

С.В. Завадюк<sup>1,2</sup>, П.І.Лобода<sup>2</sup>, Т.О.Соловійова<sup>2</sup>, І.Ю.Троснікова<sup>2</sup>

Казенне науково-виробниче об'єднання «Форт» МВС України<sup>1</sup>

Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут  
імені Ігоря Сікорського"<sup>2</sup>

### ВПЛИВ ПАРАМЕТРІВ ТЕРМООБРОБКИ НА УДАРНУ В'ЯЗКІСТЬ МАТЕРІАЛІВ, ВИГОТОВЛЕНИХ ЗА ТЕХНОЛОГІЄЮ ІНЖЕКЦІЙНОГО ЛИТТЯ ПОРОШКУ

У роботі встановлено, що гартування на структуру сорбіту відпуску спеченої низьколегованої сталі AISI 8740 з охолодженням у селітрі та відпуском при 550°C дозволяє поєднати значну твердість з відносно високою як для пористої сталі, ударною в'язкістю (KCV 7,75 Дж/см<sup>2</sup>). Для матеріалу "Catamold8740" виявлено хімічну неоднорідність після спікання та термічної обробки, що пов'язано з нерівномірним розподілом легуючих порошків у вихідній суміші. Найвищі показники ударної в'язкості матеріалу (KCV 17 Дж/см<sup>2</sup>) отримані для зразків після повного відпалу, завдяки наближенню структури до рівноважного перліто-феритного стану. Наступне гартування з відпуском дозволяє суттєво підвищити міцність на розтяг, проте призводить до значного зниження ударної в'язкості матеріалу.

**Ключові слова:** інжекційне лиття порошку, гомогенність мікроструктури, спікання, сталь

С.В. Завадюк, П.И.Лобода, Т.А.Соловьёва, И.Ю.Тросникова

### ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ТЕРМООБРАБОТКИ НА УДАРНУЮ ВЯЗКОСТЬ МАТЕРИАЛОВ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ПО ТЕХНОЛОГИИ ИНЖЕКЦИОННОГО ЛИТЬЯ ПОРОШКА

В работе установлено, что закаливание на структуру сорбита отпуска спеченной стали 8740 с охлаждением в селитре и отпуском при 550 °C позволяет совместить значительную твердость с относительно высокой как для пористой стали, ударной вязкостью (KCV 7,75 Дж/см<sup>2</sup>). Для материала "Catamold 8740" обнаружено химическая неоднородность после спекания и термической обработки, что связано с неравномерным распределением легирующих порошков в исходной смеси. Самые высокие показатели ударной вязкости материала (KCV 17 Дж/см<sup>2</sup>) получены для образцов после полного отжига, благодаря приближению структуры к равновесному перлитно-ферритному состоянию. Последующая закалка с отпуском позволяет существенно повысить прочность на растяжение, однако приводит к значительному снижению ударной вязкости материала.

**Ключевые слова:** инжекционное литье порошка, гомогенность микроструктуры, спекание, сталь

S.V. Zavadyuk, P.I. Loboda, T.O. Soloviova, I.Yu. Trosnikova

### INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON THE IMPACT STRENGTH OF MATERIALS PRODUCED VIA METAL INJECTION MOLDING

It is established that hardening on the sorbitol structure of tempered sintered steel AISI8740 with cooling in nitrate and tempering at 550 °C allows to combine significant hardness with relatively high as for porous steel, impact strength (KCV 7.75 J/cm<sup>2</sup>). For "Catamold8740", chemical inhomogeneity was found after sintering and heat treatment due to the uneven distribution of alloying powders in the initial mixture. Areas with high nickel stabilize austenite during steel cooling, thereby leading to phase inhomogeneity. The austenite phase is relatively plastic, but has lower tensile strength, which can adversely affect the mechanical properties of the sintered material. The highest impact strengths of the material (KCV 17 J/cm<sup>2</sup>) were obtained for the samples after complete annealing, due to the approach of the structure to the equilibrium perlite-ferrite state. Subsequent hardening with tempering can significantly increase the tensile strength, but leads to a significant reduction in the toughness of the material. It was also found that double heat treatment of Catamold8740 material in the temperature range 850 ÷ 600 °C increases the impact strength of the material from 11.7 to 12.7 J/cm<sup>2</sup>, but a further increase in the number of cycles does not significantly affect this parameter.

