

УДК 66.017

К ВОПРОСУ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И ТВЕРДОСТИ ПОЛУТЕПЛОСТОЙКОЙ СТАЛИ X12M МЕТОДАМИ ТЕРМИЧЕСКОЙ И ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

канд. техн. наук, доц. **И.Н. СТЕПАНКИН; Е.П. ПОЗДНЯКОВ; Е.А. АСТАПОВ**
(Гомельский государственный технический университет имени П.О. Сухого)

Демонстрируются результаты исследования структуры, фазового состава и свойств инструментальной стали X12M во взаимосвязи с режимами термической и химико-термической обработок. Показано влияние криогенной обработки и низкотемпературной нитроцементации на структурообразование сплава, закаленного с различных температур. Осуществлена расчетная оценка предела контактной выносливости с учетом распределения микротвердости по сечению упрочненного слоя. Даны рекомендации по выбору режимов термохимической обработки, обеспечивающих получение наиболее высоких прогнозных показателей износоустойчивости при контактных напряжениях выше 1000 МПа.

Ключевые слова: сталь X12M, штамповая оснастка, твердость, низкотемпературная нитроцементация, предел контактной выносливости.

Введение. Твердость инструментальной стали, применяемой для изготовления деформирующего инструмента, является основным параметром, определяющим износоустойчивость материала. Ресурс штампов, применяемых при массовом производстве метизов высадкой и чеканкой, как правило, ограничивается способностью поверхностного слоя металла противостоять зарождению и распространению трещин контактной усталости. При этом взаимодействие поверхности инструмента с металлом заготовки происходит с незначительным скольжением на поверхности раздела или вообще без него. В такой ситуации прогнозирование наработки штампов на отказ вполне закономерно проводить на основе оценки предела контактной выносливости материала. Его можно рассчитать по стандартным зависимостям, учитывающим твердость поверхностного слоя материала:

$$\sigma_{\text{Hlim}} = 23\text{HRC}_\sigma \quad [1], \quad (1)$$

$$\sigma_{\text{Hlim}} = 1,25\text{HV} \quad [2]. \quad (2)$$

Широко применяемая для изготовления холодное деформирующих штампов сталь X12M отличается достаточно высокой износоустойчивостью. Основными структурными составляющими сплава являются легированные карбиды, мартенсит, а также некоторое количество остаточного аустенита. Повышение количества γ -фазы, с одной стороны, сопровождается снижением твердости материала [3]. С другой – динамическое старение аустенита в процессе эксплуатации инструмента способствует увеличению наработки на отказ за счет повышения вязкости сплава [4]. Режимы формирования заданных свойств рассматриваемой стали могут способствовать получению достаточно высоких значений твердости (60...63 HRC) в сочетании с некоторым количеством остаточного аустенита или его превращению в мартенсит при отпуске свыше 400 °С, обеспечивающем получение вторичной твердости в диапазоне 52...59 HRC [5; 6]. Очевидно, что подобное снижение твердости в соответствии с зависимостями (1) и (2) будет негативно сказываться на величине предела контактной выносливости металла. Для его повышения в совокупности с режимами термообработки, направленными на максимальное превращение аустенита, возможно применение поверхностного модифицирования, проводимого при температурах не более 560 °С.

Методика и объекты исследований. Для исследований применяли образцы из стали X12M, предварительная термическая обработка которых проводилась по режимам, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 – Режимы термической обработки образцов из стали X12M

Режим термической обработки		Номер партии образцов			
		1	2	3	4
Закалка	первый подогрев, °С	425			
	второй подогрев, °С	825			
	окончательный нагрев, °С	1170	1140	1040	1040
	охлаждающая среда	воздух		масло	
	криогенная обработка	–196		–196	–
Отпуск, °С		550 (3 раза)		200	200
Твердость, HRC		58...60	60...61	65...66	63...64

После термической обработки с поверхности образцов удаляли окисленный слой и обезжировали. Нитроцементацию осуществляли в твердом карбюризаторе на основе древесного угля, модифицированного мочевиной, при температуре 520 °С. Выбор в пользу указанного состава сделан вследствие того, что при данной температуре поверхностный слой насыщается преимущественно атомарным азотом [7]. Это позволяет использовать простую и достаточно эффективную технологию для формирования в поверхностном слое карбонитридных соединений. Общая длительность химико-термической обработки составляла 17 часов. В качестве оснастки использовали контейнер из жаропрочной стали 09X18H10T диаметром 70, высотой 100 и толщиной стенок 2 мм. В первом приближении считали, что длительность времени для сквозного прогрева контейнера и его содержимого до температуры насыщения составляла незначительный период по сравнению с общей продолжительностью всего процесса ХТО. Герметичность внутреннего содержимого контейнера обеспечивали путем заделки затвора между стаканом и крышкой контейнера смесью натриевого жидкого стекла и кварцевого песка.

