

7. Влияние ИПД на процессы старения в Al-Sc и Al-Sc-Ta сплавах / [А. Л. Березин, О. А. Молебный, А. А. Давиденко и др.] // тезисы II междунар. научн. конф. «Наноструктурные материалы – 2010: Беларусь-Россия-Украина», Киев, 19–22 октября 2010 г. – К. : 2010. – 346 с.
8. Винтовая экструзия – процесс накопления деформации / [Бейгельзимер Я. Е., Варюхин В. Н., Орлов Д. В. и др.]. – Донецк : Фирма ТЕАН, 2003. – 87 с.
9. Возврат при старении в промышленных титановых сплавах / [Л. П. Лужников, В. М. Новикова, А. П. Мареев и др.] // МиТОМ. – № 12. – 1967. – С. 2–7.
10. Шишкина М. И. Влияние ВТМО на структуру и свойства сплава VT3-1 / М. И. Шишкина, В. С. Томсинский // МиТОМ. – 1977. – № 2. – С. 61–63.

Одержано 07.02.2014

Коваленко Т.О. Вплив інтенсивної пластичної деформації на старіння $\alpha+\beta$ - титанового сплаву

Досліджено вплив інтенсивної пластичної деформації методом гвинтової екструзії на старіння складнолегованого титанового сплаву VT25U. Показано, що розпад метастабільних фаз сплаву VT25U відбувається безпосередньо при інтенсивній деформації при більш низьких температурах, ніж за умов стандартного структурного стану сплаву, з утворенням дисперсної $\alpha+\beta$ - структури із підвищеною твердістю.

Ключові слова: титановий сплав, гвинтова екструзія, субмікрокристалічна структура, старіння, метастабільна фаза, розпад.

Kovalenko T. Influence of the intensive plastic strain on the $(\alpha+\beta)$ -titanium alloy ageing process

The influence of intensive plastic strain by screw extrusion method on doped titanium alloy VT25U ageing processes has been researched. It is shown than metastable phases of VT25U alloy decay progresses directly in intensive plastic strain process with lower temperatures, than with standard structural state of an alloy, and with formation of disperse $\alpha+\beta$ - structure that has higher strength.

Key words: titanium alloy, screw extrusion, submicrocrystalline structure, ageing, metastable phase, decay.

УДК 669.786:669.15 – 194.55

Канд. техн. наук В. Я. Грабовський¹, В. І. Канюка², О. О. Сліпченко¹¹Запорізький національний технічний університет, м. Запоріжжя²ДП «УкрНДІспецсталь», м. Запоріжжя

ДОСЛІДЖЕННЯ ЗМІНИ СЛУЖБОВИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕПЛОСТІЙКОЇ ШТАМПОВОЇ СТАЛІ 5X3B3MFC (ДИ23) ПРИ ЛЕГУВАННІ ЇЇ АЗОТОМ

Показано, що при легуванні теплостійкої штампової сталі 5X3B3MFC (ДИ23) азотом до 0,20 % в структурі утворюються крупні (до 20 мкм) частинки нітридів ванадію, що не розчиняються при температурі гартування. Наслідком є зменшення частки ванадію, що бере участь у карбідному зміцненні при відпусканні. Цим пояснюється встановлена в роботі відсутність позитивного впливу легування азотом на стримання зростання зерна аустеніту, теплостійкість, високотемпературні механічні властивості та працездатність сталі.

Ключові слова: штампова сталь 5X3B3MFC, легування азотом, мікроструктура, нітриди ванадію, теплостійкість, механічні властивості.

Підвищення властивостей інструментальних сталей із застосуванням особливостей економного легування є актуальною проблемою, оскільки дозволяє забезпечити покращення показників експлуатаційних характеристик при зменшенні витрат. З огляду на це перспективним є використання азоту, як легувального елемента, ефективність чого встановлена переважно для нержавіючих конструкційних та швидкорізальних сталей [1–5]. Існують також повідомлення щодо позитив-

них результатів такого легування штампових сталей для гарячого деформування [6–9]. Водночас механізм впливу азоту на зміну мікроструктури та формування властивостей штампових сталей потребує детального дослідження. Особливо складною та кінцево не встановленою є роль азоту, як легувального елемента, в штампових сталях високої теплостійкості. Підвищений вміст комплексу легувальних елементів ускладнює та робить непередбачуваним вплив азоту на їх характери-

стики. Враховуючи викладене, метою роботи було дослідження впливу легування азотом (до 0,20 %) на мікроструктуру, механічні властивості та експлуатаційні характеристики штампової сталі високої теплостійкості марки 5ХЗВЗМФС (ДИ23).

