

# 离子渗氮气氛对 TC4钛合金 组织与性能的影响

黄 辉

(中国科学院长春光学精密机械研究所, 工厂冶金室, 长春 130022)

**摘要** 研究了在不同气氛下进行离子渗氮对 TC4钛合金渗氮层的组织与性能的影响。进行了金相组织检查, 显微硬度测定, X 射线结构分析, 磨损试验与渗氮层氧含量测定。试验结果表明, 保温时的气氛对控制渗氮层质量有较大的影响。

**关键词:** 气氛; 离子渗氮; 组织; 性能

## 1 引 言

TC4钛合金是综合性能优异的  $\alpha + \beta$  型合金。由于它与其它金属材料相比较有特殊的性能, 因此是目前应用最广的工业钛合金<sup>[1]</sup>。但此合金尚存在一些缺点, 当采用 TC4合金做传动件时, 由于耐磨性差, 容易与磨擦面发生粘着。此外, TC4钛合金在还原性介质(硫酸、盐酸)中耐腐蚀性较差。为了强化钛合金的表面层, 提高它的耐磨性与在还原介质中的耐腐蚀性, 采用离子渗氮技术是最有效的途径。在离子渗氮过程中, 温度、时间及气压等参数对渗氮层的组织结构及性能影响已做了许多工作<sup>[2]</sup>, 但在不同气氛下进行离子渗氮对渗氮层的组织与性能的影响的研究工作还很少。

本文进行了不同气氛的离子渗氮试验, 测定了渗氮层的组织与性能, 并对渗氮层进行了氢含量测定, 从而提出了保证 TC4钛合金在离子渗氮后渗氮层获得优异的组织与性能的合理气氛, 为 TC4钛合金采用离子渗氮选择最佳工艺提供了依据。

## 2 试验材料及方法

试验材料的化学成分如表1所示。试样原始状态为锻造、退火状态, 硬度为30- 31HRC。

离子渗氮设备为LD- 10离子渗氮炉, 离子渗氮工艺参数见表2。

**Table 1 Chemical composition of tested alloy (wt%)**

composition	Al	V	Fe	Si	C	N	H	O	Ti
content	6.27	4.26	0.098	< 0.04	0.01	0.02	0.001	0.12	overmeasure

**Table 2 Technology parameters of ion-nitriding of TC4 alloy**

No.	nitriding temperature	insulating time	insulating pressure	atmosphere
1	850	6	533.2	Ar- NH <sub>3</sub> - Ar
2	850	6	533.2	Ar- $\frac{2}{8}$ - Ar
3	850	6	533.2	Ar- $\frac{1}{3}$ - Ar
4	850	6	533.2	Ar- N <sub>2</sub> - Ar
5	850	6	533.2	H <sub>2</sub> - N <sub>2</sub> - H <sub>2</sub>

注: 1) 以 Ar- NH<sub>3</sub>- Ar 为例, 前面气体为升温时气体, 中间为保温时气体, 后面为降温时气体。

2) 全部试样在炉冷至400℃时, 停止供气, 继续抽真空冷却至100℃时止。

3)  $\frac{2}{8}$ ,  $\frac{1}{3}$ 代表 N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>

用光学显微镜进行显微组织观察, 离子渗氮层进行了 X 射线结构分析与电子探针表层含氮量分析, 采用显微硬度计进行了渗氮层表面硬度与硬度梯度分布测量, 进行了纯滑动干摩擦磨损试验与渗氮层氢含量测定。

### 3

#### 3.1

对五种气氛渗氮条件下的渗氮层金相组织都进行了观察。在 Ar- NH<sub>3</sub>- Ar 与 Ar- N<sub>2</sub>- Ar 气氛下的渗氮层金相组织如图1所示。

