

УДК 621.762.4

В. С. Панов, Ж. В. Еремеева, доктора технических наук;
Н. Н. Жердицкая, канд. техн. наук; **Е.В.Апостолова**

ФГОУ ВПО Национальный исследовательский технический университет МИСиС, Москва, Россия

ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ УПРОЧНЯЮЩИХ ДОБАВОК В ТЕХНОЛОГИИ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ

Конечным результатом технологии горячей штамповки (ГШ) является обеспечение требуемой структуры и необходимых свойств материалов. Поэтому значимость характеристик заготовки (пористость, прочность на сжатие и прочность на растяжение, твердость), претерпевающих изменения на отдельных этапах производства горячедеформированного порошкового материала (ГДПМ), например, после спекания, определяется тем, в какой степени параметры процесса и используемые компоненты влияют на протекание процессов уплотнения, деформации и межчастичного срачивания при (ГШ).

Ключевые слова: порошковые стали, наноразмерные добавки, пористость, горячая штамповка, температура горячей штамповки, степень деформации

Цель работы заключалась в исследовании влияния пористости заготовки, характеристик компонентов шихты и температуры горячей штамповки на структуру, механические и коррозионные свойства ГДПМ.

Используемые материалы и методика получения образцов

В работе представлены варианты технологических процессов получения порошковых сталей, легированных наноразмерными добавками, при которых, определяя наиболее благоприятное соотношение вводимой наноразмерной добавки, способа смешивания и режимов спекания, можно добиться высоких свойств материала.

Для изготовления порошковых изделий конструкционного назначения в цехе порошковой металлургии ОАО «АвтоВАЗ» используются железные порошки различных марок. Наибольшее распространение получили восстановленные и распыленные железные порошки.

В работе исследовали влияние порошков марок ПЖВ 2.160.26, ПЖР 2.200.28, ПЖВ4.450.26, графит карандашный (ГК) и различные виды наноразмерных добавок углеродные нановолокна «Таунит», нано-Si₃N₄ и нано-Al₂O₃ на структуру и свойства изделий антифрикционного назначения, получаемых в условиях серийного производства в цехе порошковой металлургии. Содержание углерода в стали варьировали от 0,3 до 0,8 мас.%. Порошки отличаются технологией получения, химическим составом, физическими и технологическими свойствами. Химический состав порошков приведен в таблице.

Технологический процесс изготовления порошковых образцов состоял из следующих основных операций:

- отжиг железного порошка;
- приготовление и смешивание компонентов шихты;
- статическое холодное прессование (СХП);
- гомогенизирующее спекание в вакууме.
- горячую штамповку (ГШ)

Перед использованием железного порошка проводился его отжиг при температуре 873 К длительностью 1 час. Данная операция была предназначена для уменьшения содержания влаги в порошке.

Поскольку в состав шихты входили нанодисперсные порошки, равномерное перемешивание которых является достаточно сложной задачей. Применяли смешивание в планетарно-центробежной мельнице. Данный метод отличается высокой интенсивностью и получаемой однородностью состава. При этом порошок железа сильно наклепывается, что затрудняет его прессование, но существенно

активирует процесс спекания. При этом наночастицы равномерно распределяются по всему объему порошковой шихты.

Химический состав железных порошков

Элемент % масс.	П о р о ш о к		
	ПЖВ 2.160.26	ПЖВ 4.450.26	ПЖР 2.200.28
Fe общ.	98,66	98,12	98,51
Fe мет.	98,20	97,74	98,13
Нер. Ост.	0,17	0,36	0,34
O	0,347	1,0	0,280
C	0,027	0,125	0,015
H	0,0087	0,0092	0,0009
N	0,0024	0,0067	0,0166
S	0,019	0,030	0,017
P	0,010	0,030	0,007
Mn	0,361	0,456	0,080
Si	0,134	0,208	0,130
Ni	0,043	0,035	0,096
Cu	0,044	0,056	0,093
Mo	0,007	0,009	0,013
V	0,001	0,001	0,001

Образцы изготавливались односторонним прессованием с применением стеарата цинка в качестве смазки для уменьшения трения между прессовкой и стенками матрицы.