**Keywords:** powder injection molding, homogeneity of microstructure, sintering, steel

**Постановка проблеми.** На даний час використання такого передового процесу виробництва як інжекційне лиття порошкових сумішей (ІЛП) (MetalInjectionMolding) дало змогу виготовляти у великій кількості деталі складної конфігурації з точними розмірами при значно менших матеріальних витратах. Загалом процес ІЛП можна розділити на чотири етапи. На першому етапі відбувається виготовлення початкового матеріалу "feedstock". Для цього металевий порошок з розмірами частинок до 20 мкм змішується з полімерним наповнювачем. Далі відбувається формування геометрії деталі на термопласт-автоматах шляхом впорскування розплавленої суміші у прес-форму. На наступному етапі відбувається видалення полімеру з деталей. В залежності від типу полімерного наповнювача "binder", розрізняють такі види як: каталітичний дебайдинг,

термічний дебайдинг, дебайдинг з використанням рідинних розчинників. Після цього, відбувається остаточне спікання металевго порошку у спеціальних високотемпературних печах до отримання суцільного металевго тіла деталі. На відміну від традиційної порошкової металургії, процес ІЛП дозволяє отримувати деталі з різноманітних матеріалів з високою однорідною щільністю без внутрішніх дефектів [1],[2],[3],[4]. Слід зазначити, що пористість зразків виготовлених методом класичної порошкової металургії становить 6-12%. Висока пористість зразків виступає в якості концентраторів напружень, тому для таких зразків немає необхідності у надрізах. В той же час, пористість для матеріалів ІЛП складає 2-5%, що можна прирівняти до кованих сталей зі 100% щільністю. На сьогоднішній день, знайдено недостатньо робіт щодо повного висвітлення впливу процесів термообробки на механічні властивості сталей ІЛП, особливо ударну в'язкість. Тому метою даної роботи є встановлення впливу параметрів термообробки на властивості спеченої сталі ІЛП "Catamold 8740", а також оптимізація технологічних параметрів термообробки з метою забезпечення найкращих механічних властивостей матеріалу в особливості ударної в'язкості.

#### **Аналіз останніх досліджень та публікацій.**

В роботі [5] проводилось порівняння ударної в'язкості спеченої та кованої корозійностійкої сталі 17-4PH. Вимірювання проводилось після спікання та після термообробки (параметри H900) для зразків з розмірами 5x10x55мм та 10x10x55мм з надрізом та без надрізу. В роботі було встановлено, що зниження ударної в'язкості для зразків, виготовлених методом ІЛП, відбувається переважно у зв'язку з комбінацією залишкової пористості та розміру зерен у порівнянні з кованою сталлю. Також зазначено, що не було помічено значної різниці ударної в'язкості між зразками з розмірами 5x10x55мм та 10x10x55мм. Використання зразків з розмірами 5x10x55мм дає змогу зменшити витрати на дослідні матеріали та виконувати досліди на машинах з меншою потужністю удару. Значне зниження ударної в'язкості для спечених зразків з надрізом у порівнянні зі зразками без надрізу показує чутливість матеріалу до дефектів. Спечені зразки без надрізу зруйнувались під дією ударного навантаження, натомість ковані зразки без надрізу не надламуються, даний факт засвідчує значний вплив залишкової пористості на здатність спечених ІЛП матеріалів протидіяти ударним навантаженням.

