

УДК 669.14.018.258

СТРУКТУРА ТА ВЛАСТИВОСТІ КОВАНОЇ СТАЛІ З РЕГУЛЬОВАНИМ АУСТЕНІТНИМ ПЕРЕТВОРЕННЯМ

О. М. СИДОРЧУК^{1,2}, О. М. МИСЛИВЧЕНКО¹, К. О. ГОГАЄВ¹,
Ye. HONGGUANG²

¹ Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ;

² Ningbo IPMS research and technology center Co., Ltd. No 218, Ningbo city, China

Штампову сталь з регульованим аустенітним перетворенням (РАП) використовують для гарячого деформування мідно-нікелевого сплаву за температур експлуатації > 850°C (вище критичної точки $A_3 = 850^\circ\text{C}$). Рекомендовано розширити температурний інтервал експлуатації кованої сталі з РАП (марки 4X4H5M4Ф2) та використовувати її в мартенситному стані за температур < 630°C. Для цього вивчено фазово-структурний стан цієї сталі після оптимізованих температурних режимів термічної обробки (гартування та відпуск). Встановлено зв'язок між параметрами кристалічної будови та механічними властивостями термічно-зміцненої сталі, температурний режим гартування, за якого відбувається первинна рекристалізація сталі з РАП. Порівняно параметр кристалічної будови та механічні властивості аналізованої сталі з відповідними характеристиками двох експлуатованих кованих штампових сталей – сталь для гарячого деформування марки H13 (ASTM, США, її аналог сталь 4X5MФ1С за ГОСТ 5950-2000 та SKD6 згідно з JIS, Японія) та сталь з РАП марки 4X4H5M4Ф2, з яких були виготовлені крупно-габаритні колеса (екструдери) для гарячого деформування міді. Обґрунтований температурний режим відпуску, за якого відбувається знеміцнення кованої сталі з РАП. На основі встановленого зв'язку між параметрами кристалічної будови та твердістю показано, що за кімнатної температури твердість має бути нижчою за 40 HRC.

Ключові слова: *штампова сталь, термічна обробка, твердість, міцність, мартенсит, карбід, період кристалічної ґратки.*

Pressed steel with an adjustable (regulated) austenitic transformation (steel RAT) is used for hot deformation of a copper-nickel alloy at operating temperatures > 850°C (above the critical point $A_3 = 850^\circ\text{C}$). It is recommended to extend the temperature range of forged steel with RAT (4X4H5M4Ф2 grade) and to use it in a martensitic state at operating temperatures < 630°C. For this purpose the phase-structural state of this steel is studied after optimized temperature modes of heat treatment (hardening and tempering). The relationship between the parameters of the crystal structure and the mechanical properties of thermally hardened steel as well as the temperature mode of hardening, in which the process of primary recrystallization of steel with RAT are established. The parameter of crystal structure and mechanical properties of the analyzed steel with the corresponding characteristics of two operated forged die steels (steel for hot deformation of the grade H13 (ASTM, USA, its analogue – 4X5MФ1C steel according to standard GOST 5950-2000 and SKD6 according to JIS, Japan) and 4X4H5M4Ф2 steel with RAT, from which large-sized extruder wheels for hot deformation of copper are manufactured, are compared. Tempering temperature mode, in which the process of softening of forged steel with RAT occurs, is substantiated. Based on the established relationship between the parameters of the crystal structure and hardness, it is shown that at room temperature the hardness should be below 40 HRC.

