

## 偏压对 45 钢离子渗氮行为的影响

王 亮, 李 杨, 张丹丹

(大连海事大学 材料科学与工程系, 辽宁 大连 116026)

**摘 要:** 在直流脉冲等离子体渗氮炉内放置一由双层圆筒组成的活性屏, 双层圆筒与阴极相接, 由于其直径不同可以产生空心阴极放电。将 45 钢试样放置在活性屏内, 一组试样处于悬浮状态, 另一组试样施加负偏压(-50~-150 V), 同时在 400~550 °C 下进行离子渗氮处理。并用金相显微镜、XRD 和显微硬度计对渗氮层进行对比分析。结果表明: 偏压显著影响渗氮层的组织结构和性能。偏压试样渗氮层与悬浮试样相比, 具有更厚的化合物层, 表面硬度更高, 扩散层更厚。

**关键词:** 离子渗氮; 45 钢; 偏压; 空心阴极放电

**中图分类号:** TG156.8

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1007-9289(2010)04-0052-04

### Effect of Substrate Bias Voltage on Plasma Nitriding Behaviour of AISI 1045 Steel

WANG Liang, LI Yang, ZHANG Dan-dan

(Department of Materials Science and Engineering, Dalian Maritime University, Dalian 116026)

**Abstract:** A series of experiments have been conducted on AISI 1045 steel using a hollow cathode discharge-assisted plasma nitriding apparatus with the aim of elucidating the role of substrate bias voltages in plasma nitriding process. Treatments were carried out in NH<sub>3</sub> atmosphere of 100 Pa for 4 h at temperatures ranging from 400 to 550 °C. The samples were characterized by optical microscopy, X-ray diffraction and microhardness measurement. The effects of voltage bias on the phase formation, microstructure and hardness of the samples were also studied by setting the voltage to 0, -50, -100 and -150V. The results showed that the microstructure and phase constituents of the nitride layers were strongly influenced by the bias voltages. It can be seen that there is higher hardness with a thicker nitrided layer on the biased sample.

**Key words:** plasma nitriding; AISI 1045 steel; bias voltage; hollow cathode discharge

## 0 引 言

直流离子渗氮是利用辉光放电形成等离子体对金属表面进行强化处理的方法, 具有渗氮速度快、工件变形小、处理温度低的优点, 因而广泛用于提高零件的耐磨性、耐蚀性和抗疲劳性能<sup>[1,2]</sup>。离子渗氮时, 工件置于阴极盘上, 炉壁为阳极, 在阴阳极之间加以数百伏直流电压, 炉内低压含氮气体被电离, 在电场的作用下以较大的能量轰击工件表面, 产生的热量把工件加热到一定的温度, 同时放电产生的活性氮等物质在工件表面发生物理化学反应。但受气体放电特性的影响, 存在一些难以解决的技术难题, 如工件温度均匀性差、工件表面打

弧和空心阴极效应等问题<sup>[3,4]</sup>。为解决以上问题, 近年来出现了一些新的离子渗氮技术, 如活性屏离子渗氮<sup>[3-5]</sup>、等离子体源离子渗氮<sup>[6]</sup>和离子注入离子渗氮<sup>[7]</sup>等。这些新的渗氮技术在渗氮过程中, 等离子体产生都不依赖于工件。其中活性屏离子渗氮技术在处理过程中, 工件处于悬浮状态, 离子轰击金属屏而不是工件本身, 故解决了直流离子渗氮存在的问题。但由于其单层活性屏辐射加热, 加热效率低。其次, 活性屏体积较小<sup>[4,5]</sup>, 限制了其使用范围。

为解决活性屏存在的问题, 采用大直径的双层圆筒作为活性屏。利用双层圆筒的直径不同, 产生空心阴极放电。文中利用双层活性屏技术对 45 钢进行离子渗氮处理, 并研究了偏压对渗氮行为的影响。

## 1 试验方法

### 1.1 试验制备

试验材料为45钢, 试样尺寸为 $\Phi 20\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 圆盘, 用砂纸从粗到细将表面磨平并抛光。

