

渗碳层厚度及碳含量的表征方法

吴园园, 洪慧敏, 张珂

(江苏省(沙钢)钢铁研究院, 江苏张家港 215625)

摘要:为了衡量渗碳工艺是否合适,需要对渗碳层的厚度及碳含量进行准确测定。实验探索了一种能够快速准确地表征渗碳层厚度及碳含量的方法,并以 18CrNiMo7-6 钢为例进行了相关测定。首先,利用化学法验证了电子探针法测定渗碳层的准确性。其次,对比了电子探针法与硬度法的结果,两种方法测定渗碳层厚度的结果一致,电子探针法同时给出了不同渗碳层厚度与碳含量的变化曲线。再次,利用金相法观察了渗碳层及基体的微观组织,由于渗碳层厚度超过了金相法的测定范围,无法做出结果对比。综上所述,电子探针法既可以测定渗碳层的厚度,也可同时得到相应厚度渗碳层的碳含量,是准确表征渗碳层的有效方法,可以作为衡量渗碳工艺是否合适的依据。

关键词:渗碳层厚度;电子探针法;化学法;硬度法

中图分类号: O785⁺.5; O659

文献标志码: A

文章编号: 1000-7571(2019)04-0020-05

随着风力发电机组的发展,对材料性能提出了越来越高的要求,而机组中经常用的太阳轮和中间轴等受力复杂的零件,对材料性能的要求更高^[1]。渗碳处理作为常用的改善工件性能的热处理方法,能够使得工件从表面到心部形成一定的碳浓度梯度,从而满足工件表层硬度高、耐磨性好,而心部塑性和韧性好^[2]的要求。18CrNiMo7-6 钢因其具有高强度、高韧性和高淬透性等优点,被广泛应用于渗碳钢使用。

传统的测定渗碳层的方法有化学法(剥层法)^[3]、金相法、有效硬化层深度法。化学法是测定渗碳层总深度的精确方法之一,但是要逐层分析,过程比较繁琐,而且此种方法不适应于不规则成型件的渗碳层分析。金相法测定的渗碳层相当于原始组织至表面的距离,有时组织界限不明显,或者渗碳层厚度太厚,金相法都不适用。有效硬化层深度法,根据国标 GB/T 9450—2005 中规定,硬化层深度是从零件表面到维氏硬度为 550HV1 处的垂直距离。以上 3 种测定渗碳层的方法各有优缺点,但是都不能方便快捷的同时得到渗碳层总厚度和渗碳层从表面到心部的碳含量变化。

电子探针(EPMA)作为一种显微分析仪器,具有空间分辨率高、分析范围广、无损原位分析等优势,

在钢铁分析、矿物分析等领域有着广泛的应用^[4]。EPMA 分析技术可以将组织形貌与成分分析结合起来,可以进行元素的线分布和面分布分析^[5]。

本文针对以上情况,分析探索了一种准确表征渗碳件渗碳层厚度及含量的方法,通过电子探针线分析功能,从渗碳件表面向基体进行线扫描,直至曲线比较平坦,趋于稳定,最终通过特殊转化,把线分析的结果定量化。从曲线数据即可直接得出渗碳层的厚度及渗碳层从表面到心部的碳含量变化,结果可以作为衡量渗碳工艺是否合适的依据。同时渗碳层深度测定还采用了维氏硬度法,从表面直至测到硬度值趋于稳定,得到总的渗碳层厚度,并与电子探针结果进行比较。另外,利用金相法观察了渗碳层及基体的微观组织,了解渗碳层不同部分的组织特征,及金相法测定渗碳层的适用条件。

1 实验部分

1.1 实验材料与分析设备

实验材料为 18CrNiMo7-6 渗碳件,其基体化学成分($w/\%$)为 C(0.17)、Si(0.21)、Mn(0.71)、Cr(1.57)、Ni(1.42)、Mo(0.24)、P(0.0076)、S(0.0008)。

用 EPMA-1610 型电子探针(日本岛津)进行线分析,利用标定工作曲线进行线分析定量转化;用

收稿日期: 2018-09-11

作者简介: 吴园园(1983—),女,高级工程师,硕士,研究方向:钢铁微观结构表征;E-mail: wyy23477@163.com

TUKON 2500 型维氏硬度计(美国威尔逊)进行渗碳层硬度测试;利用 Axio Imager Z1m(德国蔡司)进行渗碳层微观组织观察;利用 Model 950 等离子清洗仪(美国 Gatan)进行样品表面清洗。

