

预氧化处理对 20Cr2Ni4 钢渗碳淬火工艺的影响

Effect of Pre-oxidation Treatment on Carburizing and Quenching Process of 20Cr2Ni4 Steel

供稿|何业增^{1,2,3}, 马成飞¹, 李云鹏², 王倩², 宋庆雷², 刘友军², 沈承金¹ / HE Yezeng^{1,2,3}, MA Chengfei¹, LI Yunpeng², WANG Qian², SONG Qinglei², LIU Youjun², SHEN Chengjin¹

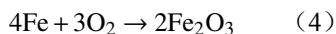
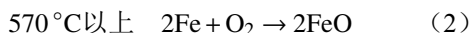
内容导读

在渗碳热处理前增加预氧化工序, 可以使产品的渗层更趋均匀, 并适量提高渗速。本研究在不同预氧化温度和预氧化时间下对 20Cr2Ni4 钢进行预氧化, 再进行“渗碳+直接淬火+冷处理+低温回火”热处理, 检测不同工艺下所得试样的显微组织与性能, 探究预氧化时间和温度对热处理试样的显微组织、硬度、渗碳层深度及耐磨性等相关性能的影响规律, 从而确定最佳预氧化时间及温度。结果表明: 预氧化并不会影响试样渗碳淬火后的组织, 500 °C 预氧化 60 min 后热处理试样的渗碳层不均现象得到改善, 其表面硬度、渗碳速度以及耐磨性亦有所提升。

预氧化处理作为处理合金之前的预备处理工序被应用于很多合金, 在渗碳、渗氮等工艺之前进行预氧化处理, 可提高材料相关性能, 例如材料耐腐蚀性、硬度等^[1-3]。李哲轩等^[4]在 700 °C 下对 Ti-48Al-2Nb-2Cr 合金预氧化 100 h 之后, 发现 Ti-48Al-2Nb-2Cr 合金最外层表面形成了连续、致密的 TiO₂ 层, 且氧化层与基体有着很好的结合力, 有效地阻止熔盐向合金内部扩散, 从而显著地提高了合金的耐腐蚀性能。王盼航等^[5]对一种镍基单晶合金进行预氧化处理, 结果表明致密的氧化物保护层能够显著地提高合金的耐热腐蚀性能。施国梅等^[6]在 1Cr11Ni2W2MoV 不锈钢渗氮之前对其进行

了预氧化处理, 在 550 °C 下预氧化 5~20 min, 结果表明预氧化能够破坏不锈钢制件表面的钝化膜, 使该材料制件渗层的硬度、深度及组织符合渗氮技术要求。预氧化处理还能够提升材料的渗层均匀性和渗率, 去除材料表面杂质和污染物, 使表面更为清洁和平整, 有助于碳原子在渗碳过程中的均匀分布, 从而提高渗碳层的均匀性; 同时, 预氧化可以减少晶界对碳原子扩散的阻碍作用使晶界处的氧化物减少, 从而提高渗碳速率。孙艳等^[7]根据 Fe 的氧化反应, 在 500 °C 下对 20CrMo 进行预氧化能够有效消除渗碳之后工件渗层不均的现象。下面为铁的氧化反应式:

作者单位: 1. 中国矿业大学材料与物理学院, 江苏 徐州 221116; 2. 徐州巴特工程机械股份有限公司, 江苏 徐州 221004; 3. 江苏润鹏数控机床有限公司, 江苏 徐州 221611



当预氧化温度低于 570°C 时, 零件形成一层 Fe_3O_4 氧化膜, 而温度超过 570°C 时工件表面则形成一层过厚的 FeO 和 Fe_2O_3 氧化膜, 根据反应式及以往研究, 本研究在不同预氧化温度和预氧化时间下对 20Cr2Ni4 试块进行预氧化, 再进行热处理, 即“渗碳+直接淬火+冷处理+低温回火”处理, 检测不同工艺下所得试样的相关力学性能, 从而确定最佳预氧化时间及温度。