Спекание проводили в вакууме (10^{-4} мм.рт.ст.) для предотвращения выгорания углерода и окисления образцов при температуре 1273–1473 К и времени спекания продолжительностью 30–120 мин.

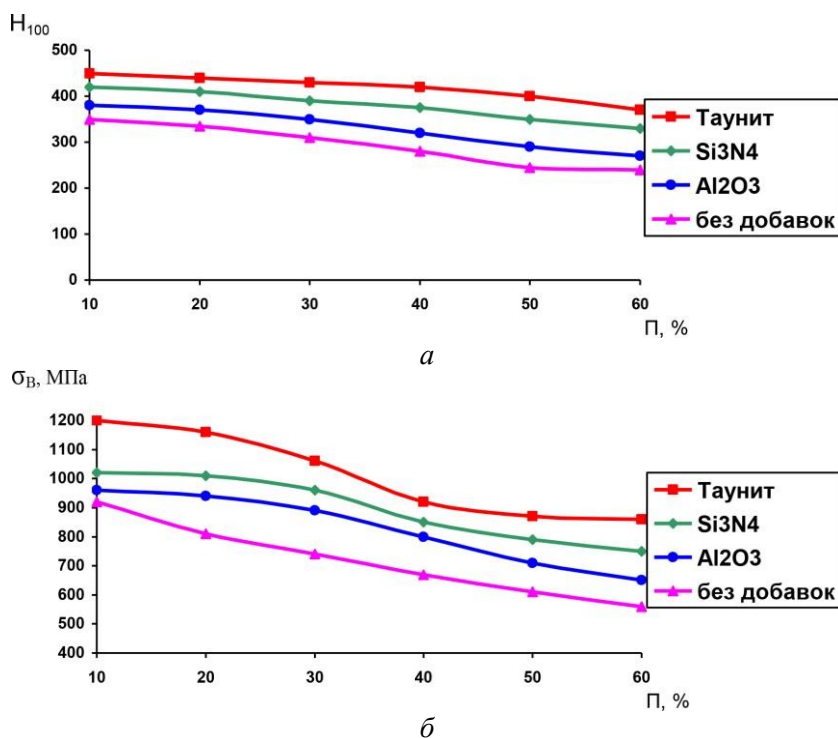


Рис. 1. Влияние пористости на микротвердость (а) и прочность на растяжение (б) в зависимости от типа нанодобавок в шихте. Материал – сталь 80П

Исследования ГШ проводили на призматических образцах размерами 55×10×10 мм, которые были получены горячей допрессовкой пористых заготовок, как прошедших спекание (1373 К, 1 ч), так и без него. Их нагрев осуществляли в среде осушенного аммиака. [1–3].

Результаты эксперимента и их обсуждение
Влияние пористости заготовок, которую варьировали в пределах 10–60%, изучали при температурах горячей штамповки 1373 К и приведенной работе

уплотнения 250 МДж/м³. Относительная плотность образцов после ГШ составляла 98-99,5 %. Зависимости механических свойств после штамповки от исходной пористости заготовок П представлены на рис.1. Установлено, что с ее уменьшением все рассматриваемые характеристики возрастают. Оптимальной следует считать пористость, равную 15-20%, поскольку дальнейшее ее уменьшение, хотя и приводит к незначительному улучшению свойств, связано с чрезмерным повышением давления прессования и ускорением износа инструмента.

Характер изменения свойств ГДПМ связан с процессом растворения углерода в железной матрице и залечивания пор, степени однородности деформации и особенностями структурообразования от пористости спеченных деформируемых заготовок. При П=30-60 %, углерод растворяется неравномерно, в зонах, где остались нерастворившиеся частицы графита, образуется крупнозернистый аустенит, в процессе допрессовки, деформации и последующего охлаждения возникают неоднородные напряжения, в следствии чего образуется наследственно крупнозернистый перлит, что приводит к снижению свойств материала.

Существенные различия в характеристиках железных порошков, используемых для производства ГДПМ, определяют необходимость проведения дополнительных исследований, которые бы позволили комплексно оценить влияние основных компонентов шихты на конечные свойства материалов.

