

活性屏与工件的距离对 40Cr 钢活性屏离子 渗氮行为的影响 *

郭俊文, 田林海, 林乃明, 唐 宾

(太原理工大学 表面工程研究所, 太原 030024)

摘 要: 为提高 40Cr 钢的抗磨及耐蚀性能, 用 304 不锈钢冲孔板制成的活性屏对 40Cr 钢进行离子渗氮 (ASPN) 处理, 研究了活性屏与工件的距离对渗层组织结构和性能的影响, 并与普通直流离子渗氮 (DCPN) 进行了比较。用光学显微镜 (OM)、X 射线衍射仪 (XRD)、辉光放电光谱仪 (GDOES)、显微硬度计、往复摩擦磨损试验机和电化学工作站对渗层组织、相成分、硬度、耐磨及耐腐蚀性能进行分析。结果表明: 经不锈钢活性屏离子渗氮处理后, 试样表面得到了致密均匀的渗氮层, 渗层主要由 ϵ -Fe₂₋₃N、 γ' -Fe₄N 和 CrN 相组成, 且随着试样与活性屏距离从 10 mm、20 mm 增加到 30 mm, 对应的渗层厚度从 6 μm 、4.7 μm 减小到 3.5 μm 。经氮化处理后, 40Cr 钢的耐磨性和耐腐蚀性都有显著的提高, ASPN 处理后试样的耐腐蚀性较 DCPN 有明显的提高。

关键词: 活性屏离子渗氮; 40Cr 钢; 渗氮层; 耐磨性; 耐腐蚀性

中图分类号: TG174.44 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-9289(2014)03-0031-07

Effect of the Distance Between Screen and Sample on Active Screen Plasma Nitriding Behavior of 40Cr Steel

GUO Jun-wen, TIAN Lin-hai, LIN Nai-ming, TANG Bin

(Research Institute of Surface Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024)

Abstract: Active screen plasma nitriding (ASPN) treatment with a screen made of 304 stainless steel punched plate was used to improve the wear and corrosion resistance of 40Cr steel. The effect of distance from the screen to the samples on the microstructure and properties of the nitriding layer was investigated. The results by ASPN were compared with that by conventional direct current plasma nitriding (DCPN). The microstructures, phase constitutions, microhardness and the wear and corrosion resistance the wear and corrosion resistance of the nitrided layers were examined by optical microscope (OM), X-ray diffraction (XRD), glow discharge spectrometer (GDOES), microhardness tester, reciprocating friction and wear tester and electrochemical station of the nitrided layer. The results showed that continuous and compact nitriding layers formed by ASPN with a stainless steel screen were consisted of ϵ -Fe₂₋₃N, γ' -Fe₄N and CrN phases. The thickness of the nitriding layer is reduced from 6 μm , 4.7 μm to 3.5 μm with the distance between the screen and the samples increasing from 10, 20 to 30 mm. Both wear and corrosion resistance of 40Cr steel are significantly improved after nitriding treatment. The corrosion resistance of samples treated by ASPN was improved more significantly than the one by DCPN.

Key words: active screen plasma nitriding (ASPN); 40Cr; nitriding layer; wear resistance; corrosion resistance

收稿日期: 2014-03-20; **修回日期:** 2014-05-13; **基金项目:** * 中国博士后科学基金(2012M520604); 山西省青年科技研究基金(2013021013-2)

作者简介: 郭俊文(1987-), 男(汉), 山西晋中人, 硕士生; **研究方向:** 材料表面技术

网络出版日期: 2014-05-12 15:38; **网络出版地址:** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3905.TG.20140512.1538.009.html>

引文格式: 郭俊文, 田林海, 林乃明, 等. 活性屏与工件的距离对 40Cr 钢活性屏离子渗氮行为的影响 [J]. 中国表面工程, 2014, 27(3): 31-37.