实验材料及方法

实验材料

本研究所用 20Cr2Ni4 渗碳试样采用 $20\text{ mm} \times 20\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ 的立方块, 试块表面均使用 150#、400#、800#、1200#、1500#、2000# 砂纸依次打磨。20Cr2Ni4 工件化学成分满足 GB/T 3077—2015 标准的规定。表 1 为 20Cr2Ni4 工件的具体化学成分。

表 1 20Cr2Ni4 钢的化学成分 (质量分数) %

C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Cu	Fe
0.214	0.271	0.491	0.001	0.005	1.631	3.579	0.007	余量

实验方法

本研究分别在 400°C 、 500°C 、 600°C 下对 20Cr2Ni4 试块进行 60 或 90 min 的预氧化后, 再进行后续的热处理工艺, 检测最终样品的力学性能, 从而确定最佳预氧化时间及温度。预氧化处理在马弗炉中进行, 待马弗炉升温到实验所需温度后再放入试样, 试样在进行预氧化处理之前使用酒精对其表面进行清洗。图 1 为热处理工艺的流程图。本实验热处理工艺步骤为“渗碳+直接淬火+冷处理+低温回火”。其中, 渗碳工序在可控气氛渗碳炉中分段进行, 渗碳阶段分为 3 段进行, 强渗阶段、扩散阶段和保温阶段。强渗阶段温度为 935°C , 碳势 1.1%, 时间为 1000 min, 扩散阶段温度为 935°C , 碳势 0.75%, 时间为 800 min, 保温阶段温度为 850°C , 碳势 0.75%, 保温时间为 120 min。保温结束后立即进行淬火工艺。冷处理阶段温度为 -80°C , 时间为 240 min。低温回火阶段温度为 190°C , 保温时间为 300 min, 低温回火处理结束后空冷, 最后以相同的回火时间和温度再次进行低温回火。

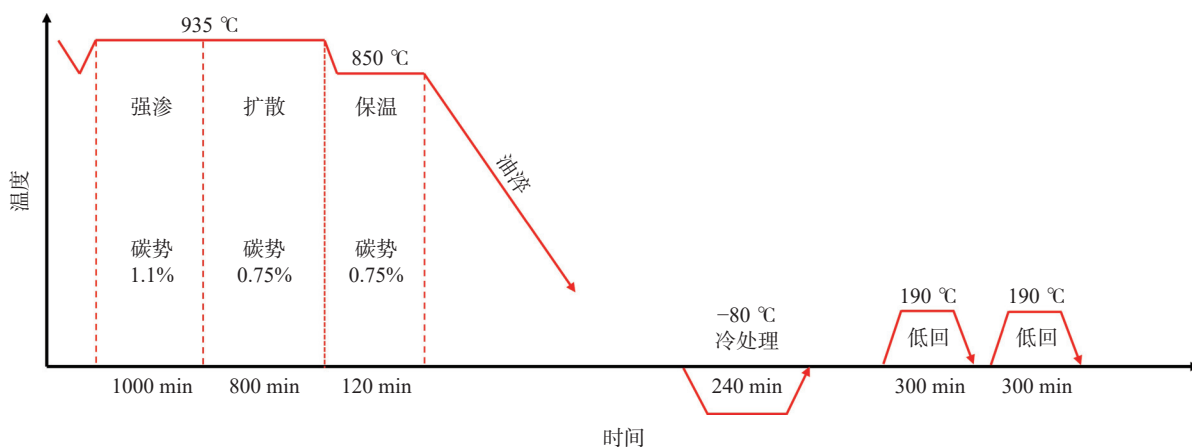


图 1 热处理工艺流程图

样品分析

采用 X 射线衍射分析, 确定试样的最佳预氧化时间, 利用 THR-150s 洛氏硬度计检测最终试样的表面硬度和心部硬度, 利用 VH1102-01-0172 显微硬度

