

УДК 62-987

**П. А. Балабанов**, инж.; **А. И. Боримский**, **В. Г. Делеви**, кандидаты техн. наук;  
**Т. Ю. Чипенко**, **В. Н. Крикун**, инженеры

*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина*

## **ПОВЫШЕНИЕ ДОЛГОВЕЧНОСТИ АППАРАТОВ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ СО СТАЛЬНЫМИ МАТРИЦАМИ ПРИ СИНТЕЗЕ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ**

*The possibility of increasing the durability of high pressure apparatus with steel matrixes by manufacturing of matrix blanks by casting methods as well as application of preliminary cold plastic deformation of reinforcing rings blanks is shown.*

Синтез сверхтвердых материалов (СТМ) – алмаза и кубического нитрида бора (КНБ) – осуществляют при высоких давлениях и температуре в области их термодинамической стабильности [1], используя специальные аппараты высокого давления различных конструкций [2].

В Украине и странах СНГ синтез СТМ в условиях промышленного производства осуществляют в аппаратах высокого давления типа наковальни с углублениями (далее по тексту – АД), матрицы которых изготавливают как из твердых сплавов, так и из инструментальных сталей.

Для синтеза монокристаллических СТМ – порошков алмаза марок АС15–АС160 и КНБ марок КО, КР, КВ, КТ, ЛКВ и др., синтез которых осуществляют при давлении 4,5–5,5 ГПа и температуре 1200–1600 оС, эффективно применение АД со стальными матрицами, которые изготавливают из быстрорежущей стали Р6М5 с реакционным объемом от 22 до 30 см<sup>3</sup> [2]. Для синтеза СТМ в указанных АД применяются прессовые установки усилием 20 и 25 МН. Крупногабаритные матрицы указанных АД (наружный диаметр матриц составляет 95–105 мм, а высота – 45–50 мм) изготавливают из стали Р6М5 в виде проката, для которого характерно наличие крупных и неравномерно распределенных карбидов, а также инородных включений, которые являются концентраторами напряжений и служат одной из причин разрушения матриц при сравнительно небольшом количестве рабочих циклов. В результате значительно удорожается себестоимость производства СТМ.

Учитывая, что стоимость АД в общих затратах на синтез СТМ достигает 30–40 %, основной путь снижения себестоимости их производства – повышение долговечности применяемых аппаратов.

В настоящей работе проведен анализ основных причин выхода из строя АД при синтезе СТМ и даны рекомендации по повышению их долговечности.

При выполнении работы проводили исследования микроструктуры и изломов образцов методами металлографии, растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Механические свойства стальных образцов при сжатии определяли используя стандартные методики. Давление и температуру в реакционной ячейке АД определяли по специальным методикам, разработанным в ИСМ им. В. Н. Бакуля [3]. Напряженно-деформированное состояние АД определяли путем решения уравнений равновесия, кинематических уравнений и физических соотношений, связывающих напряжения и деформации, методом конечных элементов [4].

Поскольку одной из наиболее распространенных причин выхода из строя АД при синтезе СТМ является разрушения матриц в результате малоциклового усталости [5], то становится очевидным, что для повышения долговечности АД следует изменить традиционную технологию изготовления матриц из проката с тем, чтобы уменьшить количество дефектов структуры, которые являются очагами зарождения усталостных трещин.

Указанным требованиям, как показали проведенные нами исследования, в значительной степени удовлетворяет литая сталь Р6М5, получаемая методами специальной электрометаллургии [6].

Другая распространенная причина снижения долговечности АД при синтезе СТМ – разрушение скрепляющих матрицу колец, для изготовления которых применяют преимущественно высокопрочную конструкционную сталь марки 35ХГСА. Разрушение колец происходит под воздействием высоких напряжений на фоне больших упругопластических деформаций.

Проведенные нами работы показали, что повышение срока службы скрепляющих колец АД за счет повышения уровня их механических характеристик достигается в случае применения предварительной холодной пластической деформации (ПД) и промежуточной термической обработки, которые проводятся перед окончательной термической обработкой колец [7].

