

(12) 61-64

25Cr2MoVA 钢快速 离子渗氮的 X 射线衍射分析

TG 161.82

TG 115.23

周上祺^① 任勤^① 范秋林^②

(^① 重庆大学冶金及材料工程系, 重庆, 400044; ^② 中物院上海硅酸盐研究所, 第一作者 59 岁, 男, 教授)

摘要 分析了 25Cr2MoVA 钢经常规离子渗氮和快速离子渗氮后氮化表层的物相组成; 研究了快速离子渗氮后时效温度与物相的关系。

关键词 渗氮; 离子 / X 射线衍射分析; 快速离子渗氮

中国图书资料分类法分类号 TG115; TG221.5

0 引言

钢

渗氮是机械工业生产中广泛采用的表面强化工艺, 提高渗氮速度和控制渗氮层质量, 始终是人们关心的课题。笔者从形成有利于原子扩散的通道模型出发, 设计了快速深层氮化处理工艺^[1,2]。生产应用表明, 该工艺渗氮速度快, 值得推广应用^[3]。该工艺的设计思想是如何形成有利于氮原子扩散的通道, 这些通道可以是有利于氮原子扩散的物相(α"), 也可以是材料中的各种缺陷。笔者用 X 射线衍射分析, 研究了 25Cr2MoVA 钢快速渗氮工艺处理后的微观结构变化, 为加深对快速渗氮新工艺的认识, 提供理论和实验依据。

1 实验和结果

1.1 材料和预处理

本实验所用材料为 25Cr2MoVA 钢, 其化学成分为: 0.25% C, 1.70% Cr, 0.29% Mo, 0.63% Mn, 0.26% Si, 0.018% P, 0.003% S, 0.21% V, 其余为 Fe。由于渗氮是在比较低的温度(500~580℃)下进行的, 工件变形小, 它往往是加工的最后一道工序。为了保证在工件心部获得优良综合机械性能, 消除加工应力, 减小渗氮过程中的变形, 工件渗氮前应进行预处理(调质处理)。25Cr2MoVA 钢的预处理是 930℃ 油淬和 600℃ 保温 2 h 回火。

1.2 离子渗氮和时效

经调质处理的试样, 在 HLD-25 型辉光离子氮化炉中进行渗氮处理。处理前, 试样用汽油清洗干净, 烘干或汽油挥发后置于阴极盘上。盖好炉罩, 抽真空, 通氮通电进行渗氮处理。处理试样有两种方案, 一种是在 550℃ 按常规离子渗氮工艺渗氮 10 h, 另一种是在 550℃ 按快速深层渗氮工艺渗氮 10 h。快速深层渗氮工艺, 由周期性的渗氮-时效组成^[1]。经快速离