计检测试样的实际渗碳层厚度, 使用金相显微镜观察分析样品的表层和心部组织, 使用 MMS-2A 摩擦磨损试验机检测样品的耐磨性, 并利用 JBN-300 型冲击试验机检测样品的冲击韧性。

结果与讨论

最佳预氧化时间

图2所示为20Cr2Ni4试样在不同温度下煅烧60及90 min的X射线衍射图。在500℃及以下温度,可以看出在30.361°、37.412°、43.472°、57.511°和63.165°处有明显的衍射峰,对应于 Fe_3O_4 的(220)、(222)、(400)、(511)和(440)晶面相,说明试样表面形成一层 Fe_3O_4 氧化膜。在550℃及以上温度,除了上述衍射峰,在衍射角度 2θ 为24.179°、33.197°、49.824°、54.136°及64.361°也出现衍射峰,分别对应 Fe_2O_3 的(012)、(104)、(024)、(116)及(300)晶面相,说明试样表面形成 Fe_3O_4 和 Fe_2O_3 氧化膜。对照相同温度下,不同加热时间试样的X射线衍射图谱可以看出各衍射峰位置,强度、半高宽等区别不大,说明当氧化时间为60 min时,其氧化产物基本达到饱和。因此,选择预氧化时间为60 min。

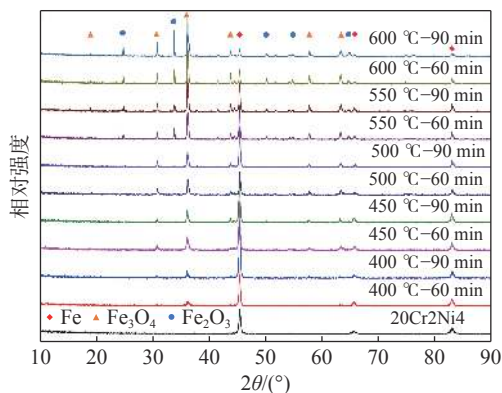


图2 20Cr2Ni4样品在不同温度下预氧化60及90 min的X射线衍射图

金相组织分析

将试样均采用150#、400#、800#、1200#、1500#、2000#砂纸打磨并进行抛光,用体积分数为4%的硝酸酒精对样品进行腐蚀,并通过金相显微镜分析试样的显微组织。组织判定通过对照国标GB/T 25744—2010《钢件渗碳淬火回火金相检验》。

图3为未预氧化的热处理试样显微组织图像,可以看出,试样表层组织主要由密集挤压分布的片状与薄片状马氏体组成,心部主要由相对粗大的板条状马氏体组成,低温回火之后碳原子得到迁移,但由于表层含固溶碳相对最多,碳迁移比较困难,所以表层仍然保留着相对明显的片状与薄片状马氏体^[8]。

图4为400℃预氧化60 min后进行热处理的试样显微组织图像,可以看出,400℃预氧化60 min后的热处理样品表层组织同样主要由密集挤压分布的片状与薄片状马氏体组成,心部则由相对粗大的板条马氏体组成,与未预氧化热处理试样组织相似。

图5为500℃预氧化60 min后进行热处理的试样显微组织图像,可以看出,500℃预氧化60 min后的热处理样品表层组织同样主要由密集挤压分布的片状与薄片状马氏体组成,心部则由相对粗大的板条马氏体组成,与未预氧化的热处理试样组织相似。

图6为600℃预氧化60 min后进行热处理的试样显微组织图像。可以看出,600℃预氧化60 min后的热处理样品表层组织主要是片状与薄片状马氏体,心部为相对粗大的板条状马氏体,与未预氧化的热处理试样组织相似。