Keywords: *die steel, heat treatment, hardness, strength, martensite, carbide, crystal lattice period.*

Контактна особа: О. М. СИДОРЧУК, e-mail: sedoroleg@ukr.net

Вступ. У працях [1–4] наведені результати досліджень сталі з регульованим аустенітним перетворенням (РАП). Використання матриць зі сталей типу РАП для гарячого деформування мідних сплавів (за температури $> 50^{\circ}\text{C}$) підвищує ресурс їх експлуатації порівняно з ширококовжливаними для цього легованими конструкційними сталями на феритній основі (3Х3М3Ф, 4Х5МФ1С) [1–3]. Встановлено [2] критичні точки сталі з РАП: $A_1 = 700^{\circ}\text{C}$ та $A_3 = 850^{\circ}\text{C}$. Мета роботи – розробити режим термічної обробки такої сталі, щоб використовувати її за температури нижчої, ніж критична точка A_1 , для крупно-габаритних коліс (екструдерів) для гарячого деформування міді. Сформулювали такі завдання: вивчити кристалічну будову термічно-зміцненої кованої сталі з РАП та встановити залежності між параметрами кристалічної ґратки та механічними властивостями, одержаними внаслідок оптимізації температурних режимів обробки та експлуатації нижче критичної точки A_1 .

Матеріал та методики експериментальних досліджень. Виплавку дослідної сталі здійснювали за технологією електрошлакового переплаву в корпорації Tiangong International Co., Ltd (Китай). Одержано виливки масою по 300 kg у вигляді зрізаного конуса: довжина 1100 mm та діаметри основ 180 та 220 mm. Хімічний склад сталі з РАП марки 4Х4Н5М4Ф2 (mass%): 0,4...0,42 C; 3,8...3,9 Cr; 5...5,1 Ni; 3,7...3,8 Mo; 1,7...1,8 V; 0,014...0,016 Al; 0,04...0,043 W; 0,01...0,013 Co; 0,018...0,02 Nb; 0,065...0,067 Cu; 0,002...0,003 Ca; 0,003...0,005 N; 0,072...0,075 Si; 0,23...0,24 Mn; 0,004...0,005 S; 0,003...0,004 P. Вміст вуглецю у сталі визначали за допомогою експрес-аналізаторів АН 7560М та АН 7529М з кулонометричними комірками титрування CO_2 у потоці кисню. Хімічний склад сталі визначали за ГОСТ 22536.13-77 на стаціонарному спектрометрі SPECTROMAX LMX07 (Німеччина). Металографічний аналіз зразків та механічних властивостей сталі здійснювали в Інституті проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України та Ningbo IPMS Research and Technology Center Co., Ltd (Китай). Для полірування шліфів використовували абразивні матеріали різної зернистості. Твердість заміряли на твердомірі HR150A. Границі плинності та міцності визначали під час розтягу гладких циліндричних зразків діаметром 6 mm і довжиною робочої частини 60 mm на універсальній установці GNT50, згідно з вимогами ГОСТ 1497-84, а ударну в'язкість – на випробувальній машині NI300 на зразках $10 \times 10 \times 55$ mm без надрізу. Для рентгенівських досліджень використали дифрактометр ДРОН-3. Дифрактограми знімали в CoK_{α} -випромінюванні в діапазоні кутів $30 \dots 130^{\circ}$, з обертанням зразка навколо осі. Крок сканування $0,05^{\circ}$, експозиція 2 s. Обробляли дифрактограми з використанням програми PowderCell [5]. Енергія CoK_{α} -випромінювання близька до краю поглинання феруму (як основи досліджуваного металу). Тому аномальну дисперсію на дифрактограмах коригували за допомогою програми PowderCell [6]. При цьому враховували також розраховані області когерентного розсіювання (ОКР) та дисторсій (e) за формулою

$$\frac{\text{FWHM}^2}{\tan^2 \theta_0} = \frac{K\lambda}{\text{ОКР}} \left(\frac{\text{FWHM}}{\tan \theta_0 \sin \theta_0} \right) + 16e^2,$$

де FWHM – повна ширина рефлексів на дифрактограмах на рівні половин їх висоти (full width at half maximum, FWHM); K – стала, яка дорівнює приблизно одиниці; λ – довжина хвилі; θ_0 – позиція максимуму піка.