子渗氮工艺处理的试样,降温后在离子渗氮炉中时效。三组试样,时效时间均为 20 min,而时效温度则分别为 300℃、400℃、500℃。

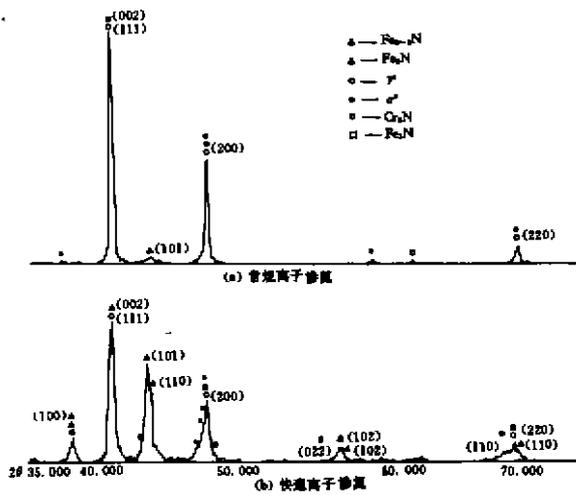


图 1 常规离子渗氮和快速离子渗氮 X 射线衍射谱
1.3 X 射线衍射分析

经上述各种条件处理的尺寸为 $19 \times 16 \times 2$ mm 的试样,在 D/Max-1200 型 X 射线衍射仪上进行衍射分析,其实验条件为:Cu 靶,石墨单色器,管压 40 kV,管流 30 mA,接收狭缝 0.3 mm,扫描速度 $3.000^\circ/\text{min}$,闪烁计数器。图 1 (a)为经常规离子渗氮处理的 25Cr2MoVA 钢的 X 射线衍射谱,图 1(b)为快速离子渗氮处理的 25Cr2MoVA 钢的 X 射线衍射谱,图 2 为经快速离子渗氮处理后,分别在不同温度时效 20 min 的 X 射线衍射谱。

2 讨 论

2.1 渗氮工艺对相组成的影响

由图 1 可见,25Cr2MoVA 钢经常规离子渗氮后其渗氮层主要由 γ' 相组成,也含有少量的 ϵ 相、 α'' 相和 Cr_2N 相;经快速深层离子渗氮工艺处理后,渗氮层主要物相为 ϵ 和 γ' ,也含有少量 Fe_2N 、合金氮化物 Cr_2N 和 α'' 相,而且衍射谱线漫散。

常规离子渗氮和快速离子渗氮选择工艺参数的原则不同,必然得到不同的物相组成。在进行常规离子渗氮时,为了避免脆性渗氮层的形成,对流量进行了适当的控制(即控制氮势),并在整个渗氮过程中保持温度和流量恒定。由于氮势不高,主要形成 γ' 相和少量的

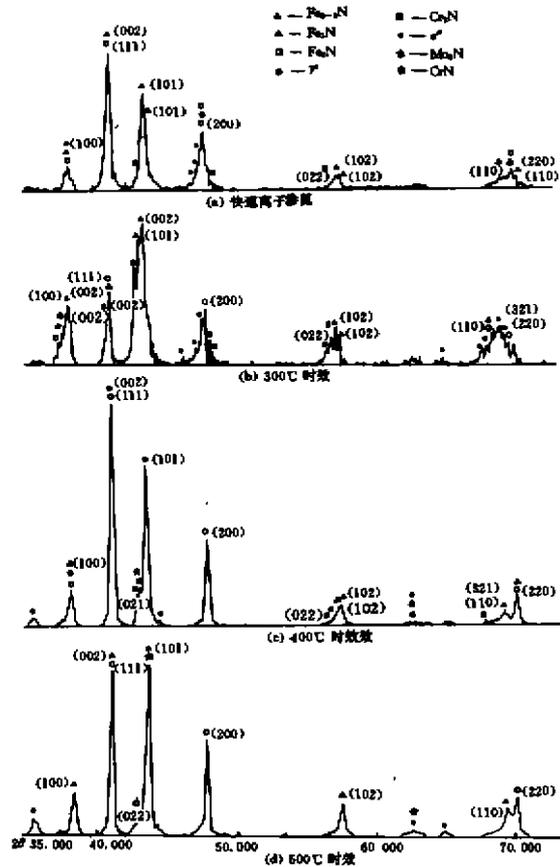


图 2 快速离子渗氮及随后时效的 X 射线衍射谱

Cr₂N 和 α'' 相, 而且 γ' 相衍射线明锐。进行快速渗氮时, 为了提高速度, 采用高氮势和周期性渗氮-时效。由于氮势比较高, 活性氮原子大量向工件扩散, 形成了大量高氮相 ε (Fe₂₋₃N 和 Fe₃N) 和 ζ (Fe₂N), 也形成了 γ' 相和少量 Cr₂N 和 α'' 相。由于合金元素 V、Cr、Mo 与氮的亲合力大, 氮原子在材料中来不及和不容易进行均匀化扩散, 可能形成图 3 所示的共聚物。Fe₂N、Fe₂₋₃N 和 Fe₃N 组成的共聚物, 其衍射谱线常常交错叠合在一起, 形成一个图 1(b) 所示的、极宽的合并衍射谱。表 1 列出了粉末衍射卡 (PDF) 记载的 Fe₃N 和 Fe₂₋₃N 部分晶面指数、晶面间距及相同晶面的面间距差值。

