

真空度与光亮度关系的研究

饶 励 刘忠秋 邬善道

摘 要

本文研究了30CrMnSiNi2A、GC-4(40CrMnSiMoVA)及300M三种超高强度钢在真空加热条件下的真空度与光洁度、光亮度的关系。对比研究了在一定真空压力下充微量高纯N₂保压与不充N₂保压真空热处理的效果。试验同时证明真空热处理有净化作用。

一、前 言

真空热处理的主要目的之一,是要防止工件表面氧化脱碳,获得光亮的表面。因此,真空热处理前,零件可以减少留磨量,甚至加工到最终尺寸;真空热处理后,可不必进行吹砂或酸洗,这样就可以缩短周期、提高生产率、降低成本,获得良好的技术经济效益。

在真空中进行热处理有两个特点:第一,高真空气氛的化学活性极低,因而气相与固相界面上发生的反应,如氧化、还原、脱碳或增碳等,不会进行到有影响的程度;第二,高真空使气体体积迅速增大,可导致金属或合金放出所溶解的气体,或者导致金属氧化物发生分解。所以,在高真空气氛中,因氧的分压低,氧化作用被抑制了。

为了达到无氧化的目的,必须使氧的分压低于氧化物的分解压力。在1000℃时,根据金属氧化物的分解自由能计算出的氧的分压是在10⁻¹⁰大气压以下。实际上只要求氧的分压降到10⁻⁴大气压,几乎所有的金属都可以避免氧化而获得光亮的表面。

使用保护气体以及氩、氢、氮、氮等惰性气体也可以达到防止氧化脱碳的目的。但是,如果上述气体中含有微量的氧化性气体,对于易氧化的铬、钛、钼

钨、铼等金属或合金仍会引起氧化。普通的惰性气体约含0.1%的杂质,还是会造成氧化。如果要精制至杂质含量在1pp以下,其费用昂贵,很不经济,但在真空条件下是容易达到的。真空度与露点和相应的杂质含量的关系见表1^[1]。

从表1可以看出,与含1pp杂质的惰性气体相应的露点为-74℃,真空度为10⁻³托,也就是说,采用真空热处理可以得到廉价的无氧化中性保护气氛。因此,真空能起到防止金属氧化脱碳的作用,真空热处理后零件可获得光亮的表面。

但是,并不是真空度越高越好,因为某些蒸汽压高的合金元素在真空加热时会发生蒸发,如铬、锰、镍、钴等元素就是这样^[2]。当合金元素蒸发厉害时,一方面会造成金属表面合金元素贫乏,影响性能;另一方面,会严重损害工件表面的光亮度,甚至使工件表面变得粗糙而失去真空的保护作用,或者发生真空蒸

表 1 真空度和相应杂质含量及露点

真空度, 托	100	10	1	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵
相对杂质含量, %	13.4	1.34	0.134	0.0134				
相对杂质含量, ppm					13.4	1.34	0.134	0.0134
相对露点, °C		+11	-18	-40	-59	-74	-88	-101

镀，造成工件之间，工件与料筐之间的粘连。合金中金属元素的蒸气压比纯金属蒸气压要低，所以其真空蒸发的威胁要小一些。

30CrMnSiNi2A、GC-4 和300M 均含有蒸气压较高的Cr、Mn等元素，因此在研究其真空热处理时，首先要研究真空度与光亮度的关系，合理选择加热时的真空度。既防止氧化脱碳，又防止合金元素的蒸发。

二、试验条件与方法

1. 试验用料与试样制备

(1) 试验用料

本试验所用材料为抚顺钢厂生产的双真空GC-4钢、300M钢和30CrMnSiNi2A钢。GC-4钢炉号为1H210072, 300M钢炉号为1H210099, 30CrMnSiNi2A钢炉号为70391。试样用经改锻并常化处理后的 $\phi 30\text{mm}$ 棒料加工。锻造及常化工艺见表2，钢的化学成分见表3。

(2) 试样制备

考虑到不同的零件光洁度不同，或者一个

零件不同部位的光洁度不同，本试验每个试验状态均选用精车 ($\nabla 5$)、精磨 ($\nabla 7$)、砂纸精砂 ($\nabla 10 \sim \nabla 12$) 三种不同光洁度的试样进行试验。试样尺寸为 $\phi 25 \times 10\text{mm}$ ，其上钻一 $\phi 5\text{mm}$ 小孔便于捆试样。试样的一个平面按不同的光洁度要求进行加工。砂纸精砂试样是将精磨好的试样用不同的金相砂纸逐步精砂而成，最后一道的砂纸为600#。

