

S-03 钢渗氮层裂纹分析与控制

程海英, 何安平, 李永虎
(西安航天发动机厂, 西安 710100)

摘 要: 基于渗氮层出现裂纹的原理, 结合现有氮化罐老化、炉气压力不稳定等生产条件对渗氮层裂纹产生的原因进行了分析。通过对生产过程中的准备工作、炉气压力及退氮过程等可能导致渗氮层出现裂纹的各个环节进行严格控制, 解决了目前生产中渗氮层裂纹的问题, 提高了渗氮层的质量。

关键词: 渗氮; 设备状态; 氮势

中图分类号: V261-33 **文献标识码:** A **文章编号:** 1672-9374 (2012) 03-0059-06

Analysis and control of crack in nitrated layer of S-03 steel

CHENG Hai-ying, HE An-ping, LI Yong-hu
(Xi'an Space Engine Factory, Xi'an 710100, China)

Abstract: Based on the principle of crack appearing in nitrated layer, and combined with production conditions, such as aging of nitrating furnace, unstable gas pressure and so on, the cause of cracks in the nitrated layer is discussed. Through strict control of each link (such as preparation work, furnace gas pressure, denitrating process, etc) that may lead to crack in nitrated layer, the problem of crack in nitrating layer was solved and the quality of the nitrated layer was improved.

Keywords: nitrating; equipment condition; nitrogen potential

0 引言

渗氮是为了提高零件的表面硬度、耐磨性、疲劳强度和抗蚀性。有时零件渗氮后会出现一些影响组织结构、机械及抗蚀性能的缺陷。以前在型号为 JT-75-9 的渗氮设备中处理 S-03 钢零件曾出现渗氮层脆性大和微裂纹等缺陷, 从而导致零件的整批报废。经分析认为导致此问题出现的

因素有氮化罐老化和炉气压力不稳定等。为此从渗氮原理出发分析上述因素对渗层质量的影响情况, 从而制定出防止氮化罐老化、确保炉气压力稳定等确保产品质量的有效控制措施。

1 S-03 钢材料特性及渗氮原理简介

1.1 S-03 钢材料特性

S-03 钢是一种耐蚀低碳马氏体时效不锈钢,

收稿日期: 2011-11-17; 修回日期: 2012-03-16

作者简介: 程海英 (1978—), 男, 工程师, 研究领域为金属材料热处理

其强化机理分两步达到：通过淬火处理获得具有高密度位错的马氏体组织及随后的马氏体时效。无碳马氏体时效过程中的强化是析出金属间化合物质点的结果。

1.2 渗氮原理

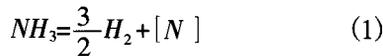
气体渗氮是由分解、吸收及扩散3个基本过程组成的。渗氮的主要目的是提高零件的表面硬度、耐磨性、疲劳强度及抗蚀性，同时心部又有高的韧性。

渗氮时不能用氮气作为供氮介质，因为分子态的氮几乎不能被吸收，而且氮分子分解为氮原子是十分困难的，所以生产中多用瓶装液氮作为渗氮介质。氮气是十分不稳定的气体，渗氮时就是利用刚分解而未结合成分子的氮原子渗入钢中的。渗氮过程中只有部分新生的活性氮原子与工件表面接触并被工件吸收，其他的活性氮原子很快就结合成氮分子。为了保证活性氮原子的不断供应，必须要以一定流量的氮持续通入渗氮炉内。工件对氮原子的吸收能力与渗氮温度和氮分解率密切相关。在一定的温度下，对于工件存在一个最强烈吸收氮原子的氮分解率。

当氮原子被工件吸收后，先是融入固溶体中，当超过极限溶解度后与工件中的铁及合金元素形成一系列化合物。当氮原子渗入后，与Cr和Mn等各种氮化物形成元素形成高硬度的合金氮化物，并以极细小的颗粒弥散分布于渗层基体上，这样能够大大提高渗层的硬度和强度。

1.3 炉气氮势

钢的渗氮反应式可写成：



当公式(1)达到平衡时

$$K_{\text{pl}} = a_{\text{N}} \frac{p_{\text{H}_2}^{1.5}}{p_{\text{NH}_3}}, \text{ 即 } a_{\text{N}} = K_{\text{pl}} \frac{p_{\text{NH}_3}^{1.5}}{p_{\text{H}_2}} \quad (2)$$

式中： K_{pl} 为平衡常数； p_{NH_3} 为炉气中的氨气分压力； p_{H_2} 为炉气中的氢气分压力； a_{N} 为气相平衡时钢表面的氮活度。工程技术中通常令 $r = \frac{p_{\text{NH}_3}^{1.5}}{p_{\text{H}_2}}$ ，这就是炉气氮势，于是有 $a_{\text{N}} = K_{\text{pl}} \cdot r$ 。

