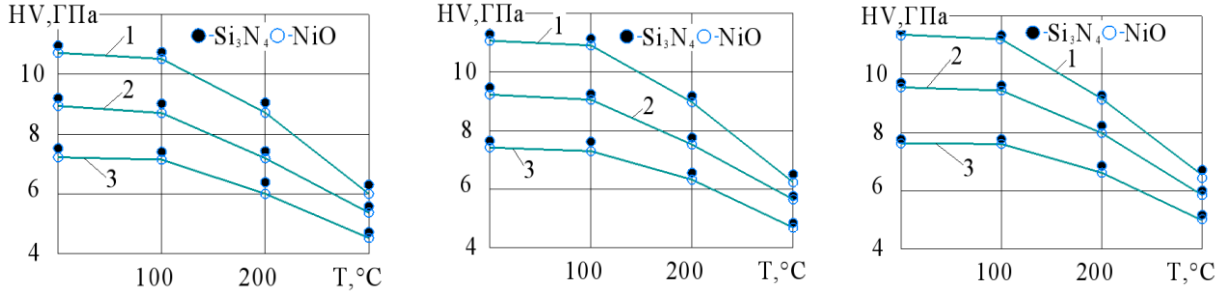


Рис.36 – Температура начала мартенситного превращения $M_н$ в зависимости от пористости для сталей с 0,8% С: зона 1 – Н4Д2М; зона 2–ПЖРВ 2.200.26

На рис. 36 выделены температурные интервалы начала мартенситного превращения для спеченных ПС. Маркерами указаны температуры Мн для сталей с ультрадисперсными добавками. Результаты экспериментов показали, что добавки не влияют на температуру Мн (маркеры находятся в температурных интервалах соответствующих сталей).

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 Мн 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. Исследования показали, что распределение мартенсита и аустенита в спеченной стали может быть различным и зависит от технологии, получения стали и её 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.

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. Результаты измерения микротвердости мартенсита спеченных ПС, модифицированных ультрадисперсными частицами, с различными пористостями и содержание углерода представлены на рис. 37.

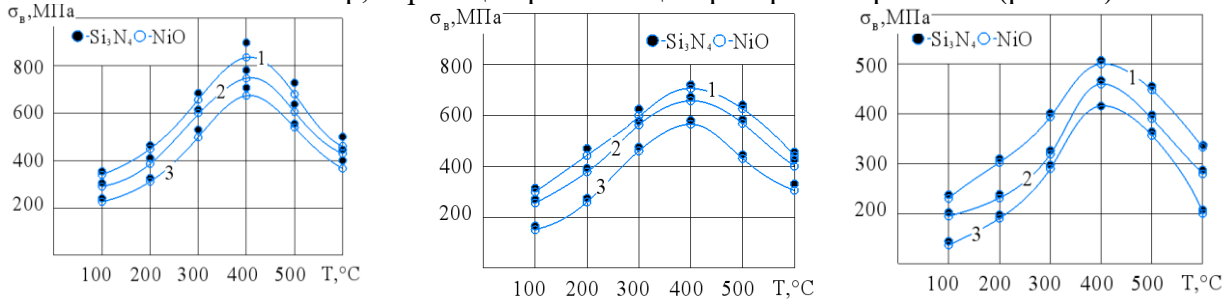


а) б) в)

Рис.37–Зависимость микротвердости мартенсита спеченных ПС с ультрадисперсными частицами с содержанием углерода 0,5% (а), 0,8% (б), 1,2% (в) от температуры отпуска (τ=0,5 ч): 1– П=10%; 2– П=20%; 3– П=30%

Как видно из рис.37, наблюдается различный характер изменения микротвердости мартенсита на начальной стадии отпуска до температуры 100°С и в интервале температур 100-300°С независимо от значений остаточной пористости. Добавление в шихту ультрадисперсных частиц Si_3N_4 способствует повышению микротвердости мартенсита, так как твердость Si_3N_4 превосходит твердость мартенсита.

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 (рис. 38).



а) б) в)

Рис.38 – Зависимость предела прочности спеченных ПС с ультрадисперсными частицами с содержанием углерода 0,5% (а), 0,8% (б), 1,2% (в) от температуры отпуска (τ=0,5 ч): 1– П=10%; 2– П=20%; 3– П=30%

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 NiO теряют свою идентичность на стадии спекания ПС. А включения Si_3N_4 могут играть роль упрочняющей фазы, а также являться источниками концентрации напряжений на границе структурных элементов, отличающихся уровнем механических свойств.