(a) Ar- NH<sub>3</sub>- Ar

(b) Ar- N<sub>2</sub>- Ar

Fig 1 Optical micrograph of ion-nitriding layer of TC4 alloy

在五种气氛条件下进行离子渗氮, 渗氮层组织是一致的。渗氮层由化合物层(白亮层)和过渡层组成。化合物层包括  $\epsilon$  相( $TiN$ )和  $\delta$  相( $Ti_2N_3$ )两种氮化物, 过渡层则是氮在  $\alpha$ - 钛中的固溶体。图1中 a 与 b 两种气氛渗氮层组织的区别仅仅在于 a 的化合物层薄( $14 \mu m$ )而 b 的化合物层稍厚( $16 \mu m$ ), 总层深都为  $0.22 mm$ 。将上述图1中 b 渗氮层进行离子探针表层含氮量分析, 其结果如图2所示。

由渗氮层含氮量电子探针测试结果可以看出, 在离子渗氮层表面  $20 \mu m$  之内, 含氮量高, 含氮量最高部位在试样表面。这与金相组织的结果是一致的。

### 3.2

采用显微硬度法测得的 TC4合金在五种气氛渗氮后的表面硬度与硬度梯度分布结果如表3所示。

Table 3 Hardness profile of ion-nitriding layer of TC4 alloy

hardness HV 0.05 distance from surface (mm) atmosphere	0	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10	0.12	0.14
Ar- $NH_3$ - Ar	815	547	485	467	430	391	362	341
Ar- $\frac{2}{3}$ - Ar	810	545	483	461	427	391	361	340
Ar- $\frac{1}{3}$ - Ar	807	532	480	451	423	387	360	339
Ar- $N_2$ - Ar	887	594	520	500	472	415	389	352
H <sub>2</sub> - $N_2$ - H <sub>2</sub>	887	591	518	500	469	409	387	350

从表3所示硬度情况可以看出, 五种气氛渗氮层表面硬度以 Ar-  $N_2$ - Ar 气氛为最高, 同时该种气氛下硬度梯度亦最好。其它前三种气氛的表面硬度与硬度梯度相近, 后两种结果相近。当保温气体相同, 升、降温气体不同时, 对渗氮层的表面硬度与硬度梯度影响不明显。

### 3.3

经五种气氛离子渗氮的 TC4合金, 其渗氮层的相结构如图3所示。从图3中可看出, 在  $850^\circ C$  渗氮时, 表层以  $\delta$ +  $\epsilon$  两相同时存在, 还有部分  $\alpha$  相。五种气氛的 X 射线衍射结果有不同之处在于表层  $\delta$  相与  $\epsilon$  相含量多少。其中 Ar-  $NH_3$ - Ar 气氛渗氮层的  $\epsilon$  相含量最多,  $\delta$  相含量很少而 Ar-  $N_2$ - Ar 气氛的  $\delta$  相含量多而  $\epsilon$  相含量少。其它三种气氛的渗氮层的相成分也有些差别。

为了说明渗氮层的相结构与含量, 对 Ar-  $N_2$ - Ar 气氛渗氮试样进行了表层, 表层下  $2 \mu m$ 、 $4 \mu m$ 、 $15 \mu m$ 、 $25 \mu m$  及心部做了 X 射线结构分析。 $\epsilon$  相与  $\delta$  相在表层最高, 愈往心部,  $\delta$  与  $\epsilon$  相含量愈少, 而  $\delta$  相变化比  $\epsilon$  相梯度大,  $\alpha$  相从试样表至心部逐渐增多, 用图4定性地表示各项含量的相对关系。

Fig 2 The patterns of the electron-probe microanalyzer of content nitrogen in ion-nitriding layer

