

# 真空热处理的发展与关键技术

## Development of Vacuum Heat-treatment and Its Key Technique

王广生 王志刚 (北京航空材料研究院)

Wang Guangsheng Wang Zhigang (Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

[摘要] 介绍了真空淬火、真空回火、真空和离子化学热处理的最新发展及关键技术,提出了真空热处理研究发展方向。

关键词: 真空热处理 真空淬火 真空回火 真空化学热处理

[Abstract] The latest developments in vacuum quenching, vacuum tempering, vacuum and/or chemical heat-treatment were introduced. The prospect of these technologies has been pointed out after a discussion on key technique.

**Keywords:** vacuum heat treatment vacuum quenching vacuum tempering vacuum chemical heat treatment

### 1 前言

真空热处理具有无氧化、无脱碳、可保持零件表面光亮的热处理效果,同时可使零件脱脂、脱气、变形小、节能、不污染环境且便于自动控制等优点,近年已被广泛采用。现在,该技术已发展成为热处理学科中的一个重要分支。

真空热处理已由简单的真空退火、真空除气向真空淬火、真空回火、真空化学热处理方向发展。航空工业对热处理质量不断提出更高的要求,真空热处理在该领域中的应用更为广泛。本文将对真空热处理技术的发展及关键问题进行综合分析和述评。

### 2 真空淬火

按照冷却介质的不同,真空淬火可分为真空油淬、真空水淬、真空负压气淬、真空正压气淬以及真空等温淬火等。

#### 2.1 真空油淬

##### 2.1.1 油面压强的影响

为防止或减轻油蒸气对加热室的污染,一般依靠向淬火室充以高纯度中性或惰性气体的办法解决。淬火油液面压强的变化将对淬火油的冷却能力造成影响,进而影响到钢的淬硬性与淬透性。为此,必须严格控制充气量,以使油面压强保持一定数值,满足不同钢材淬火效果的不同要求。油面压强对常用钢材淬火效果的影响如

图 1 所示<sup>[1]</sup>。

由图 1 可知,对不同淬透性的钢应选取不同的淬火油面压强。淬火时还应注意的是淬火室充气与淬火入油的先后顺序,对于淬透性不好的钢种应采用先充气后入油方式淬火,对于淬透性较好钢种应采用先入油后充气或不充气方式淬火,具体工艺的选择取决于钢材特性。

另外,油面压强对淬火变形亦有极大影响。降低油面压强,可使淬火变形显著减轻。因此,淬火油面压强的选择,应在保证淬硬性和淬透性的前提下,尽可能低一些为佳。

##### 2.1.2 增碳问题

试验表明,高速钢真空高温加热时使其表面活化,真空淬火时淬火油受热分解形成的活化碳原子在油淬过程中渗入,使工件表面形成 30~40 μm 的白层。这种渗碳现象随淬火温度上升而更加严重,且与淬火加热保温时间无关<sup>[2]</sup>。为防止该现象的产生,可采取气-油两段冷却法予以解决。