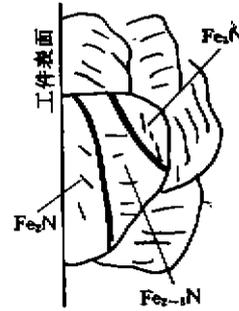


图 3 渗氮共聚物示意图

Fe₃N 与 Fe₂₋₃N 的结构相同, 点阵常数相近, 并随氮含量的变化作微小变化。由表 1 可见, 当发生 Fe₂₋₃N ↔ Fe₃N 转变时, (110) 及其左侧的晶面中, 平行 C 轴的晶面间距变化大, 而垂直于 C 轴的晶面 (002) 的面间距变化为零。因此, 在图 1(b) 中 (100)、(110) 类晶面的衍射谱漫散, 而 (002) 类晶面的衍射谱明锐。说明当氮化物 Fe₂₋₃N 氮浓度变化时, 主要对平行于 C 轴的低指数面间距产生影响, 而对垂直于 C 轴的低指数面间距影响甚微, 这与 Fe₂₋₃N 的轴比 $\frac{c}{a} = 1.6$ 有关, 该轴比较大, 间隙氮原子的增减对 C 的影响相对要小些。

表 1 Fe₃N 和 Fe₂₋₃N 晶面间距之差 (取自 PDF)

Fe ₃ N	HKL	100	002	101	102	110	103	200	112	004	202
	d ₁ (nm)	0.238	0.219	0.209	0.161	0.137	0.124	0.116	0.114	0.110	0.104
Fe ₂₋₃ N	HKL	100	002	101	102	110	103	200	112	004	202
	d ₂ (nm)	0.234	0.219	0.206	0.159	0.134	0.123	0.117	0.115	0.109	0.103
	d ₁ ~ d ₂ (nm)	0.004	0.000	0.003	0.002	0.003	0.001	-0.001	-0.001	0.002	0.001

2.3 渗氮后时效对相组成的影响

由图 2 可见, 25Cr2MoVA 钢快速离子渗氮后时效, 随着时效温度的增加, ε 相和 γ' 相的衍射线由漫散逐渐明锐。衍射线漫散, 与使用仪器、嵌镶块大小、微观应力、层错和成份的均匀性等有关。扣除仪器因素后, 衍射谱线的漫散, 主要受嵌镶块大小、微观应力、层错和成份均匀性的影响。如前所述, 进行快速离子渗氮时, 氮势高, 气氛供应的活性氮原子和氮离子比较充足, 有大量氮原子往工件内部扩散。因 V、Cr、Mo 等合金元素对氮的亲合力大, 渗氮期间内氮原子还来不及均匀化扩散, 在不同区域、不同晶粒或同一晶粒内, 出现氮浓度不均现象, 同一物相的各晶粒的同一晶面族, 其面间距 *d* 必然有一定的分布范围, 从而产生漫散的衍射谱。如果将快速离子渗氮后的试样在 300℃ 时效 20 min, 由图 2(b) 可见, ε 相的衍射谱变得更漫散。ε 相衍射谱的这种变化, 与时效时发生 ε 相的调幅分解和有多种合金氮化物 (CrN、Cr₂N、MoN、Mo₂N) 弥散共析析出有关^[2]。这些弥散析出物本身, 就会产生漫散衍射谱, 加上它与基体共格产生微应变, 使衍射谱更漫散。时效后, 在 ε 相各衍射峰的两侧, 出现了比较明显的边带, 这些边带, 与 ε 相调幅分解成 α'' 有关^[2]。由 ε 相 (100) 边带的计算可知, 调幅波波长约为 $\Lambda = 14$ nm, 由图 2(c) 可见, 当在 400℃ 时效时, ε 相的衍射谱变得比较明锐, 边带更为显

