

40Cr 钢表面纳米化组织与性能的研究

葛利玲, 路彩虹, 井晓天, 卢正欣, 刘忠良

(西安理工大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710048)

[摘要] 采用超音速微粒轰击技术(SFPB)对 40Cr 调质钢进行表面纳米晶结构层的制备, 利用 TEM、XRD、GX-71 型金相显微镜和 TUKON2100 显微/维氏硬度计等对表面纳米层的组织结构、硬度以及耐磨性进行了分析研究。结果表明: 经过 SFPB 表面处理后, 40Cr 调质钢表面晶粒细化, 形成了随机取向的铁素体和渗碳体纳米晶粒构成, 晶粒尺寸达到 10nm, 纳米层厚度为 40 μ m。纳米晶粒尺寸随着距表面距离的增加而增大, 纳米化主要是位错运动的结果。经 SFPB 处理后, 表层的显微硬度提高到 526HV, 且随着深度的增加, 硬度迅速降低, 表面的耐磨性也明显提高。

[关键词] 40Cr 钢; 超音速微粒轰击技术; 纳米结构表面层; 显微硬度; 耐磨性

[中图分类号] TG176

[文献标识码] A

[文章编号] 1001-3660(2008)02-0011-03

Study on Microstructure and Properties of 40Cr Steel Surface Nanocrystallization

GE Li-ling, LU Cai-hong, JING Xiao-tian, LU Zheng-xin, LIU Zhong-liang

(School of Materials Science and Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

[Abstract] By means of supersonic fine particles bombarding (SFPB), nanostructured surface layer was fabricated on 40Cr steel plate. The microstructure features of various sections in the surface layer were characterized by using XRD, TEM and optical microscope observation. The micro-hardness was measured by micro-hardness instrument. The result shows that after SFPB treatment, in the surface layer, nano-sized grains are observed and composed of ferrite and cementite phases, the mean grain size in the surface layer is about 10 nm and the depth is about 40 μ m; The grain size increases depending upon distance from the treated surface. Experimental evidence and analysis indicate grain refinement could be mainly attributed to the movement of dislocation. The surface micro-hardness is increased to 526HV, and decreases rapidly with the increase of the depth from the surface. At the same time, its wear resistance also is greatly improved.

[Key words] 40Cr steel; Supersonic fine particles bombarding; Nanostructured surface layer; Micro-hardness; Wear resistance

0 引言

材料的疲劳、腐蚀、磨损对材料的表面结构和性能很敏感, 通过表面纳米化技术在材料表面获得组织和性能优异的纳米结构层, 从而能够提高材料的整体性能和服役行为。金属表面纳米化, 即在材料的自身表面形成具有纳米结构的表面层, 纳米结构表层与基体之间没有明显的界面, 对常规的技术进行改性即可实现。这样既避免了制备块体纳米材料的困难, 又可提高材料表面的性能。1999 年, Lu K 等^[1-2]提出了金属材料表面纳米化(Surface Nanocrystallization, SNC)的概念, 为纳米技术在工程材料中的应用提供了创新的途径。

目前, 研究最多的表面自身纳米化方法是表面机械研磨法, 利用该技术制备的材料包括纯铁、低碳钢、45 钢以及奥氏体不

锈钢、有色金属^[3-5]等多种金属材料。本文利用一种适合于复杂形状和大面积金属构件的表面纳米化新技术——超音速微粒轰击技术^[6], 在工程上常选用的 40Cr 调质钢的表面制备纳米晶结构层, 通过 TEM、XRD、SEM 等技术分析研究其微观结构特征, 初步讨论其形成机理, 并用显微硬度计测试表面纳米化后的表面硬度变化。

1 试验方法

1.1 试验材料及设备

试验材料选用 40Cr 调质钢, 试样尺寸为 $\phi 60\text{mm} \times 6\text{mm}$, 化学成分(质量分数)为: 0.44% C、0.97% Cr、0.66% Mn、0.17% ~ 0.37% Si、S \leq 0.35%、P \leq 0.035%、N \leq 0.3%、Cu \leq 0.3%。热处理工艺为 860 $^{\circ}\text{C}$ 保温油淬, 在 600 $^{\circ}\text{C}$ 保温 2h, 然后随炉冷却。热处理后的 40Cr 钢组织为回火索氏体, 晶粒尺寸为 40 ~ 60 μ m, 硬度 283HV。

超音速微粒轰击技术是在 ProGRESSIVE 数控喷丸机上进行, 利用压缩空气作为载体气体, 压缩空气经由拉瓦(Laval)喷

[收稿日期] 2007-12-13

[基金项目] 陕西省自然科学基金项目(2005E101)

[作者简介] 葛利玲(1961-), 女, 陕西户县人, 高级工程师, 学士, 从事材料的微观组织及性能的研究。

嘴获得超音速,并携带硬质微粒轰击到金属表面,由于无数微粒高速反复撞击材料的表面,使材料表层发生强烈塑性变形,导致表面晶粒细化,逐步达到纳米晶。具体工艺参数见表1。

