

ЕФЕКТИВНІСТЬ СХОДИНКОВОГО СТАРІННЯ СПЛАВУ З ІНТЕРМЕТАЛІДНО-КАРБІДНИМ ЗМІЦНЕННЯМ ДЛЯ ІНСТРУМЕНТІВ ГАРЯЧОГО ДЕФОРМУВАННЯ МЕТАЛІВ

Мета роботи. Підвищення твердості та високотемпературної міцності сплаву ХН30ВМЮ зі змішаним інтерметалідно-карбідним зміцненням шляхом використання сходинкового старіння замість одинарного.

Методи досліджень. Для пошуку найбільш ефективних режимів сходинкового старіння дослідженого сплаву використана методика математичного планування експерименту. При дослідженні особливостей виділення в сплаві зміцнювальних фаз застосовано метод електронної мікроскопії (вуглцеві репліки).

Отримані результати. Визначено найбільш ефективний режим сходинкового старіння сплаву зі змішаним інтерметалідно-карбідним, що забезпечує йому, порівняно з одинарним старінням, зростання твердості і високотемпературної міцності без зниження характеристик пластичності.

Наукова новизна. Показано, що для сплаву зі змішаним інтерметалідно-карбідним зміцненням сходинкове старіння, порівняно з одинарним, забезпечує більш значне дисперсійне твердіння. При цьому старіння за схемою НТ + ВТ має переваги порівняно зі схемою ВТ + НТ. Ефективності сходинкового старіння сприяє утворенню частинок фази Лавеса типу $Fe_2(W, Mo)$ на попередньо виділених частинках карбіду типу $M_{23}C_6$, як на підкладці. Сходинкове старіння дослідженого сплаву призводить до більшої дисперсності, а отже, і кількості частинок зміцнювальних фаз.

Практична цінність. Досягнуто зростання твердості та високотемпературної міцності сплаву ХН30ВМЮ при застосуванні сходинкового старіння замість одинарного, що, забезпечує кращу працездатність виготовленого з нього інструменту для гарячого деформування металів.

Ключові слова: сплав на залізнікелевій основі, інтерметалідно-карбідне зміцнення, сходинкове старіння, твердість, високотемпературна міцність, рівняння регресії, дисперсність фаз.

Вступ

Для високих (вище 700 °С) температур експлуатації пресових інструментів запропоновано сплав на залізнікелевій основі марки ХН30ВМЮ із дисперсійним твердінням [1, 2]. Сплав має основу з ГЦК кристалічною граткою, а легування забезпечує йому зміцнення при старінні за рахунок виділення дисперсних частинок карбідів типу $M_{23}C_6$ і інтерметалідів: γ' - фази типу Ni_3Al та фази Лавеса типу $Fe_2(W, Mo)$. Рекомендована зміцнювальна термічна обробка сплаву полягає в гартуванні від температури 1250 °С (витримка 2 години) в маслі та наступного старіння 800 °С, 20 годин. В загартованому стані сплав має твердість близько 86 HRB (тобто нижче мінімальних значень вимірювань за шкалою HRC). Після подальшого старіння твердість зростає до 22 HRC (більше 100 HRB), а механічні властивості при температурі 750 °С становлять (середні значення): границя текучості 200 МПа, границя міцності 370 МПа, відносне подовження 29 %, відносне звуження 42 %, ударна в'язкість 43 Дж/см². Хоча за твердістю сплав суттєво поступається найбільш теплостійким серійним штамповим сталям типу 5ХЗВ3МФС(ДИ23), проте при температурах вище 750 °С він має значно (в 1,5–2 рази) більші значення характеристик міцності, що і забезпечує йому суттєво

кращу працездатність і, відповідно, економічну доцільність використання при високотемпературних умовах експлуатації [1]. Водночас резерв працездатності сплаву, на наш погляд, використано не повно і полягає в удосконаленні його термічної обробки для підвищення характеристик міцності.

