

## 双层辉光等离子表面共渗 Cr-Ni-Mo-Co 工艺研究

王冰莹, 袁霄梅, 王文慧  
(洛阳理工学院, 洛阳 471023)

**[摘 要]** 采用双层辉光等离子渗金属技术,在工业纯铁表面渗入 Cr,Mo,Co 等合金元素,可在其表面形成与沉淀硬化不锈钢合金含量及硬度水平相近的合金层。以 SEM 等对比研究了不同工艺参数下,等离子渗入合金元素后,合金层表面的微观形貌。通过对比不同温度、源极电压所对应的渗层成分及厚度,选择出最优化的工艺参数:源极电压 1 350 V,阴极电压 510~530 V,加热温度 1 100 °C,保温时间 5 h。

**[关键词]** 等离子渗;沉淀硬化不锈钢;工艺研究

**[中图分类号]** TG445

**[文献标识码]** A

**[文章编号]** 1001-3660(2012)01-0083-03

## Double Glow Plasma Surface Metallurgy Cr-Ni-Mo-Co Technology Research

WANG Bing-ying, YUAN Xiao-mei, WANG Wen-hui

(Luoyang Institute of Science and Technology, Luoyang 471023, China)

**[Abstract]** Using the double glow plasma surface alloying technique, with the industrial pure iron surface into Cr, Mo, Co and other alloy elements, can be formed on the surface and precipitation hardening stainless steel alloy content and hardness level similar to that of the alloy layer. With SEM studied plasma into the alloy elements alloy layer of surface micro morphology under different process parameters. According to the different temperature, the voltage of the source electrode corresponding to the layer composition and thickness between studies, choose the optimized process parameters: the source voltage is 1 350 V, cathode voltage is 510~530 V, the heating temperature is 1 100 °C, heat preservation time is 5 h.

**[Key words]** plasma penetration; precipitation hardening stainless steel; technology research

沉淀硬化不锈钢具有强度高、韧性好、焊接性能好、抗腐蚀性能好等特点。0Cr17NiCu4Nb(简称 17-4PH)马氏体沉淀硬化不锈钢含碳量低、含 Ni 和 Cr 量高,耐腐蚀性好,目前主要用于核电等领域<sup>[1]</sup>。0Cr13Ni8Mo2Al 钢(简称 PH13-8Mo)是一种高强度马氏体沉淀硬化不锈钢,其生产采用真空冶炼技术。此类钢除了具有高的强度外,还具有很多优良的性能,如良好的断裂韧性、力学性能和耐应力腐蚀性能<sup>[2]</sup>。沉淀硬化不锈钢主要用在宇宙航天、核反应工业和石油化工等领域<sup>[3-6]</sup>。但是由于此类钢中含有大量的 Cr,Mo,Co 和 Ni 等贵重合金,其含量(质量分数,后同)高达 45%以上,尤其是 Co 含量高达 25%以上,价格十分昂贵,因此限制了其应用。鉴于此,笔者通过双层辉光等离子渗金属技术在纯铁表面进行 Cr,Mo,Co,Ni 构成源极的合金元素渗金属处理。

### 1 试验

试验材料选用纯铁作为基材。实验中以欲渗元素为源极,在设计源极成分时,选择 Cr,Mo,Co,Ni 合金元素构成源极板, $m(\text{Cr}) : m(\text{Ni}) : m(\text{Mo}) : m(\text{Co}) = 25 : 5 : 15 : 55$ 。用粉末冶金技术,制成欲渗合金元素板。双层辉光离子渗金属基本原理如图 1 所示。

实验过程中欲渗元素(合金元素板)为源极,其规格为 20 mm×140 mm×16 mm,工件(纯铁)为阴极。阳极为一个真空容器,在其中放置合金板和工件,阳极和源极、阳极和阴极之间各设一个直流电源,通电后,在一定电压下,分别产生辉光放电,在此过程中产生大量的高能氩离子,这些氩离子轰击源极,使源极中溅射出来的合金元素不断被阴极表面吸收,并逐渐扩散到阴极内部。与此同时,阴极温度升高。这是因为  $\text{Ar}^+$

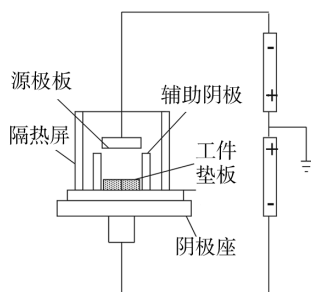


图1 双层辉光渗金属原理图

Fig.1 Academic sketch of surface principle

轰击阴极时会产生大量能量,这些能量终将转化为热能<sup>[7-8]</sup>。而基体表面会因为  $\text{Ar}^+$  的轰击作用产生缺陷,使合金元素向基体的渗入过程加速进行。同时吸附在阴极表面的合金元素因为溅射作用被轰击出来,使阴极表面浓度降低。因此,阴源极电压对渗层合金元素含量的影响是很大的。根据前人的试验研究结果,电压对渗层中元素含量的影响主要是源极电压对其的影响作用<sup>[9]</sup>。