ДюрOMETрические испытания проводили на приборах Роквелла и ПМТ-3. Исследование микро-структуры осуществляли на оптическом микроскопе Метам РВ-22. Для оценки фазового состава использовали дифрактограммы, полученные на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7 с применением рентгеновской трубки 2,0БСВ27-Со при напряжении 40 кВ и силе тока 30 мА.

Результаты исследований и их обсуждение. Известно, что легирование хромом инструментальных штамповых сталей не приводит к возрастанию их хрупкости. Эта закономерность выявлена для сплавов, содержащих до 15% хрома [5]. С повышением содержания данного легирующего элемента возрастает доля остаточного аустенита, который оказывает существенное влияние на вязкость полутеплостойких штамповых сталей. Механизм разрушения штампового инструмента во многом определяется уровнем контактных нагрузок, возникающих на гравюре штампа. Наличие некоторого количества остаточного аустенита в структуре сплава может существенно повысить стойкость оснастки. При этом следует учитывать, что чрезмерное повышение уровня остаточного аустенита приводит к снижению твердости металла, что, в свою очередь, снижает контактную выносливость инструмента [8].

Являясь метастабильной фазой, остаточный аустенит, присутствующий в сплаве, способен к динамическому старению. В частности, воздействие внешней нагрузки на сталь X12M, закаленную с температуры 1080 °С и подвергнутую низкотемпературному отпуску, сопровождается упрочнением сплава. Этот эффект наблюдается при величине деформации до 0,2%. Более высокие значения приводят к разрушению металла [9].

Таким образом, выбор соотношения между объемами мартенсита и остаточного аустенита в металлической матрице полутеплостойких штамповых сталей с содержанием хрома 12% является важной материаловедческой задачей, позволяющей адаптировать структуру сплава к условиям работы штампового инструмента. Этот критерий наряду с твердостью следует учитывать при разработке технологии упрочнения штампового инструмента из стали X12M и ее аналогов.

Для оценки влияния режимов термической обработки стали X12M на ее фазовый состав проведены рентгеноструктурные исследования образцов. Как видно из таблицы 1, в результате повышения температуры закалки в совокупности с криогенной обработкой и применением дисперсионного твердения твердость сплава составила не менее 58HRC. Это минимальное значение, рекомендуемое при изготовлении штампового инструмента для холодного объемного деформирования заготовок [10]. Основным результатом термической обработки указанных партий образцов является достижение минимального содержания остаточного аустенита [3].

Образцы третьей и четвертой партий, закаленные с температуры 1040 °С, имели твердость не более 66 HRC. Применение криогенной обработки привело к незначительному увеличению этого параметра в пределах погрешности эксперимента. Ожидаемое различие твердости между третьей и четвертой партиями образцов обусловлено различным содержанием аустенита (около 20% (четвертая партия) и до 10% (третья партия) [3]) оказалось несущественным.

Результаты рентгеноструктурного анализа, проведенного на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7, показали, что обработка образцов в жидком азоте после закалки и последующего отпуска при 200 °С приводит к смещению главного пика α -фазы на дифрактограмме с угла $2\theta = 52,2853$ до $2\theta = 52,2978^\circ$. При этом изменяется полуширина пика с 0,2896 до 0,4900°, что говорит об уменьшении размеров кристаллических образований в структуре стали при обработке холодом в результате мартенситных превращений части остаточного аустенита, содержащегося в сплаве перед началом криогенной обработки. В структуре стали наблюдается преимущественно твердый раствор, представляющий собой легированный мартенсит и карбиды типа M_7C_3 (рис. 1 и 2). О присутствии остаточного аустенита можно судить о формировании так называемого «большеугольного хвоста» [11], у основания пика α -фазы отражаемом линиями 51,6428 и 51,4393° соответственно.