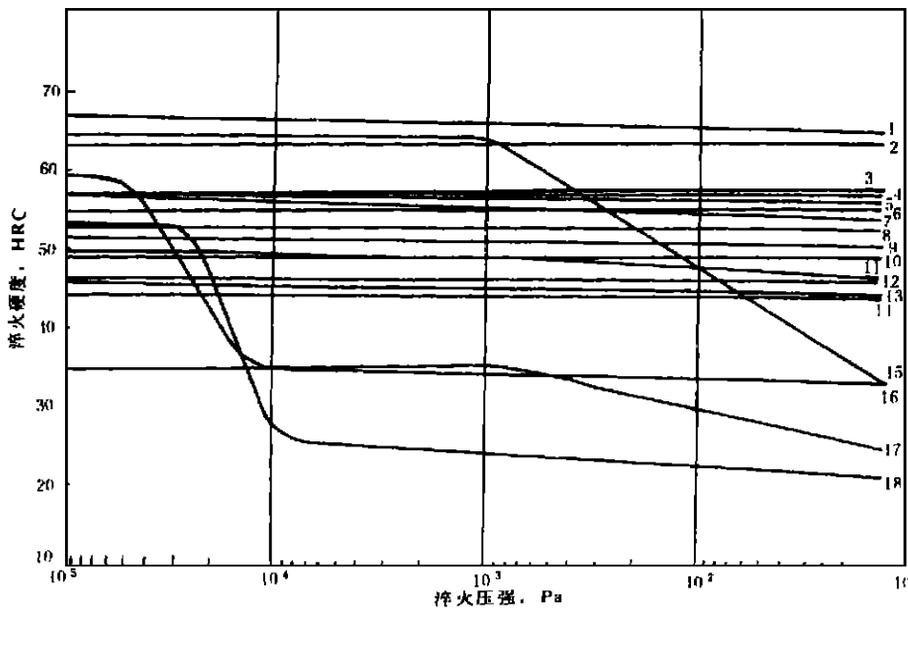
结构钢(如 40CrNi2Si2MoVA)也有类似现象产生,但因增碳层只有约 0.1~0.2 μm 厚,其力学性能仍可满足技术条件要求,并不影响使用性能,见表 1。

#### 2.2 真空等温淬火

等温淬火获得的下贝氏体组织,其综合性能好且可减少变形,该工艺在航空工业采用较多。

##### 2.2.1 真空硝盐等温淬火

采用的淬火介质与常规硝盐等温淬火介质相同。



1. Cr12M oV ;
2. 60Si 2M nA ;
3. 40CrNi2Si2MoVA ;
4. 40CrM nSiMoVA ;
5. 37CrNi3A ;
6. 40CrA ;
7. 40CrNiM oA ;
8. 38CrM oA1A ;
9. 30CrM nSiNi2A ;
10. 1Cr11Ni2W 2MoVA ;
11. 30CrM nSiA ;
12. Cr17NiA ;
13. 18Cr2Ni4WA ;
14. 1Cr13 ;
15. 65Mn ;
16. T 8A ;
17. 12CrNi3A ;
18. 45#

图 1 某些钢在 ZZ-1 真空淬火油中的淬火硬度与淬火压力的关系

表 1 40CrNi2Si2MoVA 钢真空油淬与普通油淬的力学性能对比

热处理方式	热处理工艺	b MPa	5		a <sub>K</sub> kJ/m <sup>2</sup>	K <sub>IC</sub> MN · m <sup>-3/2</sup>	N <sub>f</sub> 次 (K= 0.6)
			%				
真空油淬	870 1h 6.7Pa , 先充气后入油, 7.5 × 10 <sup>4</sup> Pa	1919	11.8	54.7	746	82.2	1370
普通油淬	870 1h 油冷	1974	11.2	50.8	801	84.2	1445
技术条件要求	870 油冷	1860 ~ 2060	8	30	490	-	-

注: 真空与普通油淬后均经 300 回火 2h, 空冷。回火两次; 真空油淬的试样为精加工状态, 普通油淬的试样为粗加工状态; 真空淬火保温时间含 30min 加热滞后补偿时间; 加热真空度; 充气压力。充气前淬火室真空度为 6.7Pa。

操作中应注意介质在淬火前的加热搅拌, 以将淬火介质中的杂质和水汽及时排除。同时, 应加强对真空系统的清洗, 以防管路堵塞和泵油被污染。为保持主真空系统不受污染, 常将一单独的机械泵抽空系统设于真空等温槽上方, 以利设备正常运行。淬火前, 采用高纯度中性或惰性气体洗炉, 采用先充气后淬入等温介质的淬火方式对抑制硝酸盐影响加热室和工件表面光亮度十分有效。

### 2.2.2 真空等温油淬

为克服真空硝酸盐等温淬火工艺对真空管路及泵体的污染, 研究开发了一种使用温度达 285 的真空等温淬火油 VAQ 1, 在 40CrM nSiMoVA 等钢的等温淬火处理中, 获得了良好的效果。试验结果如表 2 所示。