В работе рассмотрено влияние режимов отжига на структуру и свойства горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами. В главе 4 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. Рассматривается возможность заменить эту дополнительную технологическую операцию отжигом. Для достижения поставленной цели использовали ГДПС, при формировании которых температура горячей допрессовки составляла 950°С и 1150°С с различным уровнем межчастичного сращивания. Влияние температуры отжига на механические свойства ГДПС представлено в табл. 11. В числителе приведены значения свойств ГДПС, сформированных при 1150°С, в знаменателе – при 950°С.

Таблица 11 – Зависимость механических свойств ГДПС от температуры отжига

Состав ГДПС	Свойства	Температура отжига, °С		
		800	900	1000
ПЖРВ+0,5%С+0,1%Si_3N_4	$\sigma_в$, МПа	540/480	550/470	530/470
	Ψ, %	33/7	36/10	32/15
	KCU, МДж/м^2	0,5/0,28	0,53/0,35	0,56/0,37
ПЖРВ+0,5%С+2%NiO	$\sigma_в$, МПа	520/450	520/460	505/465
	Ψ, %	34/5	35/10	35/14
	KCU, МДж/м^2	0,46/0,25	0,5/0,27	0,36/0,29
Н4Д2М+0,5%С+0,1%Si_3N_4	$\sigma_в$, МПа	935/900	940/890	920/880
	Ψ, %	34/13	36/15	30/18
	KCU, МДж/м^2	0,58/0,16	0,6/0,17	0,45/0,2
Н4Д2М+0,5%С+2%NiO	$\sigma_в$, МПа	900/870	910/860	880/850
	Ψ, %	30/11	32/12	28/14
	KCU, МДж/м^2	0,52/0,16	0,54/0,17	0,51/0,2

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°С. 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°С сопровождается увеличением пластичности и ударной вязкости за счет устранения строчечности и снятию внутренних напряжений. Дальнейшее повышение температуры отжига до 1000°С приводит к устранению сфероидизации и росту зерен и полному снятию эффекта термомеханической обработки.

ГДПС, сформированные при температуре горячей допрессовки 950°С, 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.

В работе рассмотрено влияние режимов закалки и отпуска на структуру и свойства горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами. Закалке с последующим отпуском подвергались образцы ПЖРВ.2.200.26+0,5%С и Н4Д2М+0,5%С после горячей допрессовки при температуре 1150°С с добавлением в каждый материал ультрадисперсных частиц (2% NiO, 0,1%Si_3N_4). Охлаждение проводили в воде и в масле. Скорость охлаждения составляла при температуре минимальной устойчивости аустенита соответственно 600 ÷ 500 и 150 ÷ 100 °С/с. Твердость закаленных ГДПС при температуре закалки 835°С представлена в табл. 12

Таблица 12 – Твердость закаленных ГДПС

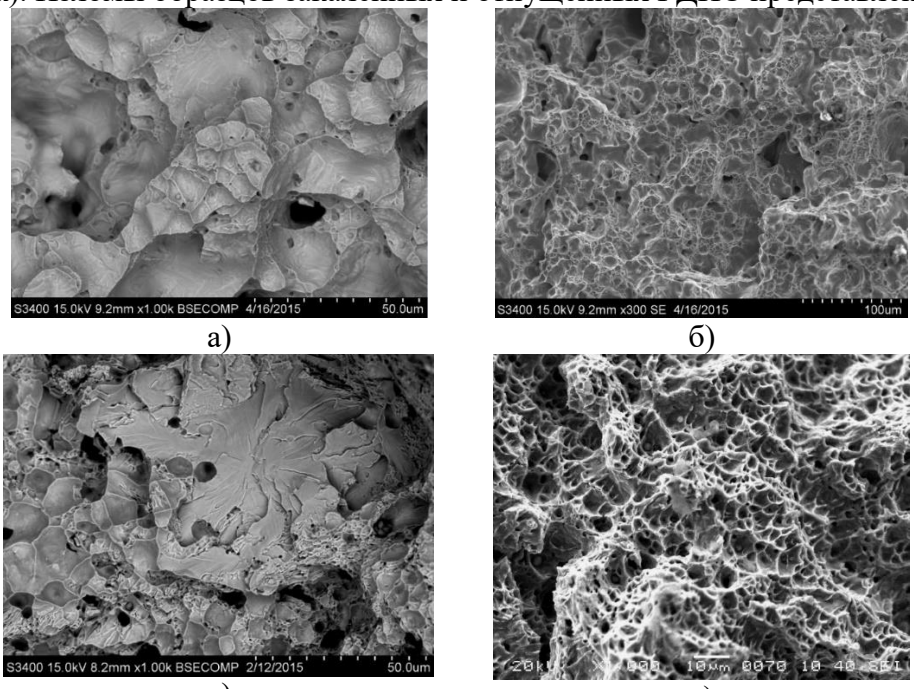
Порошкова сталь					
ПЖРВ. 2.200.26+ 0,5% С	ПЖРВ. 2.200.26+ 0,5% С+2%NiO	ПЖРВ. 2.200.26+ 0,5%С+0,1% Si_3N_4	Н4Д2М+ 0,5% С	Н4Д2М+ 0,5% С+ 2% NiO	Н4Д2М+ 0,5% С+ 0,1% Si_3N_4
HRC при охлаждающей среде					
Вода			Масло		
50-52	50-52	54	49-51	49-51	55