2. 试验方法

(1) 试验方案

加热温度均为870℃，保温1h，炉冷。

1) 整个试验过程充入高纯氮气(99.995%)，保持真空度。真空度分别为 1×10^{-1} 、 5×10^{-2} 、 5×10^{-3} 、 5×10^{-4} 托。

2) 整个试验过程不充氮气，真空度分别为 2×10^{-2} 、 2×10^{-4} 托。

3) 真空净化试验，将有氧化膜的试样在870℃加热，保温1h，充高纯 N_2 保持加热时真空度为 5×10^{-2} 托，冷却时充 N_2 (99.995%) 760托炉冷。

试验在一三二厂自制的油气两用真空淬火炉内进行。真空度主要指标：有效工作区尺寸为 $\phi 150 \times 300\text{mm}$ ，加热室极限真空度为 10^{-4} 托；中间室极限真空度为 10^{-2} 托；最高工作温度为1200℃。

(2) 光亮度测定

表 2 三种材料的锻造及常化工艺

材料	30CrMnSiNi2A	GC-4	300M
锻造工艺	加热温度：1160℃，保温0.5min/mm，始锻1160℃，终锻850℃，热灰冷		
常化工艺	890~910℃×1h，空冷 670~710℃×4h，空冷	950℃×1h，空冷 920℃×1h，空冷 680~720℃×4h，空冷	700℃×2h，空冷 930℃×1h，空冷 700℃×2h，空冷

表 3 三种材料的化学成分

钢 种	化 学 元 素 含 量, %										
	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	V	Al	Cu
GC-4	0.39	0.80	1.36	0.006	0.014	1.25	0.25	0.51	0.09	0.061	0.024
300M	0.39	0.69	1.61	0.0012	0.0089	0.91	1.82	0.42	0.07	0.060	—
30CrMnSiNi2A	0.30	1.20	1.10	0.002	0.022	1.10	1.54	—	—	—	—

测量光亮度, 采用金相显微镜、光电池、数字电压表进行。测量装置如图1所示。光亮度测定工作原理: 在目镜筒口装一光电池并连接到一毫伏计上, 用毫伏计测量试样上反射的光变成的光电压, 以此来计算光亮度。

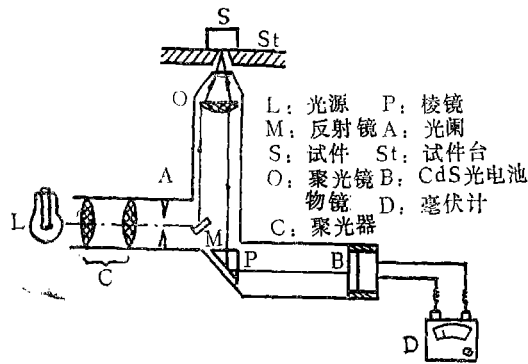


图1 光亮度测量装置图^[3]

本试验用显微镜灯泡为6V、15W, 物镜8.16, 目镜7×, 孔镜光阑约为5, 工作电压7V。每次测量时, 调整光圈大小, 使抛光好的标准试样反射的输出光电压为50~56mV。

试样未处理前所测得的光电压值为100%的光亮度, 以此为基准来计算处理后试样的光亮度。试样处理后测量光电压, 按下列计算处理后试样的光亮度:

$$\text{试样处理后的光亮度} = \left(1 - \frac{\text{处理前光电压} - \text{处理后光电压}}{\text{处理前光电压}} \right) \times 100\%$$

三、试验结果及讨论

1. 整个处理过程中充入高纯N₂(99.995%)保持真空度的试验结果

300M与30CrMnSiNi2A钢真空热处理后光洁度的测量结果见表4, 三种材料光亮度测量结果见表5, 光亮度与真空度的关系见图2。

从表4光洁度测量结果可以看出, 对于▽10~▽12的砂光试样在不同真空度下处理后, 其表面光洁度基本保持不变。这说明在我们的试

表4 光洁度测量结果

料 材	1×10 ⁻¹ 托		5×10 ⁻² 托		5×10 ⁻³ 托	
	光洁度		光洁度		光洁度	
	处理前	处理后	处理前	处理后	处理前	处理后
300M	▽11	▽10	▽11	▽10	▽12	▽11
30CrMnSiNi2A	▽10	▽10	▽11	▽11	▽12	▽11