Расчеты и сравнительный анализ зависимости малоциклового долговечности стальных матриц АД, изготовленных из стали Р6М5, при рабочем давлении от значений их механических характеристик (пределов текучести и прочности при сжатии и относительного сужения) с использованием критерия Коффина–Мэнсона [8] показал (рис. 1), что наиболее сильное влияние на количество циклов нагружения матрицы АД до появления в ней микротрещин оказывает предел прочности материала, из которого она изготовлена [5].

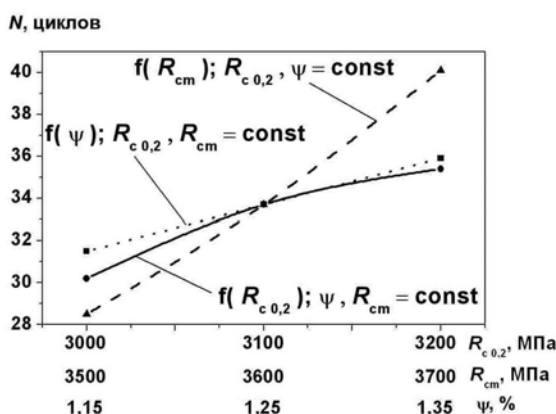


Рис. 1. Зависимость количества циклов нагружения матрицы из стали Р6М5 до появления в ней микротрещин от пределов текучести  $R_{c0,2}$  и прочности  $R_{cm}$  при сжатии, а так же от относительного сужения  $\psi$ .

Реальная долговечность АД зависит также и от способности матрицы сопротивляться развитию зародившейся в ней трещины, которая характеризуется удельной работой деформации до разрушения [9]. Такие зависимости, полученные нами для матриц из стали Р6М5, изготовленных из проката, слитков, полученных методами электрошлакового (ЭШП) и вакуумно-дугового (ВДП) переплавов, а также для матриц, полученных методом точного литья по выплавляемой модели, представлены ниже.

Сравнительный анализ микроструктуры заготовок показал, что средний размер вторичных карбидов в литых заготовках значительно меньше (0,3 мкм), чем в прокате (1,4 мкм), а их количество больше (в литых заготовках – 0,46 мкм<sup>-2</sup>, в прокате – 0,04 мкм<sup>-2</sup>) и распределены они по объему зерен более равномерно (рис. 2).

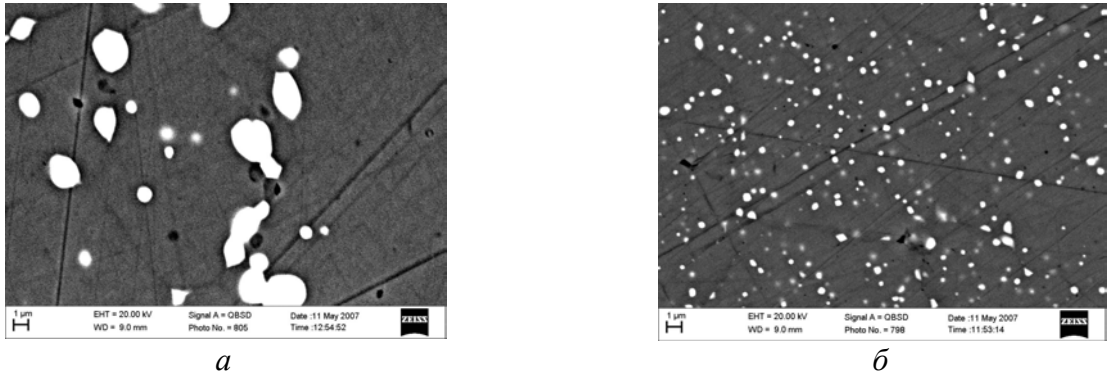


Рис. 2. Распределение вторичных карбидов в прокате (а) и слитке ЭШП (б) стали Р6М5 после закалки от 1200–1240 °С и отпуски.

Наличие мелкого зерна аустенита и наследственность структуры, характерные для проката, определяют высокие значения его предела текучести и пластичности (рис. 3). Однако наличие более крупных и неравномерно распределенных вторичных карбидов в прокате по сравнению с литыми заготовками значительно снижают значения его коэффициента упрочнения и предела прочности при сжатии [10].