Окончательное формирование структуры и свойств ГДПС происходит при отпуске. Влияние температуры отпуска на механические свойства ГДПС представлено в табл.12

Табл. 12 – Зависимость механических свойств ГДПС от температуры отпуска

Состав ГДПС	Свойства	Температура отпуска, °С			
		250	350	450	550
ПЖРВ+0,5% С+ 0,1%Si_3N_4	$\sigma_в$, МПа	1230	950	860	780
	Ψ, %	18	22	30	35
	HRC	47	45	40	35
ПЖРВ+0,5% С+2%NiO	$\sigma_в$, МПа	1190	935	840	765
	Ψ, %	19	23	29	35
	HRC	45	42	38	33
Н4Д2М+0,5% С+ 0,1%Si_3N_4	$\sigma_в$, МПа	1450	1290	1130	1090
	Ψ, %	17	24	30	34
	HRC	48	46	41	35
Н4Д2М+0,5% С+ 2%NiO	$\sigma_в$, 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°С. При этой температуре весь комплекс механических свойств выше, чем у исходных и отожженных сталей. Фрактографическое исследование изломов на СЭМ S-3400N позволило выявить особенности разрушения ГДПС после проведения термической обработки (закалка и отпуск). Изломы образцов закаленных и отпущенных ГДПС представлены на рис.39.



а) б)

в) г)

Рис.39 – Фрактография изломов порошковых сталей после отпуска:
а, в – 250°С; б, г – 550°С
а, б) Н4Д2М+0,5%С+2%NiO; в, г) ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+2%NiO

Для ГДПС, отпущенных при температуре 550°С, 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.

В шестой главе представлена реализация результатов исследований в промышленности.

Результаты проведенных исследований были использованы при разработке технологии горячей штамповки венца зубчатого синхронизатора первичного вала коробки передач. Чертеж заготовки ступицы синхронизатора представлен на рис. 40. Модуль m=2; число зубьев z = 30; угол давления α=20°. В настоящее время серийные венцы зубчатые синхронизатора 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 венца зубчатого состояла из Н4Д2М+0,8%С+2% NiO.

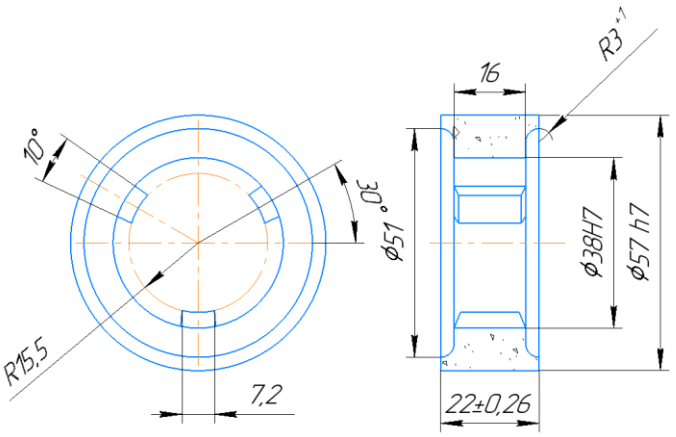


Рис. 40– Заготовка ступицы синхронизатора

Для обеспечения гомогенной структуры заготовку (рис.40) спекали при температуре 1100℃ в течении 120 минут и имели после этого пористость в пределах 30%. Формирование зубьев венца осуществлялось при горячей штамповке за счёт радиального течения периферийных объёмов цилиндрической заготовки во впадины зубьев матрицы. Температура нагрева заготовок составила 1150℃, матрицы – 450℃, давление горячей штамповки 950МПа. Конечная пористость составляла менее 2%. Режимы горячей штамповки назначались в соответствии с условиями завершения пластической деформации в полость матрицы и недопущения сохранения в структуре материала микротерщин. В результате применения предлагаемой технологии коэффициент использования материала увеличился на 60%, а трудоемкость изготовления снизилась на 30%, что подтверждается актом промышленного испытания и внедрения в технологический процесс производства на АО «Клевер».