验范围内, 真空度对300M、30CrMnSiNi2A两种高强度钢零件表面光洁度影响不大。用俄歇能谱仪对试样表面进行了分析, 均未发现有合金元素的蒸发, 这是光洁度变化不大的原因。对于高速钢、模具钢和高温合金等材料, 由于其中Cr、Mn、V、Mo等易蒸发元素含量较高, 在10⁻³~10⁻⁵托进行真空热处理时, 将在表面产生不同程度的元素蒸发, 严重时会被破坏表面的光洁度。因此, 这些材料进行真空热处理时, 通常先抽到较高的真空度(如1×10⁻⁴~1×10⁻⁵托), 然后回充高纯氮气或氩气, 使真空度保持在10⁻¹~10⁻²托, 这样既可防止氧化脱碳, 又可防止元素蒸发影响零件表面光亮度 and 力学性能。

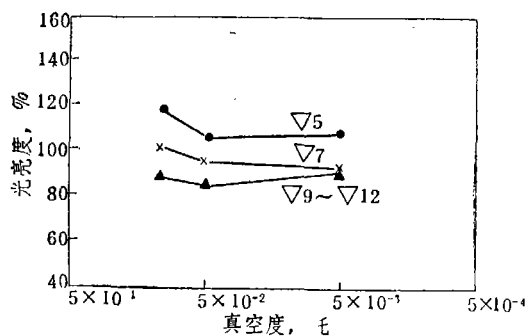
从表5及图2可以看出:

(1) 三种材料不同光洁度的试样, 经真空处理后, 表面光亮度均保持在90%以上, 远高于工程使用所要求的光亮度(60%以上)。随真空度的提高, 处理后试样的光亮度有所提高, 或基本保持不变。这说明在所选择的真空度范围内进行热处理均能获得光亮表面, 而且随真空度的提高, 气氛中氧分压降低, 这种效果更好。

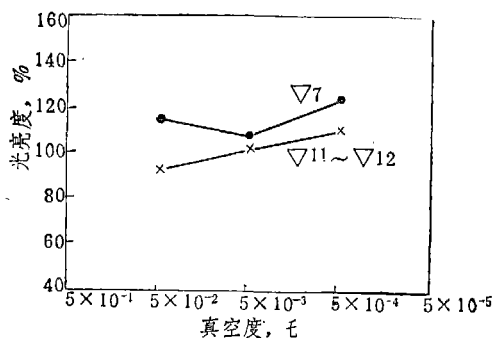
(2) 对于同一种材料在同一种真空度下处理后, 随处理前光洁度的提高, 处理后光亮度提高幅度逐渐减小, 甚至下降, 但仍大于60%, 满足一般工程上的使用要求。从光电压测量结果可以看出, 光洁度较高的试样处理前其

表5 光亮度测量结果

材 料	处理前光洁度	1×10^{-1} 托			5×10^{-2} 托			5×10^{-3} 托			5×10^{-4} 托		
		光电压, mV		处理后光亮度 %	光电压, mV		处理后光亮度 %	光电压, mV		处理后光亮度 %	光电压, mV		处理后光亮度 %
		处理前	处理后		处理前	处理后		处理前	处理后		处理前	处理后	
300M	▽5	26.9	31.8	118	28.7	30.7	107	31.9	34.9	109			
	▽7	27.5	28.3	103	28.9	27.8	96.2	28.2	26.5	94.0			
	▽9~	47.8	42.7	89.4	48.2	41.5	85.7	51.5	47.8	92.8			
	▽12												
30CrMnSi Ni ₂ A	▽5	26.8	29	108.2	20.2	24.9	123.3	20.6	28.5	138.3	15.0	33.0	220
	▽7	26.2	29.7	113.4	30.4	36.6	120.4	30.3	34.4	113.5	30.3	34.3	113.2
	▽9~	45.5	45.5	100	47.4	44.1	93.0	51.0	51.9	101.8	45.1	51.1	113.2
	▽12												
GC-4	▽5				19.4	24.2	124.7	12.9	23.8	184.5	16.2	25.5	157.4
	▽7				25.3	29.0	114.6	29.0	31.6	109.0	28.7	35.9	125.1
	▽9~				46.6	43.0	92.3	46.2	44.6	103.5	43.6	49.0	112.4
	▽12												
处理后表面颜色		银灰, 有金属光泽			银灰, 有金属光泽			浅金黄, 有金属光泽			银灰, 有金属光泽		



