

УДК 621.762.016

DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2021-3-22-33

Формирование структуры и свойств горячедеформированных порошковых сталей, микролегированных натрием и кальцием, при термической и термомеханической обработках

© 2021 г. В.Ю. Дорофеев¹, А.Н. Свиридова¹, В.А. Самойлов²

¹ Южно-Российский государственный политехнический университет (ЮРГПУ) (НПИ) им. М.И. Платова, г. Новочеркасск, Ростовская обл., Россия

² ООО «Производственная компания «НЭВЗ», г. Новочеркасск, Ростовская обл., Россия

Статья поступила в редакцию 04.12.20 г., доработана 30.01.21 г., подписана в печать 03.02.21 г.

Аннотация: Одной из главных проблем, ограничивающих дальнейший рост производства деталей методом горячей штамповки пористых заготовок (ГШПЗ), является склонность получаемых материалов к хрупкому разрушению, что связано с неудовлетворительным качеством межчастичного сращивания, формирующегося при горячей деформации, а также с наличием примесей в составе исходных порошков. В работе исследована возможность повышения механических свойств и характеристик выносливости горячедеформированных порошковых сталей за счет введения микродобавок натрия или кальция и применения термомеханической обработки. При микролегировании использовали бикарбонат натрия и карбонат кальция. Углерод вводили в виде порошка карандашного графита. Температуру нагрева пористых заготовок перед горячей штамповкой и концентрацию углерода в сталях варьировали, содержание микролегирующих добавок составляло, мас. %: Na – 0,2 и Ca – 0,3. Оценку механических свойств, а также контактной и малоциклового усталостной долговечности осуществляли на призматических образцах размером 5 × 10 × 55 мм и 10 × 10 × 55 мм и цилиндрических – размером $\varnothing 26 \times 6$ мм. Показано, что по сравнению с процессами цементации и термообработки проведение термомеханической обработки обеспечивает повышение ударной вязкости и характеристик выносливости горячедеформированных порошковых сталей с микродобавками Na или Ca в условиях воздействия контактного и малоциклового усталостного нагружения, а также снижение температуры горячей допрессовки пористых заготовок без ухудшения механических показателей получаемых порошковых сталей. Это может быть связано с формированием более мелкозернистой структуры и больших микронапряжений кристаллической решетки. Подстуживание поверхностных слоев заготовки при выполнении технологических операций горячей штамповки создает условия реализации в них аусформинга.

Ключевые слова: горячая штамповка, пористые заготовки, контактная выносливость, малоцикловая усталость, хрупкое и вязкое разрушение, межчастичное сращивание, легирование, микролегирование, бикарбонат натрия, карбонат кальция, окисление, хромомолибденовый железный порошок, термическая обработка, термомеханическая обработка.

Дорофеев В.Ю. – докт. техн. наук, профессор кафедры «Технология машиностроения, технологические машины и оборудование» ЮРГПУ (НПИ) (346428, Ростовская обл., г. Новочеркасск, ул. Просвещения, 132). E-mail: dvyu56.56@mail.ru.

Свиридова А.Н. – ассистент кафедры «Автомобили и транспортно-технологические комплексы» ЮРГПУ (НПИ). E-mail: anysviridova@yandex.ru.

Самойлов В.А. – руководитель проекта по электропоездам и электрооборудованию ООО «Производственная компания «НЭВЗ» (346413, Ростовская обл., г. Новочеркасск, ул. Машиностроителей, 7). E-mail: samoilovva@nevz.com.

Для цитирования: Дорофеев В.Ю., Свиридова А.Н., Самойлов В.А. Формирование структуры и свойств горячедеформированных порошковых сталей, микролегированных натрием и кальцием, при термической и термомеханической обработках. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия.* 2021. Т. 15. No. 3. С. 22–33. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2021-3-22-33.

Formation of structure and properties of hot-deformed powder steels microalloyed with sodium and calcium during thermal and thermomechanical treatment

V.Yu. Dorofeyev¹, A.N. Sviridova¹, V.A. Samoilov²

¹ Platov South-Russian State Polytechnic University, Novocherkassk, Russia

² Production Company NEVZ LLC, Novocherkassk, Russia

Received 04.12.2020, revised 30.01.2021, accepted for publication 03.02.2021

Abstract: One of the main problems limiting further growth in the production of parts by the hot forging of porous performs (HFPP) is that the obtained materials are prone to brittle fracture due to the poor quality of interparticle jointing formed during hot defor-

mation, as well as the presence of impurities in the composition of initial powders. The paper studies the possibility of increasing the mechanical properties and endurance performance of hot-deformed powder steels by doping them with sodium or calcium microadditives and using thermomechanical treatment. Sodium bicarbonate and calcium carbonate were used for microalloying. Carbon was added as pencil graphite powder. The temperature of heating porous preforms before hot forging and the carbon content in steels were varied; the content of microalloying additives was, wt. %: 0.2 for sodium, and 0.3 for calcium. Mechanical properties as well as contact and low-cycle fatigue life were tested on $5 \times 10 \times 55$ mm and $10 \times 10 \times 55$ mm prismatic specimens, as well as $\varnothing 26 \times 6$ mm cylindrical specimens. In comparison with carburizing and thermal treatment, thermomechanical treatment improves the impact strength and endurance performance of hot-deformed powder steels with Na or Ca microadditives under the contact and low-cycle fatigue loading, and the hot repressing temperature of porous preforms is reduced without compromising the mechanical properties of powder steels obtained. It may be associated with the formation of a more fine-grained structure and higher microstresses of the crystal lattice. The cooling down of preform surface layers during hot forging process operations creates conditions for ausforming in them.

Keywords: hot forging, porous preforms, contact endurance, low-cycle fatigue, brittle and ductile fracture, interparticle jointing, alloying, microalloying, sodium bicarbonate, calcium carbonate, oxidation, chromium-molybdenum iron powder, thermal treatment (TT), thermomechanical treatment (TMT).

Dorofeyev V.Yu. – Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Department of engineering technology, technological machines and equipment, Platov South-Russian State Polytechnic University (PSRSPU) (NPI) (346428, Russia, Rostov reg., Novocherkassk, Prosveshcheniya str., 132). E-mail: dvyu56.56@mail.ru.

Sviridova A.N. – Assistant of the Department of automobiles and transport-technological complexes, PSRSPU (NPI). E-mail: anysviridova@yandex.ru.

Samoilov V.A. – Project manager for Electric Trains and Electrical Equipment, Production Company NEVZ LLC (346413, Russia, Rostov reg., Novocherkassk, Mashinostroiteley str., 7). E-mail: samoilovva@nevz.com.

For citation: Dorofeyev V.Yu., Sviridova A.N., Samoilov V.A. Formation of structure and properties of hot-deformed powder steels microalloyed with sodium and calcium during thermal and thermomechanical treatment. *Izvestiya Vuzov. Poroshkovaya Metallurgiya i Funktsional'nye Pokrytiya (Powder Metallurgy and Functional Coatings)*. 2021. Vol. 15. No. 3. P. 22–33 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2021-3-22-33.

Введение

Горячая штамповка пористых заготовок (ГШПЗ) является эффективным методом получения высокоплотных порошковых материалов различного функционального назначения [1, 2]. Сочетание термического и деформационного воздействий на материал пористой порошковой заготовки заключает в себе потенциал возможной реализации эффекта высокотемпературной термомеханической обработки (ВТМО), способствующего увеличению показателей ударной вязкости, снижению порога хладноломкости и чувствительности к отпускной хрупкости за счет формирования плотных скоплений дислокаций, сочленяющих сильно разориентированные фрагменты мартенсита, и уменьшению напряжений II рода [3, 4]. Формирование структуры при термомеханической обработке (ТМО) происходит в условиях совместного воздействия процессов возврата, рекристаллизации, роста зерна, выделения включений вторых фаз и протекания фазовых превращений [5].