0 引言

离子渗氮可以有效提高工件的硬度、耐磨性、耐腐蚀性、抗疲劳等性能^[1-2]。离子渗氮时工件置于真空室,并与电源的负极相连,电源阳极则与炉体相接,利用辉光放电产生的低温等离子体对工件进行加热和离子渗氮。但由于气体放电特性和离子轰击的影响,直流离子渗氮过程中存在一些难以解决的问题,如工件打弧、空心阴极效应、边缘效应、温度测量等问题,一定程度上阻碍了离子渗氮技术的发展和推广应用^[3-6]。

上世纪90年代末,卢森堡工程师 Georges 发明了活性屏离子渗氮技术(Active screen plasma nitriding,简称 ASPN)^[7],并在一些机械零部件上获得成功应用^[8]。区别于普通离子渗氮,活性屏离子渗氮时电源的阴极连接在一个特制的网状圆筒上(也称活性屏或笼子)^[5, 9-10],在高压电源作用下气体被电离,并在电场作用下使离子轰击圆筒表面,圆筒表面不断有铁的氮化物微粒被溅射下来,同时离子的轰击作用使圆筒温度升高,并通过辐射加热工件,工件达到渗氮温度后开始保温,最终完成对工件的渗氮^[11-12]。由于在活性屏离子渗氮过程中,气体离子轰击的是活性屏,而不是直接作用于工件的表面,较好地解决了传统离子渗氮技术一直存在的技术难题,引起了国内外许多科研机构对此项技术的关注。

但多数研究所用的设备是利用实验室内现有的设备改造而成,活性屏直径都较小,试样可处于电悬浮状态,试样与笼子之间的距离对 ASPN 渗氮效果有一定的影响^[13],特别是对于工业规模的 ASPN 设备,这种影响更明显^[14-15]。文献^[16]的研究发现在距笼子 70 mm 以内处于电悬浮状态的试样可以渗上氮;但 70 mm 以外的试样则必须在工件上加负偏压才能实现渗氮。文献^[17]用 ASPN 技术发明人 Georges 生产的 ASPN 设备进行了试验,也得到了与文献^[16]同样的试验结果。

40Cr 是机械工业常用的结构钢之一,常规离子氮化是提高其表面硬度、耐磨、抗疲劳、耐腐蚀等性能的主要手段^[18-19],由于常规离子渗氮的一些问题,采用活性屏离子渗氮有可能进一步改善其性能。而活性屏离子渗氮过程中,试样与笼子之间的距离是影响渗氮效果的主要参数之一^[13-17],文中利用活性屏离子渗氮技术对 40Cr

渗氮,研究了工件与活性屏距离对渗氮后试件的组织结构和性能的影响,并与普通离子渗氮后的试验结果进行了对比。

1 材料与方法

所用材料是调质处理的 40Cr 钢,硬度为 HRC 32~36,化学成分(质量分数/%)为 C 0.37~0.45, Si 0.17~0.37, Mn 0.5~0.8, Cr 0.8~1.1,其余为 Fe。将试样加工成尺寸为 $\Phi 36 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$ 的圆片。渗氮前试样依次经过 360、600、800、1 000 和 1 500 号水砂纸打磨,再用金刚石研磨膏抛光,最后用丙酮超声清洗、冷风吹干备用。

活性屏离子渗氮试验在太原理工大学表面工程研究所的双层辉光离子渗金属真空炉中进行,所用活性屏为 304 不锈钢冲孔板,尺寸为 $\Phi 110 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$,孔径为 $\Phi 8 \text{ mm}$,孔间距为 1 mm。试样置于样品台上,样品台与阴极底板之间用陶瓷绝缘垫隔离,使试样呈悬浮电位。测温装置采用测量范围为 300~600 °C 的 WDL-3 型光电温度计。在样品台上摆放大小、形状相同的试样,试样到活性屏的距离分别为 10、20 和 30 mm。待炉子抽真空至约 1 Pa 后,通入氨气,调节气体流量使真空室气压保持在 400 Pa,调节电源电压、电流,使试样温度保持在 530 °C,保温时间 8 h。为了进行比较,对 40Cr 钢同时进行了常规直流离子渗氮(DCPN)处理,处理工艺温度为 520~540 °C,保温时间 8 h,工作介质 NH_3 ,气压 400 Pa。

用 Axiovert25CA(Zeiss)光学图像分析仪观察渗层截面显微组织形貌。用 Spectrum GDA750 辉光放电光谱仪(GD-OES)分析渗氮层中元素含量及沿层深分布,DX-2700 型 X 射线衍射仪分析渗层的相结构,HVS-1000A 显微硬度计测定渗层的表面硬度及硬度沿截面的分布(载荷 100 g,保载时间 15 s)。MFT-R4000 型往复摩擦磨损试验机测试耐磨性,摩擦副为直径 5 mm 的 Si_3N_4 球,载荷为 10 N,频率 2 Hz,摩擦长度 5 mm,摩擦时间为 30 min,试验温度为 $(20 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ 。CS350 CorrTest 电化学工作站进行极化曲线测试,测试其耐蚀性。