Таким образом, по сочетанию механических свойств слитки ЭШП и ВДП практически идентичны и превосходят остальные заготовки. Прокат, имея более высокие значения пластичности и предела текучести при сжатии, заметно уступает литым заготовкам по значению предела прочности при сжатии. Наихудшие показатели механических свойств выявлены у матриц, изготовленных методом точного литья, которые обусловлены наличием в них грубой карбидной сетки.

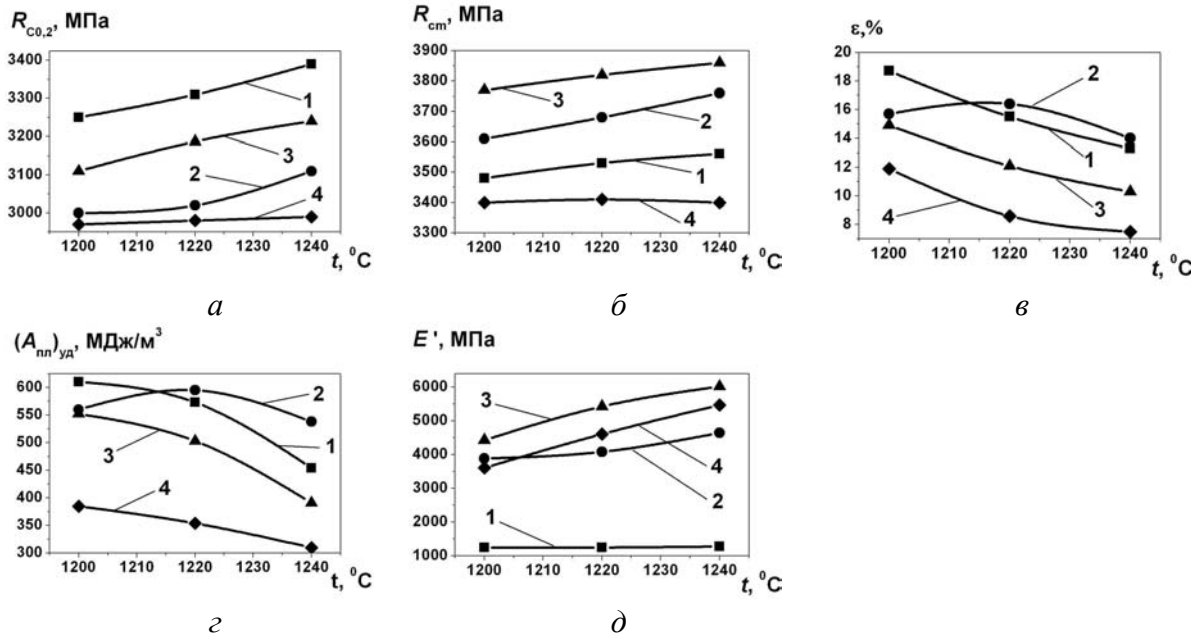


Рис. 3. Зависимость предела текучести  $R_{Co,2}$  (а), предела прочности  $R_{cm}$  (б), относительной деформации  $\varepsilon$  (в), удельной работы пластической деформации  $(A_{пл})_{уд}$  (г) и коэффициента упрочнения  $E'$  (д) образцов из стали Р6М5, изготовленных из проката (1) и слитков, полученных методами ЭШП (2), ВДП (3) и точного литья (4), от температуры закалки.

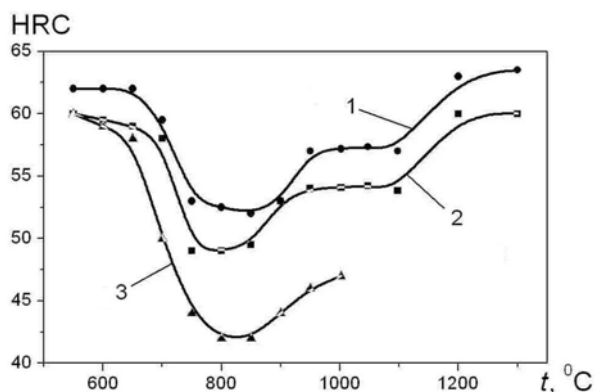


Рис. 4. Зависимость твердости закаленной стали Р6М5 от температуры нагрева в течение 1 ч при давлении 5 ГПа (1 – слиток ЭШП; 2 – прокат) и при атмосферном давлении (3).