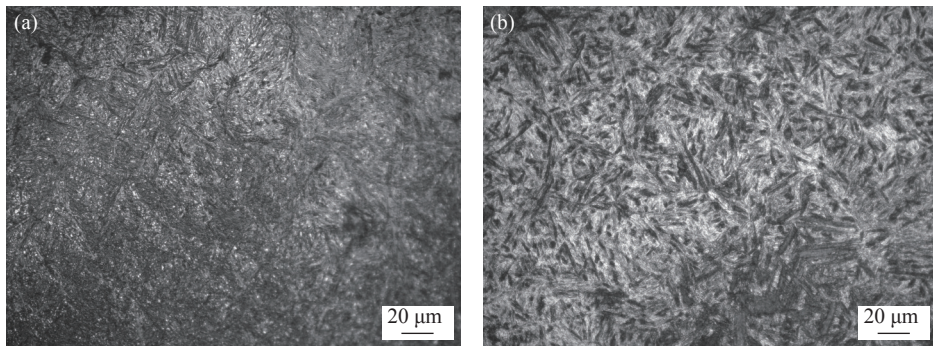


图3 未预氧化热处理试样金相组织: (a) 表层组织; (b) 心部组织

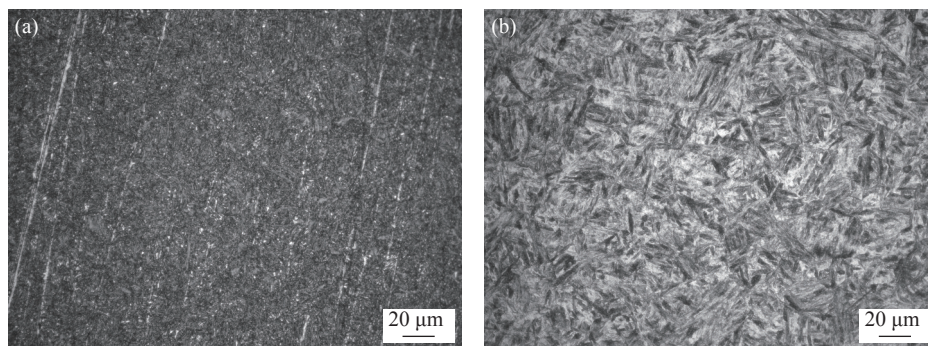


图4 400 °C 预氧化 60 min 热处理试样金相组织: (a) 表层组织; (b) 心部组织

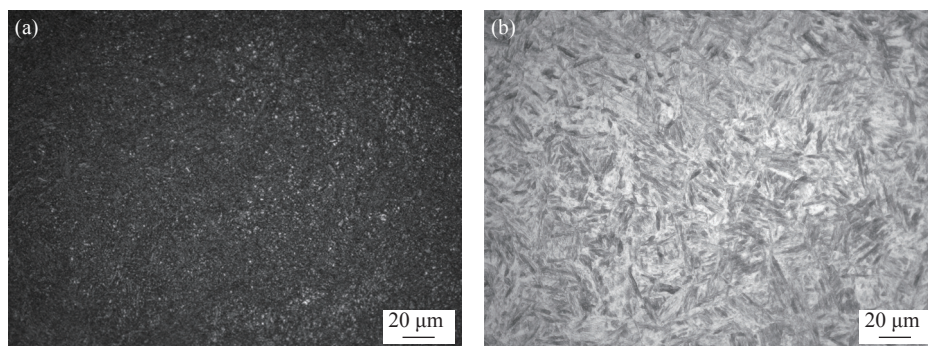


图5 500 °C 预氧化 60 min 热处理试样金相组织: (a) 表层组织; (b) 心部组织

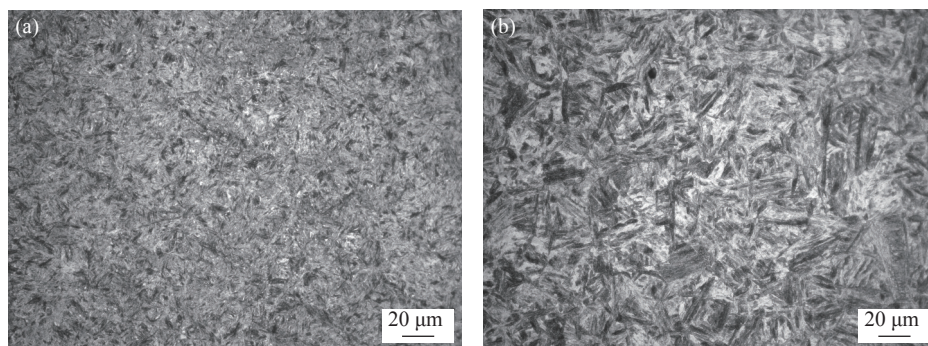


图6 600 °C 预氧化 60 min 热处理试样金相组织: (a) 表层组织; (b) 心部组织

从金相组织可以观察到,在400、500、600 °C下预氧化处理60 min后,表层组织基本上都是由片状与薄片状马氏体组成,心部则主要由相对粗大的板条马氏体组成,与未预氧化的热处理试样组织相似,这说明预氧化并不会影响试样渗碳淬火后的组织。

渗碳层厚度

通过显微硬度来测量试样的渗碳层深度,显微硬度施加压力9.8 N,每个试样分别选择3个不同的面进行表层至心部的显微硬度测试,并取相同深度下所得硬度的平均值作为最终结果。图7所示为不