上式给出了炉气氮势与钢件表面氮活度之间的关系，可看出炉气氮势的大小取决于炉气组成，当温度恒定时， K_{pl} 是一个常数；当炉内压力加大时，氮势 r 与零件表面的氮活度成正比，增加炉内压力是加速渗氮的一个较为理想的途径。炉内氨气的分解率与渗氮温度密切相关，当渗氮温度升高时，炉内氨气的分解率随之升高，炉气的氮势则随之降低。

1.4 炉气氮势与氨分解率及炉气成分的关系

用纯氨通入炉内进行渗氮（炉气成分包括氨+氨分解气）时，存在下列关系：

$$p_{\text{NH}_3} + p_{\text{H}_2} + p_{\text{N}_2} = 1 \quad (3)$$

由氨分解反应方程式 $\text{NH}_3 = \frac{3}{2}\text{H}_2 + \frac{1}{2}\text{N}_2$ 可得：

$$p_{\text{H}_2} = 3p_{\text{N}_2} \quad (4)$$

用氨分解率测定仪测定氨分解率时，首先通入炉气，然后向瓶内注水。由于氨几乎全部溶解在水中，因此瓶内水所占的体积百分数就是炉气中氨气的体积百分数，也等于炉气中氨的分压 p_{NH_3} ，故氨分解率：

$$V = 1 - p_{\text{NH}_3} = p_{\text{H}_2} + p_{\text{N}_2} = \frac{4}{3} p_{\text{H}_2} \\ p_{\text{H}_2} = \frac{3}{4} V = \frac{3}{4} (1 - p_{\text{NH}_3}) \quad (5)$$

由此可见，氮势与氨分解率及炉气成分之间存在如下关系：

$$r = \frac{p_{\text{NH}_3}^{1.5}}{p_{\text{H}_2}} = \frac{1 - V}{(0.75V)^{1.5}} = \frac{p_{\text{NH}_3}}{[0.75(1 - p_{\text{NH}_3})]^{1.5}} = \frac{1 - \frac{4}{3} p_{\text{H}_2}}{p_{\text{H}_2}^{1.5}} \quad (6)$$

从公式(6)可知，只要能测定并控制氨分解率 V 或炉气中的氨气和氢气的含量，就能达到控制炉气氮势及零件氮浓度的目的。

2 问题及控制措施

2.1 存在的问题

对S-03钢材料零件渗氮处理后出现渗氮层脆性大、微裂纹的缺陷和局部产生网状氮化组织等问题，经调查研究发现本批零件在实际生产中

与以往有以下不同:

1) 零件入炉后,在排气过程中出气端的缓冲瓶发生破坏,使零件在氨气与大气混合的环境下放置了3个多小时;

2) 在渗氮过程中,炉气压力的波动相对以前较为频繁,且幅度较大;

3) 在退氮的过程中分解率的变化速度过快,大约在20 min的时间内将分解率由42%调整到90%以上。

2.2 模拟试验

为了对现有的设备状态情况进行分析,通过模拟试验得到了现有设备状态下进、出气压力和分解率随保温时间的变化情况,进、出气压力和分解率随保温时间的变化趋势分别见图1~图3。

通过对检测数据分析认为:炉气内氮势变化大且快,改进前的分解率在短短的150 min由46%下降为36%,将此数值代入公式(6)中通过计算可得出炉气内的氮势变化情况:

当分解率为46%时

$$r = \frac{1-V}{(0.75V)^{1.5}} = \frac{1-0.46}{(0.75 \times 0.46)^{1.5}} = 2.56$$

当分解率为36%时

$$r = \frac{1-V}{(0.75V)^{1.5}} = \frac{1-0.36}{(0.75 \times 0.36)^{1.5}} = 4.56$$

由上述的结果可以看出,随着保温时间的延长由于管路系统的不稳定导致当进气压力由18 mmHg增加到31 mmHg时,氮势由2.56增加到4.56,增加了78%之多。

2.3 结果分析

零件表面的氮活度与氮势成正比例关系,当氮势增加78%时零件表面的氮活度也就增加了78%,氮活度的快速增加导致渗氮速度增加,从而在零件表面形成较大的应力,这是造成渗层出现裂纹的因素。

2.4 相应的控制措施

针对炉气压力变化速度快且幅度大的问题,可采取下列控制措施进行:

1) 对进、出气系统的管路进行仔细检查及用高纯氮气进行清理(连接罐体的不锈钢出气管道部分先用铁丝疏通后再用高纯氮气吹除),确

保进、出气管道无堵塞和漏气现象;