### 2.3 真空水淬

真空水淬对加热室污染较大, 实际应用不多。但钛

合金标准件有固溶处理真空水淬的要求, 应严格控制淬火转移时间。为此, 常采用无中间室的立式真空处理设备研究加压水淬工艺, 以及喷射-浸液真空淬火或喷射真空淬火技术<sup>[3]</sup>。

### 2.4 真空加压气淬

该技术可提高淬火冷却能力, 同时可以避免真空浸液淬火时对工件或炉体的污染。目前, (5 ~ 6) × 10<sup>5</sup>Pa 高压高流速真空气淬工艺和设备在国际上已较普及, 90 年代以来又出现了超高压 ((10 ~ 20) × 10<sup>5</sup>Pa) 气淬真空炉, 其效能可代替油淬。

#### 2.4.1 对流加热技术

为提高加热速度和温度均匀性, 具有对流加热功能的高压气淬真空炉已经问世。如美国 Abar-Ipsen 公司生产的 VTTC-K 型炉, 其加热时间较之无对流循环的设

备可缩短 50%<sup>[4,5]</sup>。对流加热借助专用风扇及可调风门 改变循环气流通路的方法实现。

表 2 超高强度钢真空等温热处理后力学性能测试结果

牌号	真空等温 热处理工艺	等温 介质	b MPa	5	$a_K$ J/cm <sup>2</sup>	HRC	
				%			
40CrMnSiMoVA	920 × 1h 真空加热, 225 ± 10 × 1h 等温 回火: 260 × 4h 空冷	油	1893	11.8	43.0	73.5	51.5
		硝盐	1842	12.7	44.2	74.5	51.5
30CrMnSiNi2A	900 × 1h 真空加热, 245 ± 10 × 1h 等温 回火: 275 × 3h 空冷	油	1647	13.1	55.4	94.6	49.0
		硝盐	1569	9	45	59	49
40CrNi2Si2MoVA	870 × 1h 真空加热, 285 × 1h 等温 回火: 300 × 2h 空冷, 二次	油	1762	15.1	51.5	86.5	52.0 ~ 52.5
		硝盐	1770	13.6	50.8	93.3	-

#### 2.4.2 真空度与压升率的影响

真空度对炉内气体杂质含量及炉内残存气体的露点有很大影响, 如表 3 所示。为达到无氮化、无脱碳的光亮处理效果, 结构钢对真空度的要求不高。但高温合金与不锈钢所含蒸汽压偏高的合金化元素较多 (Cr、Mn、Mo、Co 等), 而且热处理所需加热温度也较高, 故在真空加热时, 若真空度过高便会导致零件表面合金元素的蒸发而贫化, 并使表面粗糙度恶化。为此, 可采取回充高纯度中性或惰性气体的方法, 使真空度保持在 0.1 ~ 650Pa 范围, 防止上述现象的发生。对钛合金, 为防止炉气杂质的影响, 一般应采用较高真空度 ( $1 \times 10^{-2}$  Pa) 进行加热。

表 3 真空度、残存气体含量与露点的关系

真空度, Pa	残存气体体积分数	水蒸汽体积分数	露点,
$1.01 \times 10^5$	1	-	-
$1.33 \times 10^4$	$1.33 \times 10^{-1}$	-	-
$1.33 \times 10^3$	$1.33 \times 10^{-2}$	$9.2 \times 10^{-3}$	+ 11
$1.33 \times 10^2$	$1.33 \times 10^{-3}$	$9.2 \times 10^{-4}$	- 18
$1.33 \times 10^1$	$1.33 \times 10^{-4}$	$9.2 \times 10^{-5}$	- 40
$1.33 \times 10^0$	$1.33 \times 10^{-5}$	$9.2 \times 10^{-6}$	- 61
$1.33 \times 10^{-1}$	$1.33 \times 10^{-6}$	$9.2 \times 10^{-7}$	- 78
$1.33 \times 10^{-2}$	$1.33 \times 10^{-7}$	$9.2 \times 10^{-8}$	- 90
$1.33 \times 10^{-3}$	$1.33 \times 10^{-8}$	$9.2 \times 10^{-9}$	- 101
$1.33 \times 10^{-4}$	$1.33 \times 10^{-9}$	$9.2 \times 10^{-10}$	- 125