Розробники програми PowderCell стверджують, що дисторсії, визначені за цією формулою, близькі до спотворення кристалічної ґратки $e \approx (\Delta d / d)_{hkl}$.

Результати та їх обговорення. Результати аналізу фазово-структурного стану сталі з РАП, одержаної електрошлаковим переплавом та термомодеформаційною обробкою (кування) за температури $1160 \pm 20^{\circ}\text{C}$ і подальшим відпалом за темпе-

ратури $750\pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h), показані на рис. 1а. В цьому стані сталь складається з фериту ($a = 2,872 \text{ \AA}$) та $\sim 2\%$ карбіду типу Me_6C ($a = 11,050 \text{ \AA}$) (№ 1, табл. 1).

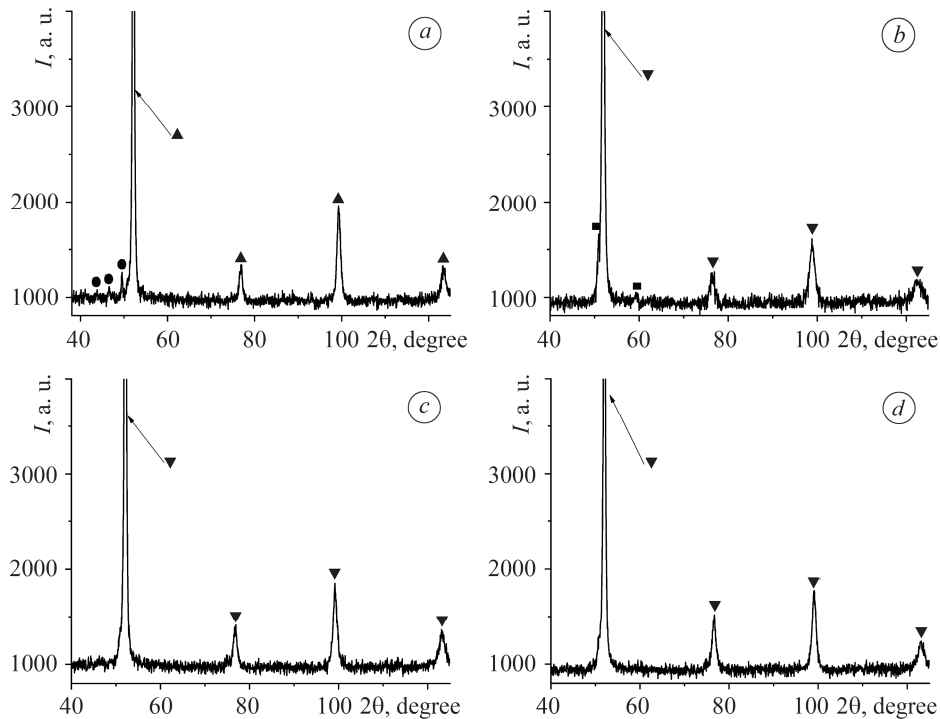


Рис. 1. Дифрактограми кованої сталі з РАП (4Х4Н5М4Ф2), одержаної електрошлаковим переплавом та термомдеформаційною обробкою: *a* – кування за температури $1060\pm 20^\circ\text{C}$ та відпал $750\pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h); *b* – кування за температури $1060\pm 20^\circ\text{C}$, відпал $750\pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h), гартування $1100\pm 5^\circ\text{C}$ з охолодженням в оливі; *c* – кування за температури $1060\pm 20^\circ\text{C}$, відпал при $750\pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h), гартування $1100\pm 5^\circ\text{C}$ з охолодженням в оливі, відпуск за температури $590\pm 5^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 4 h); *d* – після експлуатації колеса (екструдера).

● – Me_6C , ▲ – ферит (ОЦК), ▼ – мартенсит ($\alpha\text{-Fe}$), ■ – аустенит (ГЦК).