товленных из слитков, не рекомендуется.

Учитывая, что при синтезе СТМ стальные матрицы АВД подвергаются воздействию высокотемпературного нагрева под высоким давлением, в результате чего изменяются их структура и механические свойства, изучено [12] влияние нагрева при температурах от 550 до 1250 °С (продолжительность нагрева при каждой фиксированной температуре составляла 1 ч) под давлением 5 ГПа на изменения структуры и твердости образцов из стали Р6М5, изготовленных из проката и слитков. Исследования проводились на образцах с высокой исходной твердостью. Скорость охлаждения образцов после нагрева составляла 20 – 40 °С/с.

Несмотря на существенные различия исходной структуры исследовавшихся образцов, исследования не выявили существенных различий между ними после высокотемпературного нагрева под давлением (рис. 4, 5).

Рассмотрим влияния предварительной радиальной холодной пластической деформации (далее по тексту – радиальная ПД) скрепляющих колец АВД, изготовленных из стали

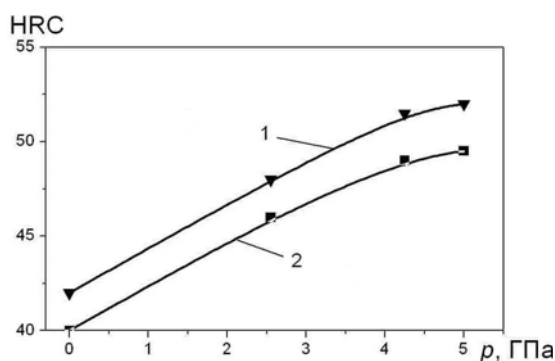


Рис. 5. Зависимость твердости закаленной стали Р6М5 от величины давления после нагрева при температуре 850 °С в течение 1 ч: 1 – слиток ЭШП; 2 – прокат.

35ХГСА, на их механические свойства. Исследования проводились на образцах в виде колец, изготовленных из стали 35ХГСА, которые подвергались радиальной ПД на установке, схема которой приведена на рис. 6. Перед радиальной ПД образцы подвергались либо отжигу, либо нормализации, а после радиальной ПД проходили окончательную термическую обработку.

Степень деформации каждого образца при радиальной ПД определяли как относительное увеличение его внутреннего диаметра по формуле  $\delta = (d_2 - d_1) / d_1$ , где  $d_1$  и  $d_2$  – внутренний диаметр образца до и после деформации соответственно.

Как показали проведенные нами работы, высокотемпературный отжиг слитков из стали Р6М5 при температуре 1220 °С приводил, с одной стороны, к заметному растворению ледебуритной сетки, а с другой – к существенному укрупнению карбидов. В результате получали микроструктуру, характерную для проката, при которой обеспечивались высокие значения пластичности и предела текучести при сжатии при низких значениях коэффициента упрочнения и предела прочности при сжатии [11]. С учетом изложенного, применять высокотемпературный отжиг для матриц АВД, изгото-

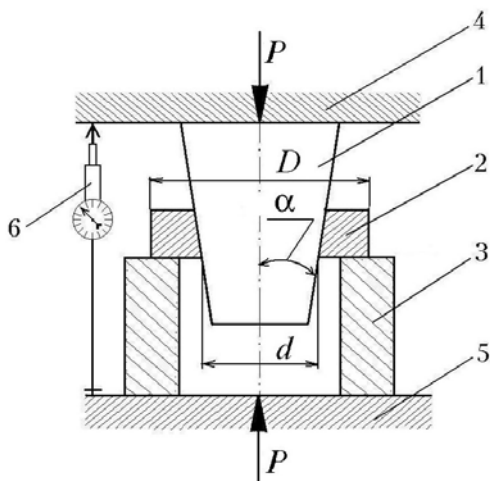


Рис. 6. Схема установки для радиальной ПД образцов: 1 – деформирующий пуансон; 2 – образец; 3 – гильза; 4, 5 – опорные плиты пресса; 6 – датчик перемещения.

Установлено [13], что наибольшую пластичность после окончательной термической обработки имели образцы, степень радиальной ПД которых составляла около 16 % (рис. 7). Для определения пластичности образцов после окончательной термической обработки их доводили до разрушения, используя ту же установку, на которой проводили радиальную ПД образцов.