鉴于以上原因,在试验过程中保持工作气压 35 Pa、保温时间 5 h 和极间距 18 cm 不变,讨论不同温度和不同的源极电压对基体渗层合金元素、渗层成分及厚度的影响。渗层厚度用 XJ-16A 型光学显微镜观察,在 Neophyt-2 型光学显微镜下观察金相组织,TN-5400 能谱仪测定渗层成分。

## 2 试验结果

### 2.1 温度的影响

图2为纯铁基体在不同温度下,渗金属(Cr+Ni+Mo+Co)所对应的表面合金元素总含量。由图2看出:选择温度 700、900 和 1 100 °C 进行 Cr-Ni-Mo-Co 多元共渗。在保温时间保持 5 h 不变时,渗层中合金元素 Cr、Ni、Mo、Co 含量随着渗金属温度的依次升高而增加,渗层厚度也随之增大。因此本试验选取温度为 1 100 °C。

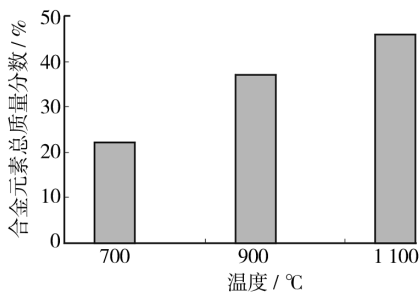


图2 温度对表面合金元素总含量的影响

Fig.2 The influence of temperature on the quality of alloy element surface

### 2.2 源极电压的影响

图3为渗金属温度为 1 100 °C,源极电压分别为 800、1 500 V 的渗金属的表面金相照片。由图3的渗层组织可以看出:在两种不同的源极电压作用下,一部分合金元素渗入到基材,并向内部继续扩散,形成化合物,另一部分元素被溅射出来,即反溅射。若源极电压较高,合金元素的溅射量过大,极易形成沉积层。如在图3b中的沉积层面积比图3a的大,因为源极电压升高时,溅射作用增强,但是如果源极电压过高(如图3b),就会造成溅射出来的合金元素过多,从而使沉积到纯铁表面的 Cr、Ni、Mo、Co 合金元素的原子或原子团还来不及向基体内部扩散便被新的活性粒子覆盖,制约新的扩散,在表面形成堆积,影响整体的致密性<sup>[9]</sup>。因此应该选取适当的源极电压,过低或过高都不好。本实验选取的源极电压为 1 350 V。

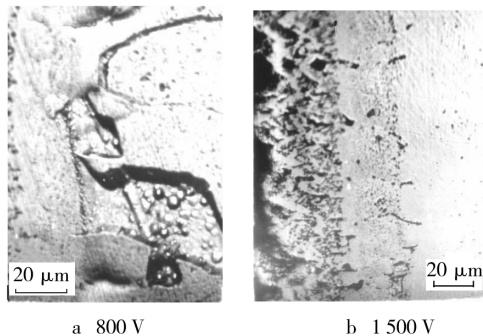


图3 不同源极电压渗层的表面组织照片

Fig.3 The metallograph of different source voltage

图4为不同源极电压所对应的渗层成分及厚度。从图4可以看出,随着源极电压的升高,渗层厚度和合金元素含量均呈线性递增。产生这种现象的原因可以这样解释:合金元素随着源极电压的升高不断地向内部扩散,形成的渗层厚度逐渐增加。

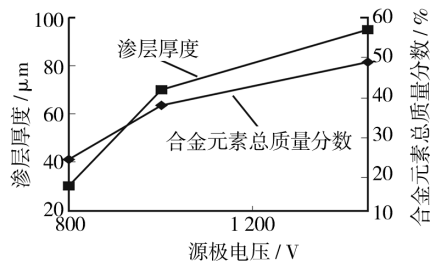


图4 不同源极电压对应的渗层成分及厚度图

Fig.4 The picture of the composition and thickness of diffusion layer

综上所述,在工作气压 35 Pa、保温时间 5 h 和极间距 18 cm 保持不变的前提下,温度、阴源极电压等参数的选择对合金渗层的形成是十分重要的。通过分析,确定本实验合理的工艺参数:源极电压 1 350 V,阴极电压为 510~530 V,加热温度 1 100 °C,保温时