В роботі [6] проведено аналіз впливу фазового складу та мікроструктури порошкової сталі на характер виникнення та розповсюдження тріщини. В якості тестових матеріалів було використано ферито-перлітну сталь Fe-C; бейнітну сталь Fe-Mo-Cз однорідним хімічним складом та дифузійний сплав Fe-Ni-Cu-Mo-Cз однорідною мікроструктурою (ферит, перліт, верхній та нижній бейніт, мартенсит та аустеніт з високим вмістом Ni). У ході досліджень було виявлено, що у спечених сталях основною причиною зародження тріщини під дією статичних та динамічних навантажень є пори. Найбільш вірогідний шлях розповсюдження тріщини є найкоротша відстань між сусідніми порами. Ефект пористості має більший вплив на властивості ніж присутність фазових мікроструктур з різними пластичними властивостями. Також було виявлено, що розповсюдження тріщини відбувається переважно вздовж границь структурних складових (перліт/мартенсит, перліт/аустеніт). У сталях ферито-перлітного типу траєкторія розповсюдження тріщини проходить від пори до пори переважно вздовж границі ферит-перліт, в деяких випадках траєкторія може пройти через перліт, проте завжди вздовж границі ферит-цементит.

**Постановка завдань дослідження.** Метою даної роботи є визначення впливу параметрів термообробки сталей ІЛП на їх ударну в'язкість, а також оптимізація технологічних параметрів для забезпечення найкращих механічних властивостей деталей.

**Викладення основного матеріалу.** У даній роботі використано суміш для інжекційного лиття порошку: "Catamold8740" (фірма BASF, Німеччина). Сталь Catamold8740 відноситься до низьколегованих сталей, де сумарна кількість легуючих компонентів не перевищує 3%. Хімічний склад матеріалу представлений у таблиці 1.

Дослідження впливу параметрів термообробки сталей ІЛП на їх ударну в'язкість проводили на зразках прямокутної форми з розмірами після спікання 55мм x 10мм x 5 мм, відлиті на термопласт-автоматі Power 250/50 фірми Engel, Австрія з використанням модифікованого інжекційного циліндру для роботи з сумішами ІЛП.

Каталітичне видалення зв'язки проводилось на обладнанні фірми ELNIK, США - піч CD3045. Для первинного видалення пластифікатору (поліацеталь) згідно рекомендації виробника матеріалу використано пари азотної кислоти (HNO<sub>3</sub> >98%) при температурі 110 °C.

Таблиця 1.

## Хімічний склад матеріалу “Catamold 8740”

C, %	Cr, %	Mo, %	Ni, %	Mn, %	Si, %	Fe, %
0.45-0.55	0.40-0.60	0.25-0.40	0.50-0.80	≤0.1	0.3-0.55	Залишок

Спикання проводилось на обладнанні фірми ELNIK, США горизонтальній, вакуумній печі MIM3045. Тестові зразки матеріалу спікались згідно наступних режимів спикання:

Нагрів до 600°C зі швидкістю 2 °C/хв., витримка – 120 хв.;

нагрів до 900°C зі швидкістю 2 °C/хв., витримка – 10 хв.;

нагрів до 1340 °C зі швидкістю 5 °C/хв., витримка – 30 хв.;

охладження разом з піччю, спикання проводилось в середовищі азоту (99,994%, точка роси - 40°C), при парціальному тиску 400 мбар.

Після спикання на зразках проведено відпал при температурі 760°C з витримкою 40хв. Термообробка зразків після відпалу проводилась у соляній ванні (NaCl 75%; KCl 25%) з температурою аустенізації 850°C та 870°C. Охладження зразків відбувалось у селітрі (NaNO<sub>3</sub>; NaNO<sub>2</sub>; KNO<sub>3</sub>) з температурою 300°C та 340°C, з витримкою 10 хв. та 20 хв., а також у маслі. Операція відпуску проведена у камерній печі при температурі 550 °C та 200 °C з витримкою 60хв.

Мікроструктуру зразків вивчали за допомогою скануючого електронного мікроскопу РЕМ-106И. Щільність зразків визначалась гідростатичним зважуванням за стандартною методикою. Після спикання та термообробки проведено вимірювання ударної в'язкості за методом Шарпі ГОСТ 9454-78 з V-подібним надрізом [7] та твердості за Брінелем. В таблиці 2 подано ударну в'язкість та твердість зразків після спикання та відпалу.

