

УДК 669.14.018.252.3

ЭФФЕКТ УЛУЧШЕНИЯ ФОРМУЕМОСТИ РАСПЫЛЕННОГО ПОРОШКА БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ ПРИ ВВЕДЕНИИ ТВЕРДЫХ ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ

©2024 г. А.С. Ахметов, М.А. Засыпкин, К. Дюсенбеков, В.Ю. Лопатин, Ж.В. Еремеева

*Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»**E-mail: eremeeva-shanna@yandex.ru**Поступила в редакцию 6 марта 2024 г.**После доработки 20 июня 2024 г. принята к публикации 9 июля 2024 г.*

Исследована возможность улучшения уплотняемости и формуемости газораспыленного порошка быстрорежущей стали 10P6M5 при измельчении его частиц и изменения их морфологии обработкой в планетарной центробежной мельнице (ПЦМ). Показано ограниченное влияние такой обработки и обнаружен эффект улучшения формуемости при введении в порошок в ходе обработки в ПЦМ твердых частиц карбида VC в количестве 1 и 3%. Это связано с интенсификацией пластической деформации в зоне контакта карбидных частиц с частицами стали, возникающей при введении более твердых частиц VC в металлическую матрицу, которые в результате соединяют порошковые частицы стали.

Ключевые слова: порошковая быстрорежущая сталь; микроструктура; формуемость; уплотняемость; дисперсионное упрочнение.

Ключевую роль в формировании физико-механических свойств быстрорежущей стали играет микроструктура. Так, образование грубой карбидной сетки в литых быстрорежущих сталях, которая служит концентратором напряжений [1], привела к разработке технологии получения порошковой быстрорежущей стали, микроструктура которой становится значительно более дисперсной и однородной, что обеспечивает повышенные физико-механические свойства.

Вместе с тем известна проблема отсутствия формуемости при холодном прессовании газораспыленного порошка быстрорежущей стали из-за высокой твердости частиц, их сферической формы и гладкой поверхности [2]. Такой порошок в промышленности консолидируют методом горячего изостатического прессования (ГИП), который характеризуется своей технологической сложностью и дороговизной [3—7]. Всевозможные альтернативы типа горячего прессования (ГП), динамического горячего прессования (ДГП), инъекционного формования, холодного прессования водно-распыленных или полученных другими ме-

тодами порошков с дальнейшим сверхсолидным спеканием не получили широкого распространения в промышленности [8—14].

Распространенность газораспыленного порошка делает актуальным поиск методов улучшения его формуемости и уплотняемости при холодном прессовании. Такая задача чаще всего решается применением всевозможных смазок и пластификаторов, введение которых усложняет процесс получения конечного изделия из-за необходимости тщательного смешивания основного порошка с добавкой и дальнейшего удаления последней [15—17].

Улучшения формуемости и уплотняемости в перспективе можно добиться изменением морфологии и размера частиц порошка, а также повышением шероховатости их поверхности [18—21].

Целью работы было исследование данной возможности и эффекта повышения формуемости частиц порошка быстрорежущей стали при введении твердых дисперсных частиц карбида VC, выявленного в ходе выполнения исследований.

Материалы и методы исследования. В качестве исходного материала использован газораспыленный порошок быстрорежущей стали 10P6M5, имеющий насыпную плотность 4,6 г/см³ и текучесть 15,4 с.

Гранулометрический состав определяли с помощью лазерного анализатора ANALYSETTE 22 MicroTec plus (Fritsch GmbH, Германия). Текучесть и насыпную плотность определяли согласно ГОСТ 20899—98 и ГОСТ 19440—94 соответственно.

Морфологию и микроструктуру частиц и заготовок исследовали на растровом электронном микроскопе (РЭМ) S-3400N (Hitachi High-Technologies Corporation, Япония), оснащенном рентгеновским энерго-дисперсионным спектрометром NORAN System 7 X-ray Microanalysis System (Thermo Scientific, США).