2 结果与讨论

2.1 组织结构

将试样镶嵌磨制为金相试样,然后用体积分

数为4%的硝酸酒精溶液浸蚀,在金相显微镜下观察渗层及基体的形貌(见图1)。经过DCPN和ASP处理后的试样表面形成致密均匀的氮化层,普通离子渗氮后渗层厚度接近于 $10\ \mu\text{m}$,而活性屏离子渗氮时,试样与活性屏距离为10、20和30 mm时对应得到的渗层厚度分别为6、4.7和 $3.5\ \mu\text{m}$ 。可见ASP处理后的氮化层要比DCPN获得的氮化层薄。而且ASP处理后试样表面的渗氮层厚度随着试样与活性屏距离的增加逐渐变薄,这是由两种渗氮方法不同的渗氮机制所决定的。普通离子渗氮是通过离子轰击将工件表面的Fe原子溅射出来与附近的N原子结合形成FeN,FeN沉积在工件表面,然后按 $\text{FeN} \rightarrow \text{Fe}_{2-3}\text{N} \rightarrow \text{Fe}_4\text{N} \rightarrow \text{Fe}$ 逐渐分解并释放出氮原子,氮原子被工件吸收,最终完成渗氮过

程^[20-21]。而文中活性屏离子渗氮时离子轰击的是活性屏,活性屏表面会被氮化形成铁-氮化合物,在离子轰击作用下部分铁-氮化合物会脱离活性屏迁移到试样表面,最终沉积分解完成渗氮过程^[11, 22-24],随着试样与活性屏距离的增加,迁移到试样表面的铁-氮化合物逐渐减少导致最终氮化层厚度的降低。

利用辉光放电光谱仪对DCPN和ASP处理后试样的渗层分别进行了各元素成分沿层深分布(图1中黑色箭头所示)的分析,结果见图2。从图中可以看出,DCPN处理后,氮含量沿层深逐渐降低,活性屏离子渗氮后,渗层主要由Fe、Cr、N元素组成,表层Cr含量较高,在界面处Cr和N元素逐渐降低,而Fe元素逐渐增加,呈梯度分布。成分分析的结果和金相组织(图1)相吻合。

