

Наукоёмкие технологии в машиностроении. 2022. №2 (128). С. 17-21.
Science intensive technologies in mechanical engineering. 2022. №2 (128). P. 17-21.

Научная статья
УДК 621.785.53.062
doi:10.30987/2223-4608-2022-2-17-21

Упрочнение штамповых сталей металлокерамическими покрытиями, получаемыми способом газового азотирования

Петр Евгеньевич Демин¹✉, к.т.н.,
Сергей Игоревич Барабанов², начальник металлографической лаборатории,
Александр Юрьевич Малахов³, к.т.н., Владимир Алексеевич Александров⁴, к.т.н.
^{1,3,4}Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет (МАДИ),
г. Москва, Россия,
²АО «ГосМКБ «Вымпел» им. И.И.Торопова»
¹petr-demin@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8469-1432>,
²serge_b_85@mail.ru,
³malahov-alex@yandex.ru

Аннотация. Рассмотрено формирование упрочненных слоев на штамповых сталях горячего деформирования способами газового циклического азотирования, исследована морфология упрочненного слоя. Указана проблема снижения ресурса работы штампов горячего деформирования из-за образования разгарных трещин. Повышение ресурса работы штампов для горячего деформирования обеспечивается формированием порошкового металлокерамического слоя на основе карбонитридов легирующих элементов. Изучены упрочненные слои на стали 4X4M2BФС после циклического газового азотирования, изменение микротвёрдости по толщине покрытия, а также интегральные размерные характеристики дисперсных частиц нанопорошка.

Ключевые слова: штамповая сталь, газовое азотирование, азотированный слой, диффузионный слой

Благодарность: материал подготовлен в рамках научных исследований по проекту №FSFM-2020-0011 (2019-1342), экспериментальные исследования проведены с использованием оборудования центра коллективного пользования МАДИ.

Для цитирования: Демин П.Е., Барабанов С.И., Малахов А.Ю., Александров В.А. Упрочнение штамповых сталей металлокерамическими покрытиями, получаемыми способом газового азотирования // Наукоёмкие технологии в машиностроении. – 2022. – №2 (128). – С. 17-21. doi:10.30987/2223-4608-2022-2-17-21.

Original article

Petr E. Demin¹, Can. Sn. Tech., Sergey I. Barabanov², Head of the Metallographic Laboratory,
Alexander Yu. Malakhov³, Can. Sn. Tech., Vladimir A. Alexandrov⁴, Can. Sn. Tech.
^{1,3,4}Moscow Automobile and Road Engineering State Technical University (MADI), Moscow, Russia
²JSC "GosMKB "Vimpel" named after I.I.Toropov"
¹petr-demin@yandex.ru, ²serge_b_85@mail.ru, ³malahov-alex@yandex.ru

Hardening of stamped steels with metal-ceramic coatings obtained by gas nitriding

Annotation. The formation of hardened layers on die steel with hot working using gas cyclic nitriding methods has been viewed, the morphology of the hardened layer has been studied. Life loss problem of hot working dies due to the formation of cracks has been specified. Service life-extension of hot working stamps is provided by the formation of a powder metal-ceramic layer based on carbonitrides of alloying elements. The hardened layers on 4X4M2VFS steel after cyclic gas nitriding, the change in microhardness along the coating thickness, as well as the integral dimensional characteristics of dispersed nanopowder particles have been examined.

Keywords: die steel, gas nitriding, nitrided layer, diffusion layer

Acknowledgements: the material was prepared within the framework of scientific research under the project №FSFM2020-0011 (2019-1342); experimental studies were carried out using the equipment of the MADI Centre of collective usage.

For citation: Demin P.E., Barabanov S.I., Malakhov A.Yu., Alexandrov V.A. Hardening of stamped steels with metal-ceramic coatings obtained by gas nitriding./Science-intensive technologies in Mechanical Engineering, 2022, No.2 (128), pp. 17-21. doi:10.30987/2223-4608-2022-2-17-21.