Метою роботи є підвищення твердості та високотемпературної міцності сплаву ХН30ВМЮ зі змішаним інтерметалідно-карбідним зміцненням через використання сходинкового старіння замість одинарного. Таке старіння, згідно багатьох досліджень [3–5 та інші], порівняно зі звичайним (одинарним), повинно збільшувати здатність до дисперсійного твердіння без зменшення пластичності сплаву.

Методи досліджень

Сплав для досліджень виплавляли у відкритій індукційній печі ємністю 50 кг з розливанням в шамотні трубки внутрішнім діаметром 80 мм та довжиною 1200 мм. Далі відливки піддавали електрошлаковому переплаву в кристалізатор діаметром 150 мм. Отримані злитки піддавали куванню на прутки квадратом 20 мм, з яких виготовляли зразки для досліджень. Досліджувана плавка відповідала марочному складу сплаву і мала та-

кий вміст компонентів (масова частка елементів, %): С 0,13; Cr 15,2; Ni 30,3; W 5,0; Mo 5,1; Al 1,4; Si 0,3; Mn 0,5; Fe – решта. Пошук ефективних режимів сходинкового старіння виконували при різних способах (послідовностях) зміни температур старіння: спочатку низькотемпературне, потім високотемпературне (НТ + ВТ) та навпаки – спочатку високотемпературне, потім низькотемпературне (ВТ + НТ). Сходинкове старіння виконували після попереднього гартування за тим же режимом, що і для одинарного (1250 °С, витримка 2 години, охолодження в маслі). Дослідження впливу сходинкового старіння на твердість та ударну в'язкість виконували за методикою математичного планування експерименту з використанням дрібної репліки 2⁴⁺¹. Визначальний контраст відповідав співвідношенню $X_1X_2X_3=X_4$. Усього виконувалось 11 дослідів, з яких перші 8 відповідали матриці планування, а останні – 3-нульовому рівню і використовувались для визначення дисперсії відтворюваності. Електронно-мікроскопічне дослідження мікроструктури проводили з використанням вуглецевих реплік.

Результати досліджень

Після рекомендованої термічної обробки з одинарним старінням сплав мав мікроструктуру, що наведена на рис. 1.

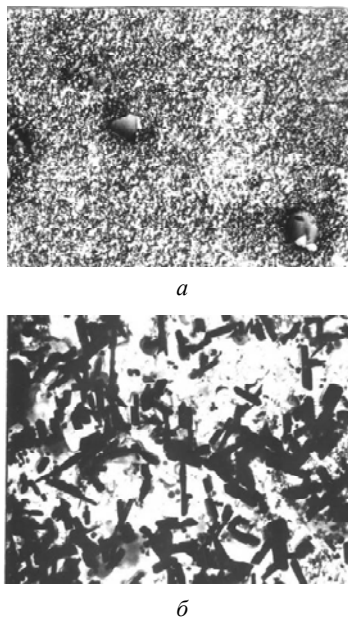


Рис. 1. Мікроструктура сплаву ХН30ВМЮ після гартування від температури 1250 °С, 2 години в маслі та подальшого старіння 800 °С, 20 годин, а – $\times 500$, б – $\times 10000$

В сплаві присутні в невеликій кількості крупні глобулярні частинки первинних надлишкових фаз (рис. 1а), а дисперсні частинки зміцнювальних фаз, що виділились при старінні, як показано на рис. 1б, мають різну морфологію. Згідно з результатами електронографічного аналізу, частинки порівняно рівноосної форми відповідають карбїду типу $M_{23}C_6$ та γ' -фазі типу Ni_3Al , а стрижнеподібні частинки, що розподілені окремо або

у вигляді скупчень (перехресть) – фазі Лавеса типу $Fe_2(W, Mo)$. За температурами утворення в сталях та сплавах на основі ГЦК кристалічної ґратки вказаним зміцнювальним фазам відповідає наступна послідовність [6, 7]: карбїд типу $M_{23}C_6$ – близько 650 °С, γ' -фаза – 750 °С, фаза Лавеса – 800 °С. Однак згідно з [8], характерною особливістю дисперсійного твердіння дослідженого сплаву є те, що більш раннє виділення частинок карбїду типу $M_{23}C_6$, пришвидшує утворення при старінні частинок фази Лавеса. Така роль карбїдів обумовлена тим, що голчасті частинки фази Лавеса зароджуються на їх поверхні, як на підкладці. Це видно з рис. 2 при температурі старіння, що відповідає виділенню карбїдної фази.