Для проведення досліджень використані наведені в табл. 1 три склади сталі 5ХЗВЗМФС з різною кількістю азоту при вмісті інших легувальних елементів у межах ГОСТ 5950-2000.

Сталь з позначенням ДИ23 отримана на заводі «Дніпроспецсталь» за серійною технологією, містила звичайну кількість азоту (0,02 %) і слугувала базою для порівняльних досліджень. Сталі ДИ23А1 та ДИ23А2 були додатково леговані азотом у кількостях 0,11 та 0,20 % відповідно. Легування сталей азотом відбулось за методом газового протитиску при витопі в атмосфері азоту. Зливки масою 400 кг піддавали гарячій пластичній деформації на заводі «Дніпроспецсталь» за звичайною технологією.

Зразки для порівняльних досліджень мікроструктури і визначення механічних властивостей виготовляли із кованих штанг діаметром 110 мм. Термічну обробку зразків здійснювали після повного виготовлення. Нагрівання під гартування проводили в соляній ванні, а для відпускання використовували камерні печі.

Кількість надлишкової фази в структурі сталей підраховували на аналітичному лінійному аналізаторі «Еріквант» з мікрошліфів при збільшенні 400. Використовували зразки після гартування, а надлишкову фазу виявляли шляхом теплового щавелення. Якісний рентгеноспектральний мікроаналіз частинок надлишкових фаз проводили на мікрозонді «MS-46».

Номер зерна аустеніту визначали за ГОСТ 5639-82 після охолодження від температур гартування на повітрі. Значення теплостійкості визначали згідно з загальноприйнятою методикою [10] – за максимальною температурою додаткового відпускання протягом 4 годин, після якого сталь зберігає твердість 40HRC. Статистичну обробку значень механічних властивостей проводили за результатом випробувань не менше 4 зразків на точку при довірчій вірогідності 95 %.

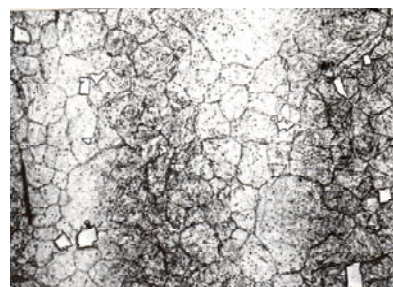
На рис. 1 наведені мікроструктури сталей ДИ23 і ДИ23А2 після відпалу за режимом, що відповідає стану постачання (нагрівання до 840–860°C, витримка, охолодження зі швидкістю 40–50 °C/год до температури 600 °C, подальше охолодження на повітрі) [11]. Порівняльний аналіз дозволяє дійти висновку, що мікроструктури обох сталей подібні між собою і відповідають дрібнозернистому (сорбітоподібному) перлиту. Однак помітною відмінністю сталі, легованої азотом (рис. 1, б), є наявність у структурі крупних частинок надлишкових фаз прямокутної, або близької до прямокутної, форми. Такі частинки залишалися і після повної зміцнювальної термічної обробки, тобто не розчинилися при гартуванні від температури 1130 °C. Така висока термічна стабільність частинок свідчить, що їх можна віднести до первинних надлишкових фаз. Переріз вказаних частинок досягав 20 мкм та більше, а об'ємна частка складала 2,17 % (підраховували частинки, починаючи з 1,5 мкм за перерізом). На відміну від цього, частинки, що зустрічались в сталі, не легованій азотом, мали довільну (неправильну) форму, максимальний переріз їх досягав 10 мкм, тобто був вдвічі меншим, ніж у сталі, легованій азотом. Загальна об'ємна частка таких частинок складала 1,49 %, що також менше порівняно зі сталлю ДИ23А2.