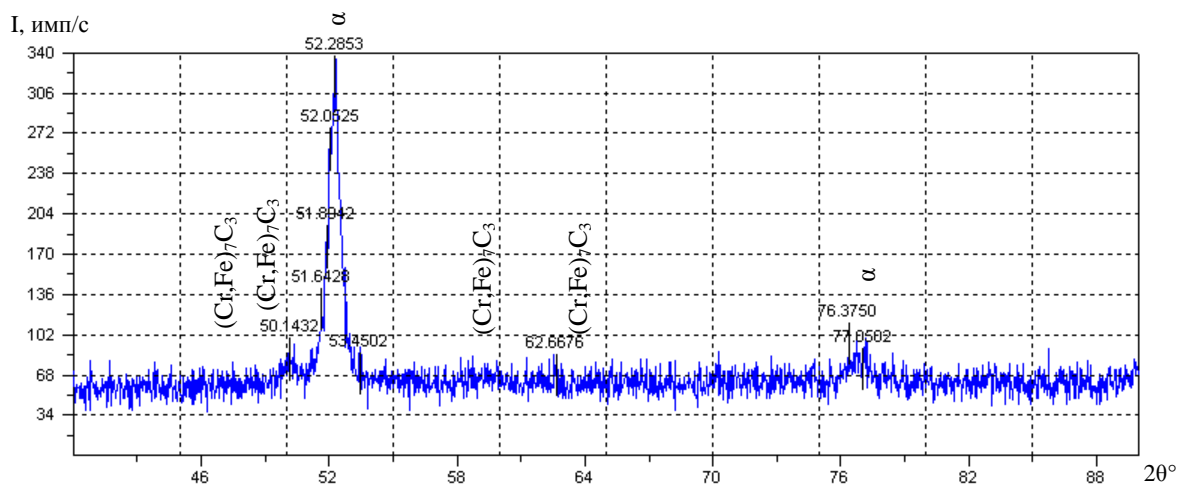


Рисунок 1 – Фрагмент рентгеновской дифрактограммы (CoK_α) стали X12M, подвергнутой закалке $1040\text{ }^\circ\text{C}$ и отпуску $200\text{ }^\circ\text{C}$

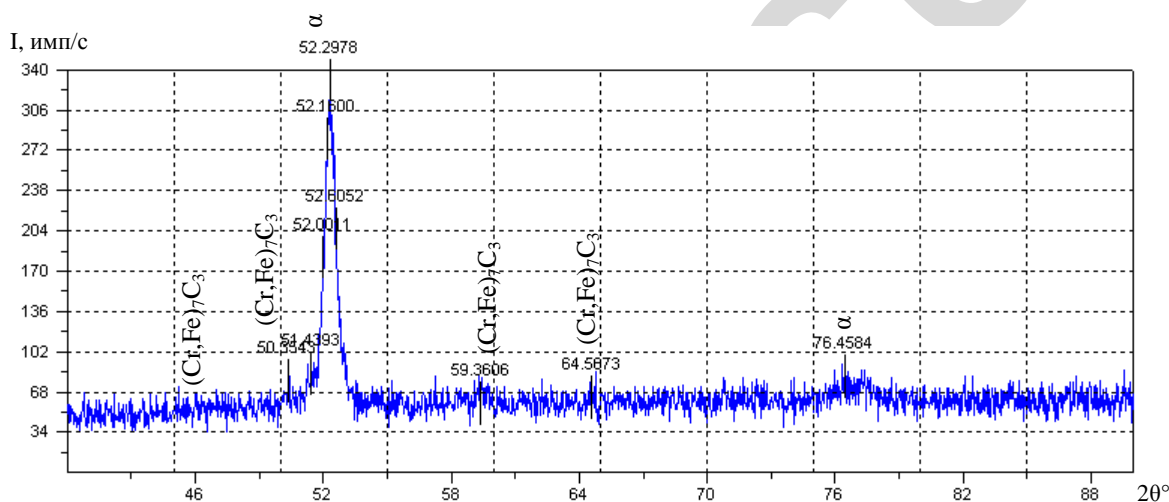


Рисунок 2 – Фрагмент рентгеновской дифрактограммы (CoK_α) стали X12M, подвергнутой закалке с $1040\text{ }^\circ\text{C}$ с криогенной обработкой и отпуску $200\text{ }^\circ\text{C}$

Увеличение температуры закалки до 1140 и $1170\text{ }^\circ\text{C}$ и проведение отпуска при температуре $550\text{ }^\circ\text{C}$ после криогенной обработки приводит к дальнейшему увеличению полуширины пика α -фазы соответственно до $0,5171$ и $0,7685^\circ$ (рис. 3 и 4), что свидетельствует о более значительном измельчении кристаллических образований, чем у двух других партий образцов. Уменьшение параметров решетки α -фазы, ее тетрагональности может быть связано с выделением из мартенсита некоторого количества легирующих элементов и образования мелкодисперсных карбидов типа Me_7C_3 и Me_2C при температуре отпуска выше $550\text{ }^\circ\text{C}$. Мартенситные превращения в области низких температур (ниже $0\text{ }^\circ\text{C}$) происходят с образованием двойникового мартенсита [3]. В результате отпуска при температуре выше $550\text{ }^\circ\text{C}$ происходит снижение степени легированности мартенсита и снижение количества углерода в нем. Как следует из работы [3], обработка холодом не обеспечивает полного превращения остаточного аустенита в случае закалки стали X12M с указанных температур. Его количество будет существенно превосходить объем мартенситной фазы, составляя большую часть от всего объема твердого раствора. Однако на дифрактограммах образцов первой и второй партий линии интенсивности, отражающие содержание γ -фазы ($51,7108$ и $51,5680^\circ$) в области основания основного пика α -фазы, соизмеримы с линиями интенсивности остаточного аустенита на дифрактограммах образцов, закаленных с температурой $1040\text{ }^\circ\text{C}$. Это позволяет сделать вывод о том, что проведение отпуска при температуре $550\text{ }^\circ\text{C}$ способствует распаду большей части остаточного аустенита в сплаве, закаленном с повышенных температур.