真空热处理炉的压升率对工件表面光亮度有极大影响, 压升率过高会使工件表面光亮度下降, 尤其对钛

合金更应严格控制。

#### 2.4.3 炉中石墨构件的影响

真空炉的重要改进就是采用石墨制作加热与隔热构件, 在热处理时能否导致工件表面增碳便成了人们关注的一大问题。为此, 美国 Abar-Ipsen 公司用钛合金和不锈钢作了专门研究, 结果表明<sup>[5]</sup>: (1) 石墨与 Ti-6Al-4V 合金在  $1.33 \times 10^{-2}$  Pa 真空度条件下高压接触进行真空热处理, 有不明显增碳; 低压接触或不接触时, 未发现增碳。(2) 不锈钢情况如表 4 所示。若在石墨构件表面喷涂氧化铝或用氧化铝材料将其隔开, 或在热处理时向炉内回充氩气或氢气, 均可避免增碳现象的发生。

#### 2.4.4 冷却速度的影响

真空气淬冷却速度受多种因素影响, 如气体的种类、温度、流速、压力以及工件尺寸等, 影响效果示于图 2<sup>[6]</sup>。

为提高真空气淬时的冷却速度, 可采取下述诸法实现:

- (1) 采用大换热器, 以降低淬灭气体温度;
- (2) 加大气体流速;
- (3) 改单向气流为 360 度向高压喷射流;
- (4) 选用热传导能力高的气体。常用气体的导热性能如下: (H<sub>2</sub>): (He): (N<sub>2</sub>): (Ar) = 2.2 1.7 1 0.7。从安全及成本方面考虑, 具有最佳冷速、最低成本和安全性的是 80% He + 20% N<sub>2</sub> 混合气体。而 He 及其他气淬气体的回收再生技术则是今后需予研究的一个课题, 以利气淬技术的推广使用。

近年来, 采用加压气淬工艺提高冷却速度的技术得到了很快发展。10 × 10<sup>5</sup> Pa 超高压真空淬火炉已相继出

现,  $20 \times 10^5 \text{ Pa}$  的 He 冷条件已达到油冷的冷速,  $40 \times 10^5 \text{ Pa}$  的  $\text{H}_2$  冷条件则可达到水冷的能力。试验表明,  $5 \times 10^5 \text{ Pa}$  压力下气淬, 可将  $80 \text{ mm}$  的  $40\text{CrMnSiMoVA}$  钢淬透; 而  $40\text{CrNi}2\text{Si}2\text{MoVA}$  钢可淬透  $60 \text{ mm}$ 。

### 3. 1 工件表面色泽问题

钢的真空淬火、真空回火, 要求达到无氧化、无脱碳和表面光亮; 钛合金真空热处理后的表面亦应光亮。如发生氧化, 合金表面根据生成的氧化物种类和氧化膜厚度而呈不同颜色。一般说, 钛合金工件表面真空热处理后若生成浅黄色氧化膜, 可不清除; 若生成淡蓝色、蓝色和灰色氧化膜, 必须清除。

由于工件表面光亮度受设备、热处理工艺和工件材质、形状等多种因素影响, 须进行综合性分析研究方可解决。目前较为有效的措施, 多采用快速抽真空, 回充中性或惰性气体, 或者回充略具有还原性的中性或惰性气体等方法解决<sup>[9]</sup>。

### 3. 2 温度均匀性问题

采用真空淬火设备完成真空回火处理工艺是当前解决真空回火炉不足的常用方法, 由于真空淬火炉加热设施无对流循环功能, 所以在  $530$  以下的炉温均匀性较差, 多在  $\pm 10$  以下。这与大多数钢的回火、钛合金时效与去应力退火等工艺对温度偏差在  $\pm 10$  以内的要求相比, 相差过大, 尤其对超高强度钢更是如此。所以, 设备的代用是不合理的。