В настоящее время ТМО рассматривается как перспективный способ формирования структуры и свойств сталей и сплавов с требуемыми характеристиками [6]. Другой разновидностью термо-

механической обработки является аусформинг (ausforming), или низкотемпературная термомеханическая обработка (НТМО), заключающаяся в деформировании стали при температурах метастабильного состояния аустенита ниже порога рекристаллизации [7]. Возможность проявления эффекта НТМО при ГШПЗ до настоящего времени в литературе не рассматривалась (в отличие от ВТМО).

В процессе ВТМО формируется мелкозернистая структура, уменьшается размер карбидов и устраняется карбидная неоднородность, что имеет особое значение при получении подшипниковых сталей, к которым предъявляются повышенные требования к прочности, твердости, контактной выносливости и износостойкости [8]. Горячая штамповка пористых заготовок является перспективной технологией получения колец подшипников качения [2, 9]. Одной из главных проблем, ограничивающих дальнейший рост производства деталей данного типа методом ГШПЗ, является склонность получаемых материалов к хрупкому разрушению, что связано с неудовлетворительным качеством межчастичного сращивания, формирую-

щегося в процессе горячей деформации, а также с наличием примесей в составе исходных порошков.

Качество межчастичного сращивания является фактором, определяющим механизм разрушения горячедеформированных порошковых материалов, что существенным образом отличает их от материалов, получаемых по технологии прессования—спекания. Характер разрушения спеченных материалов в значительной степени определяется величиной, формой и распределением пор в объеме заготовки, а распространение трещины с момента ее зарождения вблизи пор характеризуется высокой скоростью [10]. Наличие пор обуславливает множественный характер зарождения микротрещин, размер которых находится в интервале 4—20 мкм [11]. По мере развития усталостного разрушения первичные микротрещины растут и коалесцируют, образуя магистральную трещину.

Характер разрушения высокоплотных порошковых сталей, получаемых ГШПЗ, аналогичен разрушению компактных сталей. При этом структуры, обеспечивающие прочность на уровне 1000 МПа, при испытаниях разрушаются по механизму низкоэнергетического скола. При прочности менее 500 МПа стали разрушаются по механизму слияния микропор, что приводит к высокой вязкости разрушения ($>50 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$) [12].

Усталостная долговечность порошковых сталей регламентируется. Рекомендованное стандартом Федерации промышленности порошковой металлургии США (Metal Powder Industries Federation USA) значение коэффициента выносливости (отношение предела выносливости к пределу прочности) составляет 0,38 [13, 14]. Микролегирование порошковых сталей соединениями натрия или кальция обеспечивает возможность активации когезионного взаимодействия между частицами порошка. В присутствии микролегирующего элемента происходит восстановление оксидов, локализованных на межчастичных и межзеренных границах, протекают процессы глобуляризации и измельчения неметаллических включений [15, 16].

Введение натрия и кальция в виде химических соединений предотвращает проявление некоторых нежелательных эффектов. В частности, адсорбция кальция на границах зерен приводит к снижению граничной энергии, что способствует снижению склонности зерна к росту. Однако при этом возрастает вероятность проявления эффекта П.А. Ребиндера, улучшающего обрабатываемость резанием [17]. В контексте проблемы хрупкого

разрушения порошковых сталей проявление этого эффекта является нежелательным.

При введении кальция в виде карбоната в процессе высокотемпературного нагрева протекают реакции обменного взаимодействия, приводящие к рафинированию границ зерен и частиц от примесей. Образующиеся при этом дисперсные Са-содержащие оксиды, локализованные на межчастичных границах, не являются фактором упрочнения порошковой стали [18]. Кроме того, некоторая часть кальция адсорбируется на внутриверенных дефектах в виде сегрегаций, увеличивая долю металлической составляющей связи, что приводит, как и у литых низколегированных сталей, к повышению энергоемкости хрупкого внутриверенного разрушения [19, 20]. Введение микродобавок Na или Ca способствует росту контактной долговечности, прочности и ударной вязкости горячедеформированных порошковых сталей эвтектоидного состава в состоянии после цементации и термообработки за счет повышения качества межчастичного сращивания и уменьшения размера зерна аустенита [21, 22].

Цель настоящей работы заключалась в изучении влияния условий проведения ГШПЗ и последующей термической (ТО) или термомеханической (ТМО) обработки на формирование структуры и свойств порошковых сталей с микродобавками кальция или натрия.

Методика исследования

При получении шихт в качестве основы использовали применявшиеся на предварительном этапе исследований нелегированные железные порошки ПЖВ2.160.26 (ГОСТ 9849-86, Сулинский металлургический завод, Россия) и АВС100.30 («Höganäs АВ», Швеция), а также хромомолибденовый железный порошок Astaloy CrM («Höganäs АВ»). Технологические схемы получения образцов приведены на рис. 1. Реализация схемы 2 заключала в себе возможность проведения ТМО, а схема 1 соответствовала ТО, применявшейся ранее, что позволяло проводить сравнительную оценку [9].

При микролегировании использовали бикарбонат натрия NaHCO_3 (ГОСТ 2156-76) и карбонат кальция CaCO_3 (ГОСТ 4530-76). Углерод вводили в виде порошка карандашного графита ГК-1 (ГОСТ 4404-78). Температуру нагрева пористых заготовок перед горячей штамповкой ($t_{ГШ}$) и концентрацию углерода в сталях (C_{C_M}) варьировали, а

содержания микролегирующих добавок (Са и Na) соответствовали оптимальным значениям, установленным ранее: $C_{Na} = 0,2$ мас.%, $C_{Ca} = 0,3$ мас.% [9, 21]. При выборе режимов получения образцов

учитывали возможность потерь микролегирующих элементов при нагреве пористых заготовок [23]. Минимизацию указанных потерь обеспечивает уменьшение доли открытых пор в заготовке,