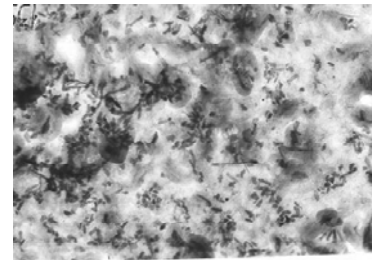


Рис. 2. Мікроструктура сплаву ХН30ВМЮ після гартування та старіння за режимом: 650 °С, 10 годин, $\times 50000$

За відсутності або малій кількості карбїдів (меншому вмісті вуглецю) частинки фази Лавеса при цій температурі старіння ще не утворювалися. Важливо, що легування сплаву вуглецем не тільки пришвидшує утворення частинок фази Лавеса, а й зменшує їх схильність до коагуляції при зростанні температури витримки [8]. Вказана особливість виділення частинок фази Лавеса повинна сприяти ефективності сходинкового старіння сплаву.

Розглянемо схему сходинкового старіння з послідовним зростанням температури (НТ + ВТ). В цьому випадку варіювались значення трьох різних температур старіння, та час старіння для однієї з температур. Обрані значення температур та часу старіння відповідали найбільш інтенсивному утворення різних фаз, що зміцнюють сплав. Параметрами оптимізації були твердість (HRC) та ударна в'язкість (КCU), яка визначалася при температурі 750 °С. Остання характеристика обрана для контролю схильності сплаву до утворення тріщин при експлуатації інструментів гарячої деформації металів. Рівні та інтервали варіювання незалежних факторів обраного сходинкового старіння наведені в табл. 1.

Значення температур першої сходинки старіння обрані для виділення карбїдних фаз, другої – γ' -фази типу Ni_3Al , третьої – фази Лавеса типу $Fe_2(W, Mo)$. Час старіння для першої та третьої сходинки був фіксованим і становив 10 годин та 20 годин відповідно, а для другої сходинки варіювався в межах, вказаних в табл. 1.

Згідно з отриманими результатами дослідів, твердість сплаву, залежно від режиму старіння, змінювалася від

23 до 27 одиниць, а ударна в'язкість в межах 32–44 Дж/см². За отриманими даними розраховані рівняння регресії, які, після виключення незначущих коефіцієнтів, мали такий вигляд:

$$\text{HRC} = 24,4 - 0,5 X_1 - 0,3 X_2 + 0,6 X_3 - 1,4 X_4 - 0,4 X_1 X_2;$$

$$\text{KCU}^{750}, \text{ Дж/см}^2 = 36,1 + 1,5 X_1 - 2,1 X_2 - 1,6 X_1 X_2 + 1,1 X_1 X_3.$$

Наявність в рівняннях нелінійних членів ускладнює оптимізацію режиму сходиноквого старіння.

Пошук найбільш ефективного режиму старіння виконували шляхом дослідження області навколо досліді з найкращим рівнем характеристик. Такому досліді відповідає сходинокве старіння за режимом: 700 °С, 10 годин + 725 °С, 15 годин + 800 °С, 20 годин ($X_1 = +1$, $X_2 = -1$, $X_3 = +1$, $X_4 = -1$). Цей режим старіння забезпечує твердість 27 HRC та ударну в'язкість 44 Дж/см², що переважає відповідні характеристики після одинарного старіння. З метою пошуку можливостей ще більшого підвищення твердості виконано уявне варіювання незалежних змінних навколо цього досліді в межах $1 < X_1 < 2$. Найбільше значення твердості, що становило 29 HRC, при досить високій ударній в'язкості (48 Дж/см²) відповідає такому уявному експерименту: $X_1 = +1,5$; $X_2 = -1,5$; $X_3 = +2$, $X_4 = -2$. Для такого режиму сходиноквого старіння температури першої та другої сходинок збігаються і дорівнюють близько 710 °С, час старіння для другої сходинок складає 20 годин, а температура третьої