(a) 300M



(c) GC-4

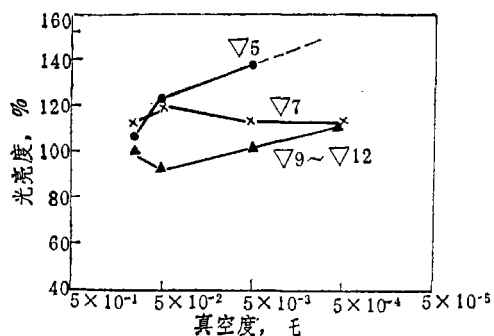
(b) 30CrMnSiNi₂A

图2 三种材料真空度与光亮度的关系

(注: 托应为托)

光电压亦较高,也就是说光亮度较好。当然,并非光洁度高光亮度就一定高,光亮度还与反光能力有关,表面颜色深,反光能力差,即使光洁度很高,光亮度也不会高。经同一真空度处理后,试样净化或产生氧化的程度基本相同,那么原来光亮度低的变化就大。

(3) 从测量结果可以看出, 处理前光洁度相同的试样, 其光电压却不相同, 亦即原始光亮度不同, 如果在同样条件下进行处理并使试样净化到相同程度, 那么原光亮度差的, 提高的幅度必定大。

对用砂纸砂光的试样进行了俄歇能谱表面分析, 结果发现, 在试样表面不同程度地产生了一层氧化膜。5×10⁻⁴托处理后, GC-4钢试样表面氧化膜为100 Å, 30CrMnSiNi2A钢试样表面氧化膜<100 Å, 它们的光亮度大于100%, 表面呈银灰色, 有金属光泽。5×10⁻³托处理后, 300M试样表面氧化膜为300 Å, 表面呈浅金黄色, 但有金属光泽, 其光亮度为92.8%。这可能由于出炉温度高, 造成低温氧化。光亮度反映试样表面的反光能力, 与表面颜色有关。尽管GC-4与30CrMnSiNi2A钢试样表面生成了氧化膜, 但由于氧化膜较薄且为银灰色, 反光能力仍较好, 故没有影响光亮度, 而300M试样表面氧化膜较前两种材料试样的厚, 且呈浅金黄色, 因而影响了光亮度。可见, 当氧化膜厚度达一定值且颜色变深时, 光亮度就会下降。

2. 整个工艺过程中

不充N₂时真空度的影响

光洁度测量结果见表6, 光亮度测量结果见表7。

从光亮度测量结果可以看出:

(1) 在两种真空度下试样表面均发生氧化, 但真空度低时氧化厉害, 其表面光亮度下降较多;

(2) 在两种真空度下300M钢均比30CrMnSiNi2A钢氧化厉害, 光亮度变化大, 这可能主要与钢中易氧化

元素的含量有关;

(3) 两种材料在两种真空度下处理后的光亮度下降幅度均随处理前光洁度的升高而增大。其结果和产生原因同试验1。

对300M钢砂光试样经2×10⁻²托真空热处理后的表面进行了俄歇能谱分析, 结果表明在表面约生成厚1000 Å的氧化膜, 呈兰紫色, 因而使表面光亮度下降, 约为53%, 基本满足工程上的一般使用要求。

造成氧化的原因可能有以下几点:

(1) 加热过程中不充氮气保压的与充入氮气保压的相比, 前者气氛中氧的分压较高,

表 6 光洁度测量结果

材 料	2×10 ⁻² 托		2×10 ⁻⁴ 托	
	处理前 光洁度	处理后 光洁度	处理前 光洁度	处理后 光洁度
300M	▽11	▽11	▽12	▽11
30CrMnSiNi2A	▽12	▽11	▽11	▽10

表 7 光亮度测量结果

材 料	处理前 光洁度	2×10 ⁻² 托				2×10 ⁻⁴ 托			
		光电压, mV		处理后		光电压, mV		处理后	
		处理前	处理后	光亮度 %	表面 颜色	处理前	处理后	光亮度 %	表面 颜色
300M	▽5	27.9	17.5	63.0	兰紫色	27.0	24.2	90.0	金黄色
	▽11~								
	▽12	50.4	26.7	53.0		51.1	39	76.0	
30CrMn SiNi2A	▽5	30.7	28.6	77.0	金黄色	16.3	19.1	117.0	浅金 黄色
	▽7	34.9	25.5	73.0		31.1	27.1	87.0	
	▽11~								
	▽12	49.4	34.6	70.0		47.5	41.6	88.0	