真空回火炉一般采用专门风扇进行炉内气氛的对流循环。真空回火时, 先抽真空至预定真空度, 然后向炉内回充高纯度中性或惰性气体, 启动加热室风扇进行循环, 再通电加热, 以保证炉温均匀。此外, 工件装炉应保证气流畅通均匀。

### 3. 3 快速冷却问题

真空回火炉应具有快速冷却功能, 以适应钢回火后快冷消除第二类回火脆性的需求。为此, 发展了真空正压回火炉, 其结构如图 3 所示。由图 3 可知, 为提高冷速, 设备结构中增加了冷却循环风扇和热交换器, 并在冷却时回充  $(1.2 \sim 1.3) \times 10^5 \text{ Pa}$  的正压高纯中性或惰性气体, 以形成正压强制对流循环冷却条件<sup>[8]</sup>。

## 4 真空渗碳

真空渗碳多采用真空-充气脉冲式渗碳工艺, 以避免渗碳过程中产生内氧化等缺陷。该工艺具有工件表面光亮、生产效率高、成本低、可进行盲孔或小孔渗碳等优点, 但工件表面碳黑多、尖角过渗等问题突出, 应予防止。

### 4. 1 碳黑污染问题

真空渗碳介质多为甲烷或丙烷, 在直接通入条件下, 过剩碳往往沉积于工件和设备内腔表面, 使工件表面质量降低, 设备绝热性能下降, 污染真空系统, 尤其

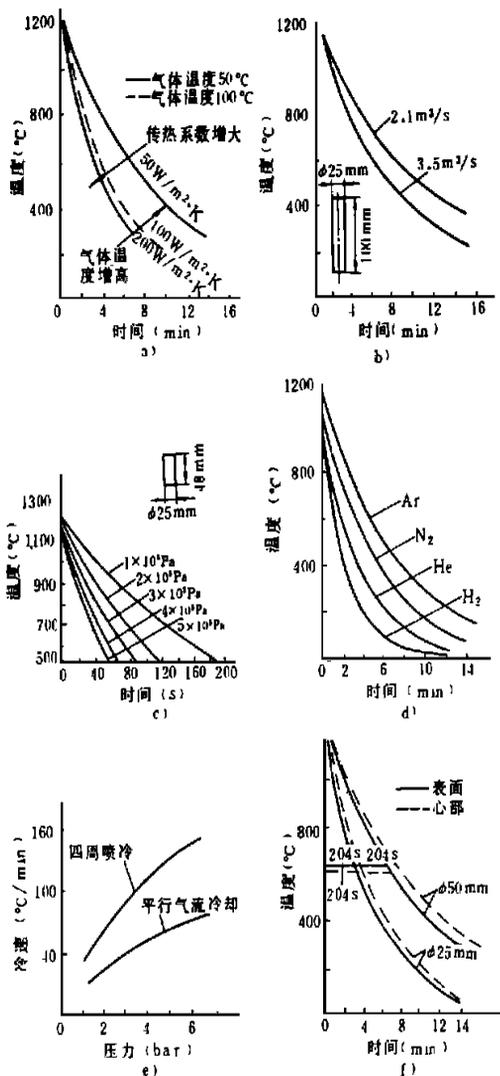


图 2 真空气淬各参数对冷却曲线或冷速的影响

- a) 气体温度与传热系数; b) 气体流速; c) 气体压力;
- d) 气体种类; e) 气体流动方式; f) 工件尺寸 (质量)

## 3 真空回火

回火是保证工件使用性能的重要环节, 真空回火是将真空淬火的各项优点保持到了回火工艺之中, 但由于种种原因, 真空回火在我国尚未得到应有重视和发展。据 1994 年统计, 国产真空回火炉的产量仅为真空淬火炉产量的  $1/5$ <sup>[7,8]</sup>, 且有不少问题有待研究改进。