Введение

Постоянный технический прогресс, заключающийся в изобретении новых конструкционных сталей, в том числе и микролегированных, разработке новых, более сложных в плане геометрии, конструкций, делает актуальным поиск новых способов поверхностного упрочнения. В частности, широко применяются методы химико-термической обработки (ХТО), которые позволяют повысить ресурс работы инструмента [1 – 3].

Как известно, штампы для горячего деформирования, применяемые на прессах должны обладать повышенной теплостойкостью, высокой или сквозной прокаливаемостью, окалинстойкостью и разгаростойкостью, а штампы (бойки), применяемые на молотах ко всему вышесказанному, должны обладать трещиностойкостью и выдерживать высокие ударные нагрузки [4].

Стойкость штампов зависит от количества отштампованных изделий, материала изделия (цветные сплавы; конструкционные стали; высокопрочные нержавеющие стали), а также от сложности конфигурации деталей. Во многих случаях при формообразовании детали из заготовки, существует необходимость изготовления нового штампа со сложной геометрией, что имеет свои недостатки: при наличии в сталях легирующих элементов, они будут обладать низкой теплопроводностью. При этом применение низколегированных штампов горячего деформирования, например, стали 5ХНМ, не будет обеспечивать необходимого уровня механических свойств. В случае если штампуются новая деталь из более прочных легированных или микролегированных сталей, от штампа будет требоваться более высокая стойкость.

Особенно важно указать следующее: штамп, отработавший свой ресурс, подлежит переплавке. В отличие от инструмента из быстрорежущих сталей, у которых можно обеспечить работоспособность инструмента путём восстановления режущей кромки точением, для штампов такой возможности нет, поскольку существует необходимость точного обеспечения геометрических размеров.

Таким образом, повышение ресурса работы штампов горячего деформирования является наукоёмкой задачей. Одним из основных направлений ее решения является поиск вариантов упрочнения инструмента, что способствует ресурсосбережению: экономии легирующих элементов и снижению трудозатрат.

Сейчас применяется и исследуется большое количество различных способов упрочнения инструментов, и в частности штампов, как хо-

лодного, так и горячего деформирования. В частности, в работе [5] показано, что комбинированная обработка в виде газового азотирования, совмещенная с циклической подачей аммиака и воздушной смеси дает возможность восстановления оксидной пленки, что интенсифицирует диффузию азота в слой.

Показано [6], что является эффективным метод получения на инструменте покрытий на основе карбидов хрома. Целью настоящей работы является исследование метало-керамического покрытия, формируемого в штамповой стали химико-термической обработкой: определение размерных параметров карбонитридных включений, а также установление их корреляции с микроструктурой упрочненного слоя и микротвёрдостью.

Методика проведения исследований

Образцы стали 4Х4М2ВФС подвергали циклической химико-термической обработке при температуре 580 °С в течение 6 ч в среде, содержащей аммиак, воздух и углеродосодержащий газ (продукты разложения карбамида: метан; пропан; пары спирта).

На первом этапе цикла подаётся воздушная смесь с целью окисления поверхности штампа и образования каталитической оксидной плёнки, а на втором – аммиак с углеродосодержащей смесью, с целью проведения процесса азотирования сквозь каталитическую оксидную плёнку. В процессе циклической смены насыщающих сред при каждом цикле происходит восстановление оксидной плёнки, что интенсифицирует процесс ХТО и влияет на формирование структуры диффузионного слоя.

Микроструктуру упрочненной штамповой стали изучали на поперечных микрошлифах методом металлографического анализа при помощи оптического микроскопа Axiovert 25 SA после электролитического травления. В связи с необходимостью изучения образца с максимально возможным разрешением был выбран режим СТМ (сканирующая туннельная микроскопия), проверка образца тестером (мод. М-830ВZ) на электропроводность показала электрическое сопротивление поверхности образца $\Omega = 0,1 \dots 0,3$ Ом, т.е. проводимость поверхности данного образца подходит для СТМ-исследований. Исследования велись на российском сканирующем мультимикроскопе СММ-2000, имеющем режимы АСМ/СТМ (атомно-силовая микроскопия).