同温度预氧化60 min试样热处理后显微硬度。从图中可以看出,未预氧化的热处理试样显微硬度曲线误差棒较大,代表不同位置在相同深度下硬度差异较大,说明渗碳硬化程度不均匀。而经过500 °C预氧化的热处理试样的显微硬度误差棒较小,曲线相对比较平稳,代表其不同位置的渗碳硬化程度较为均匀。400和600 °C下预氧化的热处理试样的显微硬度误差棒则相对较大,说明在400和600 °C下预氧化的热处理试样不同位置的渗碳硬化程度不够均匀,这是由于400 °C预氧化时,温度过低,形成的氧化膜厚度不够,不能有效地调节碳原子的扩散速率,导致碳原子在表面扩散不均匀,从而形成不均

匀的渗碳层；600℃预氧化时，温度过高，会形成疏松的氧化膜，这些氧化膜在随后的渗碳过程中会起到阻挡作用，影响碳原子的扩散速率，从而导致渗碳层的均匀性存在差异；预氧化温度为500℃时，其温度适中，渗碳层均匀度较好。HV 550处的垂直距离为渗碳淬火硬化层深度，从图7可以得

出，400、500、600℃下预氧化60 min试样热处理硬化层深度分别为2.10、2.17和1.89 mm，而未经过预氧化热处理的试样硬化层深度为2.07 mm。从结果中可以得出，500℃预氧化处理工艺提升幅度最大，而600℃下预氧化60 min试样热处理硬化层深度较未预氧化处理试样反而有所下降。