Изменение морфологии и размера частиц достигалось механической обработкой в планетарной центробежной мельнице (ПЦМ) «Активатор-4М» при скорости вращения барабанов 800 мин⁻¹, длительности обработки 15, 30 и 45 мин. Соотношение расходов загружаемых шаров и порошка составило 10:1.

Обработку порошка проводили также при введении 1 и 3% VC. В этом случае при прочих аналогичных параметрах процесса длительность обработки составляла 30 мин.

Проводили одностороннее холодное прессование порошков 10P6M5, обработанных в ПЦМ, в том числе с добавками VC, в стальной пресс-форме при давлении прессования 200—900 МПа без введения смазок и связующих.

Спекание проводили в углеродсодержащей засыпке при температуре 1200 °С в течение 60 мин. Нагрев заготовок осуществляли со скоростью 10 °С/мин, охлаждение проводили в печи для удаления адсорбиро-

ванных газов и уменьшения термического напряжения.

Результаты и их обсуждение. Свойства исходного и обработанного в ПЦМ порошков. В табл. 1 приведены характеристики порошков быстрорежущей стали 10P6M5 в исходном виде и после обработки в ПЦМ в течение 15, 30 и 45 мин, описывающие их гранулометрический состав.

Исходный порошок характеризуется бимодальным распределением гранулометрического состава с широким интервалом размеров частиц (первый пик представлен фракцией 2—30 мкм и составляет ~8% общего количества исследованных частиц; второй пик соответствует фракции 50—280 мкм и составляет ~90%). После обработки в ПЦМ характер распределения становится одномодальным со средним размером частиц 18—20 мкм.

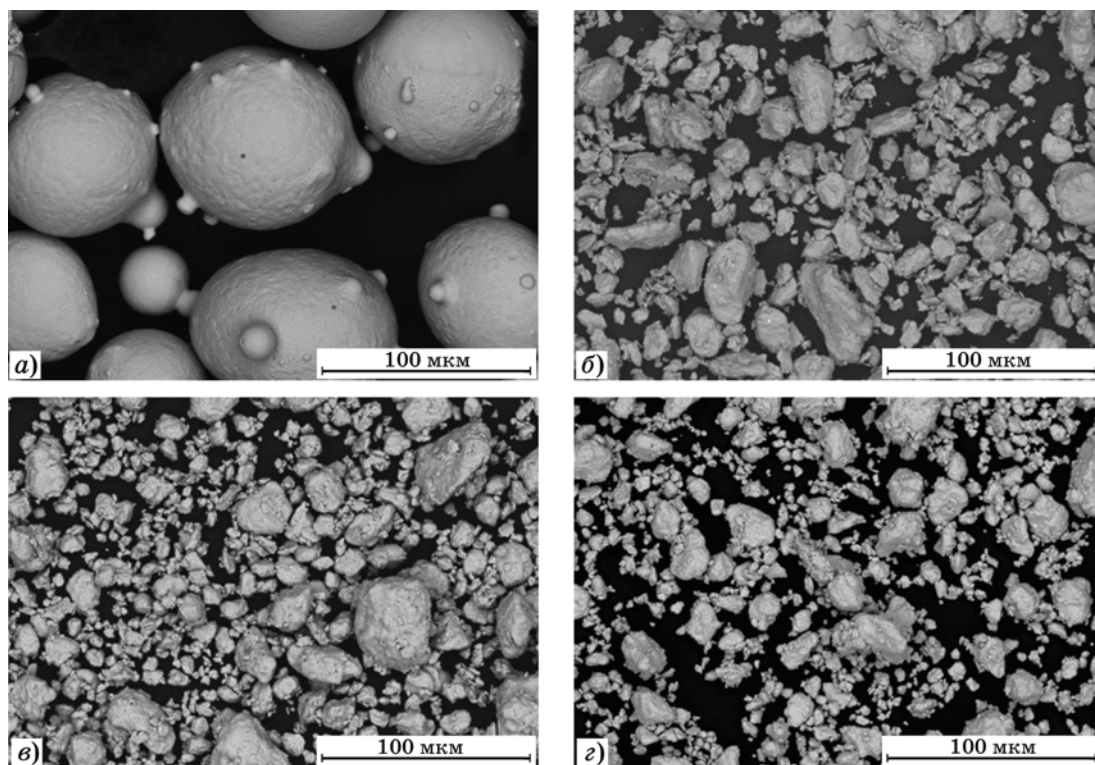
На изображениях (РЭМ) морфологии частиц исследуемых порошков (фиг. 1) видны частицы исходного порошка крупного размера (65—85 мкм), на которых наблюдаются сателлиты размером 5—15 мкм. Также видно, что обработанные в ПЦМ порошки состоят из частиц и их агломератов значительно меньшего размера, в среднем он составляет 3—15 мкм.