着。 ϵ 相衍射谱变得明锐,意味着 ϵ 相各晶粒的氮浓度比较均匀,说明对渗氮后的25Cr2MoVA钢加热到400℃时,就能给氮原子提供足够的激活能进行均匀化扩散;另一方面说明合金氮化物已经长大,与基体的共格关系消失。由图2(d)可见,当在500℃时效时, ϵ 相的衍射谱更明锐,这与随温度提高,激活能进一步增加,氮原子分布更均匀有关,也受部分合金氮化物回溶基体的影响。

γ' 的含氮量范围比较窄(5.30%~5.75%),与含氮量相对应的点阵常数变化范围为0.3783~0.3793 nm^[4]。当 γ' 的氮浓度在上述范围内变化时,由氮浓度的变化产生的衍射线宽度 $\Delta 2\theta$ 仅0.13°,但从图2(a)可见,快速渗氮后 γ' 谱非常漫散,这与 ϵ 和合金氮化物衍射谱与其叠加在一起有关。另外,这些合金氮化物与基体共格,因产生应变也使谱线宽化。在300℃时效后,氮原子获得一定激活能而开始扩散,在 γ' 中形成与45钢 γ' 相类似的调幅结构^[2]。与45钢不同,25Cr2MoVA钢 γ' 相的边带有明显的锯齿状(图2(b)),每一个锯齿与一种调幅波长对应,说明合金钢的调幅结构较碳钢复杂。当在400℃时效后, γ' (200)衍射峰比较明锐(图2(c)),锯齿状边带数减少。当在500℃时效时, γ' 相(111)、(200)衍射谱比较明锐,相对强度增加,边带强度减弱。在500℃时效,已进入正常渗氮温度范围,但因采用的氮势比较低,有助于 γ' 相的形成和生长, γ' 晶粒长大、数量增加,衍射谱增强。

3 结 论

- 1) 25Cr2MoVA钢进行常规离子渗氮处理后,主要形成 γ' ,也有少量 ϵ 相、 α'' 相和 Cr_2N 相。
- 2) 25Cr2MoVA钢进行快速离子渗氮处理后,主要物相为 Fe_3N 、 Fe_{2-3}N 和 γ' ,也有少量 Fe_2N 、 α'' 和合金氮化物 Cr_2N 。
- 3) Fe_3N 与 Fe_{2-3}N 的结构相同,点阵常数近似相等, Fe_{2-3}N 的氮含量范围宽,快速离子渗氮后 Fe_3N 和 Fe_{2-3}N 相同晶面产生的衍射线,与 Fe_2N 的衍射线构成非常漫散的衍射线。
- 4) 25Cr2MoVA钢快速离子渗氮后在300℃时效,有大量合金氮化物析出;提高时效温度,合金氮化物衍射线数量减少、强度下降,说明有一些又固溶到了基体中。
- 5) 25Cr2MoVA钢快速离子渗氮后时效, ϵ 相因氮原子分布趋向均匀化,衍射线由漫散变为明锐。
- 6) 时效温度比较低时, γ' 出现锯齿状边带,随时效温度提高,边带数量减少、强度减弱,说明 γ' 内氮原子分布趋于均匀化。

参 考 文 献

- 1 周上祺. 快速深层渗氮处理工艺. 中国专利,ZL91107261.6,1996-03-02
- 2 范秋林. 快速深层渗氮处理工艺及机理研究,[学位论文]. 重庆:重庆大学冶金及材料工程系
- 3 周上祺. 快速深层离子渗氮工艺的应用. 金属热处理,1993,(3):40~42
- 4 [德]R. 迦太基-菲舍. 渗氮和氮碳共渗. 北京:机械工业出版社,1989,9
(下转 116 页)