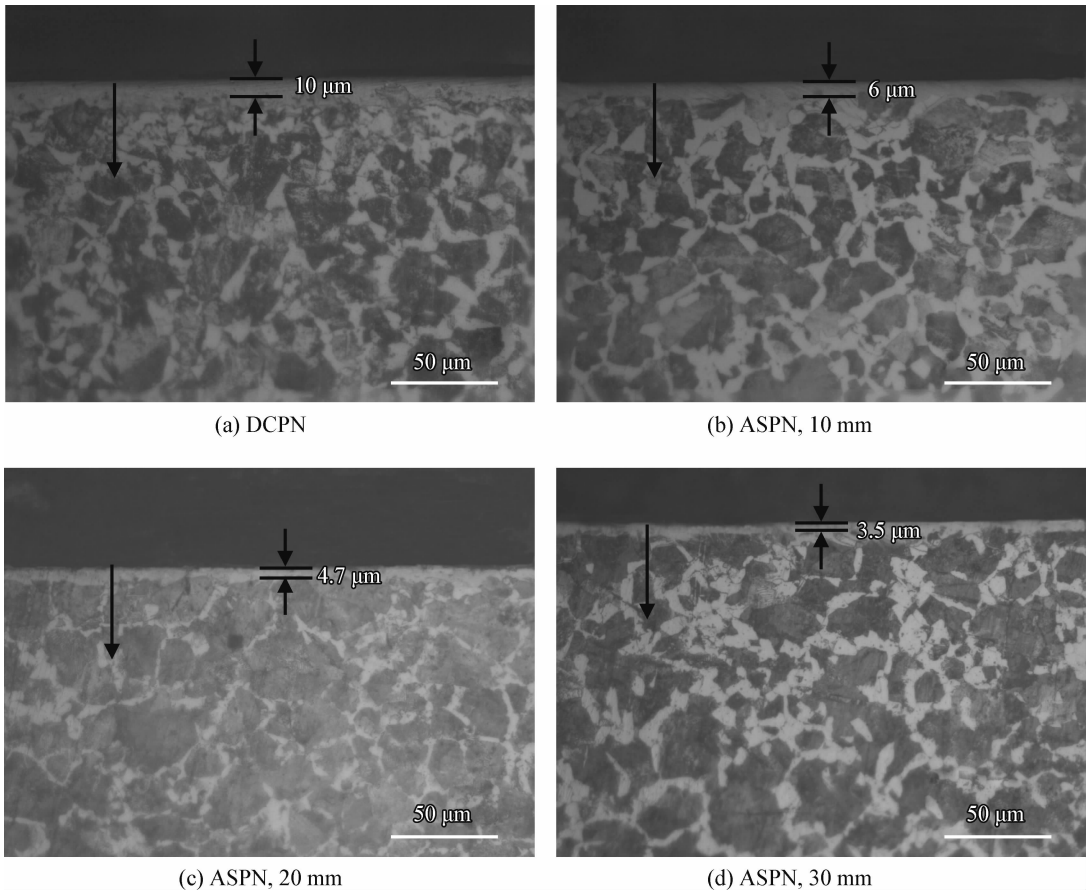


图1 DCPN和ASP处理后试样的截面形貌

Fig.1 Cross section morphologies of the sample processed by ASPN and DCPN

图3为渗氮后试样表面XRD图谱,普通离子渗氮后渗层主要由 ϵ 相和 γ' 相组成。而活性屏离子渗氮后渗层除了 ϵ 相和 γ' 相外还出现少量CrN相,这是因为采用由304不锈钢制成的活

性屏进行离子渗氮,铬含量较高,离子轰击活性屏除了产生Fe-N化合物外,也会合成Cr-N化合物,导致表层出现GDOES成分分布图(图2(b)~(d))所示的表层Cr含量较高,在试样表面形成