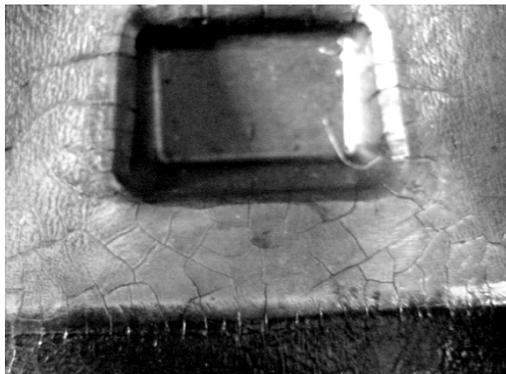
Выбор СТМ-режима определил методику подготовки образца. Из штампа размером 100×150 мм и высотой 200 мм был вырезан образец размером 10×10 мм и толщиной

2,5 мм. Образец был установлен на держатель и поджат пружинкой для подвода напряжения. Сканирование производилось платиновой резаной иглой, со скоростью сканирования около 2 мкм/с и количеством усреднений в точке – 16, что дало приемлемые результаты. Для исследования было выбрано поле сканирования 3,1×3,1 мкм с количеством точек 518×518.

Измерения микротвердости азотированного слоя выполняли по стандартной методике на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке 50 г.

Результаты исследования и их обсуждение

На предприятии ОАО «ГосМКБ «Вымпел» им. И.И. Торопова» была выявлена проблема потери стойкости штампов после горячего деформирования деталей из высокопрочных нержавеющих сталей, а также бойков, применяемых на молотах дляковки высокопрочных сталей и титановых сплавов. К потере работоспособности приводит растрескивание рабочей поверхности (рис. 1).



а)



б)

Рис. 1. Штамповый инструмент (а) и нарушение профиля рабочей поверхности (б)

Для решения задачи повышения сопротивления механическим воздействиям и термической усталости штампов в работе [1] предложен процесс азотирования, который позволяет получать на рабочей поверхности штампов металлокерамические композитные покрытия. В

рамках продолжения исследований были дополнительно проведены металлографические исследования, которые позволили уточнить строение и состав формирующихся слоев (рис. 2).

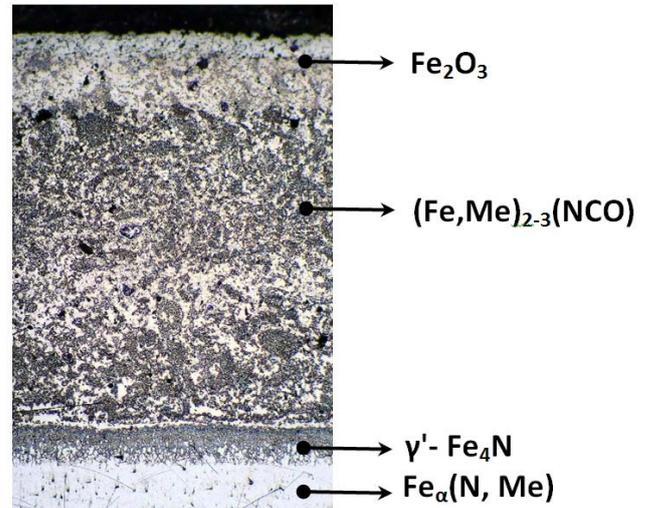


Рис. 2. Микроструктура упрочненного слоя в стали 4X4M2BFC

Металлокерамический слой толщиной 0,4 мм представляет собой нанодисперсный порошок окси-карбонитрида $(\text{Fe,Me})_{2-3}(\text{N,C,O})$. Сформированный слой химических соединений имеет плотную однородную структуру, без видимого выкрашивания при подготовке микрошлифов (рис. 3).