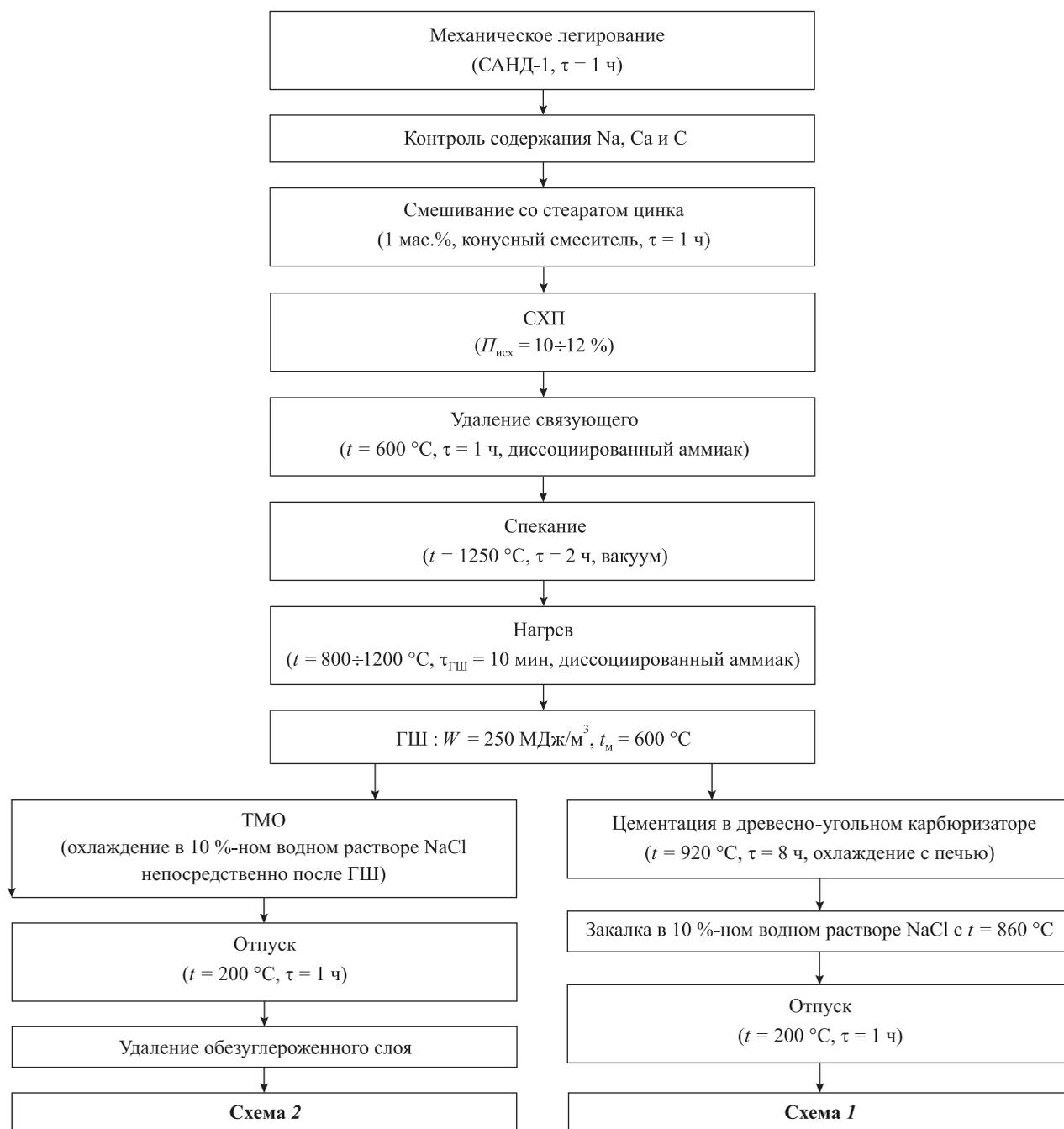


Рис. 1. Технологические схемы получения образцов

СХП – статическое холодное прессование (пористых заготовок); $P_{исх}$ – исходная пористость холоднопрессованных заготовок; W – приведенная работа уплотнения; t_M – температура подогрева матрицы пресс-формы для ГШ; $\tau_{ГШ}$ – время нагрева пористой заготовки перед ГШ

Fig. 1. Process flow diagrams for sample production

СХП – static cold pressing (of porous preforms); $P_{исх}$ – initial porosity of cold-pressed preforms; W – reduced compaction work; t_M – hot forging die preheating temperature; $\tau_{ГШ}$ – porous preform heating time before hot forging

поэтому пористость холоднопрессованных заготовок составляла $P_{исх} = 10 \div 12 \%$.

Были получены призматические образцы размером $5 \times 10 \times 55$ мм и $10 \times 10 \times 55$ мм, а также цилиндрические — $\varnothing 26 \times 6$ мм. Оценку характеристик малоциклового усталостной долговечности осуществляли по методике [22], целесообразность и возможность которой определялись следующими обстоятельствами:

— возможность применения призматических образцов в состоянии после ТО (сх. 1) или после механической обработки поверхностного слоя (сх. 2). (Испытания на малоцикловую усталость по ГОСТ 16504-81 (растяжение—сжатие) и ГОСТ 25505-85 (кручение) предусматривают необходимость использования гантелевидных образцов, формование которых в процессах СХП и ГШ вызывает затруднения);

— прочность на изгиб ($\sigma_{изг}$) исследуемых порошковых сталей превышает максимальные изгибающие напряжения в критическом сечении образцов (1400 МПа), что позволяет проводить их испытания при значениях амплитуды изгиба 1,5 мм в области упругопластического деформирования;

— значения предела выносливости, определяемые в процессе испытаний на многоцикловую усталость при знакопеременном нагружении, оказываются завышенными, что обуславливает возникновение погрешности при оценке долговечности порошковой стали [24].

Таким образом, проводили испытания призматических образцов размером $5 \times 10 \times 55$ мм. Число циклов до разрушения образца ($N_{МЦУ}$) являлось характеристикой малоциклового усталостной долговечности. Методика определения механических свойств и контактной выносливости горячедеформированных порошковых сталей (ГДПС) соответствовала описанной ранее [21]. Характеристикой контактной выносливости служила долговечность (N_{90}), выраженная в часах и соответствующая вероятности выхода из строя 90 % образцов [25].

Металлографический анализ осуществляли с использованием оптического микроскопа AltamiMET-1M (ООО «Альтами», Россия) на травленых (3 %-ный ниталь) и нетравленых шлифах. Изломы образцов изучали на растровом микроскопе-микроанализаторе Quanta 200 i 3D (Нидерланды). Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализы проводили на дифрактометре ARL X'TRA (Швейцария) (излучение $\text{CuK}\alpha$, Ni-фильтр, шаг

$\Delta 2\theta = 0,03$ град). Качественный фазовый анализ выполняли путем сравнения полученных дифрактограмм с эталонами из базы данных ICDD PDF-2 2012, характеристики пиков рассчитывали при помощи программного комплекса WinXRD 2.0.8. Наличие остаточного аустенита определяли по соотношению интенсивности рентгеновских максимумов (111) аустенита и (110) мартенсита. Размеры блоков и микронапряжения в аустените вычисляли по ширине рентгеновских линий (111) и (311) аустенита методом аппроксимации.

Результаты и их обсуждение

Представленные на рис. 2 зависимости механических свойств от температуры ГШ носят не-монотонный характер. Наличие экстремумов при $t_{ГШ} = 900$ и 1000 °С связано с ухудшением деформируемости материала в результате фазового $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения. Аналогичные эффекты наблюдаются при горячей обработке давлением порошковых и компактных материалов и в этом отношении не несут в себе значимой информации. Интерес представляет сравнительный анализ абсолютных значений механических свойств, продемонстрированных образцами в состоянии после термической (сх. 1) и термомеханической (сх. 2) обработок.

Наибольшую прочность на изгиб имеют образцы хромомолибденовой стали, полученные по схеме 1 (рис. 2, а), причем значения $\sigma_{изг}$ при $t_{ГШ} = 900$ °С и 1100 – 1200 °С находятся примерно на одном уровне (кр. 1). У образцов, полученных на основе нелегированных железных порошков, они заметно ниже (ср. кр. 1 и 2, 3). Максимальную ударную вязкость (КС) продемонстрировали образцы на основе порошка АВС 100.30 с низким содержанием примесей (кр. 5). Значения КС образцов хромомолибденовой стали несколько ниже, однако при $t_{ГШ} = 900$ °С и 1100 – 1200 °С они находятся на приемлемом уровне (кр. 4). Наименьшие значения $\sigma_{изг}$ и КС наблюдаются на образцах из порошка ПЖВ 2.160.26 с относительно высоким содержанием примесей (кр. 3 и 6).