Таким образом, при соизмеримых количествах остаточного аустенита в матрице материала более высокая твердость будет достигнута вследствие применения закалки с температуры $1040\text{ }^\circ\text{C}$ и последующего отпуска при температуре $200\text{ }^\circ\text{C}$.

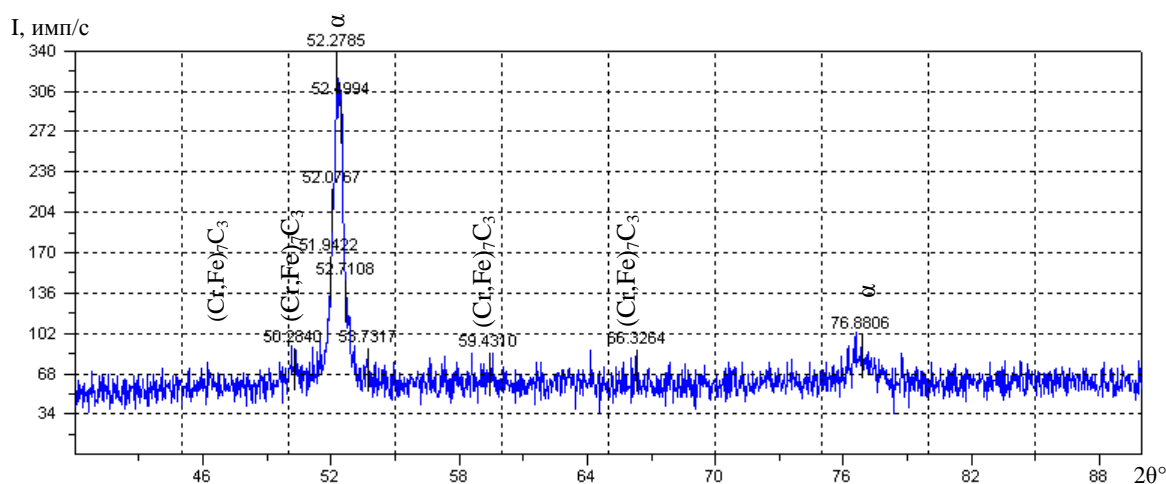


Рисунок 3 – Фрагмент рентгеновской дифрактограммы (CoK_α) стали X12M, подвергнутой закалке с 1140°C с криогенной обработкой и отпуску 560°C

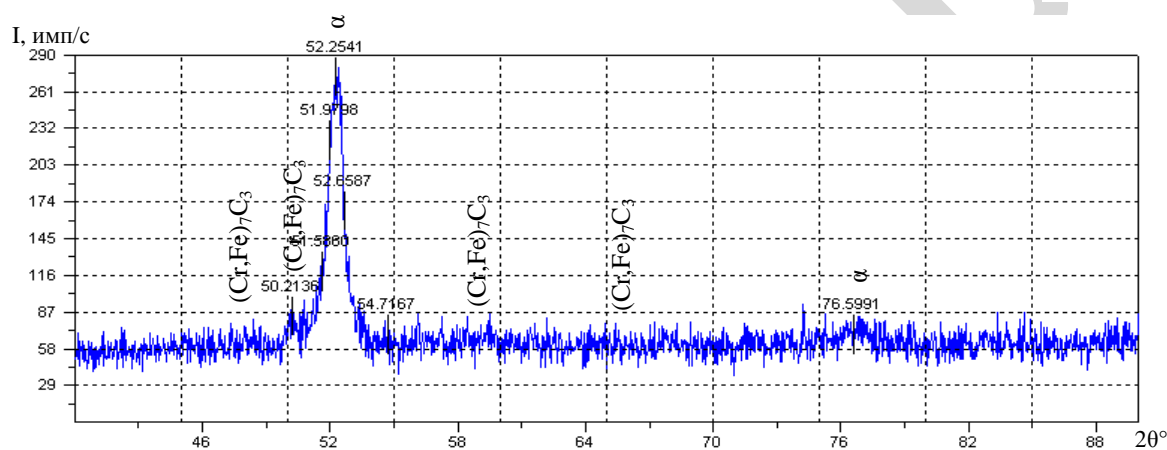


Рисунок 4 – Фрагмент рентгеновской дифрактограммы (CoK_α) стали X12M, подвергнутой закалке с 1170°C с криогенной обработкой и отпуску 560°C

Расчет предела выносливости по зависимостям (1) и (2) показывает, что наибольшей стойкостью к контактному изнашиванию будут обладать образцы этих же партий (табл. 2).