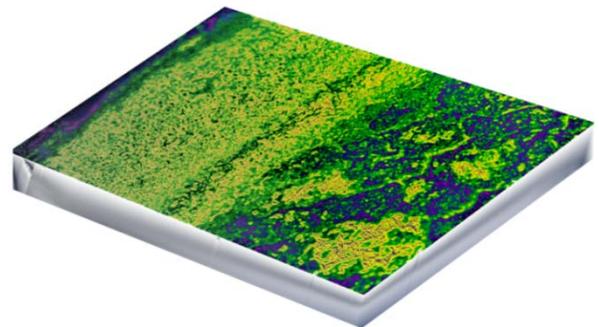


Рис. 3. 3D-изображение слоя химических соединений (×1000)

Анализ получаемого упрочненного слоя показывает следующую особенность: после циклического газового азотирования на поверхности преобладает зона химических соединений – комплексно-легированной ϵ -фазы $(\text{Fe,Me})_{2-3}(\text{N,C,O})$. Присутствие кислорода в этом соединении обусловлено продувкой воздухом, азота – из насыщающей атмосферы дислоцированного аммиака, а углерода из стальной подложки. Формирование такого комплексного соединения возможно при условии изоморфности кристаллических решеток

составляющих его веществ: карбидов, нитридов и оксидов металлов, а также при соблюдении размерного фактора и взаимной растворимости исходных соединений.

Под сплошным слоем химических соединений расположен относительно небольшой по толщине слой γ' -фазы Fe_4N . Далее идет зона внутреннего азотирования с включениями вторичных фаз, которые выделились вследствие старения твердого раствора. Формирование такого многослойного покрытия обусловлено комбинацией стадий процесса насыщения.

Циклическая подача компонентов насыщающей среды позволяет формировать упрочненные слои определенного состава и последовательности. При таком сочетании сталь реагирует с кислородом, который поступает как на первой, так и на второй стадии циклического процесса. Результатом этого является образование оксидов железа, дисперсного порошка нитрида железа, а также дисперсного порошка карбида железа. Вследствие подбора циклов, а также относительно невысокой температуры, в итоге формируются порошки вышеуказанных соединений, которые сцеплены силами Ван-дер-Ваальса [7].

Полученные упрочненные покрытия обладают повышенной микротвердостью (рис. 4). Несмотря на чередование в структуре многофазных слоёв, профиль твердости показывает довольно плавное снижение твердости до глубины порядка 400 мкм.

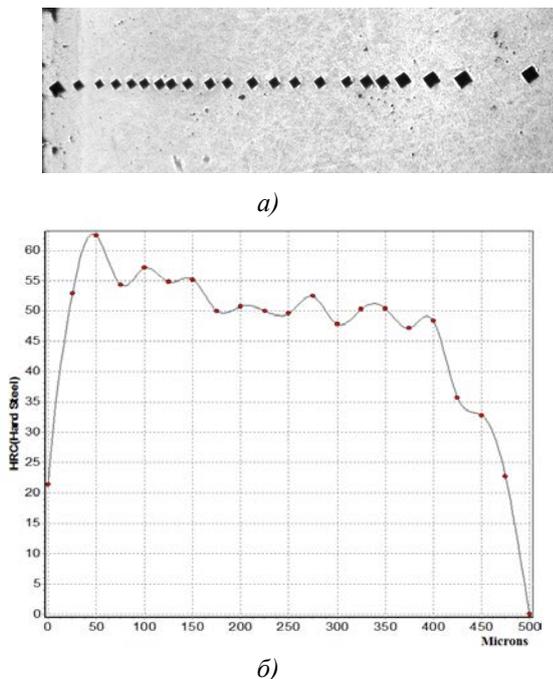


Рис. 4. Замеры микротвердости по толщине металлокерамического слоя (а) и соответствующий профиль твердости (б)

Состояние поверхности металлокерамического слоя влияет на ее сопротивление отрыву слоев и скалыванию в процессе эксплуатации штампов. Как уже было отмечено, металлокерамический слой имеет структуру нанопорошка с размером частиц $\text{Fe}_{2-3}(\text{NCO})$ порядка 40...70 нм (рис. 5).