Более высокие механические свойства горячедеформируемых материалов в случае использования порошка ПЖВ 2.160.26 можно объяснить его меньшей по сравнению с ПЖВ 4.450.26 загрязненностью и примесями, а также более развитой и менее окисленной по сравнению с распыленным порошком поверхностью частиц рис.2 и 3. Этот вывод хорошо согласуется с результатами работы [2].

Предел прочности при разрыве σ_b образцов, содержащих нановолокна «Таунит» и нитрид кремния в порошковой шихте, например для материала на основе ПЖВ 2.160.26 на 60 % а твердость на 30 % выше по сравнению с образцами, в состав которых входит ГК. Причиной такого различия является дисперсное упрочнение нитридом кремния и создание пространственного упрочнения нанокремневыми волокнами. Менее значительна эта разница в случае образцов с наноксидом алюминия.

Свойства материалов на основе порошков ПЖВ 4.450.26 и ПЖР 2.200.28 более низкие, чем у материалов на основе ПЖВ 2.160.26 при любом содержании наноразмерных добавок в шихте. Можно также отметить, что как и следовало ожидать, σ_b – более чувствительная структурная характеристика, чем твердость. Важным является и вывод о том, что свойства ГДПМ при использовании низкокачественных железных порошков можно несколько улучшить путем введения в шихту наноразмерных добавок в виде нанокремневыми волокон «Таунит» или нано-карбида кремния.

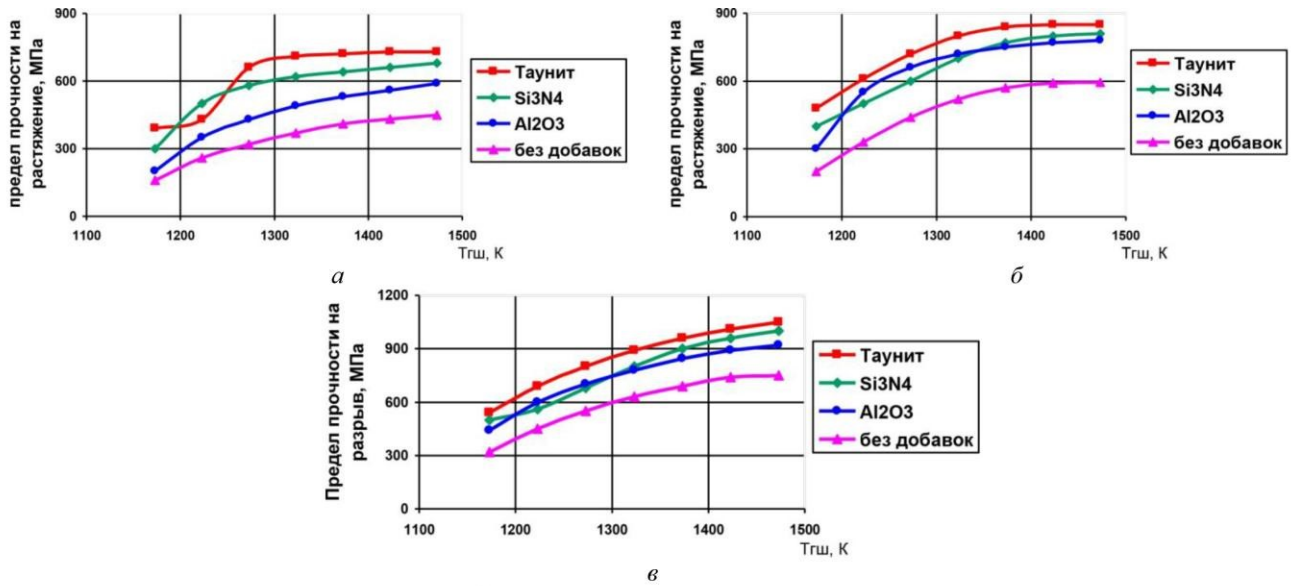


Рис. 2. Влияние температуры ГШ на предел прочности при растяжении порошковых сталей шихта из железного порошка марки ПЖВ2.160.26, при содержании углерода: а – 0,3 мас.%; б – 0,6 мас.%; в – 0,8 мас.%