造成高温加热时氧化。而根据真空度与杂质含量的对应关系可知： 2×10^{-2} 托真空气氛中杂质含量约为 13.4ppm； 2×10^{-4} 托真空气氛中杂质含量约为 0.134ppm。由此可见：在 2×10^{-2} 托加热时，试样表面更易被氧化，导致试样表面光亮度下降。

(2) 出炉温度高造成低温氧化。真空加热的特点之一是炉子升温、冷却速度快，而试样升温、冷却较慢，都存在滞后现象。在本试验中，试样出炉时炉温(仪表指示)为 $60 \sim 80^\circ\text{C}$ ，但试样实际出炉温度比炉温要高得多，所以在空气中很快氧化，形成不同的氧化色，其表面颜色接近材料在 $200 \sim 300^\circ\text{C}$ 大气条件下的回火色。在试验过程中，还观察到试样出炉后，其表面颜色在逐渐变化加深，说明在试样出炉后有氧化产生。因此，在真空回火或炉冷时，应尽量避免出炉温度偏高造成氧化而削弱真空处理的保护作用。

(3) 资料〔3〕介绍，曾发现有些材料在同一真空度下处理，高温加热不容易氧化，中温加热时反而容易氧化。本试验中产生的氧化现象可能与冷却过程中造成的中温氧化有关。

(4) 炉子漏气率的影响。与充 N_2 保压的条件相比，如果炉子漏气率较大，尽管真空度相同，但因不充 N_2 条件下新氧含量高，出现“过堂风”，那么，也是不能实现无氧化加热的。

关于不充高纯氮气在两种真空度下均造成氧化的现象，还需进一步试验研究，

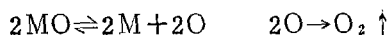
从表6可以看出，其光洁度变化结果与充 N_2 结果相同。

3. 真空净化试验结果与讨论

将试验2中表面产生氧化色的300M试样，于 870°C 经充入高纯氮气真空度保持在 5×10^{-2} 托条件下重新处理后，试样表面净化，氧化色去掉，呈浅灰色。我们还发现原来表面存在锈斑的试样经真空处理后，锈斑去掉，亦呈浅灰色，说明真空热处理有净化作用。

金属氧化物在普通高温加热时，其分解反

应如下：



氧化物分解达到平衡所产生的氧气的压力为氧的分解压。当气氛中压力大于氧的分解压时，产生氧化反应；若在高真空下，氧的分压降至分解压以下时，就发生还原反应，氧化物分解产生的氧气被真空泵抽掉，因而使氧化物去掉，工件恢复金属光泽。

目前，真空热处理一般在 $10^{-2} \sim 10^{-5}$ 托真空度下进行，而这时对应的氧的分压远远高于许多氧化物的分解压。 FeO 在 827°C 时，其分解压为 3.765×10^{-16} 托，远远低于真空热处理时所对应的氧分压，但实际上，真空加热时，金属氧化物仍能分解而得到光亮的表面，我们的试验结果也证明了真空热处理的这种净化作用。有资料认为，这可能是由于氧化物变为亚氧化物而易于分解的缘故。

四、结 论

1. 三种材料在处理时充入高纯氮气保持真空度在 1×10^{-1} 、 5×10^{-2} 、 5×10^{-3} 及 5×10^{-4} 托时，均可获得光亮的表面，光亮度均在60%以上，满足工程上使用要求。

2. 三种材料在试验真空度下均未产生元素的蒸发。

3. 真空热处理对零件的光洁度影响不大。

4. 充入高纯氮气保持真空度在 5×10^{-2} 托时，可以除去试样表面的氧化色，真空热处理有净化作用。

5. 出炉温度对试样表面光亮度有影响，出炉温度越高，光亮度越差。

参 考 资 料

- 〔1〕 刘仁家等，真空热处理设备，宇航出版社，1984年。
- 〔2〕 山中久彦著，李贻锦、郭耕三译，真空热处理，机械工业出版社，1975年，25页。
- 〔3〕 真空热处理参考资料第一册，机械部机电所，1976年。