2) 对控制气压的阀门进行仔细检查和清理,及时对控制作用不好的微调阀进行修理或更换,确保微调阀的正常使用,及时对密封效果不好的减压阀密封垫进行更换,确保压力的稳定。

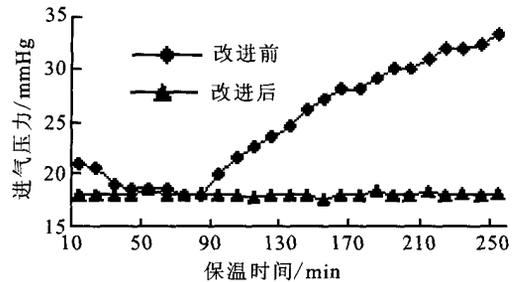


图1 进气压力随保温时间的变化趋势图

Fig. 1 Variation of intake pressure with soaking time

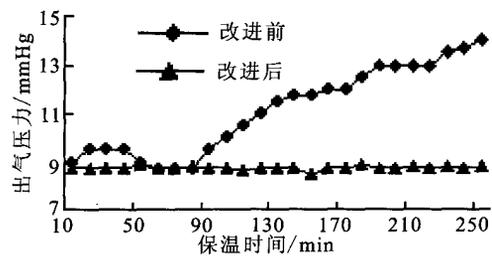


图2 出气压力随保温时间的变化趋势图

Fig. 2 Variation of outlet gas pressure with soaking time

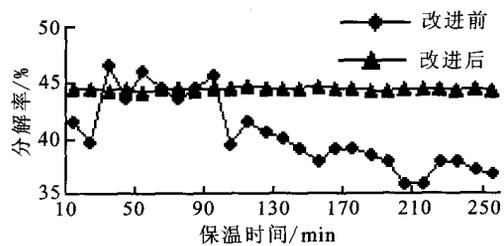


图3 分解率随保温时间的变化趋势图

Fig. 3 Variation of resolution ratio with soaking time

2.5 采取控制措施后气体压力测试结果及改进效果

为对改进后的设备状态情况进行分析及与改进前的状态进行对比,通过模拟试验得到了改进后进出气压力和分解率随保温温度的变化情况,进、出气压力和分解率随保温时间的变化趋势分别见图1~图3。

随保温时间延长分解率的变化范围在 44.1%~44.7%之间, 将此值代入公式 (6) 中可得:

当分解率为 44.7%时

$$r = \frac{1-V}{(0.75V)^{1.5}} = \frac{1-0.447}{(0.75 \times 0.447)^{1.5}} = 2.85$$

当分解率为 44.1%时

$$r = \frac{1-V}{(0.75V)^{1.5}} = \frac{1-0.441}{(0.75 \times 0.441)^{1.5}} = 2.94$$

氮势值的变化仅为 0.09, 约 3.2%, 这细微的波动对渗层质量的影响是微乎其微甚至没有影响的。

从图 1~图 3 和计算结果中可以很明显的看出采取控制措施改进后, 在保温过程中进、出气压力和分解率及氮势均趋于稳定状态。这就说明采取的控制措施起到了预期的作用, 从而对产品的质量提供了可靠的保障。

3 试验过程 (采取控制措施后)

3.1 准备工作

为了比较工艺参数对试验结果的影响情况, 杜绝准备工作对试验结果的影响, 3 炉试验热处理前的准备工作均按照下列程序进行:

1) 对进、出气系统的管路进行仔细检查及用高纯氮气进行清理 (连接罐体的不锈钢出气管道部分先用铁丝清理后用高纯氮气清理), 确保进、出气管道无堵塞和漏气现象;

2) 对氮化罐按照 680 °C×360 min 的制度进行退氮处理;

3) 对氮化罐的内表面和渗氮用的工装进行吹砂处理;

4) 对起密封作用的橡胶及石棉绳密封圈进行更换;

5) 干燥剂的准备及烘干 CaCl₂ 在 350 °C 保温 2 h 随炉冷却至室温出炉, 分子筛在 550 °C 保温 2 h 随炉冷却至室温出炉, 石英砂 (粒度不大于 100 目) 在 180 °C 保温 1 h 随炉冷却至室温出炉;

6) 每炉装 3 个试样, 分上、中、下 3 层, 试样间的间距约 50 mm;

7) 将装有催化剂 (氯化铵与石英砂的混合物) 的小盒放在工装的指定位置处。

3.2 试验参数

为看出不同保温温度、不同分解率及不同退氮时间等因素对渗层质量的影响情况, 制定了 3 炉次试验的工艺方案, 具体方案见表 1。

表 1 工艺试验方案

Tab. 1 Scheme of technological test

炉次	温度/°C	时间/h	进气压力/mmHg	分解率/%	退氮阶段/h	降温阶段/°C
第 1 炉	540	44	12~13	41~43	调整 3 保温 6	罐体出炉温度为 390 零件出罐温度为 120
第 2 炉	540	44	前 8h: 14~15 后期: 18~20	前 8h: 46~48 后期: 41~43	调整 1 保温 6	罐体出炉温度为 420 零件出罐温度为 140
第 3 炉	530	44	5~7	47~49	调整 3 保温 6	罐体出炉温度为 390 零件出罐温度为 120