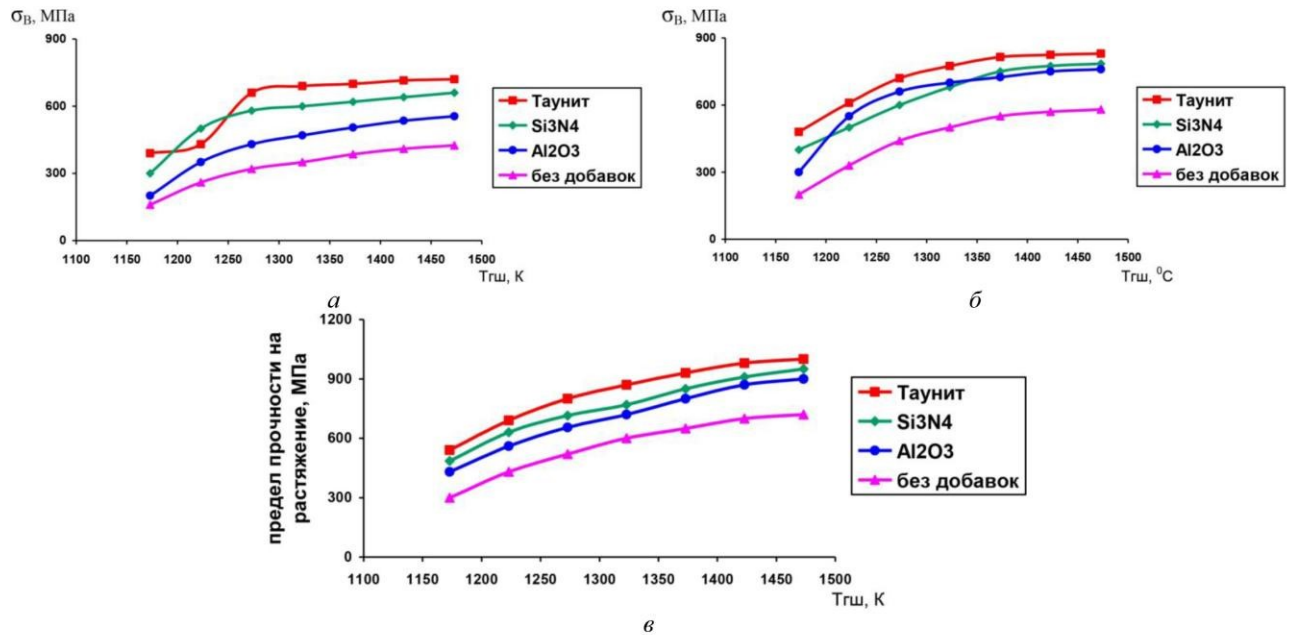


Рис. 3. Влияние температуры ГШ на предел прочности при растяжении порошковых сталей шихта из железного порошка марки ПЖР2.200.28, при содержании углерода: а – 0,3 ма.с.%; б – 0,6 мас.%; в – 0,8 мас.%

Наличие примесей в железных порошках приводит к загрязнению ими ГДПМ, что было наглядно подтверждено результатами оже-электронной спектроскопии. Для образцов характерно наличие участков как хрупкого, так и вязкого разрушения. О характере распределения углерода после горячей штамповки можно также судить по результатам микрорентгеноспектрального анализа. А образцы с ГК без нанодобавок содержат крупные нерастворившиеся частицы графита, образцы, в состав которых входит нано-Al₂O₃ лишь отдельные скопления углерода. В сталях же, полученных с применением углеродных нановолокон и Si₃N₄, распределение равномерное. Наличие включений в ГДПМ, внесенных порошками железа, существенно снижает механические свойства образцов. Введение нанодобавок позволяет повысить механические свойства порошковых сталей.