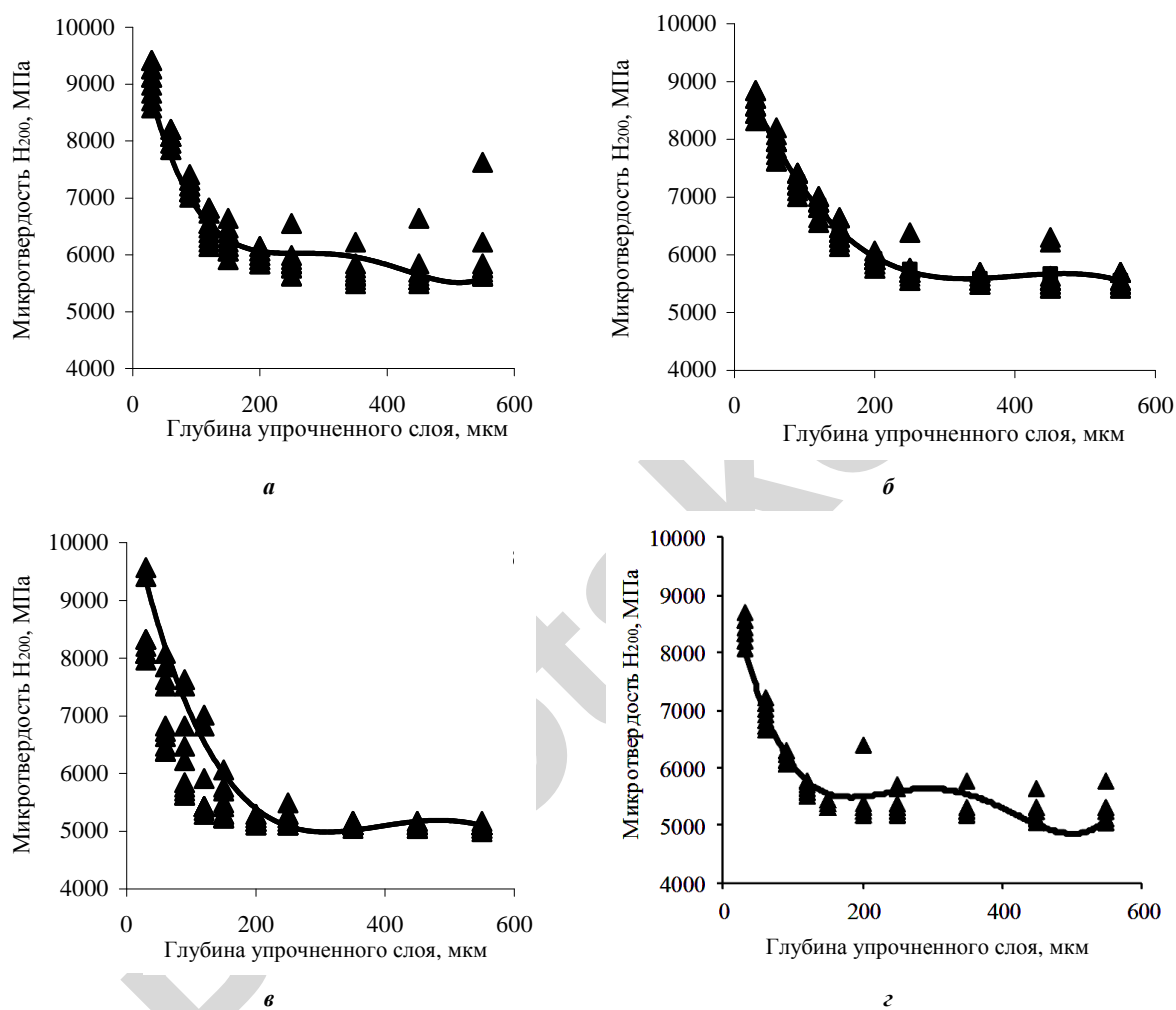
Таблица 2 – Прогнозируемые значения предела контактной выносливости стали X12M с учетом режимов термической и химико-термической обработки, МПа

Технология упрочнения	Партия 1		Партия 2		Партия 3		Партия 4	
	Зависимость (1)	Зависимость (2)	Зависимость (1)	Зависимость (2)	Зависимость (1)	Зависимость (2)	Зависимость (1)	Зависимость (2)
Объемное упрочнение в соответствии с таблицей 1	1357...1403	818...868*	1403...1437	868...893*	1495...1518	986...1067*	1472...1495	953...986*
Финишная нитроцементация, 520	1541**	1133	1518**	1075	1506**	1051	1500**	1046

*Значения чисел твердости по Виккерсу, необходимые для расчетов, получали переводом из значений твердости по Роквеллу.
 **Значения чисел твердости по Роквеллу, необходимые для расчетов, получали переводом из значений твердости по Виккерсу.

Следует отметить, что применение двух альтернативных расчетных зависимостей обеспечивает получение существенных различий в значениях предела контактной выносливости. Эта же особенность выявляется при оценке прогнозных величин предела контактной выносливости образцов, упрочненных посредством низкотемпературной нитроцементацией.