Следует отметить, что разрушенные образцы, не подвергавшиеся радиальной ПД, имели излом, характерный для отрыва (рис. 8, а). Механизм разрушения таких образцов вязкий с элементами хрупкого. На изломах же образцов, прошедших радиальную ПД, кроме отрыва, присутствуют зоны пластической деформации сдвигом (рис. 8, б).

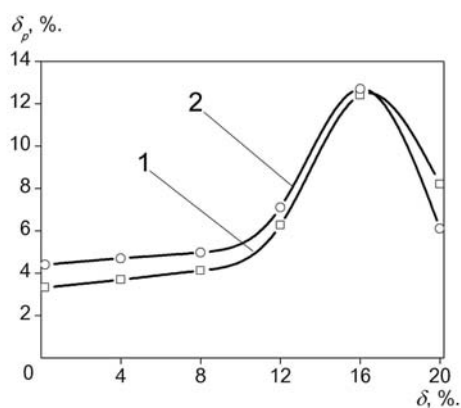


Рис. 7. Зависимость степени деформации до разрушения  $\delta_r$  образцов из стали 35ХГСА от степени  $\delta$  радиальной ПД: 1 – образцы, которые прошли отжиг перед радиальной ПД; 2 – образцы, которые прошли нормализацию перед радиальной ПД.

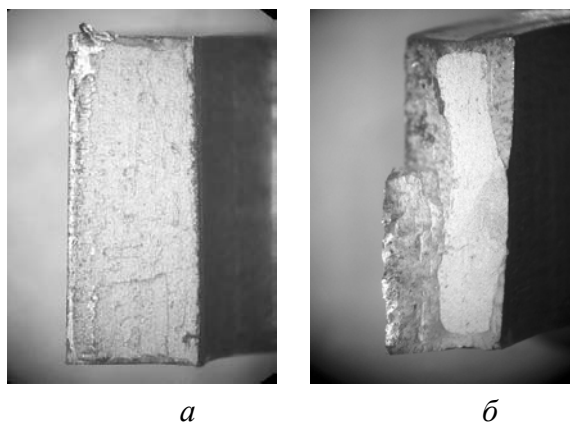


Рис. 8. Изломы образцов, которые не подвергались радиальной ПД (а), и образцов, степень радиальной ПД которых составляла 16 % (б).

Дифракционные линии образцов, подвергнутых радиальной ПД, шире линий образцов, не подвергавшихся ПД (таблица). Анализ зависимости интегральной ширины линий от угла рассеяния показал, что их уширение происходит, в основном, за счет наличия в образцах микроискажений решетки.

**Величины полуширин  $K\alpha_1$ -составляющей дифракционных дублетов мартенсита образцов из стали 35ХГСА, град**

Состояние образца	Степень радиальной ПД, %	$K\alpha_1$ для номера дифракционной линии				
		110	200	211	220	310
До разрушения	0	0,484	0,728	0,988	1,314	1,805
	16	0,485	0,757	1,054	1,429	1,992
После разрушения	0	0,447	0,668	0,916	1,235	1,720
	16	0,387	0,564	0,748	0,977	1,321

Для разрушенных образцов характерно уменьшение ширины дифракционных линий ниже значений, наблюдаемых до разрушения. Это связано с тем, что холодная пластическая деформация снижает тетрагональность мартенсита в результате выхода части атомов углерода из октаэдрических пор мартенсита в примесные атмосферы дислокаций [14, 15]. При этом большее сужение дифракционных линий наблюдается в образцах, которые подвергались радиальной ПД. По-видимому, радиальная ПД снижает стабильность мартенсита после окончательной термической обработки. При пластической деформации происходит интенсивный распад мартенсита, что и приводит к повышению пластичности. Захват дислокациями атомов углерода в свои примесные атмосферы обеспечивает их сильное закрепление и соответственно высокий уровень прочности закаленной стали после радиальной ПД.

Как видно из представленных результатов, образцы, подвергавшиеся радиальной ПД, благодаря высокой пластичности разрушаются при более высоких уровнях контактного давления чем образцы, не подвергавшиеся радиальной ПД (рис. 9).