Fig. 1. Diffractograms of forged steel with regulated austenitic transformation (RAT), obtained by electroslag remelting and thermo-deformation treatment: *a* – forging at a temperature of $1060\pm 20^\circ\text{C}$ and annealing at $750\pm 20^\circ\text{C}$ (isothermal holding time 2 h); *b* – forging at a temperature of $1060\pm 20^\circ\text{C}$, annealing at $750\pm 20^\circ\text{C}$ (isothermal holding 2 h), quenching $1100\pm 5^\circ\text{C}$ with cooling in oil; *c* – forging at a temperature of $1060\pm 20^\circ\text{C}$, annealing at $750\pm 20^\circ\text{C}$ (isothermal exposure 2 h), quenching $1100\pm 5^\circ\text{C}$ with cooling in oil, tempering at a temperature of $590\pm 5^\circ\text{C}$ (isothermal exposure 4 h); *d* – after operation of the extruder wheel.

● – Me_6C , ▲ – ferrite (BCC), ▼ – martensite ($\alpha\text{-Fe}$), ■ – austenite (FCC).

Щоб оптимізувати температуру гартування аналізованої сталі, здійснили серію експериментів, в яких її змінювали (табл. 2 і 3). Дифракційні піки після гартування сталі подані розмитими лініями $\alpha\text{-Fe}$, подібними для відпущеного мартенситу (рис. 1b, c). Для наочності на рис. 1b подано дифрактограму сталі з РАП після кування за температури $1060\pm 20^\circ\text{C}$, відпалу при $750\pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h), гартування від $1100\pm 5^\circ\text{C}$ з охолодженням в оливі. Відомо [7], що у сталях з вмістом вуглецю до 0,6% розпад мартенситу частково відбувається вже

під час охолодження за гартування. Тому на рентгенограмах не спостерігають розщеплення ліній, характерних для тетрагональної ґратки мартенситу. Однією з важливих ознак присутності твердого розчину вуглецю в α -Fe є зміна параметра кристалічної ґратки з розмиванням лінії твердого розчину на основі ОЦК ґратки, в даному випадку період ґратки становить 2,88 Å, що досить суттєво відрізняється від періоду ґратки фериту перед гартуванням (№ 2, табл. 1). Тому можемо стверджувати, що ідентифікована фаза є мартенситом з малим співвідношенням осей (кубічний мартенсит). Крім мартенситу, незалежно від температури гартування сталі, рентгенографічно зафіксовано ~ 5% аустеніту ($a = 3,601 \text{ Å}$), водночас карбідів не виявлено (табл. 2). Тобто під час термомеханічної обробки сталі (кування та гартування) карбідна складова в її структурі розчиняється, а за охолодження в оливі з'являється метастабільна ґратка кубічного мартенситу зі залишковим аустенітом. Температура гартування не змінює фазовий склад сталі (табл. 2), проте суттєво впливає на її механічні властивості (табл. 3). Встановлено, що за температури гартування $> 1110^\circ\text{C}$ відбувається первинна рекристалізація сталі з РАП (4Х4Н5М4Ф2) і, як наслідок, інтенсивно знижується її ударна в'язкість (до 20 J/cm^2) за одночасного зростання розміру субзерен (ОКР) (табл. 3). На основі результатів, наведених у табл. 3, найоптимальнішою температурою для гартування вважали $1095\text{...}1105^\circ\text{C}$.