Во всех исследованных случаях поверхностная твердость образцов составила 8000...9000 МПа. Общая толщина слоя повышенной твердости приближается к 200 мкм (рис. 5). По данному показателю рассматриваемые модифицированные слои превосходят аналогичные слои, полученные азотированием при низком давлении в течение 3 часов [12]. Основной причиной, по которой длительность вакуумного азотирования ограничена указанным временем, а глубина модифицированного слоя не превысила 100 мм, является формирование по границам зерен матрицы сплошной сетки нитридов, так называемой γ' -фазы. Её присутствие в подповерхностном слое считается нежелательным из-за повышения хрупкости металла вследствие проявления преимущественно интеркристаллитного механизма разрушения.



a – партия 1; *б* – партия 2; *в* – партия 3; *z* – партия 4

Рисунок 5 – Распределение микротвердости по сечению образцов из стали X12M

Структура образцов, подвергнутых низкотемпературной нитроцементации, также отличается присутствием γ' -фазы и наличием ϵ -фазы в виде тонкой прослойки на поверхности металла. При этом в зоне максимального скопления нитридов (γ' -фазы) не образуется сплошная сетка (рис. 6, *a*), а толщина ϵ -фазы не превышает 2...3 мкм, что не является опасным с точки зрения охрупчивания металла. Поверхностный микрослой сплошной нитридной пленки быстро удаляется с поверхности инструмента при его первых циклах нагружения без формирования глубоких дефектов [7]. В окрестности крупных первичных карбидов, располагающихся в модифицированном слое, выявлены серые приграничные участки, которые по результатам исследований в работе [12] идентифицированы как карбонитридные области, сформированные в результате легирования включений азотом. По всем описанным морфологическим признакам упрочненные слои, сформированные в стали X12M в результате низкотемпературной нитроцементации, соответствуют слоям, полученным азотированием при низком давлении в течение 1...2 часов. При этом возрастание длительности низкотемпературной нитроцементации до 17 часов обеспечивает увеличение

общей глубины упрочненного слоя до 200 мкм без формирования в нем сетки γ' -фазы. При этом высокая твердость упрочненного слоя, согласно зависимостям (1) и (2), должна обеспечить повышение предела выносливости материала (см. табл. 2).

Отличительной особенностью фазового состава сердцевины является практически полное превращение остаточного аустенита, которое произошло после упрочняющей обработки, длившейся 17 часов. Рентгенограммы, полученные с поперечных шлифов образцов всех партий, отличаются идентичным распределением фаз, среди которых выделяются линии главного пика α -фазы и хромистых карбидов M_7C_3 . Значительное сужение пика твердого раствора свидетельствует о протекании некоторой рекристаллизации и укрупнении размеров кристаллических образований, что, в свою очередь, сопровождается снижением твердости сердцевины металла. Практически полный распад остаточного аустенита обеспечивается длительной выдержкой при температуре нитроцементации 520 °С, что подтверждается практически симметричным основанием пика α -фазы, а также высокой степенью химической активности материала матрицы при травлении микрошлифов в 3%-ном растворе HNO_3 в этиловом спирте (рис. 6). В непосредственной близости от основания главного пика α -фазы выявлены линии вторичных фаз, выделившихся в процессе распада аустенита. Их идентификация в некоторых случаях затруднена из-за наложения пиков вторичных карбидов на широкий пик мартенсита и отсутствия линий аустенита [13].

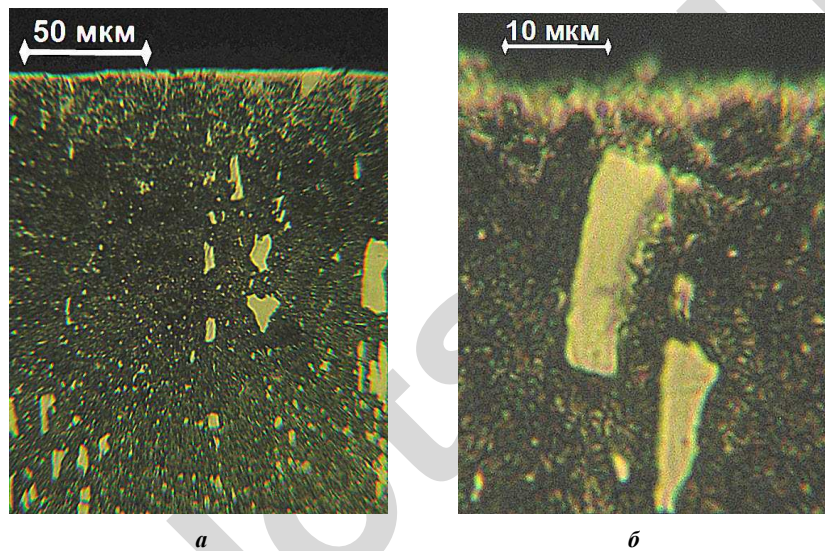


Рисунок 6 – Распределение нитридных включений (γ' -фазы) в поверхностном слое образцов из стали X12M и наружном слое ϵ -фазы (а), легирование границы крупного первичного включения азотом (б) после низкотемпературной нитроцементации сплава