Таблиця 2.

## Властивості Catamold 8740 після спикання та відпалу

№	Операція	Партія матеріалу Catamold 8740	Ударна в'язкість, Дж/см <sup>2</sup>	Твердість, НВ
1	Спикання (1340 °C; 5 °C/хв.; 90 хв.)	№1	7,13	212
		№2	8,39	
2	Спикання (1340 °C; 5 °C/хв. ; 90 хв.) та відпал (760 °C; 40 хв.)	№1	17,66	167-170
		№2	17,25	

Як видно з таблиці 2, ударна в'язкість зразків значно зростає після відпалу завдяки зменшенню розміру зерен. В такому стані матеріал має відносно низьку міцність, проте високу пластичність. Енергія розповсюдження тріщини набагато більше за енергію ініціювання дефекту. Натомість, при твердості зразків 212НВ міцність матеріалу висока, енергія розповсюдження тріщини нижча, ніж енергія ініціювання, тому розлом має крихкий характер з низькою ударною в'язкістю.

З метою вивчення впливу наявності дефекту на поверхні матеріалу було проведено тестування зразків без надрізу з розмірами 5x10x55мм після відпалу. Проте при максимальній потужності удару копри 50 Дж зразки не зламались. Таким чином, ми можемо припустити, що ударна в'язкість зразків без надрізу становить ≥ 100 Дж/см<sup>2</sup> (рис. 1).

На рисунку 2 зображено порівняння ударної в'язкості зразків з надрізом та без надрізу.

На рисунку 3 а зображено фрактографію поверхні зламу спечених зразків матеріалу “Catamold8740” після дослідження на ударну в'язкість з надрізом. Як можна помітити, поверхня представляє собою змішану структуру в'язкого мілко-ямкового руйнування та крихкого транс-кристалічного злому.

Слід відмітити, що для спечених зразків характерна вкрай низька пластична деформація зовнішніх кромок у порівнянні з кованими матеріалами.



Рис. 1. Тестовий зразок “Catamold 8740” після тестування на ударну в’язкість без надрізу

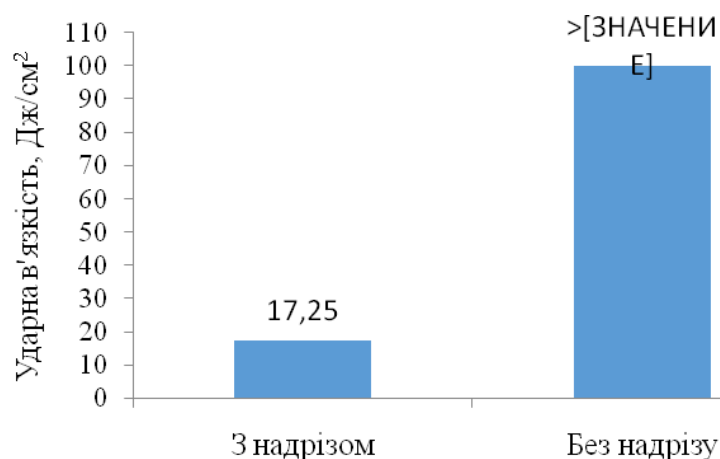
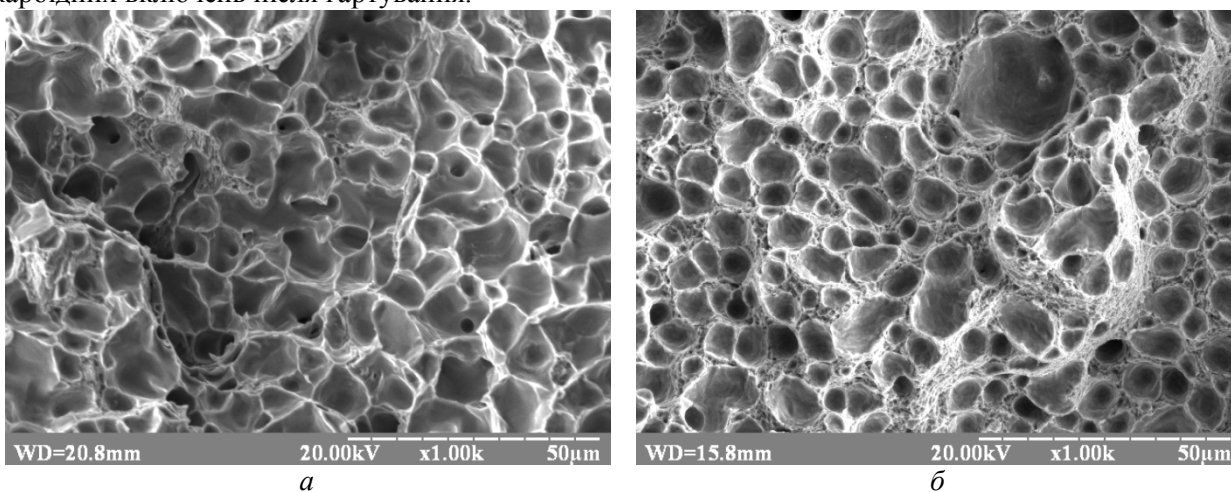