После ТМО (сх. 2) ударная вязкость сталей повысилась (рис. 2, б, кр. 4–6), а показатели прочности практически не изменились (кр. 1–3). Обращают на себя внимание относительно высокие показатели свойств при $t_{ГШ} = 900$ °С. Для объяснения причин обнаруженного эффекта следует оценить реальную температуру объема пористой

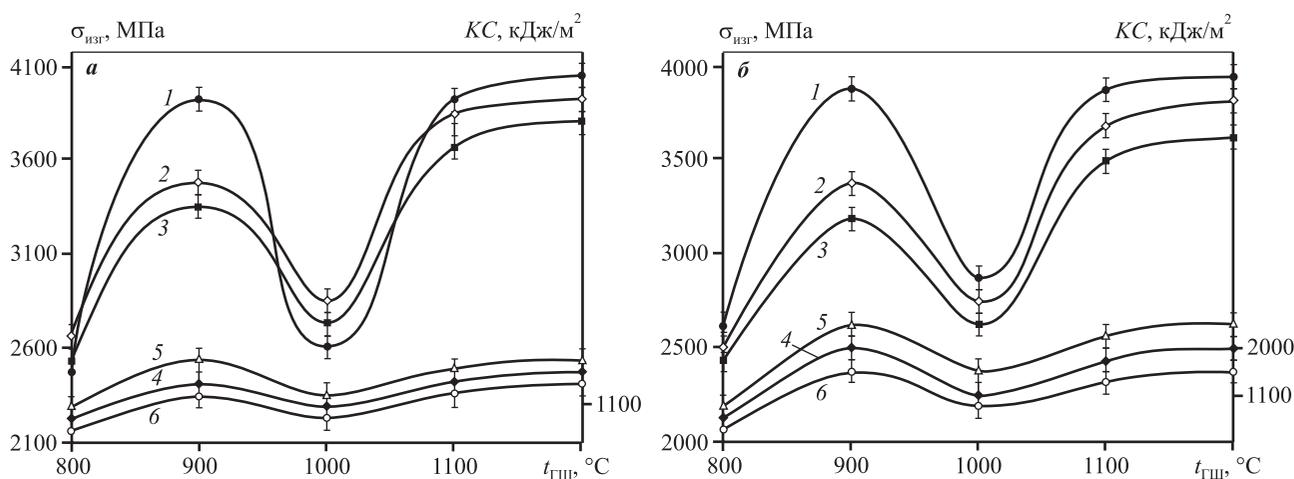


Рис. 2. Влияние температуры ГШ на прочность на изгиб (1–3) и ударную вязкость (4–6) эвтектоидных горячедеформированных порошковых сталей с микродобавками 0,3 мас.% Са, полученных по схемам 1 (а) и 2 (б)

1, 4 – Astaloy CrM; 2, 5 – ABC 100.30; 3, 6 – ПЖВ 2.160.26

Fig. 2. Effect of hot forging temperature on bending strength (1–3) and impact strength (4–6) of hot-deformed eutectoid powder steels with 0.3 wt.% Ca microadditives produced according to Diagrams 1 (a) and 2 (б)

1, 4 – Astaloy CrM; 2, 5 – ABC 100.30; 3, 6 – PZhV 2.160.26 reduced iron powder

заготовки и ее поверхностных слоев на момент проведения горячей деформации.

Охлаждение заготовки начинается в момент ее извлечения из контейнера печи. В соответствии с оценкой, выполненной авторами [2], за счет ньютоновского охлаждения при технологической передаче заготовки из печи в матрицу в течение 4 с ее температура снижается на ~ 55 °С [2]. На последующем технологическом этапе поверхностные слои заготовки охлаждаются при контакте со стенками матрицы и поверхностями пуансонов в процессе деформации. Распределение температур по сечению заготовки имеет сложный характер, зависящий от температур заготовки и пресс-инструмента, температур- и теплопроводности материалов заготовки и пресс-инструмента, продолжительности контактирования до окончания процесса деформации, зависящей от скорости деформации. Согласно [2] характеристическая глубина подстуживания (глубина слоя, в котором падение температуры составляет 1 % от разницы температур заготовки и контактной поверхности заготовка–матрица) при штамповке на кривошипных прессах составляет $\sim 2,3$ мм.

Применительно к условиям проведения настоящего эксперимента подстуживание поверхностных слоев заготовки в ходе ее деформации при контакте с поверхностями пресс-инструмен-

та невелико и составляет 10 °С. Более значимым оказывается подстуживание заготовки при ее нахождении в полости матрицы на торце нижнего пуансона до момента нанесения удара, продолжительность которого складывается из времени оператора и времени подлета бойка к торцевой поверхности верхнего пуансона. Ориентировочно можно принять, что величина такого подстуживания составляет порядка 40 °С, а общее падение температуры поверхностных слоев — около 100 °С.

Приведенные оценки свидетельствуют о том, что при $t_{\text{ГШ}} = 1000\text{--}1200$ °С в процессе реализации схемы 2 объем заготовки и ее поверхностные слои подвергаются ВТМО. При $t_{\text{ГШ}} < 1000$ °С в них могут создаваться условия реализации аусформинга, однако при $t_{\text{ГШ}} = 800$ °С деформируемость материала заготовки в поверхностных слоях неудовлетворительна, что негативным образом отражается на показателях механических свойств. Максимум значений $\sigma_{\text{изг}}$ и КС, наблюдаемый при $t_{\text{ГШ}} = 900$ °С, обусловлен оптимальным сочетанием температурных условий реализации ВТМО в объеме заготовки и аусформинга (НТМО) в ее поверхностных слоях.

Структура поверхностного слоя образцов с микродобавками Na или Ca, полученных по схеме 1, представляет собой мелкоигольчатый мартенсит (балл 3–4 по шкале 3 «Мартенсит» ГОСТ 8233-56)

с включениями цементита. При реализации схемы 2 предполагалось удаление обезуглероженного и дефектного поверхностного слоя толщиной ~0,7 мм. Тем не менее структура поверхностного слоя образцов после механической обработки отличалась от структуры сердцевины, поскольку глубина подстуживания была примерно в 2 раза больше (см. выше).

Определяющее влияние на структуру поверхностного слоя образцов высокоуглеродистых порошковых сталей, полученных по схеме 2, оказала температура нагрева заготовок. При $t_{ГШ} = 1000\div 1200$ °С она представляла собой мелкоигольчатый мартенсит (балл 3), а при $t_{ГШ} = 800\div 900$ °С — скрытоигольчатый (балл 1) и весьма мелкоигольчатый (балл 2) мартенсит с незначительным количеством остаточного аустенита. В структуре образцов-свидетелей, полученных без микродобавок легирующих элементов, мартенсит более крупнозернистый, соответствующий баллам 4 ($t_{ГШ} = 1000\div 1200$ °С) и 3 ($t_{ГШ} = 800\div 900$ °С) (рис. 3, а).

Реализация схемы 2 обеспечила проявление эффекта ТМО в материале заготовки, что обусловило формирование микронапряжений, величина которых существенно превышает соответствующие значения у образцов, полученных по схеме 1 (см. таблицу и рис. 4).