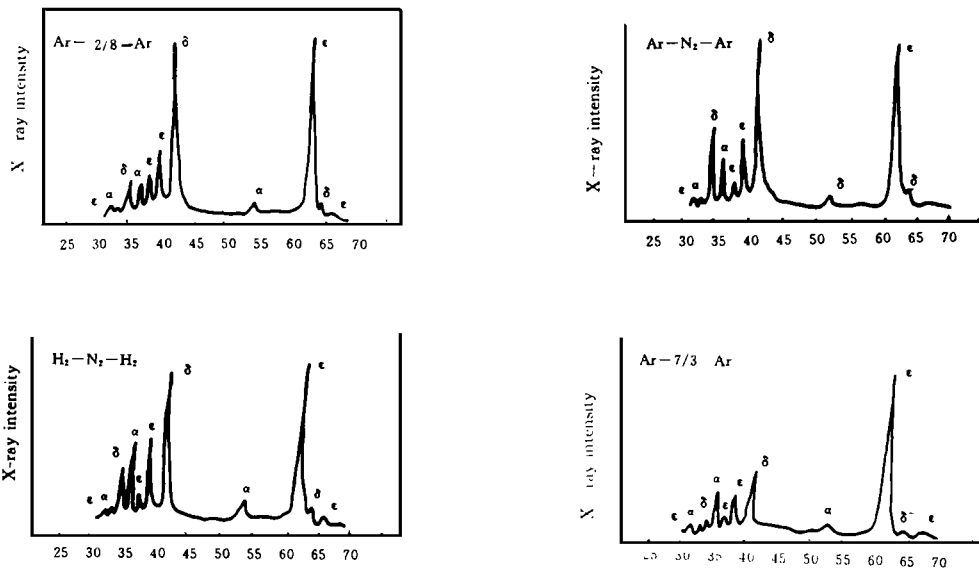


Fig. 3 The X-ray diffraction patters of the ion-nitriding layer with different atmosphere

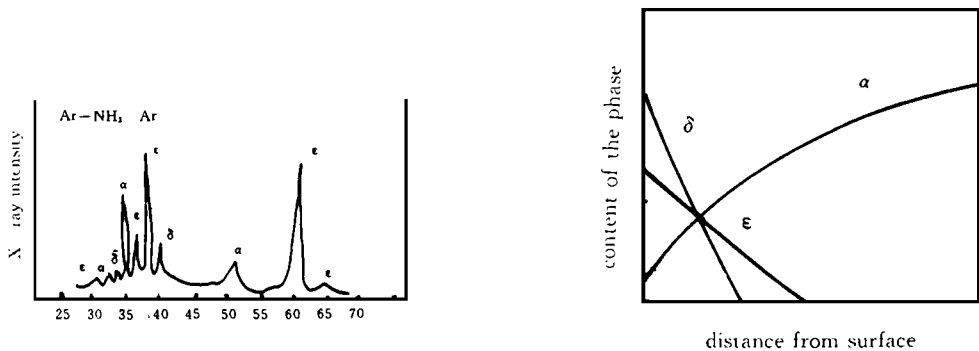


Fig 3 The X-ray diffraction patters of the ion-nitriding layer with different atmosphere

Fig 4 Relationships among  $\delta$ ,  $\beta$  and  $\alpha$  phase in ion-nitriding layers

3.4 气氛对渗氮层耐磨性的影响

TC4钛合金在五种气氛下的纯滑动、干摩擦磨损试验结果如表4所示。

Table 4 Result on wear resistance of TC4 alloy

atmosphere	distance of friction (mm)	abrasion content g			
		100	200	400	600
Ar-NH <sub>3</sub> -Ar		0.0001	0.0002	0.0019	0.0199
Ar-7/3-Ar		0.0001	0.0002	0.0016	0.0141
Ar-2/8-Ar		0.0001	0.0002	0.0027	0.0149
Ar-N <sub>2</sub> -Ar		0.0001	0.0002	0.0011	0.0130
H <sub>2</sub> -N <sub>2</sub> -H <sub>2</sub>		0.0001	0.0002	0.0008	0.0131

表4结果可以看出,在纯滑动、干摩擦条件下的磨损结果有差别。磨损量小的是在纯氮为保温气体时的渗氮层。由于在纯氮气氛下的渗氮层表面化合物层厚度大,表面硬度高及硬梯度均好,因此磨损量也最小,耐磨性好。