Влияние наноразмерных добавок изучали на образцах, как прошедших предварительное спекание, так и без него. Данные рис.2б свидетельствует о том, что применение углеродных нановолокон, наноразмерного нитрида кремния и порошка железа, полученного восстановлением

марки ПЖВ 2.160.26 повышает однородность структуры и улучшает свойства стали. Очевидно, это обусловлено увеличением однородности распределения их частиц в шихте и обеспечением условий растворения углерода в железной матрице. Это предположение подтверждается и непрерывным характером функции $\sigma_b=f(d)$. Максимальное (около 1206 МПа) значение σ_b было достигнуто при введении углеродных нановолокон со средним размером частиц $d \sim 100$ нм.

Введение нанорешка Al_2O_3 наоборот, приводит к уменьшению предела прочности при растяжении, что, по-видимому, связано с тем, что нанопорошок Al_2O_3 обволакивают частицы железа и препятствуют диффузии углерода в железо при спекании.

Следует отметить, что предварительное спекание позволяет на 15–20% повысить σ_b образцов, по сравнению с горячештампованными, пористые заготовки которых не подвергали спеканию. Это положение справедливо для шихт всех составов независимо от типа наноразмерной добавки и размера частиц порошка железа. Объяснить это, можно более длительной выдержкой заготовок при спекании, чем при их нагреве перед ГШ. Но нагрев перед ГШ обеспечивает лучшие условия гомогенизации материала, а также рафинирования уже сформировавшихся и создаваемых при горячей допрессовке межчастичных поверхностей.

Установлено, что температура горячей допрессовки заготовок является основным технологическим параметром, определяющим условия формирования структуры и свойств ГДПМ. Изготовленные образцы подвергали испытаниям на растяжение, результаты которых представлены на рис. 3.

Анализ зависимостей $\sigma_b=f(t_{гш})$ для сталей с различным содержанием углерода свидетельствует о том, что при $t_{гш} < 1223$ К не обеспечиваются благоприятные условия для завершения процессов структурообразования. Кроме того, в случае отсутствия предварительного спекания положение еще более осложняется наличием частиц нерастворившегося графита.

Горячая штамповка при 1273–1323 К обеспечивает некоторое улучшение свойств сталей, но структура материала с ПЖВ4.450.26, остается неоднородной. Наиболее высоким комплексом свойств обладают материалы с углеродными нановолокнами и нанонитридом кремния в шихте, что обусловлено образованием однородного мелкозернистого аустенита при нагреве заготовок и соответствующей структуры перлита после охлаждения.

При температуре горячей штамповки 1373 К были получены однородные стали со всеми типами наноразмерных добавок в шихте. Поэтому повышение температуры выше 1373 К представляется нецелесообразным. Кроме того, при высоких температурах аустенитное зерно укрупняется, что сказывается на структуре перлита, который становится крупнозернистым.

Степень деформации образцов также оказывает существенное влияние на структурообразование и свойства порошковых сталей.

На рис. 4 представлены свойства, полученные при различных значениях ϵ .

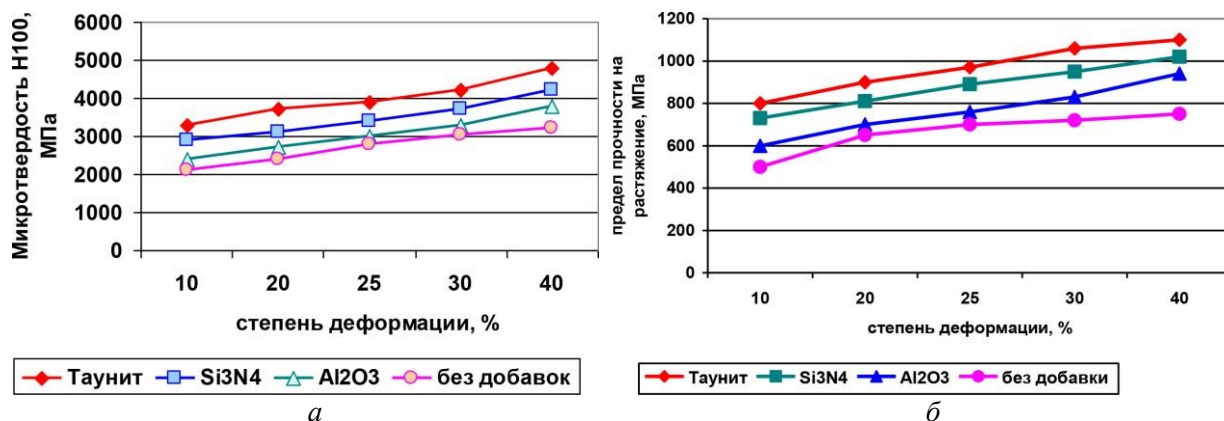


Рис. 4. Влияние степени деформации на: а – микротвердость; б – прочность при растяжении порошковой стали 80П