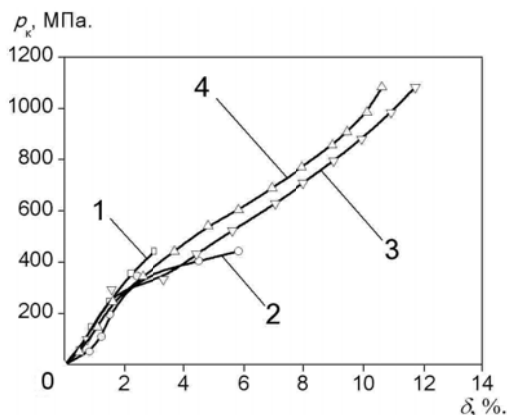


Рис. 9. Зависимость между степенью деформации  $\delta$  и контактным давлением  $p_k$  образцов после различных режимов радиальной ПД и термической обработки: 1 – отжиг; 2 – нормализация; 3 – отжиг и радиальная ПД со степенью, равной 16 %; 4 – нормализация и радиальная ПД со степенью, равной 16 %.

ПД осадкой определяли по формуле  $\delta = (h_1 - h_2)/h_1$ , где  $h_1$  и  $h_2$  – высота заготовки до и после ПД осадкой соответственно.

После ПД осадкой из заготовок изготавливались образцы в виде колец, которые проходили окончательную термическую обработку. Затем образцы подвергались разрушению путем радиальной пластической деформации на установке, представленной на рис. 6.

Зависимость между степенью ПД осадкой  $\delta$  и контактным давлением  $p_k$  образцов, подвергавшихся различным видам термической обработки, приведена на рис. 10. Как видно из представленных результатов, для всех испытанных образцов характерно наличие больших пластических деформаций, которые происходят без заметного увеличения контактного давления вплоть до разрушения образцов.

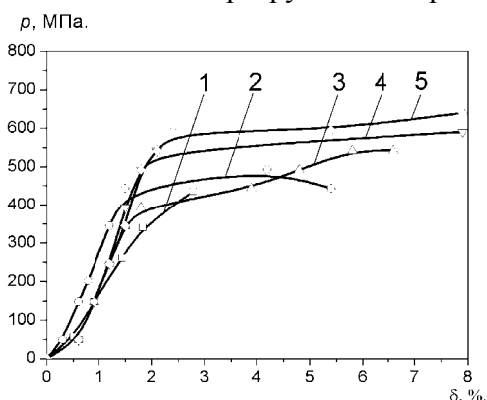


Рис. 10. Зависимости между степенью ПД осадкой  $\delta$  и контактным давлением  $p_k$  образцов после различных режимов ПД осадкой и термической обработки: 1 – отжиг; 2 – отжиг и ПД осадкой, равная 30 %; 3 – нормализация и ПД осадкой, равная 30 %; 4 – отжиг и ПД осадкой, равная 50 %; 5 – нормализация и ПД осадкой, равная 50 %.

Результаты исследований, представленные выше, используются в ИСМ им. В. Н. Бакуля при изготовлении АВД для синтеза СТМ и спекания поликристаллов на их основе. Применение для изготовления матриц АВД стали Р6М5, полученной методами литья взамен применявшегося ранее проката, позволило повысить долговечность применяемых аппаратов и снизить производственные затраты на синтез СТМ.

## Выводы

1. Определены значения коэффициента упрочнения при пластической деформации закаленной стали Р6М5, полученной методами литья, и показано, что их величина превышает значения коэффициента упрочнения проката стали Р6М5 благодаря наличию в литой стали в большем количестве более мелкодисперсных вторичных карбидов.

2. Установлено влияние высокотемпературного нагрева под давлением 5 ГПа на свойства закаленной стали Р6М5, полученной методом литья, и установлено, что высокое давление препятствует разупрочнению стали, что положительно сказывается на долговечности изготавливаемых из нее матриц АД.

3. Методом конечных элементов проведен расчет долговечности стальных матриц АД при  $p$ ,  $T$ -параметрах синтеза СТМ и показано, что наибольшее увеличение долговечности матриц связано с ростом предела прочности материала, из которого они изготовлены.