Высокая дисперсность обработанного порошка и осколочная форма его частиц привели к отсутствию такого показателя порошка, как текучесть (он не течет) и к снижению насыпной плотности (3,4 г/см³).

Холодное прессование исходного и обработанного в ПЦМ порошков. Исходный порошок не формуется и не уплотняется при холодном прессовании при давлениях в интервале 200—900 МПа. После обработки отмечается незначительное улучшение формуемости: из порошка вне зависимости от дли-

Таблица 1
Характеристики исходного ($\tau = 0$) и обработанных в ПЦМ (длительность обработки $\tau = 15, 30, 45$ мин) порошков стали 10P6M5

Характеристика	Длительность обработки, мин			
	0	15	30	45
Характер распределения	Бимодальный	Одномодальный		
Квантиль распределения, мкм:				
D10	66	7	7	5
D50	135	17	17	15
D90	215	39	38	36
Средний размер D частиц [3, 4], мкм	136	20	20	18

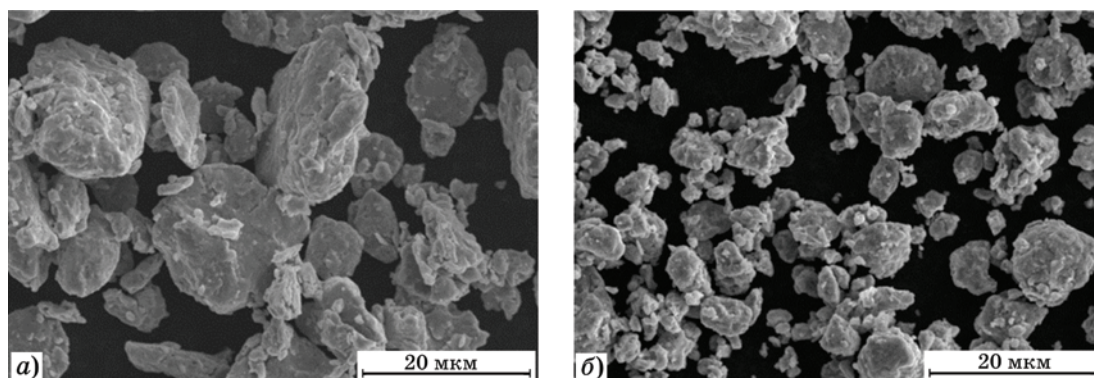


Фиг. 1. РЭМ-изображения морфологии частиц порошка стали 10P6M5: *a* — исходного; *б–г* — обработанного в ПЦМ соответственно в течение 15, 30 и 45 мин

Таблица 2

Показатели текучести, насыпной плотности и гранулометрического состава порошков стали 10P6M5, обработанных в ПЦМ, в зависимости от количества дисперсной добавки VC

Характеристика	Количество добавки VC, %	
	1	3
Текучесть, с	Не течет	
Насыпная плотность, г/см ³	2,9	2,6
Квантиль распределения, мкм:		
D10	4	5
D50	16	15
D90	42	41
Средний размер <i>D</i> частиц [3, 4], мкм	20	20



Фиг. 2. РЭМ-изображения морфологии частиц порошка стали 10P6M5 с добавкой 1% VC (*a*) и 3% VC (*б*)

тельности обработки образуются хрупкие заготовки при давлениях прессования от 400 МПа. Однако для дальнейшей транспортировки в зону спекания они не пригодны, легко разрушаются и рассыпаются.