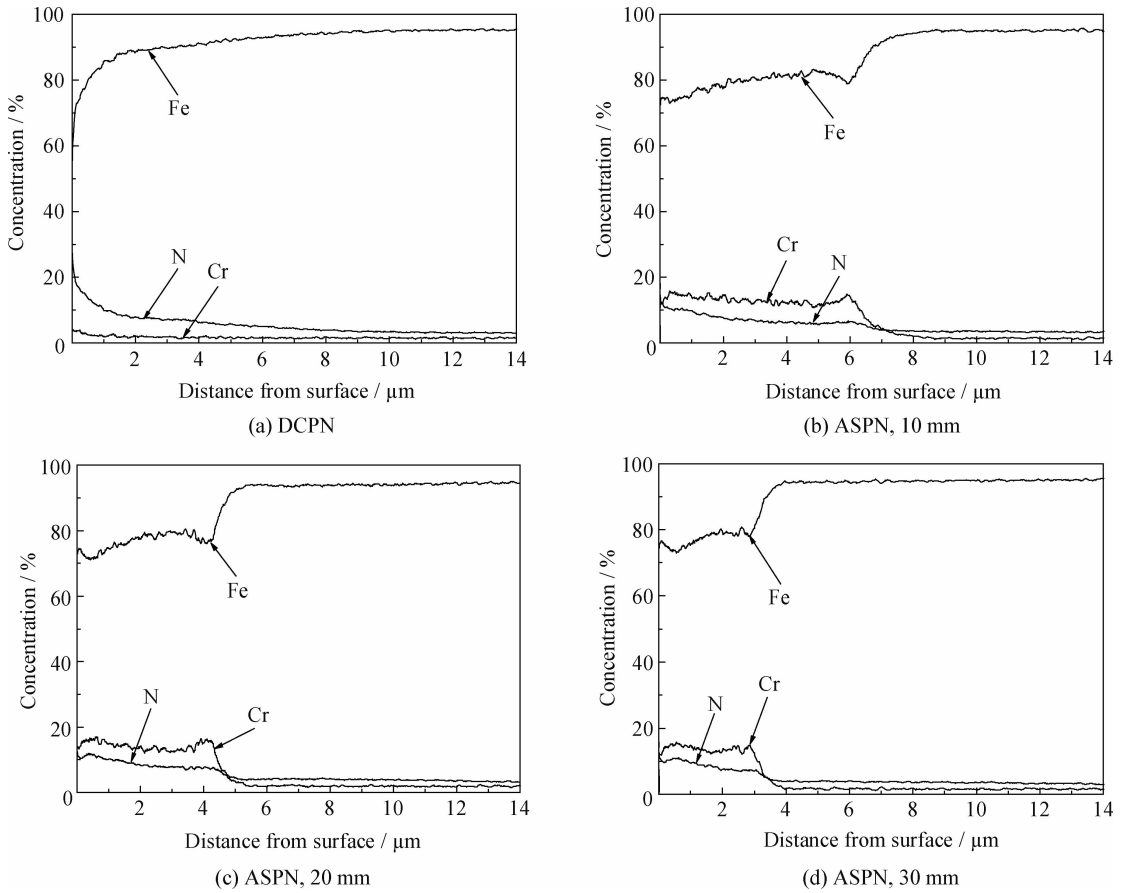


图 2 DCPN 和 ASPN 氮化层的 GDOES 成分分布

Fig. 2 GDOES depth profile of elements in the nitriding layer by DCPN and ASPN

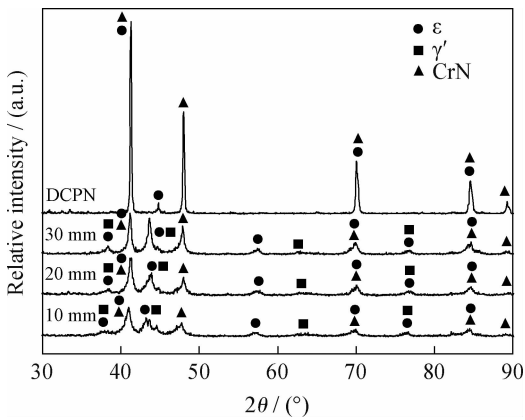


图 3 DCPN 和 ASPN 氮化层的 XRD 图谱

Fig. 3 XRD patterns of the nitrided layers processed by ASPN and DCPN

CrN 相^[11, 22, 24-25]。而随试样与活性屏距离变化时渗层的物相基本相同,只是衍射峰的强度有所差异。

2.2 显微硬度

图 4 为试样温度 530 °C、保温时间 8 h 下,经

DCPN 和 ASPN 处理后渗层的显微硬度沿层深变化趋势。ASPN 处理后渗层的表层硬度明显较 DCPN 升高,但两种处理后渗层硬度均随距表面深度的增加缓慢下降,呈现明显的梯度降低。而所有 ASPN 处理后试样表层硬度明显高于 DCPN,

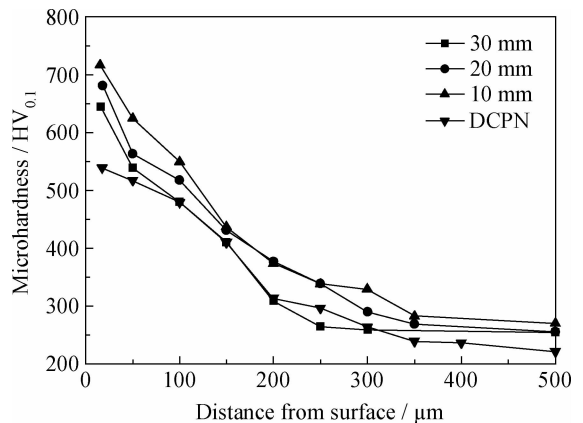


图 4 ASPN 和 DCPN 试样的截面显微硬度分布

Fig. 4 Cross section microhardness distribution of the samples by processed ASPN and DCPN

在相同深度时, ASPN 随着试样与活性屏距离的增加, 硬度呈减小趋势。在深度为 $350\ \mu\text{m}$ 时硬度与基体大体一致。前面提到由于 ASPN 采用了较高 Cr 含量的不锈钢作为活性屏, 渗氮时除了形成 ϵ 相和 γ' 相等外, 还会生成硬度更高的 CrN 相, 所以 ASPN 处理后 40Cr 试样表层硬度较 DCPN 有了较大的提高, 并且呈现平缓的梯度分布。而随活性屏到试样之间距离减小, 沉积到试样表面的 Cr-N 化合物减少, 渗氮层硬度降低。

表面硬度指的是加载方向垂直于试样表面的硬度测试结果, 体现的是表面一定深度范围内的复合硬度。图 5 为 DCPN 和活性屏到试样表

面距离为 10 mm 的 ASPN 处理后试样中心附近和边缘附近的表面硬度。随着载荷的增大, 两种试样的表面硬度均呈现减小趋势。由于渗氮后表面成分和硬度随深度梯度变化, 随载荷增加, 压入深度增加, 硬度减小, 200 g 载荷下测得的 DCPN 试样边缘硬度值增加可能是由于离子轰击导致表面粗糙度增加难以准确测量压痕所致。DCPN 处理后试样中心处和边缘处的表面硬度有明显的差距, 而 ASPN 处理后两者的差距却很小, 由此可以说明活性屏离子渗氮后试样不存在边缘效应, 明显避免了普通离子渗氮的缺点, 而且其表面硬度较 DCPN 有进一步提高。