1.2 实验方法

选取 18CrNiMo7-6 渗碳件齿轮样,切取齿高 1/2 处的金相样,进行热镶嵌,按照常规金相制样顺序,得到抛光状态的待测样品。利用等离子清洗仪对样品表面制样过程中带入的碳污染物进行清洗,气体选择 H_2/O_2 组合。对待测样品进行电子探针线分析,从样品表面至基体,并对曲线进行定量转化,最后对结果进行准确性验证。然后对相同样品进行了维氏硬度测定,按照 GB/T 9450—2005 中规定的力和相邻点之间的距离设定试验条件,直至硬度值趋于稳定。另外,利用金相法观察了渗碳层及基体的微观组织,了解渗碳层不同部分的组织特征及金相法测定渗碳层的适用条件。

2 结果与讨论

2.1 线分析量化的准确性验证

常规线分析属于定性分析范畴,不能直观地得出元素分布的含量变化;利用校准曲线进行线分析的定量转化,可以直观读出元素分布的含量。利用碳质量分数范围从 0.056% 到 4.03% 的光谱分析用标准样品,按照电子探针对样品的要求进行制样,制作校准曲线^[6-7]。电子探针参数如下:加速电压 15 kV,束流 100 nA,采集区域 $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ 。碳元素校准曲线如图 1 所示,从图 1 中可以看出,曲线线性良好。

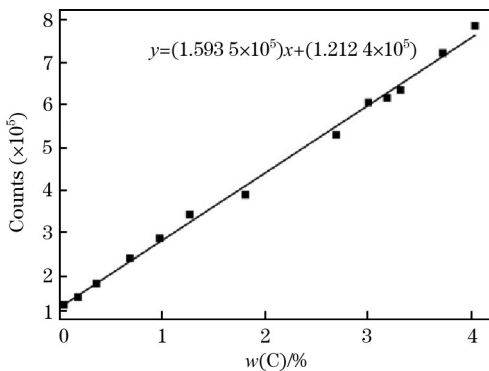


图 1 碳元素校准曲线

Fig. 1 Calibration curve of carbon

选取相同渗碳工艺的 18CrNiMo7-6 的对比样和齿轮样,分别利用化学法和电子探针法测定渗碳层,测定长度为 $3000\ \mu\text{m}$,其中电子探针法测定的曲

线经过图 1 校准曲线进行定量转化,对比两种方法测定的碳含量变化情况。图 2 所示为化学法测定的对比样渗碳层厚度与碳含量曲线,图 3 所示为电子探针法测定的齿轮样渗碳层厚度与碳含量曲线。从图 2 和图 3 中可以看出,对比样和齿轮样表面最高碳质量分数都为 0.65% 左右,曲线变化趋势一致,在 $3000\ \mu\text{m}$ 处碳质量分数约为 0.33%。因为化学法是测定渗碳层的精确方法之一,但是要逐层分析,过程比较繁琐,不适用于成型件的渗碳层分析,所以从两者的对比来看,电子探针测定渗碳层结果完全可以作为另一种快速准确地表征渗碳层厚度及相应渗碳层碳含量的方法。

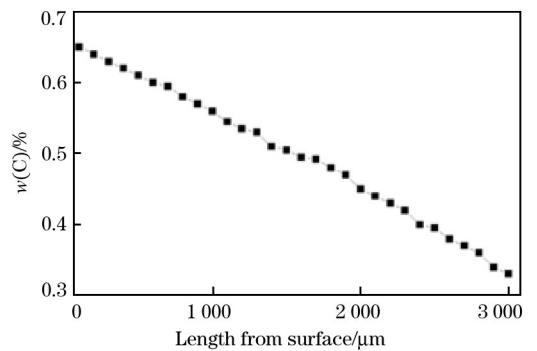


图 2 化学法测定的渗碳层厚度与碳含量曲线

Fig. 2 Curve of carburized layer thickness vs carbon content by chemical method

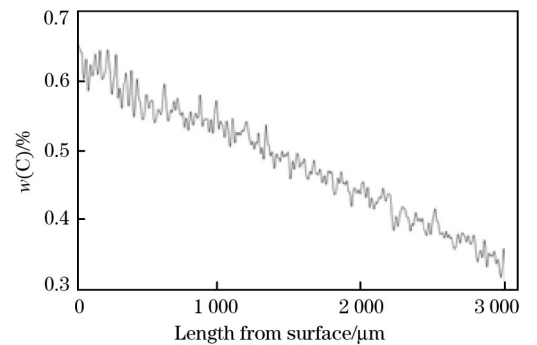


图 3 电子探针法测定的渗碳层厚度与碳含量曲线

Fig. 3 Curve of carburized layer thickness vs carbon content by electron probe method