В работе представлена технология изготовления детали «Кольцо упорное» № 245КУ–АВ–50 дизельной насосной установки ДНУ–180/212 (рис.41) на основе легированного железного порошка с применением ультрадисперсных частиц оксида никеля на предприятии ООО «ФОПРО–М», что подтверждается актом промышленного испытания и внедрения в технологический процесс.

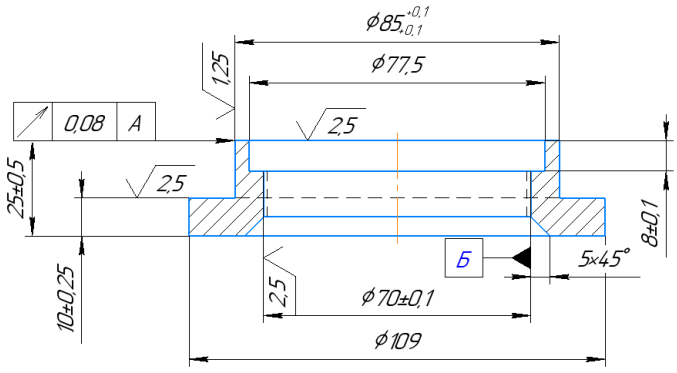


Рис.41 – Чертеж детали «Кольцо упорное» № 245КУ–АВ–50 дизельной насосной установки ДНУ–180/212

Деталь «Кольцо упорное» входит в сборочный узел компрессорной установки и работает при изменяющихся нагрузках, что влечет за собой возможность образования микротрещин в процессе эксплуатации и разрушения всей конструкции. Изготовление детали производится по технологии динамического горячего прессования с применением статического холодного прессования заготовок с последующим их спеканием.

Прессование детали проводились в производственных условиях параллельно с серийно выпускаемыми деталями, изготовленными из прутка, стали 60Х с последующей механической и термической обработкой. Коэффициент использования материала составлял 0,56. 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 до 0,98. Деталь имеет достаточно широкие допуски на размеры и значения шероховатости, реализовать которые технологией смешивания – прессования, спекания с последующей горячей штамповкой порошковой стали Н4Д2М+0,6%С+2%NiO не представляет трудностей. Спекание проводили в защитной атмосфере диссоциированного аммиака в одну стадию в течение 120 минут при температуре 1100 ℃, остаточная пористость детали после проведения спекания составляет 20…19 %. Горячая штамповка на кривошипно-шатунном прессе модели IRONMAC KD 23D-25. Температура нагрева заготовок составила

1150°С, матрицы - 250°С, давление горячей штамповки - 950МПа. Термообработка: закалка с температуры 850 °С в масло и отпуск при 300°С в течение 60 минут. Окончательная механическая обработка поверхностей детали проводилась чтобы обеспечить требуемые допуски на размеры. Механическая обработка производится на обрабатывающем центре Haas- VF-2YT.

В работе представлена технология изготовления детали «Втулка» № СС42049 левой опоры шнека подборщика кормоуборочного П3000 методом динамического горячего прессования (Рис. 42). Порошковая шихта для изготовления детали «Втулки» имела следующий состав: порошок ПЖРВ 2.200.26+0,5%С+2%NiO. Анализ особенностей конструкции детали свидетельствует о том, что данная втулка имеет простую форму, имеет 2 наружных фаски 60° и 2 внутренние фаски 1×45°. Также можно отметить, что данная втулка имеет тонкие стенки. Втулка изготавливается в условиях АО «Клевер», что подтверждается актом промышленного испытания и внедрения в технологический процесс.

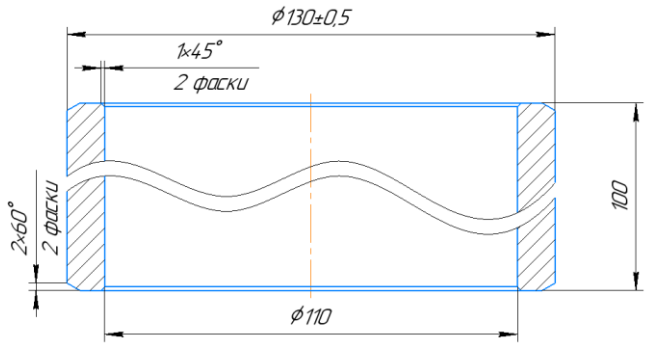


Рис. 42 – Деталь «Втулка № СС42049» левой опоры шнека подборщика кормоуборочного П3000