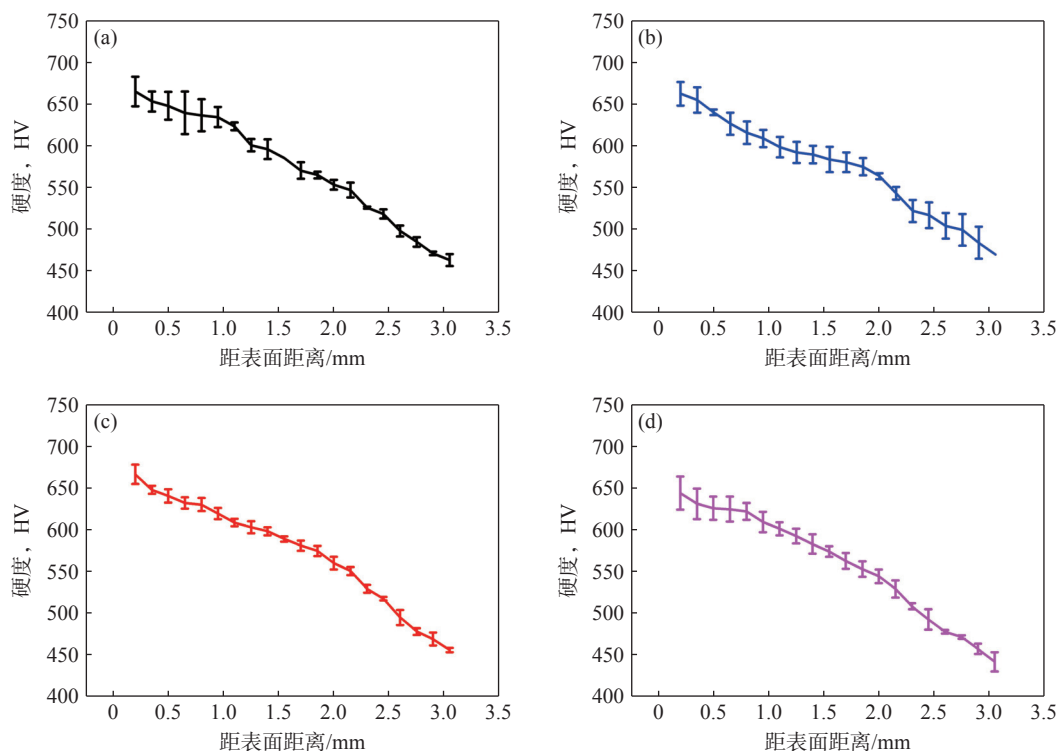


图7 试样表层显微硬度曲线: (a) 未预氧化; (b) 400℃预氧化; (c) 500℃预氧化; (d) 600℃预氧化

洛氏硬度分析

通过洛氏硬度计来检测试样的表层和心部硬度值，测量洛氏硬度施加压力1470 N，载荷时间为5 s。表2所示为不同温度预氧化60 min试样热处理后洛氏硬度测试结果。从表2中可以看出，预氧化试样心部硬度均满足HRC 42~46的硬度要求，且在400、500、600℃预氧化下热处理试样心部硬度均在HRC 44附近，波动不大，与未氧化热处理试样相

比，心部硬度都有所提高，但硬度提高较小，说明预氧化工艺对心部组织的硬度影响不大。400、500℃预氧化下热处理试样表层硬度满足HRC 58~62的硬度要求，500℃预氧化试样相较于未预氧化试样表层硬度有一定提升，且更为均匀。400℃预氧化试样相较于未预氧化试样整体提升不大，没有改善其渗碳层不均匀现象。而600℃预氧化试样热处理后表层硬度低于HRC 58，且渗层硬度不均现

表2 不同预氧化温度试样热处理后洛氏硬度测试结果

预氧化温度/℃	表层硬度, HRC	表层平均硬度, HRC	心部硬度, HRC	心部平均硬度, HRC
未预氧化	58.4、58.6、59.0、59.8、59.3	59.0	43.5、43.9、43.5、43.7、43.6	43.6
400	59.7、58.5、59.1、59.8、58.4	59.1	44.2、44.4、43.8、44.7、43.6	44.1
500	60.0、59.6、59.7、59.9、59.8	59.8	44.2、43.8、44.1、44.6、44.3	44.2
600	58.6、57.0、57.1、58.5、57.8	57.8	44.2、44.0、43.6、44.0、44.1	44.0

象增加,这是由于 600 °C 预氧化形成的 Fe_2O_3 氧化膜会增加氢的还原时间,降低试样渗碳速度和表面硬度。

耐磨性分析

从上文研究结果可以发现,400 °C 预氧化处理意义不大,500 °C 预氧化处理后能够有效消除渗碳层不均现象,并在一定程度上提升热处理试样表面硬度和渗碳速度,预氧化温度在 600 °C 以上试样表面形成的氧化膜过厚反而会降低渗碳效果。因此,从表层硬度上可以分析出,500 °C 为最佳预氧化温度,对 500 °C 预氧化后的样品继续进行摩擦磨损测试,检测其耐磨性能。