Таблиця 1. Параметри фазово-структурних складників та механічні властивості (за кімнатної температури) кованих сталей залежно від режиму їх термічної обробки

№	Фазовий склад	Характеристики елементів субструктури α -Fe			Механічні властивості		
		ОКР, nm	$e \approx (\Delta d/d)_{hkl}$	a , Å	Твердість, HRC	Границя міцності, МПа	Ударна в'язкість, J/cm^2
1	Ферит – 98%, Me ₆ C – 2%	36,1	0,0021	2,872	38...39	1190...1200	120...130
2	Аустеніт – 5%, α -Fe – 95%	24,2	0,0032	2,880	55...56	–	–
3	α -Fe	27,8	0,0020	2,876	48...49	1580...1640	110...130
4	α -Fe	32,0	0,0013	2,876	46,5...47,5	1520...1580	40...70
5	Me ₇ C ₃ – 2%, α -Fe – 98%	33,0	0,0011	2,875	37...38	1190...1210	70...90
6	Me ₇ C ₃ – 2%, α -Fe – 98%	34,0	0,0011	2,875	36...37	1100...1120	120...180
7	α -Fe	52,7	0,0031	2,879	47...48	1580...1640	90...140
8	α -Fe	65,1	0,0029	2,870	41...42	1350...1400	250...260

Примітки: № 1–7 – кована сталь РАП (марки 4Х4Н5М4Ф2), № 8 – кована сталь Н13 (ASTM).

№ 1. Кування $1060 \pm 20^\circ\text{C}$, відпал $750 \pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h).

№ 2. Кування $1060 \pm 20^\circ\text{C}$, відпал $750 \pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h), гартування $1100 \pm 5^\circ\text{C}$.

№ 3. Кування $1060 \pm 20^\circ\text{C}$, відпал $750 \pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h), гартування $1100 \pm 5^\circ\text{C}$, відпуск $590 \pm 5^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 4 h).

№ 4. Кування $1060 \pm 20^\circ\text{C}$, відпал $750 \pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h), гартування $1100 \pm 5^\circ\text{C}$, відпуск $590 \pm 5^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 4 h), відпуск $600 \pm 5^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h).

№ 5. Кування 1060±20°C, відпал 750±20°C (ізотермічна витримка 2 h), гартування 1100±5°C, відпуск 590±5°C (ізотермічна витримка 4 h), відпуск 640±5°C (ізотермічна витримка 2 h).

№ 6. Кування 1060±20°C, відпал 750±20°C (ізотермічна витримка 2 h), гартування 1100±5°C, відпуск 590±5°C (ізотермічна витримка 4 h), відпуск 650±5°C (ізотермічна витримка 2 h).

№ 7, 8. Після експлуатації виробу.

Таблиця 2. Параметри структурних складників (за кімнатної температури) кованої сталі з РАП (4Х4Н5М4Ф2) залежно від температури гартування

Температура гартування, °С	Фазовий склад	Характеристики елементів субструктури α-Fe		
		ОКР, nm	$e \approx (\Delta d / d)_{hkl}$	a , Å
1050±5	Аустеніт – 5%, α-Fe – 95%	19,5	0,0020	2,880
1070±5		20,4	0,0025	2,880
1100±5		24,2	0,0032	2,880
1110±5		27,6	0,0031	2,883

Таблиця 3. Механічні властивості (за кімнатної температури) кованої сталі з РАП (4Х4Н5М4Ф2) залежно від режимів термічного оброблення

Термічна обробка	Твердість, HRC	Ударна в'язкість, J/cm ²
Гартування 1050±5°C, відпуск 590±5°C*, відпуск 650±5°C**	35...36	130...150
Гартування 1070±5°C, відпуск 590±5°C*, відпуск 650±5°C**	35...37	80...110
Гартування 1100±5°C, відпуск 590±5°C*, відпуск 650±5°C**	37...38	120...180
Гартування 1110±5°C, відпуск 590±5°C*, відпуск 650±5°C**	38...40	10...20

* Ізотермічна витримка 4 h, ** 2 h.

Подальший відпуск сталі, загартованої від температури 1100±5°C (рис. 1с) з ізотермічним витримуванням впродовж 4 h за температури 590±5°C, призвів до розпаду залишкового аустеніту та зменшення періоду ґратки мартенситу ($a = 2,876$ Å) (№ 3, табл. 1). Додаткові 2 h ізотермічної витримки при відпуску сталі за температури 600±5°C не вплинули на вигляд дифрактограми (рис. 1d) і сталь з РАП залишалася однофазною з тим же періодом ґратки (№ 4, табл. 1).