сходинок – 775 °С. Збіг температур перших двох сходинок дозволяє їх об'єднати і спростити сходинокве старіння до такого режиму: 710 °С, 30 годин + 775 °С, 20 годин. Реалізація вказаного режиму старіння забезпечила сплаву твердість 29 HRC (тобто таку ж, як передбачалася згідно з рівнянням регресії), і такі механічні властивості при температурі 750 °С: границя текучості 284 МПа, границя міцності 419 МПа, відносне подовження 32 %, відносне звуження 44 %, ударна в'язкість 42 Дж/см². Тобто порівняно зі звичайним (одинарним) старінням досягнуто зростання твердості на 7 одиниць HRC, границі текучості на 80 МПа та границі міцності на 50 МПа без зменшення характеристик пластичності та ударної в'язкості.

При дослідженні сходиноквого старіння за схемою ВТ + НТ експеримент виконували для двох сходинок за умов, що наведені в табл. 2. В цьому випадку температура та час першої сходинок старіння варіювалися для найбільш повного виділення перш за все фази Лавеса, а параметри другої сходинок повинні забезпечувати додаткове виділення зміцнювальних фаз більшої дисперсності. За результатами реалізації 11 дослідів обраної матриці планування отримані значення твердості змінювалися в межах 18–24 HRC та ударна в'язкість від 34 до 55 Дж/см². Відповідні рівняння регресії були такими:

$$\text{HRC} = 20,4 - 1,5 X_1 + 0,5 X_3 + 0,6 X_1 X_2 + 0,5 X_1 X_3;$$

$$\text{KCU}^{750}, \text{ Дж/см}^2 = 41,5 + 2,7 X_1 - 2,2 X_2 - 2,2 X_3 - 2,6 X_1 X_2 - 1,9 X_1 X_3 + 20 X_2 X_3.$$

Таблиця 1 – Умови побудови факторного плану 2⁴⁺¹ для трьосходиноквого старіння за схемою НТ + ВТ

Найменування	Температура I сходинок, °С	Температура II сходинок, °С	Час витримки для II сходинок, годин	Температура III сходинок, °С
Кодове позначення	X_1	X_2	X_3	X_4
Нижній рівень	650	725	5	800
Середній Рівень	675	750	10	825
Верхній Рівень	700	775	15	850
Інтервал варіювання	25	25	5	25

Таблиця 2 – Умови побудови факторного плану 2⁴⁺¹ для двосходиноквого старіння за схемою ВТ + НТ

Найменування	Температура I сходинок, °С	Час витримки I сходинок, години	Температура II сходинок, °С	Час витримки II сходинок, години
Кодове позначення	X_1	X_2	X_3	X_4
Нижній рівень	800	20	725	5
Середній Рівень	825	25	750	10
Верхній Рівень	850	30	775	15
Інтервал варіювання	25	5	25	5

Отриманим рівнянням властива ще більша нелінійність порівняно з попередньою схемою сходиноквого старіння. До того ж для такого старіння досягнуті значення твердості є нижчими. Це свідчить про меншу ефективність та недоцільність подальшого дослідження сходиноквого старіння за схемою ВТ + НТ.