在 700 以下的低温条件下碳黑的污染更为严重。防止 上述现象发生的措施有：

表 4 347 不锈钢在石墨构件真空热处理炉中加热增碳试验结果

试验条件	石墨类型	温度, °C	时间, min	接触压力		增碳情况	增碳深度, mm
				高	低		
与石墨接触, 真空度为 $1.33 \times 10^{-2}$ Pa	ATS	1070	120		-	连续碳化物	0.45
	CFC	1070	120		-	严重连续碳化物	0.80
	ATS	1070	120	-		局部不连续碳化物	0.15
	CFC	1070	120	-		检测不出	-
	ATS	950	120	-		局部不连续碳化物	0.05
	ATS	950	120	-		检测不出	-
	ATS	900	120	-		局部微小碳化物	0.015
	ATS	850	120	-		检测不出	-
与石墨不接触, 距离 25.4mm, 充气至 1333Pa	石墨类型	温度, °C	时间, min	回充气体		增碳情况	增碳深度, mm
				N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>		
	ATS	1205	180		-	检测不出	-
	ATS	1205	180	-		检测不出	-
	ATS	1260	180		-	不连续少量晶界碳化物	50
	ATS	1260	180	-		检测不出	-
	ATS	1315	180		-	少量晶界碳化物	15
	ATS	1315	180	-		检测不出	-
CFC	1315	180		-	极少量不连续晶界碳化物	25	

注： ATS 为细粒主、高密度石墨板, CFC 为碳纤维增强石墨板 (以下同)。

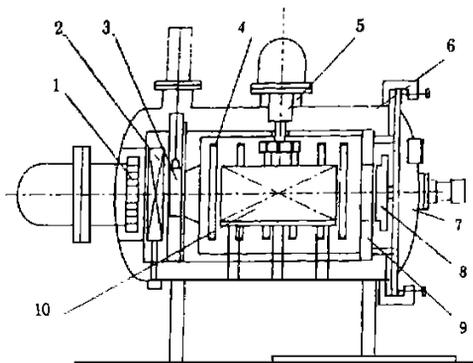


图 3 WAH-45 型真空回火炉示意图

- 1. 冷却风扇 2. 热交换器 3. 炉胆后小门
- 4. 炉胆体及发热元件 5. 加热循环风扇 6. 炉壳
- 7. 炉门 8. 前小门 9. 炉胆前壁 (即导风口) 10. 料筐

(3) 低温区先充入 N<sub>2</sub> 气, 再向高温区充入渗碳介质;

(4) 向炉壳内壁涂刷防止碳沉积的涂料;

(5) 抽气系统中设置碳黑过滤器, 等等。

究竟何种方法更为可行, 有待进一步研究。

#### 4. 2 尖角过渗问题

真空渗碳通过非平衡渗碳机制快速完成, 对工件尖角部位而言, 渗碳过程具有集中或扩散特征, 致使过渗现象严重。为防止过渗的产生, 必须将非平衡渗碳机制与平衡渗碳机制结合, 但这一调整就为现有设备提出了新的问题, 如低压碳势如何控制; 强渗、扩散、平衡渗碳期的作用与相互关系, 以确定合理工艺; 真空渗碳炉用非碳质元件的研制; 平衡渗碳与非平衡渗碳介质的选择与配比研究, 等等。

### 5 离子渗氮和离子渗碳

离子渗氮 (碳) 具有渗速快、成本低、质量好等优点

(下转第 9 页)

- (1) 选用适当的渗碳介质, 减少碳黑生成量;
- (2) 采用低压、小流量或小渗扩比供气方式进行渗碳介质的馈送;

已钎透，未发现钎焊裂纹等缺陷。

### 3.2 二级涡轮转子叶片的真空固溶处理

二级涡轮转子叶片系用 DZ4 定向凝固高温合金精密铸造成型。叶高 185mm，弦宽 30mm，最大截面与最小截面之比为 5 : 1，叶型比较复杂。

DZ4 合金零件的标准热处理制度为 1220 °C 2h 固溶处理，空冷 + 870 °C 32h 时效，空冷。

二级涡轮转子叶片的固溶处理，原只在普通空气电炉中进行，存在严重氧化和表面合金元素因烧损而贫化的现象，贫化层深度有的高达 0.12mm。而对叶片来说，位于叶身和榫头之间延伸段是不加工的，也无加工余量，也就是说，出现上述现象，叶片的表面质量便不合格。其次用空气电炉处理叶片，其热处理变形较大，叶片型面透光度超差的占 10%。