Таблиця 1 – Хімічний склад штампових сталей, що досліджувались

Позначення сталі	Масова частка елементів, %							
	N	C	Cr	W	V	Mo	Si	Mn
ДИ23	0,02	0,48	2,85	3,18	1,58	0,89	0,71	0,36
ДИ23А1	0,11	0,48	2,51	3,33	1,53	0,92	0,77	0,51
ДИ23А2	0,2	0,51	2,67	3,36	1,77	0,82	0,65	0,54



a



б

Рис. 1. Мікроструктури сталей ДИ23(*a*) і ДИ23А2 (*б*) у відпаленому стані t 200

Для оцінки хімічного складу і типу надлишкових фаз проаналізуємо результати їх якісного рентгеноспектрального мікроаналізу. З рис. 2 видно, що в сталі, легуваній азотом (0,20%), надлишкова фаза суттєво збагачена ванадієм (рис. 2, з), і дещо хромом (рис. 2, в), а по молібдену, вольфраму, і особливо залізу спостерігається збіднення (рис. 2 б, д, е). Важливим є те, що вказані частинки надлишкових фаз у цій сталі збагачені азотом. Про це свідчить рис. 3, де показано суттєве зростання інтенсивності рентгенівського випромінювання (дифракційний максимум) при точковому скануванні частинки по довжині хвилі в області, що відповідає лінії $N_{K\alpha}$. При цьому частинка не чітко прямокутної форми має пік інтенсивності лінії азоту (1 на рис. 3) помітно нижче,

ніж частинка прямокутної форми (2 на рис. 3). Тобто остання більше збагачена азотом, що дозволяє ідентифікувати її як нітрид, про що свідчить також її кубічна морфологія [12], а першу – як карбонітрид ванадію. На відміну від сталі ДИ23А2, для частинок надлишкових фаз у сталі ДИ23, нелегованій азотом, не виявлено зростання інтенсивності лінії $N_{K\alpha}$. За наведеними на рис. 4 результатами досліджень, спостерігалось збагачення частинок, перш за все, ванадієм (рис. 4, з), а також вольфрамом (рис. 4, е), молібдену (4, д), та дещо хромом (рис. 4, в). Це дозволяє віднести вказані частинки до карбідів типу MC , $M_{23}C_6$ та M_6C , що відповідає відомим даним [10, 12].

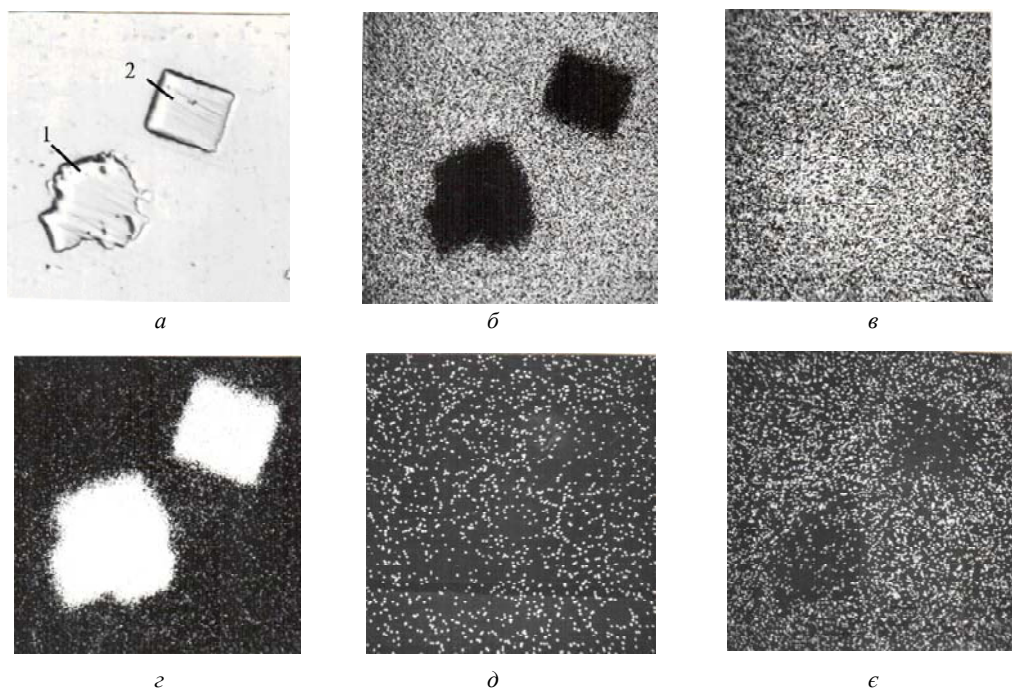


Рис. 2. Розподіл легувальних елементів між частинками та матрицею в сталі ДИ23А2:

а – металографічне зображення; б – зображення в характеристичному рентгенівському випромінюванні FeK_{α} ; в – CrK_{α} ; з – VK_{α} ; д – MoL_{α} ; е – WL_{α} ; $\times 1000$

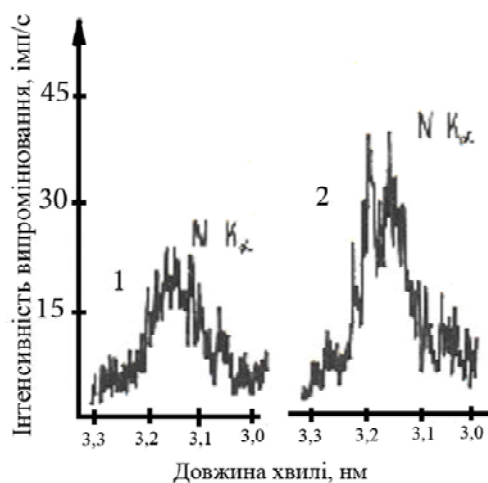


Рис. 3. Точкове рентгеноспектральне визначення наявності азоту в надлишкових фазах сталі ДИ23А2 (цифри біля кривих відповідають номерам частинок на рис. 2, а)

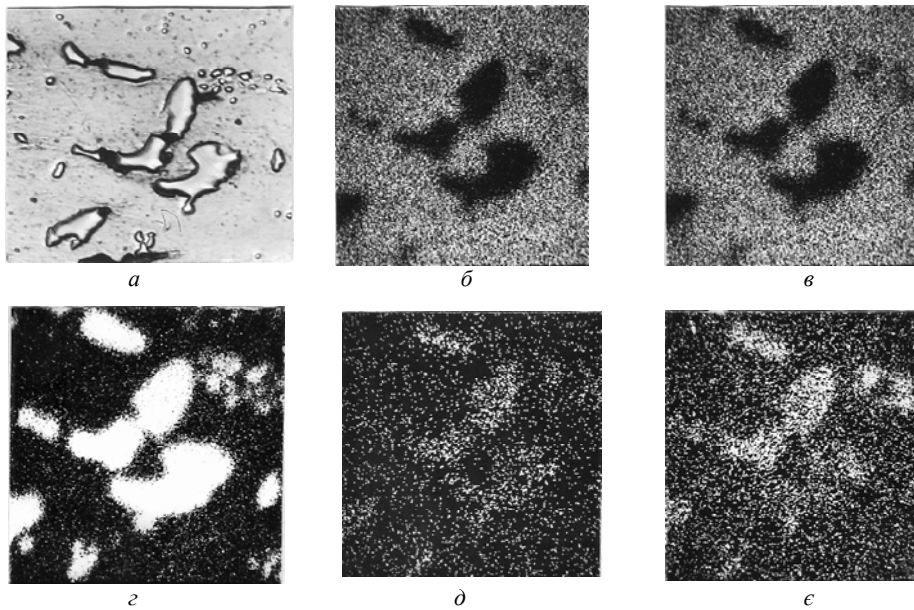


Рис. 4. Розподіл легувальних елементів між частинками та матрицею в сталі ДИ23:

a – металографічне зображення; *b* – зображення в характеристичному рентгенівському випромінюванні FeK_{α} ; *c* – CrK_{α} ; *d* – VK_{α} ; *e* – MoL_{α} ; *f* – WL_{α} ; $\times 1000$

Для визначення відмінностей сталей з різним вмістом азоту у схильності до зростання зерна аустеніту зразки піддавали охолодженню від прийнятої для сталі ДИ23 температури гартування (1130 °C) і підвищених (1160 °C і 1180 °C) температур. Підвищені температури обрано для більш показового виявлення ролі азоту. Отримані значення номера зерна аустеніту та твердості наведені в табл. 2.

З отриманих даних видно, що легування азотом не тільки не стримує зростання зерна аустеніту, але навіть у деяких випадках призводить до його зростання (зниження НАЗ). Водночас високоазотисті сталі мають дещо більшу твердість у загартованому стані. Це можна пояснити тим, що деяка частка азоту в таких сталях знаходиться в пересиченому твердому розчині, що створює додаткові напруження, і робить внесок у підвищення твердості при гартуванні.