Таким чином за результатами виконаних досліджень, як найбільш ефективний, може бути рекомендовано такий режим термічної обробки зі сходиноквим старінням для інструментів гарячого пресування металів зі сплаву ХН30ВМЮ: гартування 1250 °С, витримка 2 години, охолодження в маслі та сходиноквого старіння 710 °С, 30 годин + 775 °С, 20 годин. З мікроструктури, наведеної на рис. 3, видно, що використання вказаного сходиноквого старіння обумовлює більшу дисперсність, отже, і кількість частинок зміцнювальних фаз, порівняно з попередньо рекомендованим одинарним старінням (рис. 1б). Зокрема, помітно (в 2 рази) зменшилась довжина стрижнеподібних частинок фази Лавеса типу $Fe_2(W, Mo)$, яка після одинарного старіння досягла 10^3 нм. Така зміна характеру дисперсійного твердіння і забезпечує кращий комплекс властивостей сплаву після сходиноквого старіння.

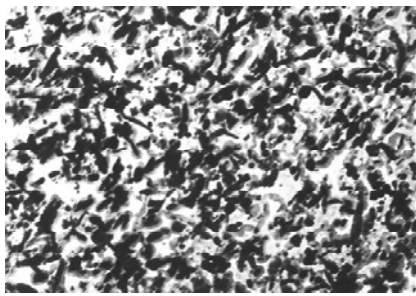


Рис. 3. Мікроструктура сплаву після гартування та сходиноквого старіння 710 °С, 30 годин + 775 °С, 20 годин, $\times 10000$

За результатами промислових випробувань, після обраного сходиноквого старіння стійкість матриць зі сплаву ХН30ВМЮ при гарячому пресуванні прутків з мідних сплавів зросла в 6 разів порівняно з матрицями з серійної високотеплостійкої штампової сталі марки 5ХЗВЗМФС (ДИ23).

Висновки

З використанням методики математичного планування експерименту отримані рівняння регресії впливу режимів сходиноквого старіння на твердість та удар-

ну в'язкість сплаву зі змішаним інтерметалідно-карбідним зміцненням.

Показано, що сходинокве старіння дослідженого сплаву за схемою НТ + ВТ є більш ефективним, ніж ВТ + НТ.

Встановлено, що найбільше зростання твердості сплаву ХН30ВМЮ (з 22 до 29 HRC) та високотемпературної (750 °С) міцності (границі текучості з 200 до 284 МПа та границі міцності з 370 до 419 МПа) без зниження характеристик пластичності досягається після гартування та сходиноквого старіння за режимом: 710 °С, 30 годин + 775 °С, 20 годин.

Кращий комплекс властивостей сплаву після сходиноквого старіння забезпечується більшою дисперсністю, а отже, і кількістю частинок зміцнювальних фаз, зокрема фази фази Лавеса типу $Fe_2(W, Mo)$, порівняно з одинарним старінням.

Список літератури

1. Инструментальный сплав с интерметаллидно-карбидным упрочнением для горячего прессования металлов. В кн.: Структура и свойства инструментальных и подшипниковых сталей / [Грабовский В. Я., Канюка В. И., Лаврова Л. В., Артюшов В. В.]. – М.: Металлургия, 1984. – С. 42–48.
2. ТУ 14-1-3416-82. Прутки ковane и катаные из жаропрочных сплавов на железоникелевой основе марок ХН35В6ТЮ(ЭК39) и ХН30ВМЮ (ЭК40).
3. Романова Р. Р. Структура и механические свойства сплавов, подвергнутых ступенчатому старению / Романова Р. Р., Уксусников А. Н., Устюгов Ю. М. – ФММ, 1994. – том 78, вып. 5, С. 5–18.
4. Исследование кинетики старения жаропрочного сплава ЭИ698 / Перцовский Н. З., Коробов О. С., Рыбалов Л. Г. и др. // Технология легких сплавов, научно-технический бюллетень ВИЛСа. – № 9, 1975. – С. 52–56.
5. Кондратьев В. В. О кинетике ступенчатого старения сплавов. Нестационарная стадия коалесценции / Кондратьев В. В., Устюгов Ю. М. – ФММ, 1985. – Т. 60, вып. 1, С. 12–21.
6. Ланская К. А. Жаропрочные стали / Ланская К. А. – М.: Металлургия, 1969. – 247 с.
7. Химушин Ф. Ф. Жаропрочные сплавы / Химушин Ф. Ф. – М.: Металлургия, 1969. – 752 с.
8. Грабовский В. Я. Исследование дисперсионного твердения аустенитных сталей. Металлургия. В кн.: Специальные стали и сплавы / Грабовский В. Я., Левитин В. В. – М., 1975, № 4. – С. 112–115.