渗氮试验在自制的20 kW直流脉冲等离子体渗氮炉中进行, 炉内安装一套由直径不同的双层圆筒组成的活性屏装置, 参见文献<sup>[8]</sup>。小圆筒与大圆筒间距为8~10 mm, 小圆筒上平均分布直径为8 mm的孔洞。双层圆筒活性屏与直流脉冲电源阴极相连接, 炉壁做为阳极。双层圆筒产生空心阴极放电, 可迅速加热到处理所需要的温度。试样分为两组放置, 一组试样处于悬浮状态, 对另一组试样施加负偏压(-50~-150 V)。整套试验装置的示意图见图1。炉内抽真空约到10 Pa后, 充入纯氮气并维持工作气压100 Pa左右。阴阳极之间放电电压为500~700 V, 放电电流为4~6 A。氮化温度在400~550 °C之间, 渗氮时间为4 h。样品随炉冷却。

### 1.2 分析测试方法

用金相显微镜观察试样渗氮层的组织形貌; 用X射线衍射分析仪测定渗层的结构,  $\text{CuK}\alpha$  (波长为0.15406 nm), 电压为40.0 kV, 电流30.0 mA, 扫描范围为20~100°, 扫描步长为0.02°; 用MH-6型显

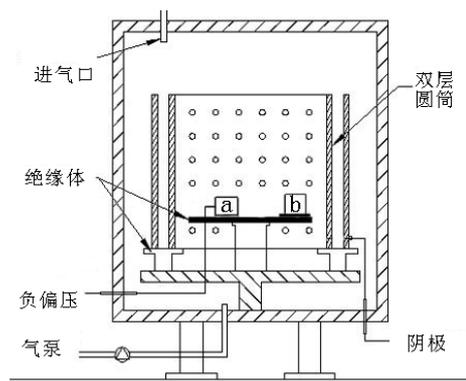


图1 离子渗氮试验装置示意图

Fig.1 Schematic of plasma nitriding apparatus

微硬度计测量表面硬度和截面硬度, 条件为载荷50 g, 加载时间5 s。

## 2 结果与讨论

### 2.1 偏压对渗氮层的影响

渗氮试样用4%的硝酸酒精溶液腐蚀。在400 °C下, 无论是偏压试样还是悬浮试样, 都没有发现明显的白亮层。在450 °C下, 悬浮试样渗氮后形成一层很薄(约2.0  $\mu\text{m}$ )白亮层(如图2(a)), 而偏压试样渗氮后, 在表面形成连续的约3.0  $\mu\text{m}$ 厚的白亮层(如图2(b))。随着温度升高, 两组试样的白亮