Рис. 2. Ударна в’язкість зразків з матеріалу “Catamold8740” з надрізом та без надрізу

На рисунку 3 б зображено фрактографію зламу після гартування та відпуску. Загалом поверхня представляє собою дрібно-ямкову структуру в’язкого руйнування. На деформованих кромках ямок можна помітити значну кількість мікроямок, що утворилися внаслідок появи карбідних включень після гартування.



а - після спікання; б - після гартування та відпуску

Рис. 3. Фрактографія поверхні руйнування для матеріалу “Catamold8740”

Частинки карбідної фази, які виділяються та коагулюють під час відпуску з одної сторони виконують роль бар’єрів, зміцнюючи матрицю, з іншої сторони, карбідні включення стають осередками порушення монотонності пластичної деформації та подальшого утворення пустот. Можна припустити, що основним фактором покращення ударної в’язкості для сталей ІЛП в інтервалі температур відпуску 400-600°C є збільшення “тягучості” матриці, в результаті якої

посилюється рівень пластичної деформації в критичній ситуації розриву перемичок між пустотами, що відповідає руйнуванню зразків по в'язкому механізму.

Враховуючи збільшення ударної в'язкості для зразків без надрізу майже у 5 разів, можна припустити, що даний матеріал має значну чутливість до дефектів. Енергія утворення тріщини достатньо висока, проте як тільки тріщина утворилась, вона швидко поширюється через весь матеріал.

Після відпалу на тестових зразках було проведено операцію гартування з наступним відпуском. Для всіх зразків гартування проводилось в соляній ванні з витримкою 5 хв., відпуск у камерній печі з витримкою 60 хв. Параметри гартування, відпуску, значення ударної в'язкості зразків та твердість зведено в таблиці 3.

Таблиця 3.