Таблиця 2 – Вплив вмісту азоту на номер аустенітного зерна (НАЗ) і твердість сталей після різних температур гартування

Масова частка азоту, %	1130 °C		1160 °C		1180 °C	
	НАЗ	HRC	НАЗ	HRC	НАЗ	HRC
0,02	10–1	57	9	60	8–9	60
0,11	10	63	9	63	8–9	63
0,2	10	60	9	62	7–8	62

Таблиця 3 – Результати визначення теплостійкості сталей за температурою додаткового відпускання

Температура гартування, °C	Масова частка азоту, %	Твердість (HRC) після додаткового відпускання при температурах, °C			Теплостійкість, °C
		660	670	680	
1130	0,02	42,8 ± 0,7	41,0 ± 0,5	34,9 ± 1,9	672
	0,2	42,0 ± 1,6	40,1 ± 0,5	35,3 ± 1,5	670
1160	0,02	44,4 ± 0,8	42,2 ± 0,8	38,0 ± 0,6	676
	0,2	42,6 ± 0,6	41,8 ± 1,2	36,6 ± 1,2	674
1180	0,02	43,6 ± 1,0	42,2 ± 0,4	37,7 ± 0,9	676
	0,2	43,6 ± 0,8	41,8 ± 0,5	36,8 ± 1,0	674

Результати визначення теплостійкості сталей з різним вмістом азоту наведені в табл. 3. Температури додаткового відпускання (660–680) °С обрані як близькі до очікуваної теплостійкості сталі ДИ23 [11], а самі значення теплостійкості отримували шляхом інтерполяції.

Можна бачити, що зі збільшенням температури гартування спостерігається природне підвищення теплостійкості кожної сталі. Водночас після однакової термічної обробки значення твердості сталі, що легована азотом, близькі до значень твердості сталі, що не леговані азотом. Тобто можна бачити, що немає позитивного впливу на теплостійкість при введенні до хімічного складу сталі 0,20 % азоту. Більш того, спостерігається деяке зниження даної характеристики (на 2 одиниці HRC) при легуванні азотом.

Вплив вмісту азоту на механічні властивості сталей досліджували після повної зміцнювальної термічної обробки, що полягала в гартуванні та подвійному відпусканні [11]. Гартування здійснювали від температур 1130 °С (табл. 4) та 1160 °С (табл. 5), остання з яких обрана для забезпечення більш високих значень зміцнення сталей.

З даних таблиць 3 та 4 видно, що значення твердості в усіх випадках знаходяться в межах 46–48 HRC, що відповідає робочій твердості сталі ДИ23. Більші значення твер-

дості, як і очікувались, мають сталі, що гартували від температури 1160 °С. Порівняльний аналіз даних випробувань на розтяг свідчить, що легування азотом не тільки не призводить до зростання характеристик міцності, але може помітно зменшувати їх рівень. Це особливо виявляється при підвищенні температури випробувань до 680 °С. Так, після гартування від 1160 °С при легуванні 0,20 % азоту приблизно на 100 МПа знижується як границя текучості (з 559 до 462 МПа), так і границя міцності (з 671 до 562 МПа). Важливим є те, що легування азотом, разом з цим, суттєво зменшує характеристики пластичності. Так, ударна в'язкість при температурі випробування 650 °С зменшується вдвічі: з 52,2 до 22,6 Дж/см² при гартуванні від 1130 °С і з 44,2 до 21,9 Дж/см² при гартуванні від 1160 °С.

За сукупністю проведених досліджень можна зробити такий аналіз та пояснення щодо впливу легування азотом у вивчених межах на мікроструктуру, теплостійкість, механічні властивості та експлуатаційну стійкість сталі 5Х3В3МФС (ДИ23). Головною обставиною треба вважати те, що при легуванні азотом у мікроструктурі сталі утворюються крупні первинні частинки нітридів ванадію, які не розчиняються при температурі гартування. В результаті цього частка ванадію, яка йде

Таблиця 4 – Механічні властивості сталей при різних температурах випробувань після: гартування від 1130 °С в маслі та подвійного відпускання (660 °С, 2 години + 610 °С, 2 години)