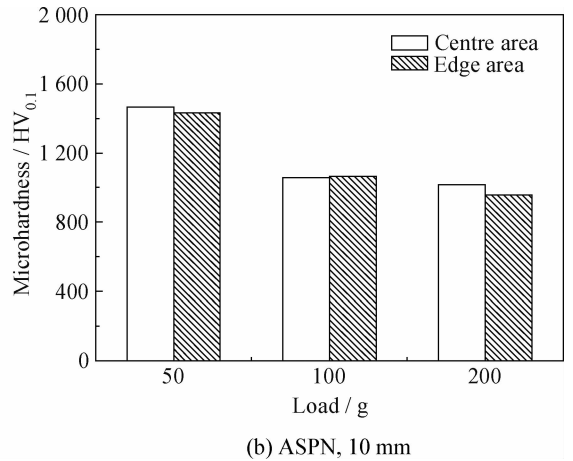
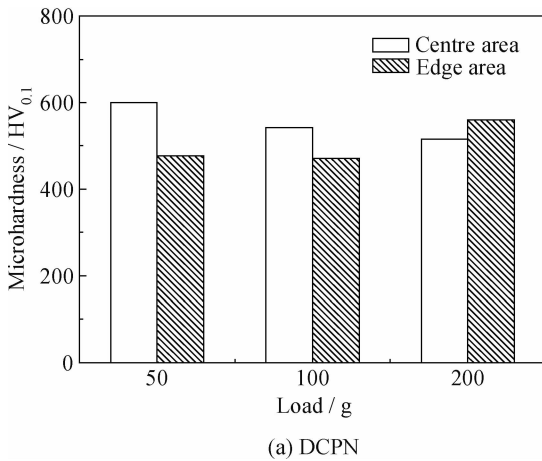


图 5 DCPN 和 ASPN(10 mm)处理后试样表面不同位置的表面硬度

Fig. 5 Surface hardness at different area of the samples processed by DCPN and ASPN (10 mm)

2.3 耐磨及耐腐蚀性

称量磨损前后试样的质量, 最终得到不同试样的磨损失重量(图 6)。从图中可以看出, 经过 DCPN 和 ASPN 渗氮处理后的工件磨损量都小于基体的磨损失重量, 有效提高了材料的耐磨性。但从图中也可以看出相对于不同活性屏到试样距离的 ASPN 处理, DCPN 处理后的试样磨损失重量较低, 这与前面硬度测试结果相反。一般认为材料硬度越高耐磨性越好, 但出现文中的结果可能由于磨损是一个复杂的过程, 不仅仅与硬度有关, 可能还与渗层厚度、韧性甚至与基体的结合性能相关。ASPN 处理后不同试样的磨损失重量随着试样与活性屏距离的增加而逐步增加, 主要是由于渗层的厚度和表面硬度(图 4)逐渐变小所致。

图 7 为不同试样腐蚀后的极化曲线, 腐蚀介质为质量分数 3.5% NaCl 溶液, 相应各极化曲线

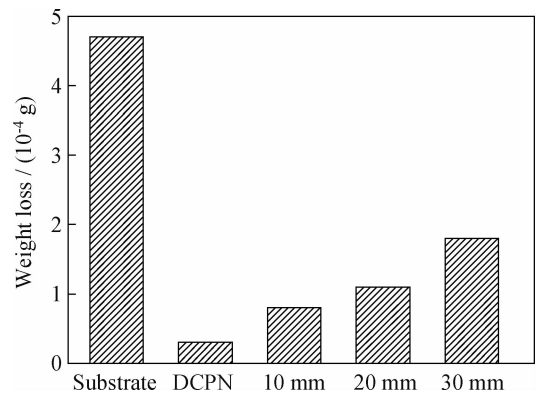


图 6 不同试样的磨损失重量

Fig. 6 Weight loss after wear for the different samples

的参数值如表 1 所示。结合图 7 和表 1 可以发现, 经过渗氮处理后试样的腐蚀电位均高于基体、腐蚀电流密度均低于基体, 由此可以发现两种渗氮方法下试样的耐腐蚀性均得到了提高。经 ASPN 处理后试样的腐蚀电位均高于 DCPN,