Саме таку термомеханічну обробку (кування за температури 1160±20°C, відпал при 750±20°C, механічна обробка, гартування при 1100±5°C з охолодженням в оливі та подальшою шестигодинною ізотермічною витримкою на відпуск) застосували для 47 та 59 кілограмових коліс (екструдерів). Фазовий аналіз сталі з РАП (4Х4Н5М4Ф2) з експлуатованого колеса показав, що сталь залишилася однофазною, проте незначно зріс період ґратки кубічного мартенситу ($a = 2,879$ Å) (№ 7, табл. 1). Для порівняння оцінили фазовий склад сталі Н13 після її експлуатації в колесі (екструдері). Під час дослідно-промислового випробування екструдерів з кованих сталей Н13 та з РАП, після їх експлуатації (деформування міді за температури до 630°C), визначили механічні властивості і виявили, що сталь з РАП має вищу міцність та твердість (№ 7, № 8, табл. 1). У екструдерах зі сталі Н13 виявили мікро- та макротріщини, тоді як в сталі з РАП розгарні тріщини відсутні при виготовленні > 60 тонн виробів з міді. Сталь Н13 є близьким аналогом

сталі з РАП, проте з дещо нижчим вмістом молібдену та без нікелю. Дифрактограма цієї сталі аналогічна до досліджуваної сталі після їх експлуатації, проте період її ґратки значно менший ($a = 2,870 \text{ \AA}$) (№ 8, табл. 1).

Аналіз параметрів субструктури показав, що під час відпалу сталі з РАП розмір кристалітів зростає, а спотворення кристалічної ґратки зменшується (№ 1, табл. 1). Після її гартування спостерігали дрібні кристаліти (завбільшки $\sim 25 \text{ nm}$) за суттєвої дефектності структури (№ 2, табл. 1). Встановлено, що після експлуатації екструдерів зі сталі з РАП розмір кристалітів збільшується (у півтора рази) та спотворюється кристалічна ґратка, порівняно з гартованою сталлю перед її експлуатацією (№ 2, № 7, табл. 1). Слід зазначити, що порівнювана з аналізованим матеріалом кована сталь Н13 після експлуатації має ще більші розміри кристалітів за фактично таких же спотворень кристалічної ґратки (№ 8, табл. 1).

Запропонований режим термічної обробки дає змогу успішно експлуатувати сталь з РАП за температури $< 630^\circ\text{C}$ (нижчої за критичну температуру A_1 для цієї сталі). За підвищення робочої температури до 640°C та вище в сталі з РАП, обробленій за таким режимом термічної обробки, вуглець виділяється з мартенситу у вигляді ромбічного карбїду типу Me_7C_3 з періодами ґратки $a = 4,537 \text{ \AA}$; $b = 6,892 \text{ \AA}$; $c = 11,91 \text{ \AA}$ (рис. 2), що супроводжується зниженням твердості (нижче 40 HRC за кімнатної температури) та міцності сталі (№ 5, № 6, табл. 1).

Рис. 2. Дифрактограми кованої сталі з РАП, одержаної електрошлаковим переплавом та термодформаційною обробкою за режимом: кування $1060 \pm 20^\circ\text{C}$, відпал $750 \pm 20^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h), гартування $1100 \pm 5^\circ\text{C}$, відпуск $590 \pm 5^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 4 h), відпуск $640 \pm 5^\circ\text{C}$ (ізотермічна витримка 2 h).
* – Me_7C_3 , ▼ – мартенсит ($\alpha\text{-Fe}$).