2.2 电子探针法测定渗碳层厚度及碳含量

对渗碳件金相样进行电子探针线分析,在进行电子探针分析之前,利用等离子清洗仪对样品表面制样过程中带入的碳污染物进行清洗,气体选择 H_2/O_2 组合,这样可以大大提高渗碳层碳含量分析的准确度。电子探针分析条件为加速电压 15 kV,束流 100 nA,步径 $2\ \mu\text{m}$,总长 $7000\ \mu\text{m}$,渗碳层厚度

与碳含量曲线如图 4 所示。从图 4 中可以看出, 表层碳质量分数约为 0.56%; 随着渗碳层厚度的增加, 碳含量逐渐降低, 最终趋于稳定; 渗碳层总厚度约为 5500 μm , 稳定后碳质量分数约为 0.17%。这与 18CrNiMo7-6 的化学成分中碳含量相吻合, 进一步证明了电子探针分析渗碳层厚度及碳含量的方法可行性, 结果可以作为衡量渗碳工艺是否合适的依据。

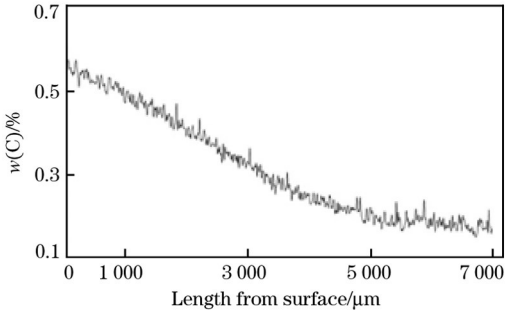


图 4 渗碳层厚度与碳含量曲线

Fig. 4 Curve of carburized layer thickness vs carbon content

2.3 硬度法测定渗碳层厚度

参考标准 GB/T 9450—2005 中规定^[8], 理论上是从零件表面到维氏硬度为 550HV1 处的垂直距离, 这个结果为有效硬化层深度, 而不是总渗碳层深度。文中为了对比电子探针法和硬度法测定的渗碳层总厚度差异, 硬度测定从表面直至测到硬度值趋于稳定为止, 相邻压痕之间的距离为 200 μm 。图 5 所示为渗碳层厚度与硬度曲线。从图 5 中可以看出, 渗碳后齿轮件由表面到心部的维氏硬度呈逐渐下降的趋势, 这主要是因为渗碳时, 距离工件表面距离越远的碳原子扩散越困难, 所以从表面到心部碳