Технология изготовления детали состояла из следующих этапов: приготовление шихты, статическое холодное прессование (П=20-22%), спекание при температуре 1150°С в среде диссоциированного аммиака (120 мин.), динамическое горячее прессование ($Т_{ДГП}$=1100°С плотность детали $\rho_д$=7,7 г/см^3), закалка (Т=900°С, τ=20 мин), отпуск (Т=180°С, τ=60 мин.),

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

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/м^2, а при горячей допрессовке 4,2-12,6 кДж/м^2. При этом интервал значений сил сегрегационного торможения миграции границы при температуре допрессовки 950-1150°С для легированных порошков составляет 1,85-2,86 кДж/м^2, для чистого железа - 1,2-1,75 кДж/м^2. 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 сращиванием обусловливает 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 сращиванием 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 П3000 (ТИ № П3000-СС42049), кольца упорного (ТИ 245КУ-АВ-50-2023) на предприятиях Ростовской области.

СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Основные публикации в рецензируемых журналах ВАК:

1. Егоров М.С., Егорова Р.В., Сидоркина Н.М. Влияние термической обработки на структуру и механические свойства горячедеформированных порошковых сталей фирмы HÖGANÄS / Металлург. − 2013. − № 8.– С.59 –62 (EFFECT OF HEAT TREATMENT ON THE STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF HöGANäS HOT-WORKED POWDER STEELS Egorova R.V., Egorov M.S., Sidorkina N.M.Metallurgist. 2013. Т. 57. № 7-8. С. 713-717.);

2. Егорова Р.В., Егоров М.С., Скориков А.В. Свободная осадка нагретых цилиндрических образцов порошковых материалов Astaloy 85 Mo, Distaloy HP–1 фирмы Höganäs./ Металлург. – 2013. – № 5.– С.82 –86 (FREE UPSETTING OF HEATED

CYLINDRICAL SPECIMENS OF POWDER MATERIALS ASTALOY 85 MO AND DISTALOY HP-1 FROM HöGANäS Egorova R.V., Egorov M.S., Skorikov A.V.Metallurgist. 2013. Т. 57. № 5-6. С. 442-448.)
3. Егоров М.С., Егорова Р.В., Фисунова Е.И., Авакян О.А. Формирования межчастичного сращивания горячедеформированных порошковых сталей полученных из легированных порошков / Заготовительные производства в машиностроении (кузнечно–прессовое, литейное и другие производства).–2017.–№6.–С. 75–81
4. Егоров М.С., Егорова Р.В. Особенности вязко–хрупкого перехода в порошковых материалах на основе железа / Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2018. – № 4. –С.12–16.
5. Егоров М.С., Егорова Р.В. Упрочнение порошковых материалов при измерении горячей твердости / Упрочняющие технологии и покрытия. – 2018. – № 4. – С. 157–160
6. Егоров М.С., Егорова Р.В. Пластичность композиционных материалов с определением температурных режимов горячей штамповки, исключающих появление дефектов в структуре материала / Заготовительные производства в машиностроении (кузнечно–прессовое, литейное и другие производства). – 2019. –№ 2. – С. 66–72
7. Егоров М.С., Егорова Р.В., Пустовойт В.Н., Атрохов А.А. Механические свойства порошковых материалов после свободной осадки / Металлург. – 2020. № 3. – С. 92–96. (Powder Material Mechanical Properties After Free Upsetting / M. S. Egorov, R. V. Egorova, V. N. Pustovoit, A. A. Atrokhov // Metallurgist. – 2020. – Vol. 64, No. 3-4. – P. 271-277.)
8. Егоров М.С., Егорова Р.В. Взаимосвязь механических свойств и характера поверхности разрушения порошковых сталей при высокотемпературном растяжении / Металлург. – 2021. № 3. – С. 73–81 (RELATIONSHIP BETWEEN MECHANICAL PROPERTIES AND NATURE OF FRACTURE SURFACE OF POWDER STEELS UNDER HIGH-TEMPERATURE TENSION Egorov M.S., Egorova R.V.Metallurgist. 2021. Т. 65. № 3-4. С. 326-339.)
9. Егоров М.С., Егорова Р.В. Исследование механических свойств высокоплотных сплавов на основе железа с наноразмерными добавками / Металлург – 2022 №2.- С. 44-50 (Egorov, M. S. Investigation of Mechanical Properties of High-Density Iron-Based Alloys with Nanosized Additions / M. S. Egorov, R. V. Egorova // Metallurgist. – 2022. – No. б/н. – P. б/н. – DOI 10.1007/s11015-022-01312-3)
10. Егоров М.С., Егорова Р.В., Месхи Б.Ч., Егоров С.Н. Развитие контактной поверхности при спекании порошковых сталей / Металлург – 2022 № 10.- С. 74-79 (Development of Contact Surface During Sintering of Powder Steels / M. S. Egorov, R. V. Egorova, B. Ch. Meskhi, S. N. Egorov // Metallurgist. – 2023. – Vol. 66, No. 9-10. – P. 1263-1272)
11. Егоров М.С., Егорова Р.В. Особенности формирования структуры и свойств дисперсно-упрочненных шихт при горячей штамповке изделий сложной формы / Металлург- 2022 №11.- С 84-87 (Egorov, M. S. Characteristics of the Formation of Structure and Properties of Dispersed-Hardened Charges at the Hot Stamping of Complex Shape Products / M. S. Egorov, R. V. Egorova // Metallurgist. – 2023. – Vol. 66, No. 11-12. – P. 1436-1441)
12. Егоров М.С., Егорова Р.В., Фоминов Е.В. Трибологические характеристики сплава АВС100.30 при трении без смазки по конструкционной стали / Металлург- 2022 №1.- С 60-64 (Egorov, M. S. Tribological Characteristics of ABC100.30 Alloys During Friction on Structural Steels Without Lubrication / M. S. Egorov, R. V. Egorova, E. V. Fominov // Metallurgist. – 2022. – No. б/н. – P. б/с. – DOI 10.1007/s11015-022-01299-x)
13. Егоров М.С., Егорова Р.В. Влияние операции спекания на свойства порошковых сплавов на основе железа / Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2022. Т. 12. № 2. С. 81-95
14. Егоров М.С., Егорова Р.В. Влияние термической обработки на структуру и механические свойства порошковых сплавов на основе железа / Заготовительные производства в машиностроении- 2022. № 4.- С182-190
15. Егоров М.С., Егорова Р.В., Егоров С.Н. Спеченные стали, модифицированные наноразмерным нитридом кремния. / Металлург. – 2023. № 3.- С.34-41 (Egorov, M. S. Sintered