Введение в порошок карбидной добавки VC. Проведена обработка в ПЦМ исходного порошка с добавкой 1 и 3% карбида VC с целью получения из смеси дисперсно-упрочненных заготовок. В табл. 2 приведены данные о насыпной плотности, текучести и среднем размере частиц полученных порошковых смесей.

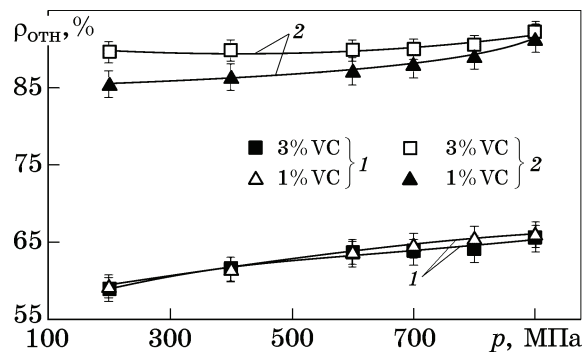
Все полученные порошковые смеси характеризуются одномодальным распределением гранулометрического состава. Мелкий размер частиц и их морфология (фиг. 2) привели к тому, что смеси не текли и имели низкую насыпную плотность.

Как видно из фиг. 2, обработка в ПЦМ распыленного порошка стали 10P6M5 вне зависимости от концентрации дисперсных добавок приводит к формированию практически одинаковой морфологии частиц, схожей с морфологией частиц обработанного порошка без добавок.

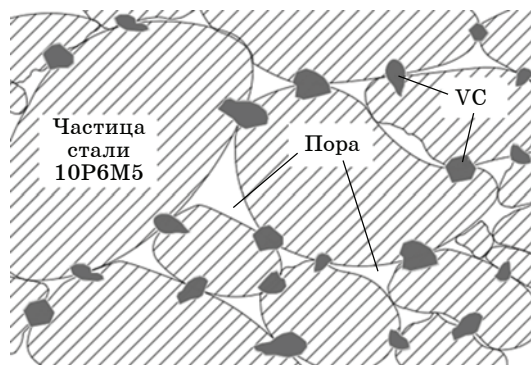
Проведено холодное одностороннее прессование и последующее спекание при 1200 °С. На фиг. 3 представлена зависимость относительной плотности заготовок из порошка стали 10P6M5 с добавкой карбида VC от давления прессования в состояниях после прессования и после спекания.

Прессование при давлениях 200—900 МПа приводит к образованию достаточно прочных заготовок с достижением относительной плотности 59—66%. Характерна типичная для твердых материалов зависимость роста плотности от давления прессования без очевидного перехода этапа интенсивного повышения плотности в результате перемещения частиц под давлением к этапу плавного повышения плотности в результате пластической деформации [22].