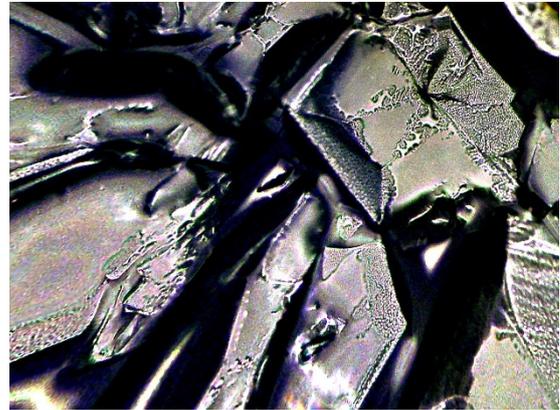


Рис. 5. Частицы наноразмерного порошка керамик в упрочненном слое ($\times 50\ 000$)

Метод интегральной оценки распределений размерности порошинок карбонитридов [8] показал отличительную особенность (рис. 6).

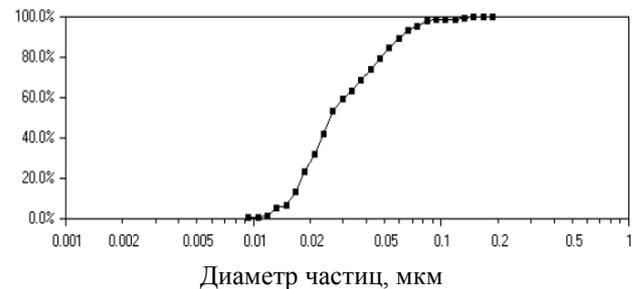


Рис. 6. Интегральная кривая гранулометрического состава нанопорошка в металлокерамическом слое

На интегральной кривой гранулометрического состава наблюдается перегиб при достижении диаметра условно сферических частиц порядка 20...50 нм, что свидетельствует о преобладании соответствующей размерной фракции. Большая доля высокодисперсных частиц и их размерная однородность способствуют предотвращению выкрашивания нанопорошка с поверхности.

Натурные испытания азотированных штампов на производстве показали увеличение ресурса инструмента при горячем деформировании в 2 – 2,5 раза, благодаря повышению разгаростойкости и трещиностойкости при создании на поверхности нанодисперсных композитных металлокерамических покрытий. Металлокерамический порошок обладает низ-

кой теплопроводностью, за счет чего стальная матрица не успевает нагреваться до высоких температур при горячей обработке, и, как следствие, на поверхности штампов не образуются разгарные трещины. При работе молотовых бойков с металлокерамическими покрытиями происходит гашение ударных нагрузок, и повышается трещиностойкость инструмента.

Выводы

1. Упрочнение штамповых сталей предлагаемым способом циклического газового азотирования позволяет формировать сплошную зону химических соединений (порошковый металлокерамический слой на базе оксикарбонитридов), имеющую высокую твердость с плавным ее изменением по глубине, что исключает охрупчивание.