Масова частка азоту, % (позначення сталі)	20 °С				650 °С			680 °С	
	HRC	σ_{θ} , МПа	δ , %	KCU ₂ , Дж/см ²	σ_{θ} , МПа	δ , %	KCU ₂ , Дж/см ²	σ_{θ} , МПа	δ , %
0,02 (ДИ23)	46,3 ±0,5	1630 ±25	8,2 ±2,4	26,3 ±5,1	815 ±14	11,5 ±2,8	52,2 ±16,3	636 ±18	16,9 ±1,2
0,2 (ДИ23А2)	47,3 ±0,3	1550 ±166	5,2 ±3,6	16,7 ±1,8	772 ±37	9,7 ±4,5	22,6 ±4,9	573 ±61	13,9 ±5,4

Таблиця 5 – Механічні властивості сталей при різних температурах випробувань після гартування від 1160 °С в маслі та подвійного відпускання (660 °С, 2 години + 610 °С, 2 години)

Масова частка азоту, % (позначення сталі)	20 °С				650 °С			680 °С		
	HRC	σ_{θ} , МПа	δ , %	KCU ₂ , Дж/см ²	σ_{θ} , МПа	δ , %	KCU ₂ , Дж/см ²	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_{θ} , МПа	δ , %
0,02 (ДИ23)	48,1 ±0,4	1690 ±28	7,3 ±0,9	17,5 ±5,9	816 ±17	11,8 ±2,9	44,2 ±7,2	559 ±39	671 ±18	16,5 ±0,6
0,11 (ДИ23А1)	47,1 ±0,2	1613 ±13	6,1 ±1,4	14,7	777 ±30	6,2 ±2,2	19,3 ±2,4	543 ±38	666 ±7	8,2 ±2,7
0,2 (ДИ23А2)	47,9 ±0,4	1649 ±293	4,3 ±3,1	15,0 ±5,1	777 ±24	5,9 ±1,3	21,9 ±5,6	462 ±47	562 ±61	13,5 ±3,7

на утворення таких частинок, знаходиться у зв'язаному стані, тобто не переходить у твердий розчин при нагріванні під час гартування і не бере участь у карбідотворенні під час відпускання сталі. По суті відбувається збіднення пересиченого твердого розчину сталі ванадієм і, як наслідок, зменшується кількість дисперсних карбідів ванадію, що утворюються при відпусканні. Однак, зміцнення та теплостійкість сталі ДИ23 забезпечується головним чином за рахунок виділення при відпусканні саме дисперсних карбідів типу VC. Вказане пояснює, чому при легуванні азотом характеристики теплостійкості та міцності сталі 5ХЗВЗМФС (ДИ23) не тільки не зростають, але і зменшуються. Зменшення пластичності сталей, легованих азотом, пояснюється тим, що крупні частинки нітридів ванадію створюють додаткові напруження при пластичній деформації, що збільшує схильність до утворення тріщин та зростання швидкості їх розповсюдження. Деяке підвищення схильності сталі, легованої азотом, до зростання зерна аустеніту, також обумовлено перерозподілом ванадію до складу крупних частинок первинних надлишкових фаз, відповідно, зменшенням кількості дисперсних частинок карбиду ванадію, які стримують зростання зерна при нагріванні.

Для кінцевого з'ясування ефективності легування азотом штампових сталей ДИ23А1 та ДИ23А2 були проведені їх відповідні промислові випробування. З кованих прутків сталей діаметром від 35 до 110 мм виготовляли матриці та голки для гарячого пресування прутків та труб з мідних стопів на заводах по обробці кольорових металів в Україні (м. Артемівськ, Донецької обл.) та Росії (м. Кольчугіно, Володимирської обл.; м. Ревда, Єкатеринбурзької обл.), а також пуансони та прошивники для гарячого штампування сталевих деталей автомобілів (Росія, м. Нижній Новгород). Паралельно зі сталями, легованими азотом, для порівняння визначили працездатність серійної штампової сталі ДИ23. На кожній позиції випробувано від 5 до 10 одиниць інструментів. Згідно з результатами випробувань у жодному випадку не виявлені переваги в працездатності інструментів зі сталей, легованих азотом порівняно зі сталлю ДИ23 серійного виробництва.

Таким чином, сукупність отриманих результатів дозволяє дійти висновку щодо недоцільності легування азотом штампової сталі високої теплостійкості марки 5ХЗВЗМФС (ДИ-23) у кількостях 0,11–0,20%. Причи-

ною відсутності позитивного впливу азоту на експлуатаційні характеристики сталі 5ХЗВЗМФС (ДИ23) є утворення в структурі крупних частинок первинних нітридів та карбонітридів ванадію.