Одержано 25.10.2019

Грабовский В. Я., Шило Д. О. Эффективность ступенчатого старения сплава с интерметаллидно-карбидным упрочнением для инструментов горячего деформирования металлов

Цель работы. Повышение твердости и высокотемпературной прочности сплава ХН30ВМЮ со смешанным интерметаллидно-карбидным упрочнением путем использования ступенчатого старения вместо одинарного.

Методы исследований. Для поиска наиболее эффективных режимов ступенчатого старения исследованного сплава использована методика математического планирования эксперимента. При исследовании особенностей выделения в сплаве упрочняющих фаз применен метод электронной микроскопии (угольные реплики).

Полученные результаты. Определен наиболее эффективный режим ступенчатого старения, который обеспечивает ему, по сравнению с одинарным старением, увеличение твердости и высокотемпературной прочности без снижения характеристик пластичности.

Научная новизна. Показано, что для сплава со смешанным интерметаллидно-карбидным упрочнением ступенчатое старение, по сравнению с одинарным, обеспечивает более значительное дисперсионное твердение. При этом старение по схеме НТ + ВТ имеет преимущество по сравнению со схемой ВТ + НТ. Эффективности ступенчатого старения способствует образование частиц фазы Лавеса типа $Fe_2(W,Mo)$ на предварительно выделенных частиц карбида типа $M_{23}C_6$, как на подложке. Ступенчатое старение исследованного сплава приводит к большей дисперсности, а значит, и увеличению количества, частиц упрочняющих фаз.

Практическая ценность. Достигнуто увеличение твердости и высокотемпературной прочности сплава ХН30ВМЮУ при использовании ступенчатого старения вместо одинарного, что обеспечивает лучшую работоспособность изготовленного из него инструмента для горячего деформирования металлов

Ключевые слова: сплав на железоникелевой основе, интерметаллидно-карбидное упрочнение, ступенчатое старение, твердость, высокотемпературная прочность, уравнения регрессии, дисперсность фаз.

Grabovsky V., Shilo D. Efficiency of stepwise aging of an alloy with intermetalide-carbide hardening for tools for hot deformation of metals

Purpose. Increasing the hardness and high temperature strength of the ХН30ВМЮУ alloy with mixed intermetalide-carbide hardening by using stepwise aging instead of single.

Research methods. To search for the most effective modes of stepwise aging of the investigated alloy, the experimental mathematical planning technique was used. In studying the features of the precipitation in the alloy of the strengthening phases, the electron microscopy method (carbon replicas) was used.

Results. The most effective stepwise aging regime has been determined, which provides it, in comparison with single aging, an increase in hardness and high temperature strength without reducing the ductility characteristics.

Scientific novelty. It is shown that for alloys with mixed intermetalide-carbide hardening, stepwise aging, in comparison with single, provides more significant dispersion hardening. At the same time, the aging according to the НТ + ВТ scheme has an advantage compared to the ВТ + НТ scheme. The efficiency of step aging is facilitated by the formation of particles of the Laves phase of type $Fe_2(W,Mo)$ on previously isolated particles of carbide type $M_{23}C_6$ as on a substrate. The stepwise aging of the investigated alloy leads to greater dispersion, and hence the number, of particles of the strengthening phases.

Practical value. An increase in hardness and high-temperature strength of the ХН30ВМЮУ alloy was achieved using stepwise aging instead of single, which ensures better performance of the tool for hot deformation of metals made from it.

Key words: Alloy on a iron-nickel based, intermetalide-carbide hardening, stepwise aging, hardness, high-temperature strength, regression equations, phase dispersion.