Анализ результатов исследований свидетельствует о преимущественном влиянии степени деформации при горячей штамповке на размеры зерен перлитных колоний, которые с ее увеличением

измельчаются и при $\varepsilon = 30\%$ в структуре появляется даже зернистый перлит. В свою очередь, изменение структуры приводит к значительному повышению свойств стали с увеличением ε .

Выводы

Таким образом, после горячей штамповки для образцов, содержащих в шихте углеродные нановолокна и нанонитрид кремния, характерна структура мелкозернистого перлита, а для образцов без нанодобавок структура грубопластинчатого перлита. Для образцов с Al_2O_3 – мелко пластинчатого перлита, что связано с величиной зерна аустенита на стадиях спекания и штамповки : в первом случае он был мелко, во втором крупнозернистым. Установлено влияние температуры горячей штамповки на структурообразование и свойства горячештампованных сталей с различными видами наноразмерных добавок. Температура 1323–1423 К, обеспечивает образование мелкозернистого перлита в материалах, содержащих углеродные нановолокна и Si_3N_4 . Свойства образцов после горячей штамповки неспеченных заготовок на 15–20 % ниже, чем у спеченных.

Исследования распределения углерода в объеме материала с помощью микрорентгеноспектрального анализа, а также оже-электронной спектроскопии и фрактографии показали, что в случае введения Al_2O_3 их химическая неоднородность незначительна, при использовании углеродных нановолокон и Si_3N_4 – практически отсутствует.

Кінцевим результатом технології гарячого штампування (ГШ) є забезпечення необхідної структури і необхідних властивостей матеріалів. Тому значимість характеристик заготовки (пористість, міцність на стиск і міцність на розтягування, твердість), що піддаються зміні, на окремих етапах виробництва гарячедеформованого порошкового матеріалу (ГДПМ), наприклад, після спікання, визначається тим, якою мірою параметри процесу і використовувані компоненти впливають на протікання процесів ущільнення, деформації і межчастинного зрощування при ГШ.

Ключові слова: порошкові сталі, нанорозмірні добавки, пористість, гаряче штампування, температура гарячого штампування, ступінь деформації

The final result of hot forging (HF) technology is providing of required structure and properties of materials. Therefore, importance of work piece characteristics (porosity, compressive strength, tensile strength, hardness), that evolve at different phases of hot-deformed powder material (HDPM) production, for example, after sintering, can be defined by the degree of influence of process parameters and applied components on compaction, deformation and interparticle joining during HF.

Key words: powdered steel, nanosize additives, porosity, hot forging, hot forging temperature, strain degree

Литература

1. Особенности применения нетрадиционных углеродсодержащих компонентов в технологии порошковых сталей. Сообщение 1. Влияние нетрадиционных углеродсодержащих компонентов на процессы подготовки шихты и прессования заготовок порошковых сталей / В. И. Костиков, Ю. Г. Дорофеев, Ж. В. Еремеева и др. // Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2008. – № 1. – С. 6–9.
2. Особенности применения нетрадиционных углеродсодержащих компонентов в технологии порошковых сталей. Сообщение 2. Влияние нетрадиционных углеродсодержащих компонентов на процессы спекания в технологии порошковой стали. / В. И. Костиков, Ю. Г. Дорофеев Ж. В. Еремеева // Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2008. – № 4. – С. 5–9.
3. Дорофеев Б. Ю., Дорофеев Ю. Г., Иващенко Ю. Н. Формирование свойств и межчастичного сращивания горячедеформированных порошковых материалов: // Порошковая металлургия. – 1991. – № 2. – С. 32–38.

Поступила 15.04.15