为了提高叶片的热处理质量，我们改用真空正压气淬炉进行固溶处理。

真空固溶处理的加热温度与普通空气炉处理温度相同，即 1220 °C。因为在通常的真空度范围内加热，金属的固态相变机制与在常压下的没有明显变化。为了减小热应力，工件的升温过程采用阶梯式加热。其次，阶段升温速度选择缓慢加热，加上高温阶段是在充气压强下进行加热，真空固溶处理在最终温度下的保温时间不考虑补偿，仍按空气炉处理时间即 2h。真空度选择在分

压温度前所采用的  $6.67 \times 10^{-1} \text{Pa}$ ；分压温度根据金属元素在不同蒸气压下的平衡温度去选择，此时为 900 ~ 1000 °C。所谓分压，就是向真空加热室内回充高纯氩气，获得较高的真空充气压强，目的是避免高温合金在真空高温条件下造成蒸气压高的元素发生蒸发，也是为了获得光亮的表面。根据材料及加热温度，真空工作压强定为 3 ~ 14Pa。气淬压力选择比空气稍快的冷却速度，为  $1 \times 10^5 \sim 3 \times 10^5 \text{Pa}$ 。

以上真空热处理工艺参数经过了工艺试验的验证，并认定切实可行后，才纳入工艺规程，指导生产。

经过一年多的生产考验，二级涡轮转子叶片的真空热处理达到了预定的目标：零件光亮呈银白色；无金属元素贫化层；无超差变形；与时效配合达到技术条件所规定的力学性能标准。

## 4 结语

随着航空工业对热处理质量要求的不断提高，真空热处理在航空工业中得到日益广泛的应用。实践证明：HLZ 6IQ 6 真空正压气淬炉的各项技术性能指标，可满足高温合金叶片热处理的工艺要求。该炉为航空产品上水平、上质量创造了良好条件。

\* \* \* \* \*

(上接第 7 页)

点，在机械工业得到广泛应用。但由于测温问题、温度与渗层均匀性问题而在航空工业上应用尚不多。该技术今后主要应侧重研究测温与控温技术，如采用辅助加热与离子轰击双重加热、多弧技术等，以提高炉温及渗层的均匀性；为提高处理质量与再现性，计算机控制技术的应用研究已纳入日程；可采用气冷和油冷的离子热处理设备，亦应得到发展，等等。

## 6 结束语

随着科学技术的发展，真空热处理技术与工艺日显重要。目前，真空退火、真空除气、真空油淬、真空等温淬火等已获广泛采用，而真空加压气淬、真空回火、真空清洗、真空和离子化学热处理等新技术则正在迅速发展。由于真空热处理这一新兴领域尚有许多关键技术有待深入研究，尤其是有些问题需要从设备、工艺以及配套工艺材料等诸方面综合考虑方可解决，亟待有关方面人士共同给予足够的关注和努力，使这一新兴热处理

技术在工业应用中发挥更大作用。

### 参考文献

- 1 《航空制造工程手册》总编委会. 航空制造工程手册—热处理分册. 北京: 航空工业出版社, 1993
- 2 熊剑. 国外热处理新技术. 冶金工业出版社, 北京: 1990
- 3 周兴久. 真空热处理炉发展中的关键技术. 金属热处理, 1995, (4)
- 4 张建国. 真空空气冷淬火技术的发展. 金属热处理, 1996, (12)
- 5 王广生. 国外真空热处理最新研究和发展. 材料工程, 1993, (9)
- 6 韩立民等. 真空热处理技术现状. 第六届全国热处理大会论文集, 北京: 兵器工业出版社, 1995, 8
- 7 张宏康. 高压真空气淬炉的进展及应用. 热处理实践, 1996, (3)
- 8 莫田桐. WAH 系列真空正压回火炉. 金属热处理, 1996, (12)
- 9 蔡立群. 真空淬火的变形和氧化. 国外金属热处理, 1994, (4)