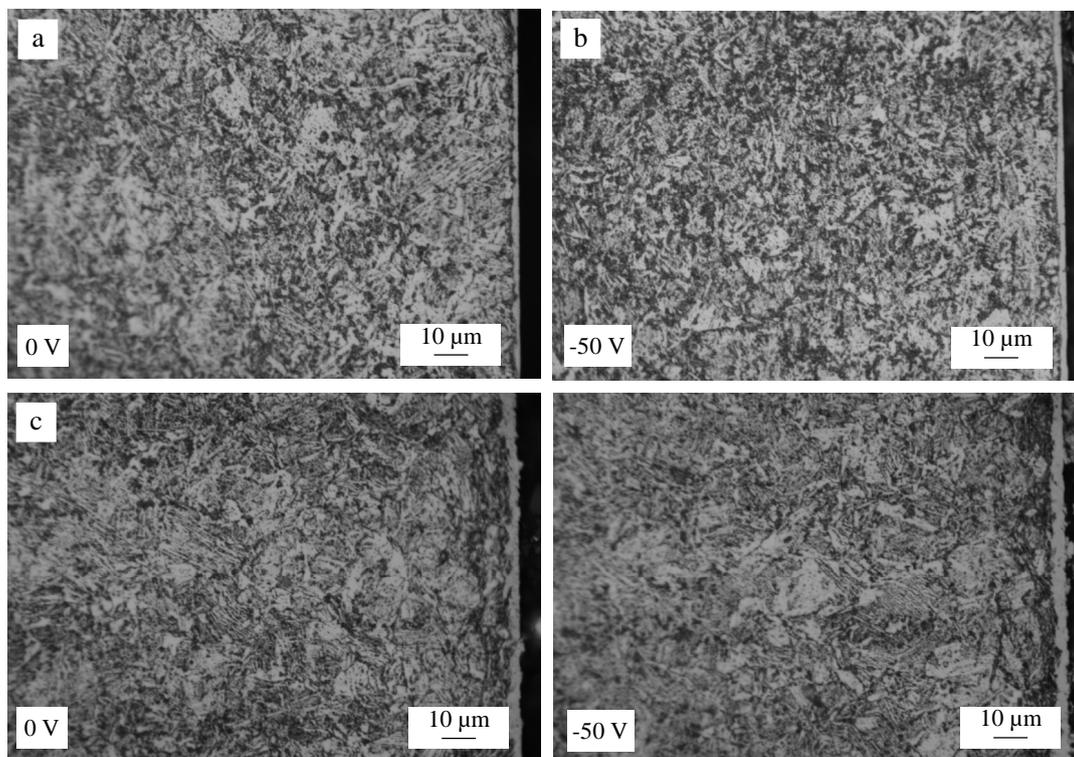


图2 试样在450 °C (a) 和 (b), 550 °C (c) 和 (d) 渗氮后的金相照片

Fig.2 Optical cross-sectional images of samples nitride at 450 °C (a) and (b) and 550 °C (c) and (d)

层都不断变厚。550 °C偏压试样的白亮层厚度达到7.0 μm，而悬浮试样的白亮层厚度5.0 μm。

图3分别是悬浮和偏压(-50 V)试样离子渗氮后的X射线衍射图谱。在380 °C下，两者的表面渗氮层的主要以α相为主。随着温度的升高，α相不断减少，ε-Fe<sub>2-3</sub>N相和γ'-Fe<sub>4</sub>N相不断增加。

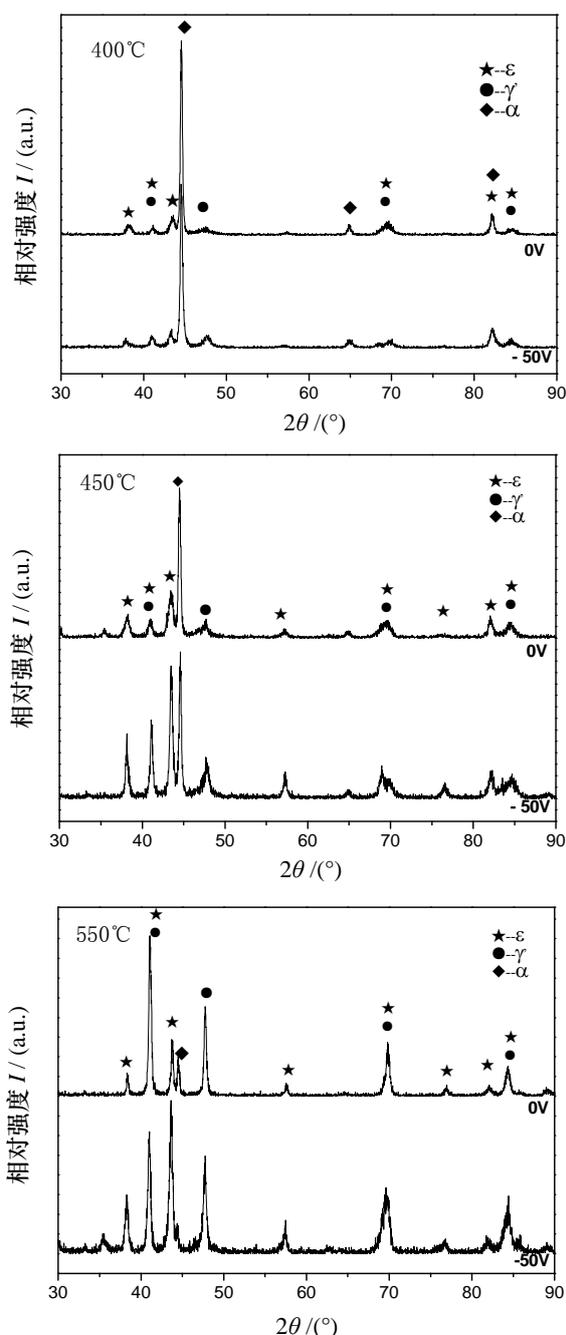


图3 试样400, 450和550 °C在渗氮4 h后表面X射线衍射图谱

Fig.3 X-ray diffraction patterns of the samples nitrided at 400, 450 and 550 °C for 4 h