相应的耐腐蚀性也增强,这可能是由于 ASPN 处理后形成了 CrN 相有利于进一步改善耐蚀性。ASPN 处理后试样到活性屏距离 10 mm 时的试样具有最高的自腐蚀电位和最小的腐蚀电流,耐蚀性最好。随着试样与活性屏距离的增加,腐蚀电流逐渐增加,表明耐腐蚀性能逐渐降低。

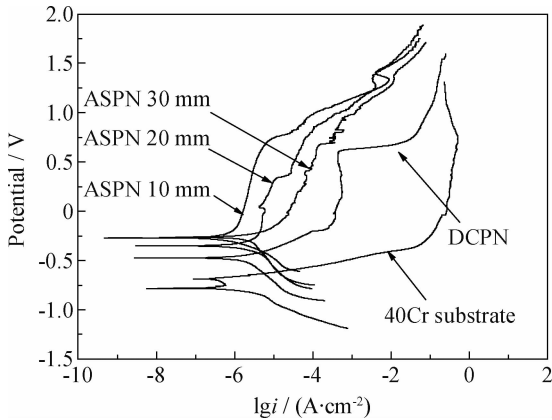


图 7 不同试样的极化曲线

Fig. 7 Polarization curves of different samples

表 1 各极化曲线对应参数值

Table 1 Parameters of polarization curves

	40Cr	DCPN	ASPN 10 mm	ASPN 20 mm	ASPN 30 mm
E_{corr}/V	-0.783	-0.495	-0.253	-0.351	-0.270
$I_{corr}/$ ($10^{-6} A \cdot cm^{-2}$)	64.860	4.331	1.042	2.406	4.790

3 结论

(1) 用 304 不锈钢冲孔板制作的活性屏进行离子渗氮后 40Cr 试样表面得到了致密均匀的渗氮层,渗层主要由 ϵ 、 γ' 和 CrN 相组成,随着试样与活性屏距离的增加渗氮层的厚度逐渐减小。

(2) 活性屏离子渗氮后试样的横截面硬度呈现平缓的梯度分布,表面硬度分布均匀,表层硬度较 DCPN 有明显的提高,且克服了普通离子渗氮表面硬度不均匀的缺点。

(3) 两种离子渗氮工艺下,试样的耐磨及耐腐蚀性都得到了提高。活性屏离子渗氮后耐腐蚀性较普通离子渗氮提高更大。

参考文献

[1] Alves C, Silva E F, Martinelli A E. Effect of workpiece

geometry on the uniformity of nitrided layers [J]. Surface & Coatings Technology, 2001, 139(1): 1-5.

- [2] Karakan M, Alasaran A, Celik A. Effects of various gas mixtures on plasma nitriding behavior of AISI 5140 steel [J]. Materials Characterization, 2003, 49(3): 241-246.
- [3] Liliental W K, Maldzinski L, Tarfa T N, et al. Frequently encountered nitriding problems, with special emphasis on hot work tools [C]. Proceedings of the 12th International Federation of Heat Treatment and Surface Engineering Congress, Melbourne, Australia, 2000: 219-227.
- [4] Sun Y, Bell T, Kolosvary Z, et al. Response for austenitic stainless steels to low temperature plasma nitriding [J]. Heat Treatment Met, 1999, 26(1): 9-16.
- [5] Doyle E D, Hubbard P. Innovation in nitriding [J]. International Heat Treatment and Surface Engineering, 2010, 4(1): 33-40.
- [6] Bell T. Corrosion properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel [J]. Corrosion Science, 2004, 46(6): 1527-47.
- [7] Georges J. TC Plasma Nitriding [C]. Proceedings of The 12th International Federation of Heat Treatment and Surface Engineering Congress, Melbourne, Australia, 2000: 229-235.
- [8] Li C X, Bell T. Principles, mechanisms and applications of active screen plasma nitriding [J]. Heat Treatment of Metals, 2003, 30(1): 1-7.
- [9] 赵程. 活性屏离子渗氮技术的研究 [J]. 金属热处理, 2004, 29(3): 1-4.
- [10] Doyle E, Dowe S, Hubbard P, et al. A study of key processing parameters in the active screen plasma nitriding (ASPN) of steels [C]. IFHTSE, Riva-Del Garda, Italy, 2005: 16.
- [11] Zhao C, Li C X, Dong H. Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism [J]. Surface & Coatings Technology, 2006, 201(6): 2320-5.
- [12] 赵慧丽. 活性屏离子渗氮的机理及应用基础研究 [D]. 青岛: 青岛科技大学, 2005.
- [13] Akio Nishimoto, Kimiaki Nagatsuka. Effect of the distance between screen and sample on active screen plasma nitriding properties [J]. Surface & Coatings Technology, 2010, 205(1): 365-368.
- [14] 赵程, 刘肃人. 活性屏离子渗氮技术基础及应用研究现状 [J]. 金属加工(热加工), 2013(S1): 200-203.
- [15] 韩博群, 吴俊平, 赵程. 活性屏离子渗氮技术的基础与应用研究 [C]. 第十一次全国热处理大会论文集, 2013.
- [16] 刘基凯. 保温式多功能离子化学热处理装置和工艺研究 [D]. 青岛: 青岛科技大学, 2008: 91-102.
- [17] Hubbard P. Characterization of a commercial active screen plasma nitriding system [D]. RMIT University, 2007.
- [18] 周孝重, 陈大凯. 等离子体热处理技术 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1990.
- [19] 夏立芳, 高彩桥. 钢的渗氮 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1989.