Улучшение формуемости и уплотняемости порошка при холодном прессовании связано с более шероховатой морфологией частиц стали и твердой добавки VC. При этом частицы карбида в ходе смешивания и обработки в ПЦМ, а далее при прессовании могут внедряться в более мягкие частицы быстрорежущей стали в результате интенсификации пластической деформации в области контакта карбида с металлической мат-



Фиг. 3. Влияние давления прессования p на относительную плотность $\rho_{отн}$ заготовок после прессования (1) и после спекания (2)



Фиг. 4. Схема соединения твердыми частицами упрочняющего карбида VC частиц распыленного порошковой стали 10P6M5

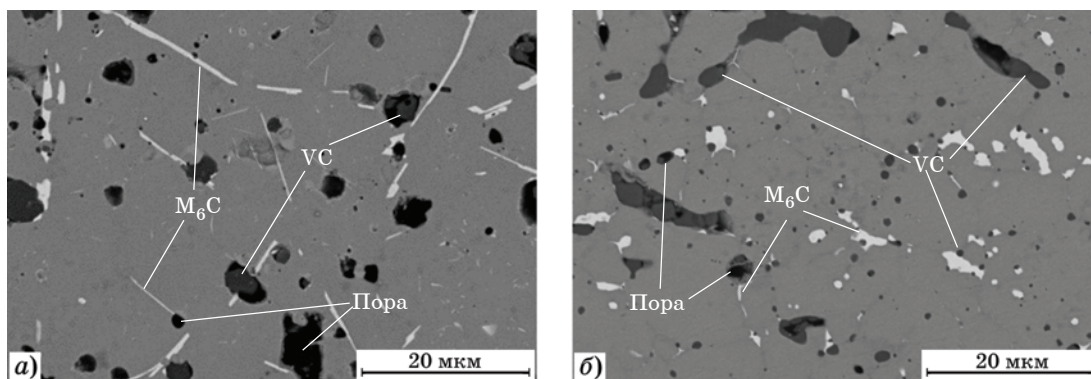
рицей. Схематично данный механизм демонстрируется на фиг. 4.

Рассыпания заготовок вследствие высокой их хрупкости или расслоянных трещин, образуемых в результате прессования при повышенных давлениях [23], не наблюдалось.

На фиг. 5 представлены изображения микроструктур спеченных заготовок в режиме детектирования обратноотраженных электронов. Исследовали наиболее плотные заготовки, спрессованные под давлением 900 МПа. Судя по приведенным на фиг. 5 снимкам, образуется пористая микроструктура. В матрице, представленной твердым раствором на основе железа, распределены частицы карбида M_6C типичной пластинчато-игольчатой морфологии [24, 25]. В порах и в объеме матрицы видны частицы карбида VC. В табл. 3 представлены результаты ЭДС-анализа компонентов микроструктуры спеченной заготовки.

Твердость заготовки с 1% VC составила 42 HRA, с 3% VC — 45 HRA.

Высокая плотность после спекания (до 91%) обусловлена активностью исходных



Фиг. 5. РЭМ-изображения микроструктуры спеченных заготовок из порошка стали 10P6M5 с добавкой 1% VC (а) и 3% VC (б)

Таблица 3

Результаты ЭДС-анализа компонентов микроструктуры спеченных заготовок из порошка стали 10P6M5 с добавкой карбида VC

Компонент	Содержание элемента, мас. %						
	Fe	W	Mo	Co	Cr	V	C
Матрица	86,5	6,2	—	1,5	3,2	—	2,6
M ₆ C	22,2	55,9	2,7	—	—	1,1	16,2
VC	2,1	—	—	—	2,2	65,6	30,1

порошков, прошедших обработку в ПЦМ, повышающую концентрацию дефектов кристаллической решетки [26]. При использовании добавки VC в большем количестве (3%) плотность при прессовании снижается из-за большего количества твердых частиц и меньшего их размера, а после спекания плотность возрастает за счет меньших размеров частиц, которые активнее подвергаются спеканию.

Выводы. 1. Показано ограниченное улучшение формуемости газораспыленного порошка быстрорежущей стали 10P6M5 после обработки в планетарной центробежной мельнице (ПЦМ) в результате большей шероховатости полученных частиц и их более сложной морфологии. Из обработанного в ПЦМ порошка получают хрупкие заготовки при холодном прессовании при давлении от 400 МПа.