Зависимости показателей выносливости порошковых сталей с микродобавками кальция, полученных при $t_{ГШ} = 1200$ °С, в состоянии после цементации и термообработки (сх. 1) в условиях воздействия контактного и малоциклового нагружения от содержания углерода ($C_{СМ}$) имеют немонотонный характер с максимумом, соответствующим эвтектоидному составу (рис. 5). Наибольшие значения N_{90} и $N_{МЦУ}$ продемонстрировали образцы хромомолибденовых сталей (кр. 1 и 4). В условиях малоциклового усталостного нагружения трещины зарождаются в поверхностном цементированном слое вблизи неметаллических включений. Развитие получает магистральная трещина, образующая при своем распространении зоны излома, характерные для усталостного разрушения:

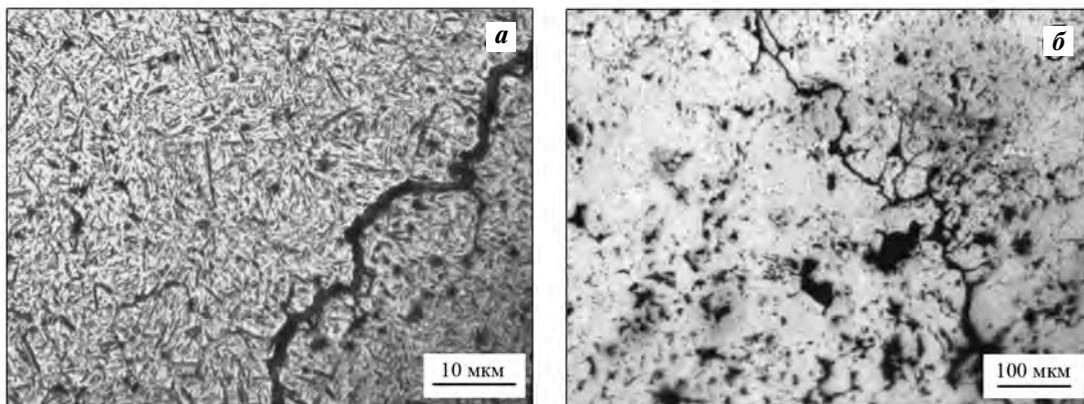


Рис. 3. Микроструктуры образцов высокоуглеродистой порошковой стали ПЖВ2.160.26 без микродобавок легирующих элементов, полученных по схеме 2 ($t_{ГШ} = 900$ °С)

а – трещина малоциклового усталости; *б* – контактно-усталостная трещина, очаг развития которой расположен на поверхности

Fig. 3. Microstructures of PZhV2.160.26 high-carbon powder steel without alloying microadditives produced according to Diagram 2 ($t_{ГШ} = 900$ °С)

a – low-cycle fatigue crack; *b* – contact wear crack with a nucleus on the surface

Результаты анализа дифрактограмм образцов эвтектоидных порошковых сталей с микродобавками кальция
XRD pattern analysis results for samples of eutectoid powder steels with calcium microadditives

Технологическая схема	$t_{ГШ},$ °С	Микронапряжения	Размер ОКР, нм
1	1200	0,00167	51
2	900	0,00741	10

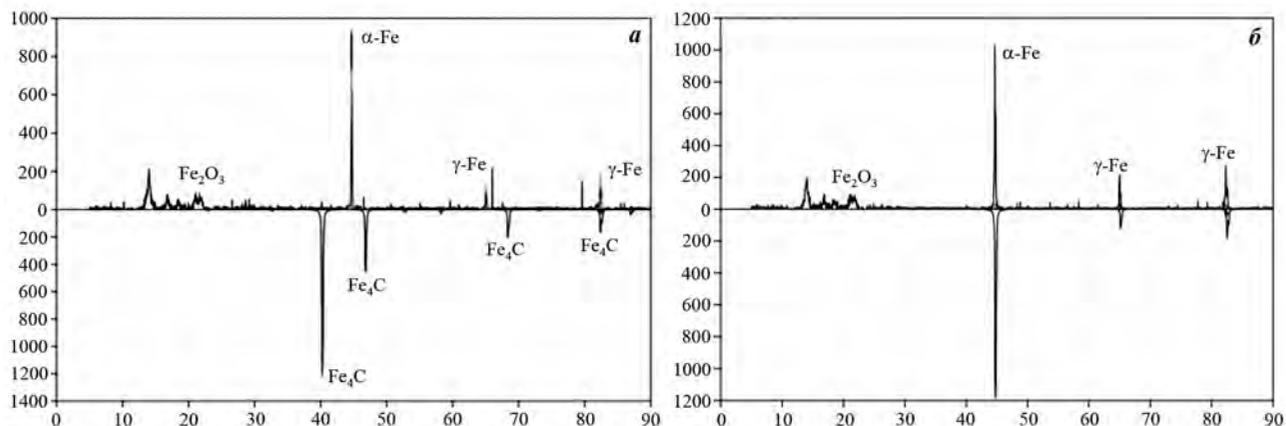


Рис. 4. Рентгеновские дифрактограммы эвтектоидных порошковых сталей с добавкой 0,3 мас.% Са
a – схема 1, $t_{\Gamma\Pi\Pi} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$; *б* – схема 2, $t_{\Gamma\Pi\Pi} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$

Fig. 4. XRD patterns of eutectoid powder steels with 0.3 wt.% Ca additive
a – Diagram 1, $t_{\Gamma\Pi\Pi} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$; *б* – Diagram 2, $t_{\Gamma\Pi\Pi} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$

зону усталости и зону долома. Переходная зона существенного развития не получает [26] (рис. 6, *a*).

В зоне усталости, начало которой расположено в цементированном слое, рельеф излома гладкий,

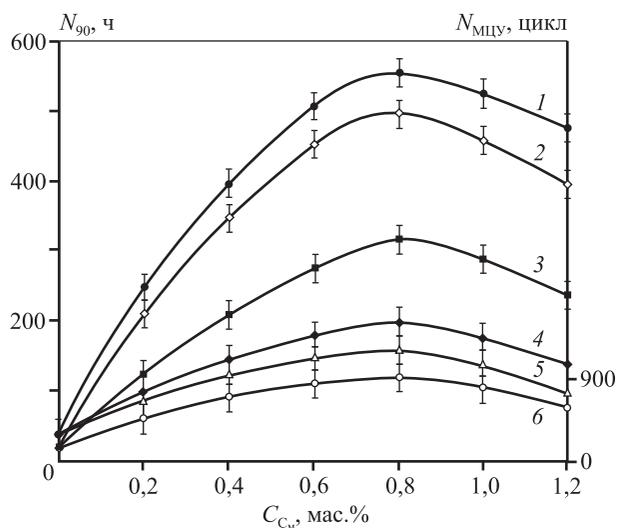


Рис. 5. Влияние содержания углерода на контактную (*1–3*) и малоцикловую (*4–6*) выносливость горячедеформированных порошковых сталей с микродобавками 0,3 мас.% Са ($t_{\Gamma\Pi\Pi} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$)
1, 4 – Astaloy CrM; *2, 5* – ABC 100.30; *3, 6* – ПЖВ 2.160.26

Fig. 5. Effect of carbon content on contact (*1–3*) and low-cycle (*4–6*) fatigue strength of hot-deformed powder steels with 0.3 wt.% Ca microadditives ($t_{\Gamma\Pi\Pi} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$)
1, 4 – Astaloy CrM; *2, 5* – ABC 100.30; *3, 6* – PZhV 2.160.26

а в зоне долома он имеет скользящий транскристаллитный характер, участки интеркристаллитного разрушения не фиксируются, что существенным образом отличает изломы микролегированных образцов от изломов образцов-свидетелей без микродобавок легирующих элементов (рис. 6, *б, в*).