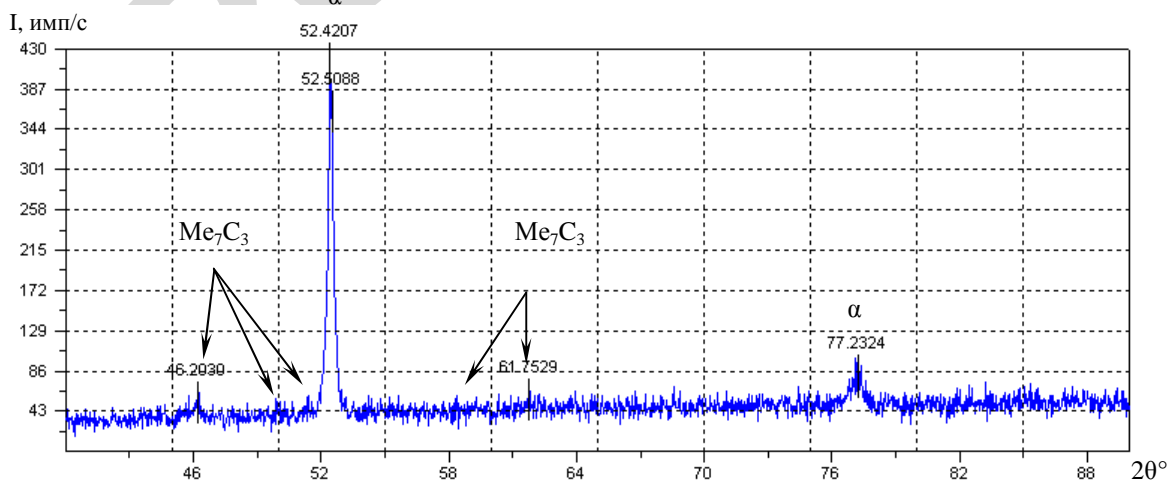


Рисунок 7 – Фрагмент рентгеновской дифрактограммы (CoK_{α}) стали X12M, подвергнутой финишной нитроцементации в течение 17 часов при температуре 520 °С

Заключение. Рассмотрены структура и фазовый состав стали X12M, полученные при различных режимах термической обработки, а также низкотемпературной нитроцементации. Выявлено, что использование традиционных режимов термической обработки стали X12M – закалки с температуры 1040 °С и отпуска при температуре 200 °С обработка холодом – обеспечивает незначительное повышение твердости сплава с 63...64 до 65...66 HRC, что можно объяснить снижением доли остаточного аустенита с 20...25 до 10% [3; 6]. Линии γ -фазы на рентгенограммах в области основания основного пика мартенсита имеют низкую интенсивность, подтверждая преобладание α -фазы в составе металлической матрицы сплава. При этом линии карбидной фазы имеют сходные рефлексы для обоих исследованных случаев, что свидетельствует об отсутствии влияния криогенной обработки на морфологию и состав данной структурной составляющей.

Повышение температуры закалки до 1140 и 1170 °С, сопровождающееся ростом степени легирования аустенита и увеличением его доли в закаленной и обработанной холодом стали, не способствует достижению соизмеримой твердости сплава в результате его дисперсионного твердения после проведения отпуска при температуре 560 °С. Она снижается до величин 58...61 HRC, но при этом доля остаточного аустенита в сплаве, согласно рентгеновским исследованиям, снижается до уровня, достигаемого при закалке с температур 1040 °С и отпуске при 200 °С. Анализ дифрактограмм показывает, что снижение твердости обусловлено уменьшением степени легирования мартенсита за счет выделения из твердого раствора вторичных карбидов на стадии дисперсионного твердения. Полученные результаты свидетельствуют о более высоких эксплуатационных свойствах стали X12M при использовании её для инструмента, работающего в условиях воздействия на поверхность пульсирующих контактных нагрузок за счет сохранения высокой вязкости металлической матрицы. Указанные свойства востребованы при изготовлении сложнопрофильного штампового инструмента с развитой гравюрой [4].

Повышение твердости поверхностного слоя стали X12M обеспечено низкотемпературной нитроцементацией в течение 17 часов при температуре 520 °С. В результате, при достижении общей глубины модифицированного слоя порядка 200 мкм в нем не образовывается сплошной сетки хрупкой нитридной γ' -фазы, как при вакуумном азотировании в случае упрочнения сплава на глубину более 100 мкм, и достигается двукратное увеличение толщины модифицированного слоя. Максимальная микротвердость модифицированного слоя после нитроцементации сопоставима с твердостью азотированного слоя и составляет не менее 8 ГПа. Полученное значение микротвердости является более предпочтительным показателем с точки зрения стойкости материала к контактному изнашиванию, чем у неупрочненного сплава. При этом длительная выдержка при температуре химико-термической обработки обеспечивает практически полное превращение аустенитной фазы в твердом растворе материала, что может быть востребовано при изготовлении пуансонов холодновысадочных автоматов и других деталей оснастки для холодной объемной штамповки, к структуре которых предъявляются требования по недопустимости протекания в металлической матрице сплава процессов динамического старения γ -фазы [14–16].