2. Выявлен эффект повышения формуемости при обработке в ПЦМ порошка стали 10P6M5 с карбидной добавкой VC в количестве 1 и 3%, что достигается за счет интенсификации пластической деформации в области контакта карбидов с металлической матрицей (твердые карбидные частицы внедряются в мягкие частицы стали, обеспечивая их соединение).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Mesquit, R.A. High-speed steels produced by conventional casting, spray forming and powder metallurgy / R.A. Mesquit, C.A. Barbosa // Mater. Sci. Forum. 2005. V.498—499. P.244—250. DOI : 10.4028/www.scientific.net/msf.498-499.244.
2. Akhmetov, A.S. Investigation of the structure of sintered blanks from powder mixture of R6M5K5 high-speed steel containing diffusion-alloyed powder / A.S. Akhmetov, Z.V. Ereemeeva // Metallurgist. 2022. V.66. P.299—303. DOI : 10.1007/s11015-022-01329-8.
3. Furuya, K. Application of the sinter-HIP method to manufacture Cr-Mo-W-V-Co high-speed steel via powder metallurgy / K. Furuya, S. Jitsukawa, T. Saito // Materials. 2022. V.15. Art.2300. DOI : 10.3390/ma15062300.
4. Geenen, K. Microstructure, mechanical, and tribological properties of M3/2 high-speed steel processed by selective laser melting, hot-isostatic pressing, and casting / K. Geenen, A. Röttger, F. Feld, W. Theisen // Additive Manufact. 2019. V.28. P.585—599. DOI : 10.1016/j.addma.2019.05.028.
5. Dunkley, J.J. Metal powder atomisation methods for modern manufacturing : Advantages, limitations and new applications for high value powder manufacturing techniques / J.J. Dunkley // Johnson Matthey Techn. Rev. 2019. V.63. №3. P.226—232. https://doi.org/10.1595/205651319X15583434137356.
6. Волков, А.М. Альтернативные технологии повышения механических свойств гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для дисков ГТД (обзор) / А.М. Волков, М.М. Карашаев, М.М. Бакрадзе, Т.О. Пустынников // Тр. ВИАМ. 2019. №8(80). С.3—8. DOI : 10.18577/2307-6046-2019-0-8-3-8.