2. Интегральный анализ установил благоприятное групповое распределение по размерам наночастиц порошка химических соединений, что оказывает положительное влияние на состояние поверхности штампов и способствует увеличению ресурса инструмента вследствие повышения разгаростойкости и трещиностойкости.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Александров, В.А., Петрова, Л.Г., Барабанов, С.И. Новая технология повышения стойкости штампов химико-термической обработкой с образованием электрически заряженного оксидного слоя // Наукаемкие технологии в машиностроении. – 2012. – №7 (13). – С. 29-33.
2. Belashova, I.S., Petrova, L.G., Aleksandrov, V.D., Demin, P.E. Improving the Properties of Low-Alloy and Carbon Steel Tools by Cyclic Nitriding // Russian Engineering Research, 2018, vol. 38, No. 1, pp. 53-56.
3. Александров, В.А., Богданов, К.В. Азотирование инструмента из высокохромистых и быстрорежущих сталей // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2005. – № 5. – С. 14-20.
4. Петров, А.Н., Петров, П.А., Петров, М.А. Теория обработки металлов давлением: штампы, износ и смазочные материалы: уч. пособие. – 2-е изд., испр. и доп. –

Сер. 76. – М.: Изд-во Юрайт, 2020. – 130 с.

5. Петрова, Л.Г., Александров, В.А., Демин, П.Е., Барабанов, С.И. Повышение термической устойчивости штампов горячего деформирования методом химико-термической обработки // СТИН. – 2020. – № 7. – С. 18-20.

6. Юршев, В.И., Мукатдаров, Р.И., Юршев, И.В. Поверхностное упрочнение инструмента нанесением пиролитического карбидохромового покрытия // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2015. – №2 (716). – С. 48-52.

7. Анищик, В.М., Борисенко, В.Е., Жданок, С.А., Толочко, Н.К., Федосюк, В.М. Наноматериалы и нанотехнологии. – Минск: Издательский центр БГУ, 2008. – 372 с.

8. Шестопалова, Л.П. Способ определения степени дисперсности нанопорошка // Наукаемкие технологии в машиностроении. – 2018. – №7 (85). – С. 45-48.

REFERENCES

1. Alexandrov, V.A., Petrova, L.G., Barabanov, S.I. A new technology increasing dies hardness by means of chemical-thermal treatment building up an electrically charged oxide layer / Science intensive technologies in Mechanical Engineering, 2012, No.7 (13), pp. 29-33.
2. Belashova, I.S., Petrova, L.G., Aleksandrov, V.D., Demin, P.E. Improving the Properties of Low-Alloy and Carbon Steel Tools by Cyclic Nitriding // Russian Engineering Research, 2018, vol. 38, No. 1, pp. 53-56.
3. Alexandrov, V.A., Bogdanov, K.V. Nitriding of tools made of high-chromium and high-speed steel / Strengthening technologies and coatings, 2005, No. 5, pp. 14-20.
4. Petrov, A.N., Petrov, P.A., Petrov, M.A. Theory of metalworking by pressure: dies, wear and lubricants: textbook, 2nd ed., updated, ser. 76, Moscow: Yurayt Publ. House, 2020, 130 p.
5. Petrova, L.G., Alexandrov, V.A., Demin, P.E., Barabanov, S.I. Improving thermal stability of hot working dies by chemical-thermal treatment / STIN, 2020, No. 7, pp. 18-20.
6. Yurshev, V.I., Mukatdarov, R.I., Yurshev, I.V. Surface hardening of tools by depositing a pyrolytic chromium carbide coating / Metal Science and Heat Treatment, 2015, No.2 (716), pp. 48-52.
7. Anishchik, V.M., Borisenko, V.E., Zhdanok, S.A., Tolochko, N.K., Fedosyuk, V.M. Nanomaterials and nanotechnologies, Minsk, Izd. Center BSU, 2008, 372 p.
8. Shestopalova, L.P. Method for nano-powder dispersion degree definition / Science intensive technologies in Mechanical Engineering, 2018, No.7 (85), pp. 45-48.

Вклад авторов: все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Contribution of the authors: the authors contributed equally to this article. The authors declare no conflicts of interests.

Статья поступила в редакцию 21.11.2021; одобрена после рецензирования 13.12.2021; принята к публикации 30.12.2021.

The article was submitted 21.11.2021; approved after reviewing 13.12.2021; accepted for publication 30.12.2021.