Steels Modified with Nanosize Silicon Nitride / M. S. Egorov, R. V. Egorova, S. N. Egorov // Metallurgist. – 2023. – Vol. 67, No. 3-4. – P. 297-304.)

16. Егоров М.С., Егорова Р.В., Ковтун М.В. Влияние содержание углерода на формирование контактной межчастичной поверхности при горячей допрессовке / Безопасность техногенных и природных систем. 2023. № 32. С. 75-80.

17. Егоров М.С., Егорова Р.В. Развитие межчастичного сращивания при спекании металлических порошков с добавлением углерода / Безопасность техногенных и природных систем. 2023. Т.7. № 3. С. 55-65.

18. Егоров М.С., Егорова Р.В., Егоров С.Н., Людмирский Ю.Г., Баранов И.В. Определение движущей силы миграции межчастичной поверхности сращивания порошковых сталей / Заготовительные производства в машиностроении. 2024 №4 С.183-187

19. Егоров М.С, Егорова Р.В., Дорофеев В.Ю. Егоров А.М. Способ повышения механических свойств горячедеформированных порошковых сталей с ультрадисперсными частицами/ Упрочняющие технологии и покрытия. 2024 № 5 С.199-203

20. Егоров М.С. Егорова Р.В. Еремеева Ж.В., Диффузионные процессы при формировании структуры легированных порошковых сталей / Безопасность техногенных и природных систем. 2024. Т.7. № 2. С. 55-65.

публикации в рецензируемых изданиях, индексируемых в международных базах цитирования Scopus:

21. Application of ultrasonic testing method for determining defects of hot-deformed powder materials / M. S. Egorov, A. A. Atrokhov, E. A. Nedostup, E. V. Vasilyeva // MATEC web of conferences : The proceedings International Conference on Modern Trends in Manufacturing Technologies and Equipment: Mechanical Engineering and Materials Science (ICMTMTE 2019), Sevastopol, 09–13 сентября 2019 года. Vol. 298. – Sevastopol: EDP Sciences, 2019. – P. 00146.

22. Influence of alloying components on diffusion and bonding processes in powder materials / M. Egorov, R. Egorova, A. Atrohov, V. Ekilik // Journal of Physics: Conference Series, Divnomorskoe, 31 мая – 06 2021 года. – Divnomorskoe, 2021. – P. 042024.

23. Formation of technological properties and structure of highspeed powder steels and the influence of alloying components on the processes of diffusion and splicing during sintering and hot stamping / R. Egorova, M. Egorov, A. Atrokhov [et al.] // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Rostov-on-Don, 20–22 октября 2020 года. – Rostov-on-Don, 2020. – P. 012051.