3.3 技术要求

根据相关的技术条件要求渗氮后的渗层深度、脆性级别及硬度值需达到下列指标:

- 1) 渗层深度 0.12~0.60 mm;
- 2) 脆性级别 ≥ II 级;
- 3) 硬度值 60~70 HRC (或 713~1 037 HV)。

参考文献:

- [1] GULCZINSKI F S, SPORES R A. Analysis of Hall-effect thrusters and ion engines for orbit transfer mission, AIAA 1996-2973[R]. USA: AIAA, 1996.
- [2] LEIFER Stephanie, NOCA Muriel. Negative C3 launch options for solar system exploration, AIAA1998-3925 [R]. USA: AIAA, 1998.
- [3] GULCZINSKI F S, SPORES R A. In-space propulsion, AIAA 2003-2588[R]. USA: AIAA, 2003.
- [4] RANDOLPH T M. Qualification of commercial electric propulsion systems for deep space mission, IEPC-2007-271[R]. Italy: IEPC, 2007.
- [5] 张乾鹏. 霍尔推力器等离子体羽流特性研究 [D]. 上海: 上海航天技术研究院, 2010.
- [6] GRYS Kristi de, WELANDER Ben, DIMICCO John, et al. 4.5 kW Hall thruster system qualification status, AIAA 2005-3682[R]. USA: AIAA, 2005.
- [7] 张乾鹏, 康小录. 用 Xe 和 Kr 作为霍尔电推进工质的比较[J]. 推进技术, 2011, 32(6): 828-834.
- [8] 张乾鹏. 霍尔推力器羽流离子能量实验研究[J]. 火箭推进, 2010, 36(3): 10-14.
- [9] 汪礼胜, 唐德礼. 阳极层推力器的研究现状与发展趋势[J]. 火箭推进, 2006, 32(1): 24-29.
- [10] 宁中喜, 张世强, 于达仁. 低功率变截面通道霍尔推力器电离特性[J]. 推进技术, 2011(6): 794-798.
- [11] 张斌, 毛根旺, 胡松启, 等. 固体微推力器气粒两相羽流场的数值模拟[J]. 固体火箭技术, 2011(3): 314-318.
- [12] 牛禄, 王宏伟, 杨威. 用于微小卫星推进装置等离子体推力器[J]. 上海航天, 2004(5): 39-43.
- [13] 张红军, 王萍萍, 邱景辉, 等. 小型化电子回旋谐振微波离子推进器研究[J]. 宇航学报, 2007, 28(4): 209-213.
- [14] Kurt A, Thomas E, Boris J, et al. Thruster stand for electric propulsion performance evaluation[J]. Review of Scientific Instruments, 2006(77):1-9.
- [15] John B. Advanced ion propulsion systems for affordable deep-space missions[J]. Acta Astronautica, 2003, 52(2-6): 309-316.
- [16] Shufan W, Steyn W, Bordany R. In-orbit thruster calibration techniques and experiment results with UoSAT-12 [J]. Control Engineering Practice, 2004(12): 87-98.

(编辑: 陈红霞)

(上接第 64 页)

参考文献:

- [1] 何雪涛, 娄海滨, 杨泰正. 金属材料与热处理[M]. 北京: 高等教育出版社, 2000.
- [2] 吴承建, 陈国良, 强文江. 金属材料学[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000.
- [3] 陈惠芬. 金属学与热处理 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2009.
- [4] 毕风琴, 张旭昀. 热处理原理及工艺[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2009.
- [5] 张磊. 基于 FPGA 与 PCI 总线的实时控制计算机的设计与实现[J]. 电子设计工程, 2011, 19(20): 173-180.
- [6] 许天已. 钢铁热处理实用技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [7] 黄守轮. 实用化学热处理与表面强化新技术 [M]. 北京: 机械工业出版社, 2002.
- [8] 李志章. 钢的性能与热处理[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 1988.
- [9] 干勇, 田志凌, 董瀚, 等. 钢铁材料手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009.
- [10] 刘天佑. 金属学与热处理 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2009.
- [11] 白素琴. 金属学与热处理 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2009.
- [12] 孙诚, 王雪梅, 张艳红. 连接计算机并口的数据采集系统[J]. 电子设计工程, 2011, 19(16): 48-50.

(编辑: 马杰)