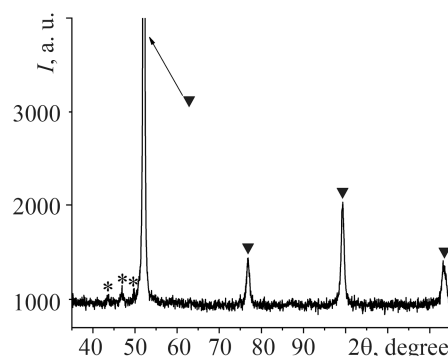


Fig. 2. Diffractograms of forged steel with RAT obtained by electroslag remelting and thermodeformation treatment by modes: forging $1060 \pm 20^\circ\text{C}$, annealing $750 \pm 20^\circ\text{C}$ (isothermal holding time 2 h), quenching $1100 \pm 5^\circ\text{C}$, tempering $590 \pm 5^\circ\text{C}$ (isothermal holding time 4 h), tempering $640 \pm 5^\circ\text{C}$ (isothermal exposure 2 h).
* – Me_7C_3 , ▼ – martensite ($\alpha\text{-Fe}$).

ВИСНОВКИ

Оптимізовано режим термічної обробки, що дає можливість використовувати сталь з РАП (марки 4Х4Н5М4Ф2) для гарячого деформування міді за температури експлуатації $< 630^\circ\text{C}$. Експлуатовані колеса (екструдери) зі сталі з РАП продемонстрували підвищення механічних властивостей (твердість та міцність) порівняно з властивостями штампової кованої сталі марки Н13. Після термодформаційної обробки (кування та відпал) утворюються карбїди M_6C , які під час подальшого гартування розчиняються в аустенітній області, а після охолодження в металі з'являється структура мартенситу та 5% залишкового аустеніту. З підвищенням температури гартування кованої сталі з РАП до 1110°C в ній відбувається первинна рекристалізація, що призводить до зростання розміру субзерен та зниження ударної в'язкості. Відпуск загартованої кованої сталі з РАП за температур $> 630^\circ\text{C}$ призводить до утворення карбїдів типу Me_7C_3 , що спричиняє її знеміцнення.

1. *Лебедева Н. В.* Повышение стойкости инструмента для прессования труднодеформируемых цветных сплавов из сталей с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации: автореф. дис ... канд. техн. наук. – СПб, 2005. – 18 с.
2. *Структура та властивості загартованої сталі 40Х3Н5М3Ф, одержаної електрошлаковим перетопленням за високих температур* / К. О. Гогаєв, О. М. Сидорчук, О. К. Радченко, М. В. Карпець, С. Г. Пятачук // *Металлофизика и новейшие технологии.* – 2015. – **37**, № 12. – С. 1653–1661.
3. *Технологія виготовлення штампової сталі 40Х3Н5М3Ф для гарячого деформування* / К. О. Гогаєв, О. К. Радченко, О. М. Сидорчук, В. В. Лук'янчук // *Цільова комплексна програма НАН України “Проблеми ресурсу і безпеки експлуатації конструкцій, споруд та машин”.* – К.: ІЕЗ ім. Є. О. Патона НАН України, 2015. – С. 669–672.
4. *Неуен С. Х.* Структура и упрочнение стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации: дис. ... к-та техн. наук. – М., 2021. – 113 с.
5. *Gert Nolze.* A mixture between crystal structure visualizer, simulation and refinement tool // *Powder Diffraction: Proc. of the II Int. School on Powder Diffraction.* – Kolkata, 2002. – P. 146–155.
6. *Cromer Don T.* Calculation of anomalous scattering factors at arbitrary wavelengths // *J. of Applied Crystallography.* – 1983. – P. 437–437.
7. *Lattice-parameter variation with carbon content of martensite. X-ray-diffraction experimental study* / L. Xiao, Z. Fan, Z. Jinxiu, Z. Mingxing, K. Mokuang, G. Zhenqi // *Physical Review.* – 1995. – **52**. – P. 9970.

Одержано 03.11.2021