本研究采用滑动摩擦实验,试样的形状及尺寸加工参照国家标准 GB/T 12444—2006。磨损实验中选用的对磨材料为 GCr15 轴承钢,加工为圆环状,外径尺寸为 $\phi 50$ mm,内径尺寸为 $\phi 16$ mm。实验参数如下:转速为 400 r/min,载荷为 200 N,时间为 120 min。本实验每隔 30 min 检测一次样品质量损失量。图 8 为 500 °C 下热处理最终样品和未氧化热处理样品的摩擦磨损损失质量对比图。

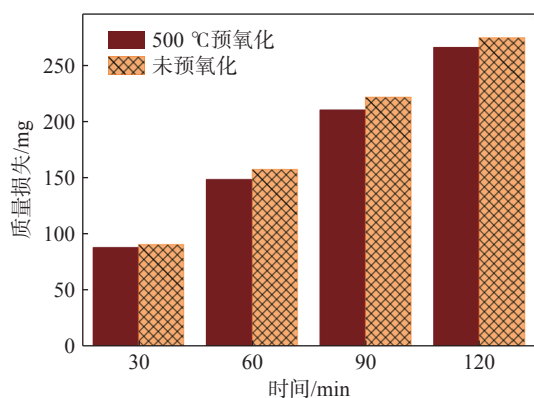


图 8 500 °C 预氧化试样和未预氧化试样摩擦磨损实验对比

从图 8 可以看出,500 °C 下预氧化处理样品和未预氧化热处理样品在经过 30、60、90、120 min 的摩擦磨损之后,经过预氧化处理的试样,在任何时

间段,其磨损量均要低于未预氧化试样,可以表明,预氧化处理对于材料的耐磨性能有一定程度提升。

结束语

(1) 根据 X 射线衍射分析预氧化时间 60 min 已经达到要求。

(2) 预氧化并不会影响试样渗碳淬火后的组织。

(3) 500 °C 预氧化 60 min 能够有效消除碳层不均现象,并在一定程度上提升热处理试样表面硬度、渗碳速度以及耐磨性。

参考文献

- [1] Weller K, Suter T, Wang Z M, et al. The effect of pre-oxidation treatment on the corrosion behavior of amorphous $\text{Al}_{1-x}\text{Zr}_x$ solid-solution alloys. *Electrochim Acta*, 2016, 188: 31
- [2] 潘霞,张洋鹏,董志宏,等.预氧化处理对 12Cr 铁素体/马氏体钢耐 Pb-Bi 腐蚀性能的影响. *金属学报*, 2024, 60(5): 639
- [3] Zhang Q, Hui X D, Li Z Z, et al. Effect of pre-oxidation treatment on corrosion resistance of FeCoSiBPC amorphous alloy. *Materials*, 2022, 15(9): Art No. 3206
- [4] 李哲轩,梁君岳,李鑫奇,等.预氧化提高 Ti-48Al-2Nb-2Cr 合金的抗热腐蚀性能. *材料研究与应用*, 2022, 16(6): 896
- [5] 王盼航,余竹煥,张洋,等.预氧化对一种镍基单晶高温合金的热腐蚀影响. *材料科学与工艺*, 2018, 26(6): 36
- [6] 施国梅,刘永,王蕊,等.预氧化对 1Cr11Ni2W2MoV 不锈钢渗氮层质量的影响. *材料保护*, 2022, 55(5): 113
- [7] 孙艳,罗宏亮.预氧化处理对 20CrMo 齿轮渗碳工艺的影响. *长春工程学院学报(自然科学版)*, 2008(3): 16
- [8] 张天宇. 18Cr2Ni4W 渗碳层强韧化处理与疲劳磨损行为研究 [学位论文]. 徐州: 中国矿业大学, 2022

作者简介: 何业增 (1987—), 男, 博士, 副教授。主要从事金属材料热处理及表面改性、超硬超耐磨材料制备以及能源电极材料设计等。通信地址: 江苏省徐州市大学路 1 号中国矿业大学南湖校区材料学院 A411; E-mail: heyezeng@cumt.edu.cn。