Наименьшие значения характеристик выносливости демонстрируют образцы на основе порошка ПЖВ 2.160.26 с относительно высоким содержанием неметаллических включений, в основном силикатов. В связи с отсутствием отечественного стандарта, регламентирующего содержание неметаллических включений в горячештампованных порошковых сталях, целесообразно воспользоваться рекомендациями ASTM B796 и ISO13947: 2011 [27, 28]. В соответствии с требованиями указанных стандартов на поверхности шлифа площадью 100 мм^2 допускается:

- не более 100 включений длиной $l \geq 30\text{ мкм}$;
- не более 4 включений с $l \geq 100\text{ мкм}$;
- не более 1,5 включений с $l \geq 150\text{ мкм}$.

Стали на основе порошков Astaloy CrM и ABC 100.30 отвечают всем приведенным требованиям, а на основе ПЖВ 2.160.26 не соответствуют первому из них.

На рис. 7 приведены зависимости характеристик выносливости микролегированных порошковых сталей в состоянии после термомеханической обработки от содержания углерода. Кривые имеют немонотонный характер с максимумом при

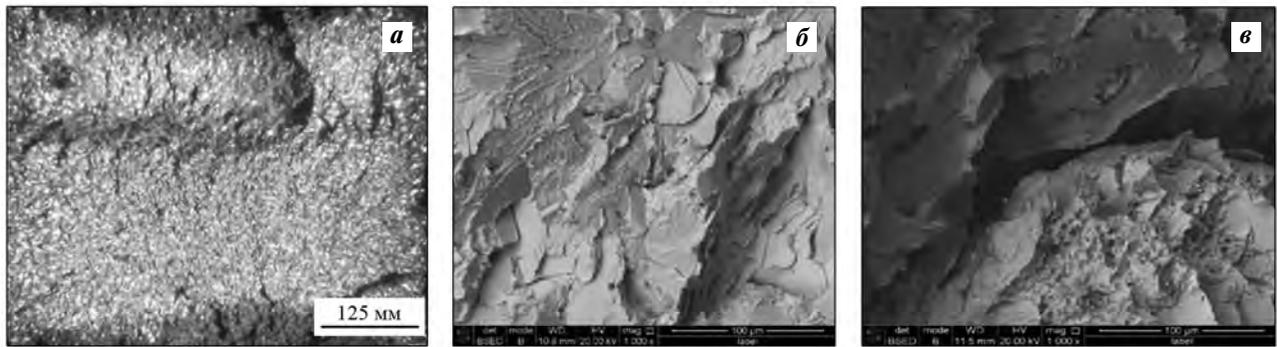


Рис. 6. Малоцикловое усталостное разрушение эвтектоидных порошковых сталей Astaloy CrM с добавкой 0,3 мас.% Ca (**a, б**) и без нее (**в**), полученных по схеме 1 ($t_{ГШ} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$)

a – общий вид излома; **б** – зона долома, участок транскристаллитного разрушения; **в** – зона долома, участок межчастичного разрушения

Fig. 6. Low-cycle fatigue failure of eutectoid powder steels Astaloy CrM with 0.3 wt.% Ca microadditive (**a, б**) and without it (**в**) produced according to Diagram 1 ($t_{ГШ} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$)

a – general view of fracture; **б** – break area, transcrystalline fracture section; **в** – break area, interparticle fracture section

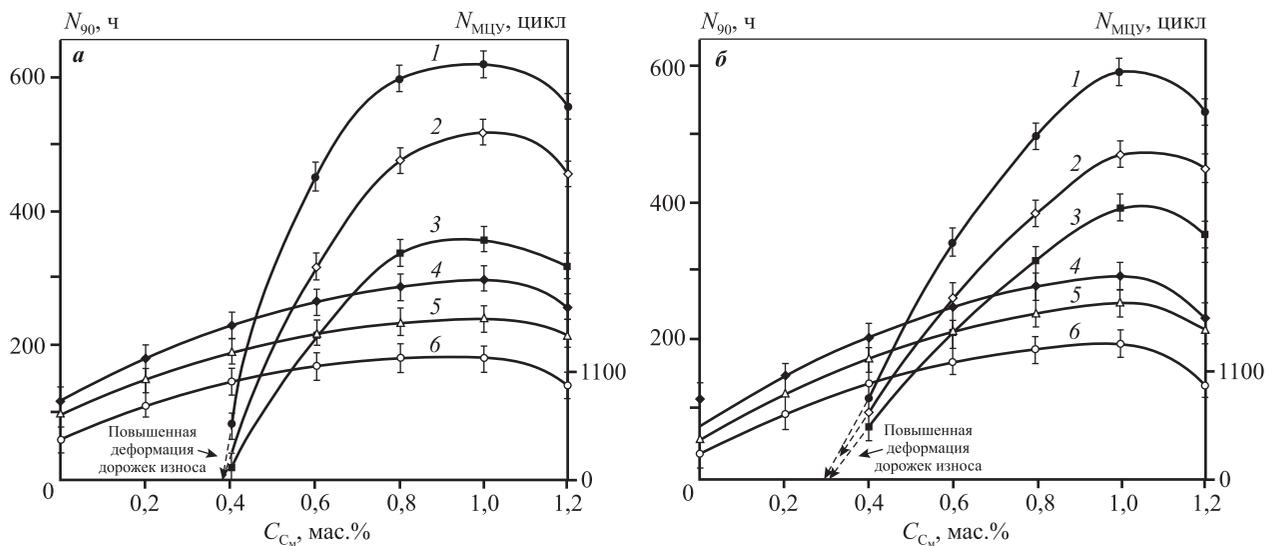


Рис. 7. Влияние содержания углерода на контактную (**1–3**) и малоцикловую (**4–6**) выносливость горячедеформированных порошковых сталей с микродобавками 0,3 % Ca (**a**) и 0,2 % Na (**б**), полученных по схеме 2 ($t_{ГШ} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$)

1, 4 – Astaloy CrM; **2, 5** – ABC 100.30; **3, 6** – ПЖВ 2.160.26

Fig. 7. Effect of carbon content on contact (**1–3**) and low-cycle (**4–6**) fatigue strength of hot-deformed powder steels with 0.3 % Ca (**a**) and 0.2 % Na (**б**) microadditives produced according to Diagram 2 ($t_{ГШ} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$)

1, 4 – Astaloy CrM; **2, 5** – ABC 100.30; **3, 6** – PZhV 2.160.26

$C_{C_M} = 0,8 \div 1,0$ мас.%. В ходе испытаний на контактную выносливость низкоуглеродистых сталей ($C_{C_M} < 0,4$ мас.%) наблюдается существенная деформация дорожек износа на поверхности образцов (штриховые участки кривых). При повышении C_{C_M} в интервале 0,4–1,0 мас.% значения N_{90} и $N_{MЦУ}$ возрастают в связи с увеличением количе-

ства мартенсита и уменьшением количества троостита. В частности, структура среднеуглеродистых сталей соответствует баллам 6 и 7, а высокоуглеродистых – баллам 1 и 2 шкалы 8 «Соотношение мартенсита и троостита» ГОСТ 8233-56.

При $C_{C_M} > 1,0$ мас.% происходит снижение характеристик выносливости в связи с увеличением

количества избыточного цементита и размеров его выделений. Следует отметить, что в заэвтектидных микролегированных сталях ($C_{C_M} = 1,0$ мас. %) избыточный цементит не наблюдался. В соответствии с теоретической и экспериментальной оценками, выполненными авторами [29], включения цементита в хромистой подшипниковой стали размером ~ 1 мкм могут растворяться при $t = 915$ °С в течение 10 мин. Поскольку в условиях настоящего эксперимента температура преддеформационного нагрева составляла 900 °С, растворение включений цементита размером 1–2 мкм, образовавшихся в процессе замедленного охлаждения после высокотемпературного спекания железографитовой композиции, может быть связано с активной диффузией углерода в присутствии добавок Na или Ca. Возможность такой активации отмечалась и ранее [30].