间 5 h。图 5 为渗层合金元素的分布曲线。

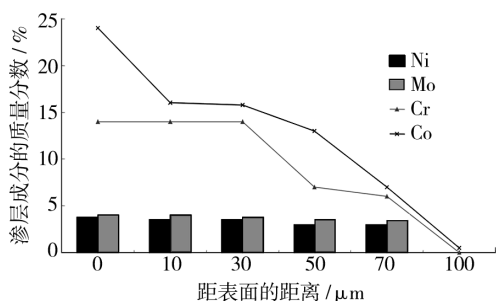


图 5 渗层合金元素分布曲线

Fig. 5 Distribution curve of alloy element of infiltration layer

由图 5 可以看出:合金层中合金元素 Cr, Ni, Mo, Co 含量较高,试样表面 35  $\mu\text{m}$  范围内分别为 13%~15%, 3%~5%, 3%~5%, 18%~25%。这说明该工艺参数下渗金属时,阴极表面活性得到提高,基体表面更容易吸附合金元素,因而使其表面保持较高的浓度。

### 3 讨论与分析

用成分为 25%Cr, 5%Ni, 15%Mo 和 55%Co 的源极,经温度 1 100  $^{\circ}\text{C}$ 、保温时间 5 h、源极电压 1 350 V, 阴极电压 510~530 V 的工艺参数下渗金属后,试样表面 35  $\mu\text{m}$  范围内成分为 13%~15%Cr, 3%~5%Ni, 3%~5%Mo, 18%~25%Co (如图 5),这与马氏体沉淀硬化不锈钢(13Cr-25Co-5Mo)成分相近。不锈钢有两个突出特点:即它的不锈性和耐腐蚀性,而这种特性是通过钢中铬含量(质量分数大于 12%)的大小来实现的,如果不锈钢中铬的质量分数低于 12%,这两种特性便会降低,甚至可能消失。而在钢中加入钴元素可以使沉淀硬化效应增强。原因是一方面钴的存在可以减少钼元素在基体中的溶解度,使沉淀相增多;另一方面是钴元素可以使析出相的形核状态发生改变,使析出相尽可能在形核位置上均匀分布<sup>[10]</sup>。试验结果表明,渗金属后的试样,渗层成分基本达到了铬和钴含量高的要求。

温度对渗层的影响主要表现在:1)可以提高源极溅射率。温度升高,源极中合金元素 Cr, Ni, Mo, Co 间相互结合力减弱,并且在相同气压条件下气体自由程长,离子碰撞时的能量大,使被溅射出的 Cr, Ni, Mo 和 Co 原子数量增多。2)增强合金元素的扩散能力。温度升高,阴极表面合金元素扩散速度增加。

在整个渗金属过程中,只有源极提供足够的 Cr, Ni, Mo, Co 预渗合金元素原子,才能保证阴极表面渗金属过程能够顺利进行。试验表明:当源极电压升高,合金元素溅射量增加,从而使扩散到基体内部的合金元素增加,渗层越厚,但如果源极电压太高,会使合金

元素反溅射出来,同样也不利于合金元素向基体的扩散,因此源极电压的选择应该适当。

### 4 结论

纯铁作为试样基材,以  $m(\text{Cr}):m(\text{Ni}):m(\text{Mo}):m(\text{Co}) = 25:5:15:55$  制成的粉末冶金板作为源极,可以在纯铁基体表面形成渗层,其成分与沉淀硬化不锈钢相近。本试验确定的最佳处理工艺参数如下:源极电压为 1 350 V,阴极电压为 510~530 V,加热温度为 1 100  $^{\circ}\text{C}$ ,保温时间 5 h。

### [参 考 文 献]

- [1] 杨玉团. 17-4 沉淀硬化不锈钢的热处理工艺改进[J]. 阀门, 2005, 20(1): 50-53.
- [2] 姜越, 尹钟大, 朱景川, 等. 马氏体时效不锈钢的发展现状[J]. 特殊钢, 2003, 24(3): 1-3.
- [3] 孙志华, 张晓云, 汤智慧, 等. 马氏体硬化不锈钢 0Cr13Ni-8Mo2Al 的腐蚀性能[J]. 腐蚀与防护, 2006, 27(12): 23-25.
- [4] 梁冬梅, 朱远志, 刘光辉, 等. 马氏体时效钢的研究进展[J]. 金属热处理, 2005, 35(12): 15-17.
- [5] 姜越, 尹钟大, 朱景川, 等. 超高强度马氏体时效钢的发展[J]. 特殊钢, 2004, 25(2): 15.
- [6] 姜越. 马氏体时效不锈钢合金化设计与组织性能[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2007: 15-18.
- [7] 徐重. 双层辉光离子渗金属技术[J]. 金属热处理学报, 1982(6): 71-75.
- [8] 夏立方. 材料的等离子体基离子注入表面改性[J]. 材料热处理学报, 2001, 22(1): 41-45.
- [9] 刘小平, 李忠厚, 苏永安, 等. 表面冶金高速钢及其应用[J]. 材料科学与工艺, 1997, 5(1): 16-18.
- [10] 张艳梅. 双层辉光等离子表面冶金 W/Mo/Co 时效硬化高速钢[D]. 太原: 太原理工大学, 2004.