- [20] Wells A, Strydom ILR. Sputtering and redeposition of cathode material during plasma nitriding [J]. Surface Engineering, 1986, 2(4): 263-267.
- [21] Ruset C, Ciuca S, Grigore E. The influence of the sputtering process on the constitution of the compound layers obtained by plasma nitriding [J]. Surface & Coatings Technology, 2003, 174-175: 1201-5.
- [22] Li C X, Bell T, Dong H. A study of active screen plasma nitriding [J]. Surface Engineering, 2002, 18(3): 174-181.
- [23] Zhao C, Wang L Y, Han L. Active screen plasma nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel at different potentials [J]. Surface Engineering, 2008, 24(3): 188-92.
- [24] Gallo S C, Dong H. On the fundamental mechanisms of active screen plasma nitriding [J]. Vacuum, 2010, 84 (2): 321-325.
- [25] Li C X, Georges J, Li X Y. Active screen plasma nitriding of austenitic stainless steel [J]. Surface Engineering, 2002, 18(6): 453-458.

作者地址: 山西省太原市迎泽西大街79号 030024
 太原理工大学表面工程研究所
 Tel: (0351) 6010 540 (田林海)
 E-mail: tlinhai@sina.com.cn

(责任编辑: 常青)

• 学术动态 •

2014 年中英低碳制造联盟学术会议在北京顺利召开

“2014 年中英低碳制造联盟学术会议”于 2014 年 5 月 26—28 日在北京顺利召开。会议由中国再制造技术国家重点实验室和英国利物浦大学主办,清华大学和中国科学院科技政策与管理科学研究所协办,中国再制造技术国家重点实验室徐滨士院士和英国利物浦大学 Bernard Hon 教授担任联合主席。中方参会代表来自清华大学、浙江大学、上海交通大学和重庆大学等 10 所院校及部分企业。英方参会代表来自剑桥大学(University of Cambridge)、利物浦大学(University of Liverpool)、诺丁汉大学(University of Nottingham)、布鲁内尔大学(University of Brunel)、赫尔大学(University of Hull)和斯特拉斯克莱德大学(University of Strathclyde)等 10 所高校及部分企业。

中英低碳制造联盟是致力于可持续制造领域的多学科合作研究与教育的机构,于 2010 年 6 月在上海世博园英国伦敦零碳馆成立,由中英两国高等院校、工业企业及政府机构共同管理运营。会议由英国工程与自然研究理事会(EPSRC)专项资助,主要支持中英两国从事可持续制造、绿色制造和低碳制造等领域的高校专家开展学术交流,每年上/下半年分别在中英两地召开主题会议。

会议期间,参会代表就可持续制造、低碳制造、绿色制造、先进再制造技术以及低碳制造政策等方面做了精彩的报告,通过了解国内外可持续制造、低碳制造、绿色制造、先进再制造技术等的最新研究进展和国内外低碳制造产业发展的经验做法,研讨了低碳制造在中国和英国面临的机遇和挑战。会议最后,中、英双方低碳联盟成员就中英低碳制造联盟的下一步工作方向进行了深入地讨论,确定了中英低碳制造联盟的下一步发展方向和 2014 年下半年英国“中英低碳制造联盟学术会议”的相关事宜。

(本刊编辑部 供稿)