В структуре пористых заготовок образцов-свидетелей без микродобавок включения избыточного цементита присутствуют, что служит дополнительным фактором разупрочнения (помимо влияния неметаллических включений), проявляющимся при малоцикловом и контактном нагружении (см. рис. 3). Размер этих включений в структуре образцов-свидетелей в состоянии после спекания составляет 3–4 мкм.

Таким образом, введение микролегирующих добавок обеспечивает:

- уменьшение размеров включений цементита при спекании холоднопрессованных заготовок;
- растворение мелких включений цементита, сформировавшихся при спекании, в процессе аустенитизирующего преддеформационного нагрева спеченных заготовок.

Максимальные показатели выносливости в условиях контактного и малоциклового нагружения демонстрируют образцы высокоуглеродистых хромомолибденовых порошковых сталей с микродобавками Ca (рис. 7, а, кр. 1, 4). У образцов, микролегированных Na, она несколько ниже, что связано с вероятностью окисления поверхности частиц исходного Ст-содержащего порошка на начальной стадии нагрева при выполнении операции удаления связующего (600 °С, 1 ч) парами воды, которые образуются в процессе разложения бикарбоната натрия (180 °С) [9]. Значения N_{90} и $N_{МЦУ}$ сталей на основе нелегированных железных порошков оказались значительно меньше по сравнению с хромомолибденовыми (ср. кр. 2, 3, 5, б и 1, 4 на рис. 7).

Контактная выносливость микролегированных порошковых сталей после термомеханической обработки (сх. 2) превышает соответствующие показатели сталей аналогичного состава в состоянии после цементации и термообработки. Наибольшее значение N_{90} сталей с микродобавками Ca, полученных по схеме 1, составило 560 ч, а по схеме 2 — 620 ч. Максимальные значения $N_{МЦУ}$ и $KС$ образцов после термомеханической обработки также оказались выше по сравнению с аналогами, полученными по схеме 1. Соответствующие значения $N_{МЦУ}$ и $KС$ образцов, полученных по схеме 2, составили 2140 циклов и 2500 кДж/м², а по схеме 1 — 1500 циклов и 2070 кДж/м².

Указанная закономерность несколько нарушается при сравнительном анализе показателей прочности на изгиб. Максимальные значения $\sigma_{изг} = 4040$ МПа продемонстрировали образцы, полученные по схеме 1. У образцов после термомеханической обработки они немного ниже — 3940 МПа. Однако такое различие не является существенным и связано, по всей видимости, с более равномерным распределением углерода в цементированном слое образцов, полученных по схеме 1.

Выводы

1. Термомеханическая обработка является эффективным способом повышения ударной вязкости и характеристик выносливости горячедеформированных порошковых сталей с микродобавками Na или Ca в условиях воздействия контактного и малоциклового усталостного нагружения.

2. Проведение ТМО обеспечивает возможность снижения температуры горячей допрессовки пористых заготовок без ухудшения показателей механических свойств получаемых порошковых сталей. Оптимальная температура горячей штамповки пористых заготовок составляет 900 °С.

3. Повышение ударной вязкости, контактной и малоциклового выносливости порошковых сталей, полученных с применением ТМО, в сравнении с образцами после цементации и термообработки связано с формированием в первом случае более мелкозернистой структуры и больших микронапряжений кристаллической решетки. Подстуживание поверхностных слоев заготовки при выполнении технологических операций ГШ создает условия реализации в них аусформинга.

4. Несмотря на возможность снижения температуры ГШ, при реализации ТМО необходимо

предусмотреть дополнительные меры по предотвращению обезуглероживания поверхностного слоя заготовок. В противоположность этому при реализации технологической схемы, включающей проведение цементации и термообработки, такие меры не требуются.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 19-08-00107 А.

Снимки на растровом микроскопе-микроанализаторе Quanta 200i3D (Нидерланды), а также рентгеновские дифрактограммы на дифрактометре ARL X'TRA (Швейцария) получены в Центре коллективного пользования «Нанотехнологии» ЮРГПУ (НПИ).

Авторы выражают благодарность компании «Хёганес Восточная Европа» (Россия) за предоставленные железные порошки производства фирмы «Höganäs AB» (Швеция).

Acknowledgments: *The research was funded by the Russian Foundation for Basic Research, Grant № 19-08-00107 А.*

Images on the Quanta 200i3D scanning electron/microprobe analyzer (Netherlands), and XRD patterns on the ARL X'TRA diffractometer (Switzerland) were obtained at the «Nanotechnology» common use center of the M.I. Platov South-Russian State Polytechnic University (NPI).

The authors thank Höganäs East Europe (Russia) for Höganäs AB (Sweden) iron powders provided.

Литература/References

1. Дорюфеев Ю.Г. Динамическое горячее прессование порошковых заготовок. М.: Металлургия, 1977. *Dorofeyev Yu.G. Dynamic hot pressing of powder blanks. Moscow: Metallurgiya, 1977 (In Russ.).*
2. Kuhn H.A., Ferguson B.L. Powder forging. Princeton, New Jersey: MPIF, 1990.
3. Бернштейн М.Л. Термомеханическая обработка металлов и сплавов. Т. 1. М.: Металлургия, 1968. *Bernshtein M.L. Thermomechanical treatment of metals and alloys. Vol. 1. Moscow: Metallurgiya, 1968 (In Russ.).*
4. Bernshtein M.L., Kaputkina L.M., Konyukova E.V., Nikishov N.A., Shakhkerimov R.N. Changes in the structure of thermomechanically hardened austenite under the effect of temperature and deformation. *Russ. Metallurgy. Metal-ly.* 1985. No. 1. P. 80—88.
5. Ishikawa T. Understanding and controlling microstructural evolution in metal forming: an overview. In: *Micro-structure evolution in metal forming processes* (Eds. J. Lin, D. Balint, M. Pietrzyk). Oxford, Cambridge, Philadelphia, New Delhi: Woodhead Publ. Ltd., 2012.
6. Yoshie A., Fujioka M., Watanabe Y., Nishioka K., Morikawa H. Modelling of microstructural evolution and mechanical properties of steel plates produced by thermomechanical control process. *ISIJ Int.* 1992. Vol. 32. P. 395—403.
7. Caminaga C., Button S.T. Mechanical properties of aus-forged 27MnSiVS6 microalloyed steel. *Rem: Rev. Esc. Minas.* 2013. Vol. 66. No. 3. P. 331—338.
8. Наседкина Я.И., Каравеева М.В., Кайбышев О.А. Влияние комбинированной термомеханической обработки на структуру и механические свойства высокоуглеродистой подшипниковой стали. *Вестник УГАТУ. Машиностроение.* 2012. Т. 16. No. 5 (50). С. 145—148. *Nasedkina Ya.I., Karavaeva M.V., Kaibyshev O.A. Influence of combined thermomechanical treatment on the structure and mechanical properties of high-carbon bearing steel. Vestnik UGATU. Mashinostroenie.* 2012. Vol. 16. No. 5 (50). P. 145—148 (In Russ.).
9. Дорюфеев В.Ю., Свиридова А.Н., Свистун Л.И. Влияние микролегирования натрием на контактную выносливость и механические свойства горячедеформированных порошковых сталей. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия.* 2019. No. 4. С. 4—13. *Dorofeyev V.Yu., Sviridova A.N., Svistun L.I. Influence of Sodium microalloying on rolling contact endurance and mechanical properties of hot-deformed powder steels. Russ. J. Non-Ferr. Met.* 2020. Vol. 61. No. 3. P. 354—361.
10. Bernardo E., Galán-Salazar A., Campos M., Torralba J.M. A new approach to understand the contribution of the microstructure in the fracture behavior of sintered steels. *Int. J. Powder Metal.* 2016. Vol. 52. No. 2. P. 29—35.
11. Kabatova M., Dudrova E., Wronski A.S. Microcrack nucleation, growth, coalescence and propagation in the fatigue failure of a powder metallurgy steel. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 2009. Vol. 32. P. 214—222. DOI: 10.1111/j.1460-2695.2009.01328.x.
12. Phillips R.A., King J.E., Moon J.R. Fracture toughness of some high density PM steels. *Powder Metal.* 2000. Vol. 43. No. 1. P. 43—48. DOI: 10.1179/pom.2000.43.1.43.
13. MPIF Standard 35. Materials Standards for PM Structural Parts. Princeton, NY: MPIF, 2012.
14. Saritas S., James W.B., Lawley A. Fatigue properties of sintered steels: A critical review. In: *Proc. European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy* (Nice, France, 22—24 October, 2001). EPMA, 2001. Vol. 1. P. 272—285.
15. Звонарев Е.В., Дьячкова Л.Н., Керженцева Л.Ф., Шидловская С.И. Микролегирование щелочными металлами порошковых материалов на основе железа. *MuTOM.* 1991. No. 8. С. 29—32. *Zvonarev E.V., D'yachkova L.N., Kerzhentseva L.F., Shidlovskaya S.I. Microalloying with alkali metals of powder*