4. Установлено, что предварительная холодная радиальная пластическая деформация и деформация осадкой заготовок скрепляющих колец АД из стали 35ХГСА повышают пластичность стали после окончательной термической обработки.

## Литература

1. Синтетические сверхтвердые материалы: В 3 т. / Под ред. Н. В. Новикова. – К.: Наук. думка, 1986. – Т. 1: Синтез сверхтвердых материалов. – 280 с.
2. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАНУ, 2003. – Т. 1: Синтез алмаза и подобных материалов / Отв. ред. А. А. Шульженко. – 320 с.
3. Герасимович А. В., Вишневский Э. Б., Ляшенко А. Ф. Ячейка для измерения сверхвысоких давлений // Синтетические алмазы. – 1973. – № 3. – С. 4–5.
4. Идесман А. В., Левитас В. И. Диалоговая система для расчета напряженно-деформированного состояния элементов конструкций с учетом термоупругопластических деформаций и контактного взаимодействия CONPLAS (КОНПЛАС) // Программные продукты Украины. – Киев: ТЕХНО, 1994. – С. 92.
5. Долговечность и характерные виды разрушения стальных матриц АД при синтезе СТМ / П. А. Балабанов, А. И. Боримский, С. Б. Полотняк, Л. И. Александрова // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 5. – С. 40–48.
6. Свойства и применение быстрорежущей стали, полученной методом ЭШП в кристаллизаторе, для изготовления матриц АД / А. И. Боримский, П. А. Балабанов, В. Г. Делеви и др. // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. – Сер. Материаловедение: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2000. – С. 197–203.
7. Упрочнение материалов методами гидропрессования / К. В. Волков, А. И. Капустин, В. З. Спусканюк, Ю. Ф. Черный. – К.: Наук. думка, 1991. – 593 с.
8. Расчеты на прочность деталей машин: Справочник / И. А. Биргер, Б. Ф. Шорр, Г. Б. Ио-силевич. – М.: Машиностроение, 1979. – С. 15–17.
9. Трощенко В. Т. Усталость и неупругость металлов. – К.: Наук. думка, 1971. – 267 с.
10. Структура і механічні властивості матриць апаратів високого тиску із сталі Р6М5, одержаної різними методами / П. А. Балабанов, О. І. Боримський, В. Г. Делеві та ін. // Металознавство та обробка металів. – 2004. – № 1. – С. 7–12.
11. Повышение долговечности стальных матриц аппаратов высокого давления при синтезе сверхтвердых материалов / Балабанов П. А., Боримский А. И., Делеви В. Г. и др. // Межд. конф. «Современное материаловедение: достижения и проблемы» MMS–2005, К., Украина, 26–30 сентября 2005 г.: Тез. докл. – К.: Видавничий дім «Академперіодика» НАН України, 2005. – Т. 1. – С. 279–280.
12. Балабанов П. А. Влияние воздействия высокого давления и температуры на микроструктуру и механические свойства стальных матриц АД // Сверхтв. материалы. – 2004. – № 5. – С. 43–48.



13. Вплив холодної радіальної пластичної деформації на структуру та механічні властивості скріплюючих кілець апаратів високого тиску, виготовлених зі сталі 35ХГСА / П. А. Балабанов, О. І. Боримський, В. Г. Делеві та ін. // Вісн. ЖДТУ: Техн. науки. – 2005. – № 4 (35). – С. 7–13.
14. Курдюмов Г. В., Утевский Л. М., Энтин Р. И. Превращения в железе и стали. – М.: Наука, 1977. – 237 с.
15. Wilson D. V. Effects of plastic deformation on carbide precipitation in steel // Acta Met. – 1957. – Vol. 5, N 6. – P. 293–302.
16. Застосування холодної пластичної деформації осадкою для підвищення пластичності скріплюючих кілець апаратів високого тиску / П. А. Балабанов, О. І. Боримський, В. Г. Делеві, Т. Ю. Чіпенко // Міжн. конф. студентів і молодих вчених з теоретичної та експериментальної фізики «ЕВРИКА–2007». Львів, 22–24 травня 2007 р.: Збірник тез. – Львів: ЛНУ ім. Івана Франка, 2007. – С. D30.

*Поступила 16.07.07.*