24. Features of phase transformations in powder steels upon heating / M. Egorov, R. Egorova, A. Atrohov, V. Ekilik // Journal of Physics: Conference Series, Divnomorskoe, 31 мая – 06 2021 года. – Divnomorskoe, 2021. – P. 042011.

Прочие публикации: приглашённые и обзорные доклады

25. Егоров М.С. Влияние температуры горячей допрессовки на механические свойства горячедеформированных порошковых сталей // Рекламный креатив, коммерческие и технические инновации современности: сб. ст. XII межвуз. науч.–практ. конф.18–19 апр.2013г. –Волгодонск, 2013. – С.111–116

26. Егоров М.С. Упругие и пластические характеристики порошковых материалов после свободной осадки // Международный научно–исследовательский журнал. – 2013. – № 12–1 (19). С. 83–86.

27. Егоров М.С. Ультразвуковая диагностика спеченных горячедеформированных порошковых деталей // Концепт [электронный ресурс]:науч.–метод.электрон.журн.– 2014:Современные научные исследования, вып. 2

28. Егоров М.С., Егорова Р.В. Неразрушающий контроль порошковых материалов при динамическом прессовании // Тенденции развития науки и образования: сб. науч. тр. по материалам междунар. науч.–практ. конф., 30 сентября 2015г. –Самара: Изд.НИЦ «Л–Журнал», 2015.– С.21–23

29. Егоров М.С., Егорова Р.В. Влияние температуры горячей допрессовки на механические свойства порошковых сталей // Тенденции развития науки и образования: сб. науч. тр. по материалам междунар. науч.–практ. конф., 31 октября 2015г. –Самара: Изд.НИЦ «Л–Журнал», 2015.– С.10–14

30. Егоров М.С., Егорова Р.В. Механические свойства горячедеформированных порошковых сталей // Инновации в металлообработке: взгляд молодых специалистов: сб. науч. тр. Междунар. науч.–техн. конф.–Курск, 2015.–С. 124–127
31. Егоров М.С., Егорова Р.В. Межчастичная поверхность сращивания горячедеформированных порошковых сталей // Общественные и гуманитарные науки:теория и практика:материалыМеждунар.науч.–практ. конф./УВО «Махачкалинский инновационный университет».– Махачкала,2015.–С. 74–86
32. Егоров М.С., Егорова Р.В., Пустовойт В.Н. Повышение механических свойств горячедеформированных порошковых сталей. Вестник Донского Государственного технического университета. 2015. С.115-118
33. Егоров М.С., Егорова Р.В. Закономерности межчастичного сращивания при формировании горячедеформированных порошковых сталей / Заметки ученого.–2016.№1.–С.96–99
34. Егоров М.С., Егорова Р.В., Васильченко А.В., Яровая Д.Д. Структура и свойства материалов изготовленных из порошковых материалов после их пластической деформации // Наука в России: перспективы исследования и разработки: сб.матер. I Молодежной междунар.науч.–практ. конф./ Изд.ЦРНС– Новосибирск ,2017.–С. 131–136
35. Егоров М.С. Егорова Р.В., Пустовойт В.Н., Баглюк Г.А. Кинетика возникновения трещин в осаживаемых цилиндрических образцах. Вестник Донского Государственного технического университета. 2017. С.103-109
36. Егоров М.С., Красило М.С., Дедов М.Ю. Механические свойства спеченных материалов. Влияние пористости на пластичность порошковых сплавов // Фундаментальные основы механики: Материалы междунар.науч. –практ.конф./Новокузнецк:НИЦ МС, 2018. –№3. – С143–149
37. Егоров М.С., Колесников М.О., Кривенчук В.В., Назаров А.А. Сопоставление технологических характеристик и свойств материалов на основе железных порошков АВС 100.30, NC 100.24 // Фундаментальные основы механики: Материалы междунар.науч. –практ.конф./Новокузнецк:НИЦ МС, 2018. –№3. – С150–154
38. Егоров М.С., Деркач А.Э., Кривенчук В.В., Назаров А.А. Влияние температуры на твердость спеченных молибден–никелевых сплавов // Фундаментальные основы механики: Материалы междунар.науч. –практ.конф./Новокузнецк:НИЦ МС, 2018. –№3. –С155–159
39. Егоров М.С., Егорова Р.В. Использование неразрушающих методов контроля упругих и пластических характеристик горячедеформированных композиционных материалов шведской фирмы HÖGANÄS // Теория и практика сварочного производства: сб. ст. Междунар. науч.–техн.конф., посвящ. 80–летию кафедры "Машины и автоматизация сварочного производства" Донского государственного технического университета, 3–5 окт. 2018 г. / Дон. гос. техн. ун–т. – Ростов н/Д.: ДГТУ, 2018. – С. 115–120
40. Егоров М.С. Механические свойства спеченных материалов. Влияние пористости на пластичность порошковых сплавов. Фундаментальные основы механики. 2018. С.143-149
41. Егоров М.С., Проус Н.Г., Сухомлинова В.В. Кинетика насыщения азотом и углеродом порошковых материалов, полученных горячей штамповкой при изготовлении деталей сложной формы // В сборнике в рамках XXIII Агропромышленного форума юга России и выставки "Интерагромаш". В 2–х томах. 2020. С. 376–379.
42. Egorov V. Egorova R. Ereemeeva Z. Influence of oxide inclusions on the process of interparticle splicing of powder materials // 2–а международная научно–практическая конференция «современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов» SPM–2021, г.Курск 16–17 сентября 2021г.
43. Egorov V. Egorova R. Ereemeeva Z. Metods for introducing into the composition of structural powder materials // 2–а международная научно–практическая конференция «современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов» SPM–2021, г. Курск 16–17 сентября 2021г.
44. Егоров М.С. Научно-технологические принципы межчастичного сращивания спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными