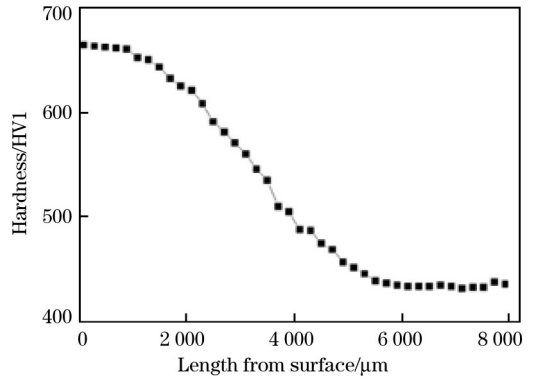


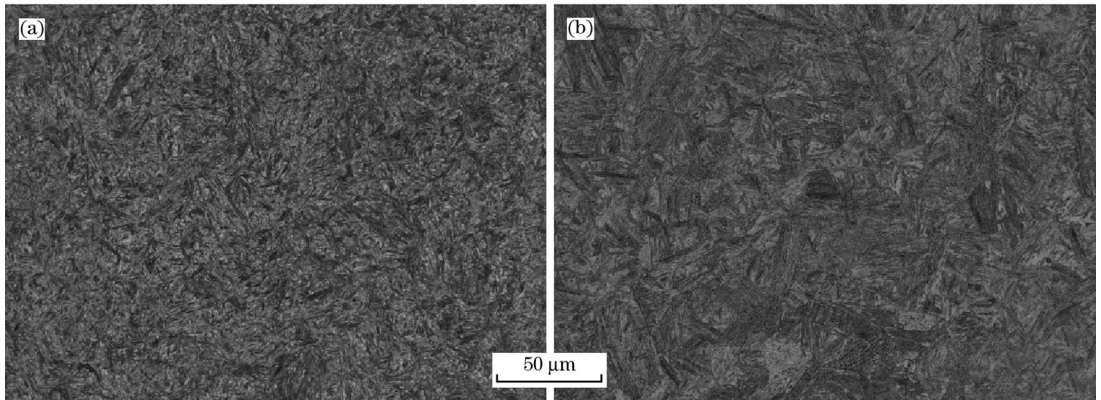
图 5 渗碳层厚度与硬度曲线

Fig. 5 Curve of carburized layer thickness and hardness

含量逐渐下降, 硬度逐渐降低。按照 GB/T 9450—2005 中要求, 在维氏硬度值为 550HV1 时, 有效硬化层深度约为 3400 μm , 但实际硬度值还在随深度增加而逐渐降低, 当硬度值趋于稳定时, 渗碳层总深度约为 5500 μm 。硬度法和电子探针法测定的是同一个样品, 虽然测得的渗碳层厚度相当吻合, 但是硬度法不能得到相应渗碳层的碳含量。

2.4 金相法观察渗碳件的显微组织

图 6 所示为渗碳件渗碳后, 再经淬火回火后的显微组织。图 6(a)为表层组织, 主要为针状马氏体+少量残余奥氏体, 图 6(b)为心部组织, 主要为板条状马氏体。造成这种表层和心部组织不一样的原因是渗碳过程中, 表层碳质量分数(约为 0.5%)达到中碳钢水平, 所以容易形成针状马氏体, 而心部碳质量分数(约为 0.17%)属于低碳钢, 形成板条状马氏体。由于微观组织影响宏观性能, 所以, 含碳量较高的针状马氏体造成表层硬度高, 而含碳量较低的板条马氏体导致心部硬度低, 这也与硬度法测定的结



(a) 表层组织; (b) 心部组织。

图 6 渗碳件的显微组织

Fig. 6 Microstructure of carburized sample

果相对应。但是金相法测定渗碳层厚度时,观察倍数一般要求不小于 100 倍,渗碳层厚度范围一般不超过 1000 μm ,对于 5500 μm 的渗层厚度,金相法完全不适用,且不能得到相应渗碳层的碳含量。

3 结语

本文分析探索了一种准确表征渗碳件渗碳层厚度及碳含量的方法,得出以下结论:

(1)利用化学法及电子探针法测定相同渗碳工艺的 18CrNiMo7-6 钢的对比样和齿轮样,验证了电子探针分析方法的准确性。

(2)利用电子探针法和硬度法测定相同渗碳件,确定渗碳层的总厚度约为 5500 μm ,硬度法每个压痕之间距离不小于 20 μm ,电子探针法每个点之间距离为 2 μm ,电子探针法更精确,同时电子探针法还可以方便快捷地得到表层的碳质量分数约为 0.56%,并给出不同渗碳层厚度与碳含量的变化曲线。

(3)金相法观察渗碳层的显微组织,表层主要为针状马氏体+少量残余奥氏体,心部主要为板条状马氏体,但是金相法测定渗碳层厚度时,观察倍数一般不小于 100 倍,渗碳层厚度范围一般不超过 1000 μm ,对于渗碳层厚度超过这个范围的情况,金相法则不适用,且不能得到相应渗碳层的碳含量。

综上所述,电子探针法既可以测定渗碳层的厚度,也可以同时得到相应厚度渗碳层的碳含量,是准确表征渗碳层的有效方法,可以作为衡量渗碳工艺是否合适的依据。

参考文献:

[1] 王子瑜.18CrNiMo7-6 钢渗碳工艺的研究[J].船舶职业

教育,2015,3(3):33-35.

WANG Zi-yu.The research on 18CrNiMo7-6 steel carburizing process[J].Shipbuilding Vocational Education, 2015,3(3):33-35.