Список літератури

1. Структура азотистого аустенита / [Установщиков Ю. И., Рац А. В., Банных О. А., Блинов В. М.] // Изв. вузов Чер. металлургия. – 1999. – № 2. – С. 57–60.
2. Berns Hans Производство и применение стали с высоким содержанием азота. Manufaktur and application of High nitrogen steels / Berns Hans // Z. Metallk. – 1995. – 86, № 3. – С.156–163.
3. Lyakishev N.P. Новые конструкционные стали с содержанием азота выше равновесного. New structural steels with superequilibrium nitrogen content / Lyakishev N.P., Vamnejku O. A. // J. Adv. Mat. – 1994. – 1, № 1. – С. 81–91.
4. Зарев С. Влияние легирования азотом на технологическую пластичность инструментальных сталей / Зарев С., Михнев В. // Металлургия. – 1994. – 49, № 12. – С.26–35.
5. Попандопуло А. Н. Влияние азота на стабилизацию азота в вольфрамомолибденовой быстрорежущей стали / Попандопуло А. Н., Жукова Л. Т. // МТОМ.1985. – № 11. – С. 34–36.
6. Мушпанов Н. А. Изготовление крупногабаритных прессовых штампов из стали 5ХНМАФ / Мушпанов Н. А. // Технология литейных сплавов – 1995. – № 6. – 67 с.
7. Шипицин С. Я. Специальные азотосодержащие экономнолегированные стали с карбонитридным упрочнением / Шипицин С. Я., Бабаскин Ю. З. // Процессы литья. – 1998. – № 3–4. – С. 122 – 130.
8. Шипицин С. Я. Безмолибденовая штамповая сталь с карборундным упрочнением упрочнением для массового кузнечно-прессового инструмента повышенной долговечности / Шипицин С. Я. // Процессы литья. – 1997. – № 2. – С. 70–75.
9. Патент 2016128 Россия, МКИ С22 С38/46. Литая штамповая сталь. /Жвачкина, Красильников ; по ГАЗ №4954947/02 ; заявл. 3.6.91 ; опубл. 15.7.9, Бюл. № 13.
10. Позняк Л. А. Штамповые стали/ Позняк Л. А., Скрынченко Ю. М., Тишаев С. И. – М. : Металлургия, 1980 – 244 с.
11. Канюка В. И. Справочник по инструментальным сталям / В. И. Канюка, В. Н. Терехов, А. Н. Мороз. – Х. : Металлика, 2008. – 224 с.
12. Лаборатория металлографии / [Е. В. Панченко, Ю. А. Скаков, Б. И. Кример и др.]. – М. : Металлургия, 1965. – 440 с.

Одержано 25.12.2013

Грабовский В.Я., Канюка В.И., Слипченко О.А. Исследование изменения служебных характеристик теплостойкой штамповой стали 5ХЗВЗМФС (ДИ23) при легировании азотом

Показано, что при легировании теплостойкой штамповой стали 5ХЗВЗМФС (ДИ23) азотом до 0,20 % в структуре образуются крупные (до 20 мкм) частицы нитридов ванадия, которые не растворяются при температуре закалки. Результатом является уменьшение доли ванадия, который участвует в карбидном упрочнении при отпуске. Этим объясняется установленное в работе отсутствие позитивного влияния легирования азотом на сдерживание роста зерна, теплостойкость, высокотемпературные механические свойства и работоспособность стали.

Ключевые слова: штамповая сталь 5Х3В3МФС, легирование азотом, микроструктура, нитриды ванадия, теплостойкость, механические свойства.

Grabovskiy V., Kaniuka V., Slipchenko O. Investigation of changes in service characteristics of heat-resistant die steel 5X3B3MFC (ДИ23) doped with nitrogen

It is shown that alloying is heat-resistant die steel 5X3B3MFC (ДИ23) with nitrogen within 0,20 % results in forming large vanadium nitrides partials (up to 20 microns). Thus are insoluble at temperature of hardening. It leads to the decrease of vanadium which is responsible for carbide strengthening during tempering. Absence of positive nitrogen alloying effect on grain growth restrain, heat resistance, high temperature mechanical properties of steel is explained due to this effect.

Key words: die steel 5X3B3MFC, nitrogen alloy additive, microstructure, vanadium nitride, heat resistance, mechanical properties.