在450 °C下，偏压试样的氮化层中ε-Fe<sub>2-3</sub>N相和γ'-Fe<sub>4</sub>N相明显多于悬浮试样的。在550 °C下，两者都基本以ε-Fe<sub>2-3</sub>N相和γ'-Fe<sub>4</sub>N相组成。但偏压试样所含ε-Fe<sub>2-3</sub>N相多于悬浮试样的，这说明，偏压作用下，能够促进氮的扩散，使表层整体含氮量提高。

图4为悬浮和偏压(-50 V)试样离子渗氮后表面硬度曲线图。在450 °C和550 °C下，偏压试样表面硬度明显高于悬浮试样，且扩散层厚度也厚于悬浮试样。

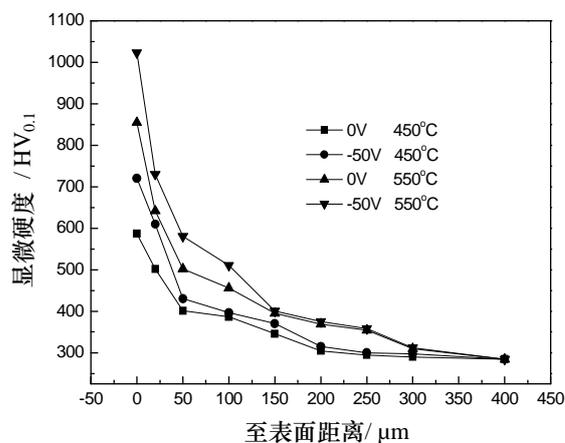


图4 样品450 °C和550 °C在渗氮后的表层硬度分布  
Fig.4 Microhardness profiles of the nitrided samples at 450 °C and 550 °C

## 2.2 不同偏压对渗氮层的影响

图5是500 °C下不同偏压试样渗氮4 h后的金相组织。可以看出加不同偏压试样的化合物厚度没有明显差别，但均厚于悬浮试样。

图6是不同偏压下试样离子渗氮后的X射线衍射图谱。可以看出，不同偏压试样的氮化层中ε-Fe<sub>2-3</sub>N相和γ'-Fe<sub>4</sub>N相含量均高于悬浮试样的。并且不同偏压下，ε-Fe<sub>2-3</sub>N相和γ'-Fe<sub>4</sub>N相所含比例亦不同。当偏压为-100 V，所含ε-Fe<sub>2-3</sub>N明显多于-50 V试样。当偏压升至-100 V时，γ'-Fe<sub>4</sub>N相含量升高，ε-Fe<sub>2-3</sub>N明显降低。结果表明，对试样施加偏压应该控制在-100~-50V之间。

图7为不同偏压样品渗氮后的表面硬度曲线图。图中可见，不同偏压试样的表面硬度没有明显差别，当偏压为-100 V时，硬度值最高为950 HV。不同偏压试样的扩散层厚度也没有明显不同，当偏压-50 V和-100 V时，扩散层厚度略厚于-100 V。可见，当偏压不同时，对渗氮层硬度影响不大。