7. Мазалов, И.С. Микроструктура и механические свойства никелевого высокопрочного сплава ВЖ172, полученного методом горячего изостатического прессования гранул / И.С. Мазалов, А.М. Волков, Б.С. Ломберг, Е.Б. Чабина // Тр. ВИАМ. 2022. №9(115). С.15—27. DOI : 10.18577/2307-6046-2022-0-9-15-27.
8. Thavale, V.T. Wear behavior and machinability of hot pressed sintering of B₄C reinforced M3/2 HSS composite / V.T. Thavale, N.B. Dhokey // Mater. Today : Proceedings. 2021. V.44 (6). P.4891—4897. DOI : 10.1016/j.matpr.2020.11.710.
9. Дорофеев, Ю.Г. Динамическое горячее прессование порошковых заготовок / Ю.Г. Дорофеев. — М. : Металлургия, 1977. 216 с.
10. Kearns, M.A. Sintering and properties of MIM M2 high speed steel produced by prealloy and master alloy routes / M.A. Kearns, P.A. Davies, V. Ryabinin, E. Gonzalez // Metal Powder Report. 2016. V.71(3). P.200—206. DOI : 10.1016/j.mprp.2016.04.085.
11. Mohd, S. Supersolidus sintering and mechanical properties of water-atomised M3/2 high-speed steel powder sintered under nitrogen-based atmosphere / S. Mohd, M. Mazlan // J. Tekn. 2012. V.41. P.77—84. DOI : 10.11113/jt.v41.692.
12. Гиршов, В.Л. Малоотходная технология изготовления инструмента из быстрорежущей стали / В.Л. Гиршов // Металлообработка. 2015. №5 (89). С.26—31.
13. Shan, W. T15 high speed steels produced by high-temperature low-pressure short-time vacuum hot-pressing combined with subsequent diffusion-bonding treatment / W. Shan, Y. Lin // Metals. 2023. V.13. P.998. <https://doi.org/10.3390/met13050998>.
14. Chen Nan. Dense M2 high speed steel containing core-shell MC carbonitrides using high-energy ball milled M2/VN composite powders / Chen Nan [et al.] // Mater. Sci. Eng. : A. 2020. V.771. Jan. Art.138628. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138628>.
15. Лопатин, В.Ю. Порошковая металлургия в автомобилестроении и других отраслях промышленности : учеб. пособ. / В.Ю. Лопатин, Ж.В. Еремеева, Г.Х. Шарипзянова, Н.М. Ниткин. — М. : Университет машиностроения, 2014. 276 с.
16. Mizera, Č. Mechanical pressing of coconut oil and evaluation of its lubricant properties / Č. Mizera, Z. Aleš, D. Herák, P. Hrabě, A. Kabutey, R.A.M. Napitupulu, N. Ungureanu // Processes. 2023. V.11. Art.3034. <https://doi.org/10.3390/pr11103034>.
17. Özakin, B. Investigation of the performance of vegetable lubricants in cold pressing / B. Özakin, I. Erdil // Intern. Conf. Innov. Academ. Stud. 2023. V.3(1). P.348—352. <https://doi.org/10.59287/icias.1553>.
18. Hlosta, J. Effect of particle shape and size on the compressibility and bulk properties of powders in powder metallurgy / J. Hlosta, D. Žurovec, L. Jezerská [et al.] // Metal 2016. — Conf. Proceed. — Brno : [S.n.], 2016.
19. Крючков, Д.И. Влияние состава механической смеси порошков титана на свойства заготовок / Д.И. Крючков, А.П. Поляков, А.Г. Залазинский [и др.] // Фундаментальные исследования. 2014. №9—1. С.24—28.
20. Wang Shicheng. Experimental study on the effects of particle characteristics and pressurization methods on powder compression / Wang Shicheng [et al.] // Chem. Eng. Sci. 2022. V.260. Oct. Art.117927. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2022.117927>.
21. Lampman, S. Compressibility and compactibility of metal powders / S. Lampman // Powder Metallurgy // ed. P. Samal and J. Newkirk // ASM Intern. Handbook. 2015. V.7. P.171—178. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v07.a0006032>.
22. Šuštaršič, B. Vacuum sintering of water-atomised HSS powders with MoS₂ additions / B. Šuštaršič, L. Kosec, M. Jenko, V. Leskovšek // Vacuum. 2001. V.61. №2—4. P.471—477. DOI : 10.1016/S0042-207X(01)00161-0.
23. Tahir, S.M. Fracture in metal powder compaction / S.M. Tahir, A.K. Ariffin // Intern. J. Solids and Struct. 2006. V.43 №6. P.1528—1542. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2005.10.010.
24. De Colnet, L. Quantitative description of MC, M₂C, M₆C and M₇C₃ carbides in high speed steel rolls / L. de Colnet, E. Pirard, J. Tchuindjang, J. Lecomte-Beckers, R. Gfhiri, Ph. Boeraeve, S. Cescotto // Mater. Structure and Micromechanics of Fracture. MSMF-3. 2001. P.710—717.
25. Чаус, А.С. Структурные превращения при термической обработке литой W-Мо-быстрорежущей стали, модифицированной диборидом титана / А.С. Чаус, М. Богачик, П. Урадник // ФММ. 2011. Т.112. №5. С.495—504.
26. Torresani, E. Localized defects in cold die-compacted metal powders / E. Torresani, G. Ischia, A. Molinari // J. Manufact. Mater. Proc. 2022. V.6. P.155. DOI : 10.3390/jmmp6060155.