частицами / 16-я Международная конференция «Новые материалы и технологии: поршковая металлургия, защитные покрытия, сварка» (22-24 мая 2024 года, Минск, Беларусь) с. 63-67

Монографии и учебно–методические труды

Егоров М.С., Егоров С.Н. Горячедеформированные порошковые низколегированные конструкционные стали / ЮРГТУ (Новочеркасский политехнический ин–т). Новочеркасск,

Егоров М.С., Вернигоров Ю.М., Егорова Р.В. / Технология и особенности изготовления деталей методом порошковой металлургии / Донской государственный технический университет. – Ростов–на–Дону: ДГТУ, 2017

Егоров М.С., Пустовойт В.Н. Егорова Р.В. / Технология получения и свойства горячедеформированных порошковых сталей / Донской государственный технический университет. – Ростов–на–Дону: ДГТУ, 2017

Егоров М.С., Егорова Р.В. Технология изготовления деталей методом порошковой металлургии и перспективные материалы, применяемые в аддитивных технологиях / Донской государственный технический университет. – Ростов–на–Дону: ДГТУ, 2020

Егоров М.С., Еремеева Ж.В., Егорова Е.В. Методы получения железных и стальных порошков и конструкционных материалов на их основе / Донской государственный технический университет. – Ростов–на–Дону: ДГТУ, 2021

Объекты интеллектуальной деятельности:

50. Патент №2168392 РФ, МКИ B22F 7/02, 3/02. Способ изготовления беспористых порошковых изделий / С.Н. Егоров, М. С. Егоров, В.В. Синельщиков и др. – Заявл. 28.12.98; Опубл. 10.06.2001, Бюл. №16

51. Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ №2021666831 «Расчет пористости ультразвуком» / М.С. Егоров, Р.В. Егорова, А.В. Пузаренко, А.М. Егоров// Заявитель и правообладатель ФГБОУ ДГТУ № 2021666831. Заявл. 08.10.2021. Опубл.20.10.2021г.

52. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2022612686 Российская Федерация. Определение значений плотности материала в зависимости от геометрических параметров холоднопрессованных заготовок: № 2022612050: заявл. 15.02.2022: опубл. 28.02.2022 / М. С. Егоров, Р. В. Егорова, И. В. Елманов.

53. Свидетельство о государственной регистрации базы данных № 2023620370 Российская Федерация. Порошковая металлургия: производство, обработка и применение порошков: № 2022624025 : заявл. 29.12.2022: опубл. 25.01.2023 / М. С. Егоров

54. Свидетельство о государственной регистрации базы данных № 2023620201 Российская Федерация. Адаптивные технологии: история, текущее состояние, перспективы: № 2022623753: заявл. 19.12.2022: опубл. 13.01.2023 / М. С. Егоров

55. Свидетельство о государственной регистрации базы данных № 2023624747 Российская Федерация. Порошковая металлургия и композиционные материалы: формирование межчастичного сращивания спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными частицами: № 2023624229: заявл. 24.11.2023: опубл. 19.12.2023 / М. С. Егоров, Р. В. Егорова

Способ получения порошковой легированной смеси на основе железа содержашей никель, медь, молибден, углерод и ультрадисперсную добавку оксид никеля / (Ноу–хау №1406–А зарегистрирован в ДГТУ 20.11.2023 года).

57. Способ повышения механических свойств порошковых сталей с ультрадисперсными добавками (Ноу–хау № 1490–А зарегистрирован в ДГТУ 08.12.2023 года).

58. 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).