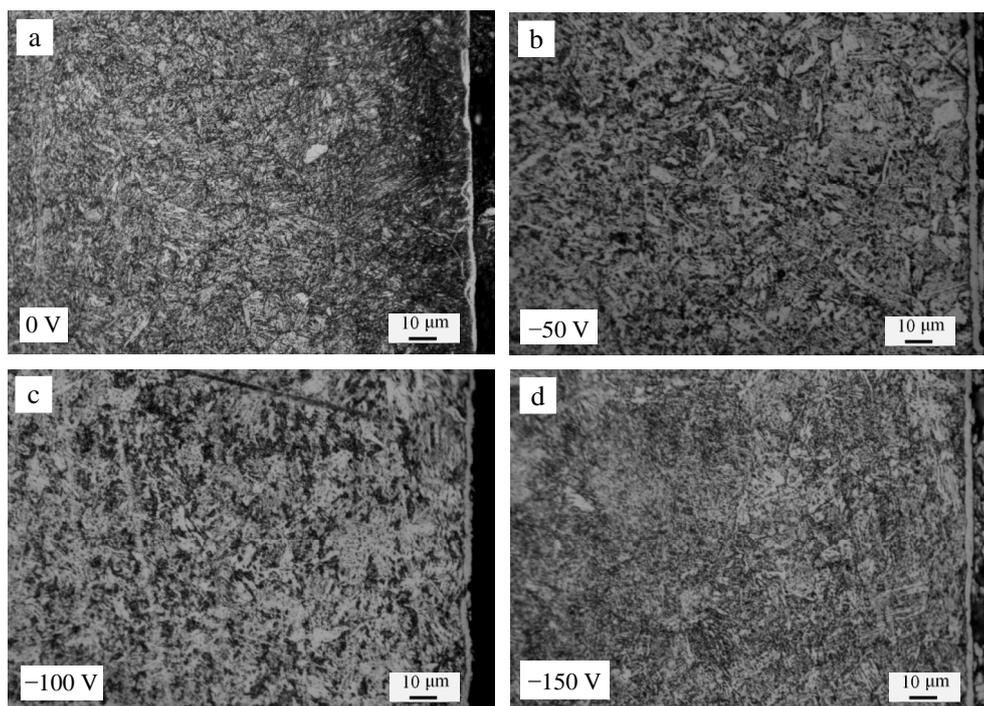


图 5 样品在不同偏压下渗氮 (500 °C) 的金相照片

Fig.5 Optical micrographs of the nitrided samples with different substrate bias voltages at 500 °C

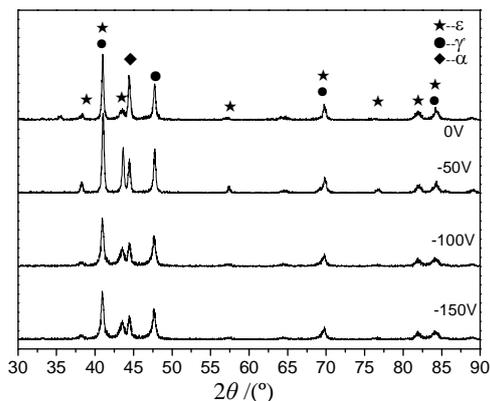


图 6 样品在不同偏压下渗氮(500 °C)的 X 射线衍射图谱  
Fig. 6 X-ray diffraction patterns of samples under different substrate bias voltage at 500 °C

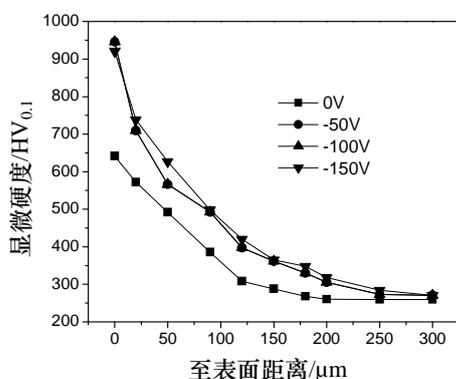


图 7 在不同偏压下渗氮(500 °C) 表层硬度分布  
Fig.7 Microhardness profiles of the nitrided layers of samples with different substrate bias voltages at 500 °C

### 3 结 论

(1) 对 45 钢试样施加一定偏压 (-50 V~-100 V) 时, 可以获得化合物层更厚和硬度更高的渗氮层。

(2) 当渗氮温度在 450~550 °C 时, 偏压试样中  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  相含量高于悬浮试样。

### 参考文献:

- [1] 杨烈宇. 离子轰击渗扩技术 [M]. 北京:人民交通出版社, 1990, 61-154.
- [2] Winfried Gräfen, Bernd Edenhofer. New developments in thermo-chemical diffusion processes [J]. Surface and Coatings Technology, 2005, 200: 1830-1836.
- [3] Li C X, Bell T, Dong H. A study of active screen plasma nitriding [J]. Surface Engineering, 2002, 18(3): 219-227.
- [4] 赵程. 活性屏离子渗氮技术的研究 [J]. 金属热处理, 2004, 29 (3): 1- 4.
- [5] Ahangarani Sh, Mahboubi F, Sabour A R. Effects of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel [J]. Vacuum, 2006, 80: 1032-1037.

(下转第 59 页)