[2] 刘俊祥,王京晖,李俏,等.18CrNiMo7-6 和 20CrNi2Mo 钢高温渗碳工艺的研究与应用[J].金属热处理,2013,38(10):66-69.

LIU Jun-xiang,WANG Jing-hui,LI Qiao,et al.Study and application of high temperature carburizing process for 18CrNiMo7-6 and 20CrNi2Mo steel[J].Heat Treatment of Metals,2013,38(10):66-69.

[3] ROWAN O K,KEIL G D,CLEMENTS T E.Analysis of hardened depth variability, process potential, and measurement error in case carburized components[J].Journal of Materials Engineering & Performance,2014,23(12):4202-4210.

[4] 徐萃章.电子探针分析原理[M].北京:科学出版社,1990:150-420.

[5] 龚沿东.电子探针(EPMA)简介[J].电子显微学报,2010,29(6):578-580.

GONG Yan-dong.Introduction of electron probe micro analyzer[J].Journal of Chinese Electron Microscopy Society,2010,29(6):578-580.

[6] 毛允静.钢中低碳的电子探针定量分析[J].冶金分析,2003,23(1):59-62.

MAO Yun-jing.Electron probe quantitative analysis of low carbon in steel[J].Metallurgical Analysis,2003,23(1):59-62.

[7] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 15247—2008 微束分析 电子探针显微分析 测定钢中碳含量的校正曲线法[S].北京:中国标准出版社,2008.

[8] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 9450—2005 钢件渗碳淬火硬化层深度的测定和校核[S].北京:中国标准出版社,2005.

Characterization method of case depth and carbon concentration

WU Yuan-yuan,HONG Hui-min,ZHANG Ke

(Institute of Research of Iron and Steel, Jiangsu Province and Sha Steel, Zhangjiagang 215625, China)

Abstract: In order to measure the suitability of the carburizing process, it is necessary to accurately determine the case depth and carbon concentration. A quick and accurate method was used to characterize the case depth and carbon concentration of 18CrNiMo7-6 steel. Firstly, the accuracy of electron probe method for the determination of case depth was verified by chemical method. Secondly, the results of electron probe method and hardness method were compared. The results of two methods for determining the case depth were consistent, while the relationship between case depth and carbon concentration was additionally

shown by electron probe method. Finally, the microstructure of the carburized layer and the matrix was observed by metallographic method. Since the case depth exceeded the measurement range of metallographic method, the results could not be compared. In summary, electron probe method can obtain both case depth and carbon concentration, which is the effective method for accurately characterizing the carburized layer, and can be used as a basis for measuring the suitability of the carburizing process.

Key words: case depth; electron probe method; chemical method; hardness method

《冶金分析》2019 年专刊征稿通知

为了促进分析测试领域新方法、新仪器、新技术的及时推广并应用,拓展产学合作渠道,《冶金分析》杂志 2019 年将推出“分析测试新技术综合专刊”(正刊第 8 期)和“X 射线荧光光谱专刊”(正刊第 10 期),以集中报道分析测试领域的新进展。其中“分析测试新技术综合专刊”将综合报道先进分析测试仪器、分析方法的应用,包括原位统计分布分析技术(OPA)、激光诱导击穿光谱(LIBS)、辉光光谱/质谱、电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)、电感耦合等离子质谱(ICP-MS)、火花放电原子发射光谱(Spark-OES)等;“X 射线荧光光谱专刊”将集中报道 X 射线荧光光谱仪在组分检测、矿物鉴别等方面的方法研究类及综述类文章。

热忱欢迎冶金、材料、矿山、化工、机械、地质、环保、外贸、国防、商检等单位、部门及院校从事相关工作的技术人员及大专院校师生踊跃投稿。

温馨提示:

- (1) 请登录《冶金分析》官网(<http://yjfx.chinamet.cn>)注册投稿,并在留言中注明“专刊”字样。
- (2) “专刊”文章均需通过三审、三校,择优录用,优先发表。
- (3) “分析测试新技术综合专刊”征稿截止日期为 2019 年 5 月 31 日,“X 射线荧光光谱专刊”征稿截止日期为 2019 年 6 月 30 日。

联系方式:

《冶金分析》编辑部

电话:010-62182398

E-mail: yjfx@analysis.org.cn