ЛИТЕРАТУРА

1. Передачи зубчатые цилиндрические эвольвентные внешнего зацепления: ГОСТ 21354-87 (СТСЭВ 5744-86). – М., 1987.
2. Семенов, М.Ю. Анализ способов упрочнения зубчатых колес из теплостойких сталей на основе расчетного метода / М.Ю. Семенов, И.Н. Гаврилин, М.Ю. Рыжова // Металловедение и термическая обработка металлов. – 20014. – № 1. – С. 42–46.
3. Артингер, И. Инструментальные стали и их термическая обработка: справ. / И. Артингер. – М.: Металлургия, 1982. – 312 с.
4. Макаров, А.В. Повышение износостойкости сплавов железа за счет создания метастабильных и нанокристаллических структур: автореф. дис. ... д-ра техн. наук: 23.12.2009 / А.В. Макаров. – Челябинск, 2009. – 48 с.
5. Слосман, И.В. Термическая обработка штампов из хромистой стали / И.В. Слосман // Изв. Томского ордена Трудового Красного Знамени политехн. ин-та им. С.М. Кирова. – 1954. – Т. 75. – С. 445–457.
6. Геллер, Ю.А. Инструментальные стали: справ. / Ю.А. Геллер. – М.: Металлургия, 1984. – 584 с.
7. Лахтин, Ю.М. Химико-термическая обработка металлов / Ю.М. Лахтин, Б.Н. Арзамасов. – М.: Металлургия, 1985. – 256 с.
8. Степанкин, И.Н. Стойкость холодновысадочной оснастки и методы её повышения / И.Н. Степанкин, В.М. Кенько. – Гомель: ГГТУ им. П.О. Сухого, 2014. – 197 с.
9. Хейфец, И.Л. Термомеханическая обработка холодновысадочного и резбонакатного инструмента / И.Л. Хейфец // Кузнечно-штамповочное производство. – 1983. – № 11. – С. 37–38.

10. Выдавливание рельефных полостей в формообразующих деталях технологической оснастки: рук. техн. материал: 37.002.0195-81. – Горький, 1983. – 170 с.
11. Каган, А.С. Методика количественного определения остаточного аустенита в текстурированной стали / А.С. Каган, Л.С. Крауш, А.А. Капырин // Заводская лаборатория. – 1985. – Т. 51. – № 2. – С. 57–58.
12. Янушкевич, Б. Роль карбидов в образовании поверхностного слоя стали X153CrMoV12 при азотировании в атмосферах низкого давления (вакуумном азотировании) / Б. Янушкевич, Э. Воловец, П. Куля // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2015. – № 1(215). – С. 31–34.
13. Корнеев, А.Е. Определение остаточного аустенита в сталях мартенситного класса / А.Е. Корнеев // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2006. – Т. 72. – № 2. – С. 34–35.
14. Ерёмин, В.И. Исследование разрушения инструмента из высокопрочных штамповых сталей, применяемого для холодной объёмной штамповки: автореф. дис... канд. техн. наук: 05.02.01 / В.И. Ерёмин; Харьк. автомоб.-дорж. ин-т им. Комсомола Украины. – Харьков, 1981. – 17 с.
15. Асонов, А.Д. Основные сведения о металлостроении и термической обработке / А.Д. Асонов. – М.: Машиностроение, 1972. – 172 с.
16. Касымов, С.А. Прогрессивная технология термообработки штампов для холодного деформирования / С.А. Касымов, Э.А. Мирсалимова // Повышение стойкости инструментальной и технологической оснастки: тез. докл. науч.-техн. конф., Минск, 19–20 февр. 1980 г. / Белорус. политехн. ин-т. – Минск, 1980. – С. 59.

Поступила 05.02.2016

**TO THE ISSUE OF FORMATION OF STRUCTURE AND HARDNESS
OF SEMIHEAT-RESISTANT STEEL X165CrMoV12 BY HEAT-TREATMENT
AND CHEMICAL HEAT-TREATMENT**

I. STEPANKIN, E. POZDNYAKOV, E. ASTAPOV

The paper discusses the results of the study of structure, phase composition and properties of tool steel X165CrMoV12 in conjunction with the regimes of heat-treatment and chemical heat-treatment. The effect of cryogenic treatment and low-temperature nitriding of the alloy structure formation, tempered with different temperatures are shown. The estimate of the contact fatigue limit was implemented, taking into account the distribution of microhardness of the hardened layer. The recommendations on the choice of thermochemical processing modes ensuring receipt of the highest durability at contact voltages greater than 1000 MPa were given.

Keywords: steel X165CrMoV12, штамповая оснастка, hardness, low-temperature nitriding, highest durability at contact voltages.