- materials based on iron. *Metal Sci. Heat Treatment*. 1991. Vol. 33. No. 8. P. 612—616.
16. Дьячкова Л.Н., Глухова Н.П., Звонарев Е.В., Самаль Г.И. Влияние микродобавок на структуру и свойства порошковой углеродистой стали. *МуТОМ*. 1991. No. 1. С. 37—39.
D'yachkova L.N., Glukhova N.P., Zvonarev E.V., Samal' G.I. Effect of microadditions on the structure and properties of powder carbon steel. *Metal Sci. Heat Treatment*. 1991. Vol. 33. No. 1. P. 64—68.
 17. Villalobos J.C., Del-Pozo A., Campillo B., Mayen J., Serna S. Microalloyed steels through history until 2018: Review of chemical composition, processing and hydrogen service. *Metals*. 2018. Vol. 8. No. 5. Art. 351. DOI: 10.3390/met8050351.
 18. Дорофеев Ю.Г., Дорофеев В.Ю., Кочкарлова Х.С. Особенности распределения микролегирующих элементов в горячедеформированных порошковых материалах на основе железа и их влияния на качество межчастичного сращивания. *МуТОМ*. 2013. No. 8. С. 35—39.
Dorofeyev Yu.G., Dorofeyev V.Yu., Kochkarova Kh.S. Special features of distribution of microalloying elements in hot-deformed iron-base powder materials and their influence on the quality of interparticle bonding. *Metal Sci. Heat Treatment*. 2013. Vol. 55. No. 7-8. P. 433—437. DOI: 10.1007/s11041-013-9650-4.
 19. Brodetskii I.L., Kharchevnikov V.P., Belov B.F., Trotsan A.I. Effect of calcium on grain boundary embrittlement of structural steel strengthened with carbonitrides. *Metal Sci. Heat Treatment*. 1995. Vol. 37. No. 5. P. 200—202.
 20. Харлашин П.С., Ершов Г.С., Гаврилюк Г.В. Микролегирование и модифицирование сталей и сплавов. *Вестник Приазовского гос. техн. ун-та*. 1995. Вып. 1. С. 21—29.
Kharlashin P.S., Ershov G.S., Gavrilyuk G.V. Microalloying and modification of steels and alloys. *Vestnik Priazovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*. 1995. Iss. 1. P. 21—29 (In Russ.).
 21. Dorofeyev V.Y., Sviridova A.N., Berezhnoy Y.M., Bessarabov E.N., Kochkarova K.S., Tamadaev V.G. Rolling contact fatigue of hot-deformed powder steels with calcium microadditives. *IOP Conf. Series: Mater. Sci. Eng.* 2019. Vol. 537. Art. 022046. DOI: 10.1088/1757-899X/537/2/022046.
 22. Сарбаш Р.И. Усталостная долговечность образцов из порошковой стали в условиях малоциклового жесткого нагружения. *Порошковая металлургия*. 1988. No. 9. С. 78—83.
Sarbash R.I. Fatigue endurance of specimens of a powder steel in low-cycle hard loading conditions. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 1988. Vol. 27. No. 9. P. 746—749. DOI: 10.1007/BF00796238.
 23. Дорофеев В.Ю., Кочкарлова Х.С. Горячая штамповка порошковых материалов на основе железа с микродобавками натрия и кальция. *Сб. тр. науч. практ. семинара «Новые материалы и изделия из металлических порошков. Технология. Производство. Применение (ТПП-ПМ2011)»* (г. Йошкар-Ола, 28—30 июня 2011 г.). Йошкар-Ола, 2011. С. 109—114.
Dorofeyev V.Yu., Kochkarova Kh.S. Hot forging iron-based powder materials with micro-additives of sodium and calcium. In: *Sbornik trudov nauchno-prakticheskogo seminara «Noviye materialy i izdeliya iz metallicheskih poroshkov. Tekhnologiya. Proizvodstvo. Primeneniye (TPP-PM2011)»* (Yoshkar-Ola, 28—30 June 2011). Yoshkar-Ola, 2011. P. 109—114 (In Russ.).
 24. Donaldson I.W. Fatigue performance of powder metallurgy materials. *Int. J. Powder Metal*. 2019. Vol. 55. No. 1. P. 39—45.
 25. Орлов А.В., Черменский О.Н., Нестеров В.М. Испытания конструкционных материалов на контактную усталость. М.: Машиностроение, 1980.
Orlov A.V., Chertmenskii O.N., Nesterov V.M. Tests of structural materials for rolling contact fatigue. Moscow: Mashinostroenie, 1980 (In Russ.).
 26. Suresh S. Fatigue of materials (2nd ed.). Cambridge: Cambridge University Press, 1998. DOI: 10.1017/CBO9780511806575.
 27. ASTM B796-20. Standard Test Method for Nonmetallic Inclusion Content of Ferrous Powders Intended for Powder Forging (PF) Applications. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2020. DOI: 10.1520/B0796-20.
 28. ISO 13947:2011. Metallic powders — Test method for the determination of non-metallic inclusions in metal powders using a powder-forged specimen. CS 77.160. December 2011. P. 5.
 29. Erişir E., Bilir O.G., Gezmişoğlu A.E. A study of carbide dissolution in bearing steels using computational thermodynamics and kinetics. In: *COMAT 2016. 4th International Conference Recent Trends in Structural Material*. Pilsen (Czech Republic, 9-11 November, 2016). URL: <https://www.researchgate.net/publication/311495009> (accessed: 04.11.2020).
 30. Дьячкова Л.Н., Керженцева Л.Ф., Маркова Л.В. Порошковые материалы на основе железа. Минск: Тонпик, 2004.
D'yachkova L.N., Kerzhentseva L.F., Markova L.V. Iron based powder materials. Minsk: Tonpik, 2004 (In Russ.).