### 3.5 气氛对渗氮层氢含量的影响

对 TC4合金渗氮层进行了含氢量测定,其结果如表5所示。

从表5所示数据可以看出,TC4合金在 $\frac{2}{8}$ 气氮为保温气体时,渗氮层含氢量最高,当以Ar-N<sub>2</sub>-Ar气氛时,渗氮层含氢最低。其它气氛下渗氮,渗氮层的氢含量无明显差别。但应该特别指出的是,在Ar-N<sub>2</sub>-Ar与H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>两种渗氮气体下,渗氮层的氢含量有差别,说明了升温与降温期间所通入的气体种类对渗氮层的含氢量是有影响的。

Table 5 Hydrogen content in different condition of TC4 alloy

states	Hydrogen content
Ar-NH <sub>3</sub> -Ar	530
Ar- $\frac{2}{8}$ -Ar	875
Ar- $\frac{7}{3}$ -Ar	510
Ar-N <sub>2</sub> -Ar	421
H <sub>2</sub> -N <sub>2</sub> -H <sub>2</sub>	500
annealing	45

钛与氢有较强的亲合作用,当钛与氢接触时在钛表面形成氢化物且迅速剥落。氢能渗入钛的内部形成氢化物,分布在晶界处,导致钛材的脆裂<sup>[3]</sup>。

从表5中数据可以看出,尽管在Ar-N<sub>2</sub>-Ar气氛下离子渗氮层的含氢量最小,但与退火状态下的试样含氢量相比较仍超出一个数量级,这是一个值得重视的问题。在离子渗氮时所采用的氢气和氮气都为高纯态,但在渗氮后渗氮层仍有氢存在。由于离子渗氮是在850℃下进行,而在500~600℃区间氢在 $\alpha$ -Ti中的溶解度很大,因此在渗氮气氛中有微量的氢都能渗入渗氮层内。

## 4 结 论

- 1) 离子渗氮气氛对 TC4钛合金渗氮层组织结构与性能有明显影响。
- 2) 采用Ar-N<sub>2</sub>-Ar为渗氮气氛可使渗氮层硬度高,硬度梯度分布好,耐磨性强和氢含量最低。

### 参 考 文 献

- [1] 袁培相 国产航空钛合金及其制件的热处理 金属热处理, 1996, (3): 3
- [2] 黄 辉 钛及钛合金离子渗氮试验及应用 金属热处理, 1980, (12): 33
- [3] 功能材料及其应用手册编写组 功能材料及其应用手册 北京: 机械工业出版社, 1991. 495

## **Influence of the Atmosphere in Ion-nitriding of Alloy TC4 on Structures and Properties**

Huang Hui

*(Changchun Institute of Optics and Fine Mechanics,  
Chinese Academy of Sciences, Changchun 130022)*

### **Abstract**

The effect of the atmosphere on the structure and properties of ion-nitriding layer of alloy TC4 was investigated. By microscopic examination, microhardness determination, X-ray diffraction phases structures analyses, combined with the experimental works on wear resistance and determination of hydrogen content, the influence of the atmosphere on the nitrided layer was ascertained. This research showed that the influence of the atmosphere on the control of quality of ion-nitriding is larger and this is valuable in practice.

**Key words:** Atmosphere, Ion-nitriding, Structures, Properties

**黄 辉** 女, 1940年11月29日生。1964年8月毕业于哈尔滨工业大学金相专业, 毕业后一直从事金属材料、热处理及表面处理工作。曾经获得中国科学院二等科技成果奖、吉林省三等科技成果奖和四等科学进步奖; 在国内外专业刊物上发表四十余篇科技论文, 其中LD2锻铝合金的形变热处理发表在英国材料科学杂志上并被收入SCI文库, LD2锻铝热处理及稳定性一文被收入CA 文库。