**Вплив параметрів термообробки на властивості Catamold8740**

№	Параметри гартування	Партія матеріалу Catamold 8740	Ударна в'язкість, Дж/см <sup>2</sup>	Твердість, HRC
<i>Без відпуску</i>				
1	Температура нагріву: 840 °С Гартування: селітра, 300 °С, витримка 5 хв.	№1	5,38	53-54
		№2	4,84	55
2	Температура нагріву: 840 °С Гартування: масло, 25°С, витримка 5 хв.	№1	3,79	54-55
		№2	3,79	55-56
3	Температура нагріву: 840 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 10 хв.	№1	7,75	54-55
		№2	7,75	54-55
4	Температура нагріву: 840 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 20 хв.	№1	7,13	53-54
		№2	7,13	53-54
5	Температура нагріву: 870 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 10 хв.	№1	4,84	53-54
		№2	4,84	53-54
6	Температура нагріву: 870 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 20 хв.	№1	4,84	53
		№2	4,84	53
<i>Відпуск: 550 °С, час витримки 60 хв.</i>				
1	Температура нагріву: 840 °С Гартування: селітра, 300 °С, витримка 5 хв.	№1	7,13	35-36
		№2	7,91	35-36
2	Температура нагріву: 840 °С Гартування: масло, 25°С, витримка 5 хв.	№1	7,44	35-36
		№2	7,6	35-36
3	Температура нагріву: 840 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 10 хв.	№1	7,75	35-36
		№2	7,13	35-36
4	Температура нагріву: 840 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 20 хв.	№1	7,13	35-36
		№2	7,15	35-36
5	Температура нагріву: 870 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 10 хв.	№1	7,75	35
		№2	7,75	36-37
6	Температура нагріву: 870 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 20 хв.	№1	7,75	35-36
		№2	7,75	35-36
<i>Відпуск: 200 °С, час витримки 60 хв.</i>				
1	Температура нагріву: 840 °С Гартування: селітра, 300 °С, витримка 5 хв.	№1	6.2	50-51
		№2	6.26	51-52
2	Температура нагріву: 840 °С Гартування: масло, 25°С, витримка 5 хв.	№1	5.68	51-52
		№2	5.95	50-51
3	Температура нагріву: 840 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 10 хв.	№1	5.99	51-52
		№2	6.1	51-52
4	Температура нагріву: 840 °С	№1	6.24	51-52

	Гартування: селітра, 340 °С, витримка 20 хв.	№2	5.38	51-52
5	Температура нагріву: 870 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 10 хв.	№1	5.03	51-52
		№2	4.84	51-52
6	Температура нагріву: 870 °С Гартування: селітра, 340 °С, витримка 20 хв.	№1	4.3	51-52
		№2	4.84	51-52

**Висновки.** В роботі було досліджено вплив термічної обробки на властивості спеченої сталі 8740, виготовленої по методу інжекційного лиття порошку. Загалом, внаслідок низької залишкової пористості (4-5%) показники ударної в'язкості зразків без надрізу сталі ІЛП значно перевищують властивості матеріалів, отриманих класичною порошковою металургією з пористістю (6-12%). Тому, доцільно для оцінювання здатності даних матеріалів поглинати ударні навантаження використовувати зразки з V-подібним надрізом, як і для кованих сталей.

Порівнюючи даний матеріал з кованими сталями, слід відзначити вкрай низьку енергію розповсюдження тріщини та відсутність пластичної деформації кромки. У ході роботи встановлено, що гартування спеченої ІЛП сталі AISI8740 на структуру сорбіту відпуску дозволяє підвищити значення ударної в'язкості до  $7,75 \text{ Дж/см}^2$ , зберігаючи твердість матеріалу на рівні 35HRC.

### Література

1. Heaney D. F. *Handbook of Metal Injection Molding*. Wood Head Publishing; 2 edition, 2019. – 627 p.
2. Randall M. German. *Injection Molding of Metals and Ceramics*. Metal Powder Industry Federation, 1997. – 413p.
3. Сучасні технології в машинобудуванні. Інкєкційне лиття порошку : навчальний посібник / В. Г. Писаренко, В. В. Савуляк, Є. Ф. Боковий, С. В. Завадюк. – Вінниця : ВНТУ, 2019. – 242 с.
4. Randall M. German. *Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles*. Butterworth-Heinemann; 1 edition, 2014. – 544p.
5. Козловский А.Э., Колобов М.Ю. *Термическая обработка углеродистых сталей: учебное пособие*. Иван. Гос. Хим.-техн. Ун-т, Иваново, 2017. – 144стр.
6. J.M.Torralba, L.Esteban, E.Bernardo, M.Campos. *Understanding contribution of microstructure to fracture behavior of sintered steels*. *Powder Metallurgy*, 2014. – P. 357-364.
7. ГОСТ 9454–78. *Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах*. Введ. 01.01.1979. М.: Изд-во стандартов, 1979. – 13 стр.