表1 SFPB 处理的工艺参数

Table 1 Processing parameters of SFPB treating

试样编号	气流压力/MPa	轰击介质	钢丸直径/mm	处理时间/s
0 [#]				0
1 [#]	0.4	S110 不锈钢	0.3	60
2 [#]		钢弹丸		160
3 [#]				320

1.2 分析方法

利用 GX-71 型金相显微镜观察 SFPB 处理后试样横截面的组织结构变化,试样经过研磨、抛光后用 4% (体积分数) 的硝酸酒精溶液进行腐蚀。用 XRD-7000S 型 X-射线衍射仪对样品表层结构进行分析,采用 Cu 靶,管压为 40kV,管流为 40mA,并用 Scherrer-Wilson 方程通过衍射线半高宽度计算平均晶粒尺寸^[7]。样品纳米晶粒尺寸在 JEM-3010 高分辨透射电子显微镜上观察,加速电压 200kV,对平行于表面不同深度的微观结构进行观察。TEM 试样的制备过程如下:首先从 SFPB 处理过的试样上线切割 1mm 厚的薄片,手工打磨至 50 μ m 左右,然后从薄片上冲下 $\phi=3$ mm 的圆片,最后在 MTP-1A 型磁力双喷电解减薄仪上完成制备。使用 TUKON2100 显微/维氏硬度计对表层显微硬度进行测量,记录 5 个数据,求得平均值。用线切割将试样切成 30mm \times 30mm \times 5mm 的样品,在自制球盘摩擦磨损试验机上检测样品处理前后的摩擦磨损性能,载荷 8N,对磨球材料为 GCr15,对磨时间为 15min。

2 试验结果与分析

2.1 表面纳米化组织结构分析

图1为40Cr调质钢采用不同SFPB工艺处理后的横截面形貌变化情况。由图1可以看出,试样经过SFPB处理后,在试样表面厚度不均匀的黑色索氏体不明显,但黑色表面以下基体中可以清楚地看到较暗的铁素体和较亮的渗碳体(如图1a所示)。表明在表面附近区域发生了随机取向的、不同厚度的塑性变形,呈流线形,越靠近表面,塑性变形程度越大。

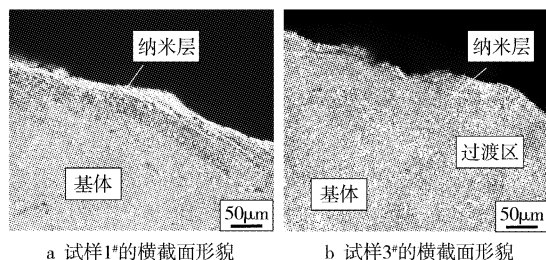


图1 SFPB 处理后的横截面金相照片

Figure 1 Optical morphologies of the SFPB treated sample

如图1b所示,处理的时间越长,变形层越厚,由试样1[#]的二三十微米,增加到试样3[#]的60 μ m左右;且由于过渡层的出现,使得表面细晶区与晶粒粗大的基体的界限变得模糊。40Cr钢的层错能较高,塑性变形以位错运动为主,当轰击力(P)超过金

属的屈服极限时,试样表面开始发生塑性变形,由于各晶粒位相不同,有些晶面容易发生滑移,而有些则比较难发生滑移,使得变形层厚度不均匀。随着轰击时间增加,晶面开始转动,增加了大量的滑移面,开动了大量位错,从而变形量增加,变形层变厚。

试样经过 SFPB 处理后,铁素体的 (110)、(200)、(211)、(220) 四个晶面 Bragg 衍射峰均发生明显的宽化,图2为其中的 (110) 面的 X 射线衍射峰,可以看出,经 SFPB 处理后的衍射峰明显宽化,这一变化可能是晶粒细化和微观应变增加的结果。根据 Scherrer-Wilson 方程计算得试样表面平均晶粒尺寸见表2,试样的表面平均晶粒尺寸分别为 21.871、20.520、19.959nm,可见晶粒尺寸达到了纳米量级,且随着轰击时间的增加,晶粒尺寸逐步减小。

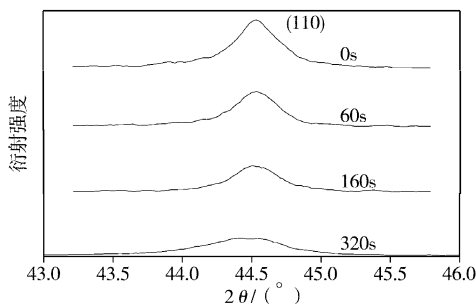


图2 0[#]、1[#]、2[#]、3[#]试样经 SFPB 处理后的 XRD 图

Figure 2 XRD patterns of the SFPB treated sample

表2 SFPB 处理后 40Cr 调质钢的平均晶粒尺寸

Table 2 Mean grain size of the SFPB treated 40Cr

试样编号	1 [#]	2 [#]	3 [#]
平均晶粒尺寸/nm	21.871	20.520	19.959

X 射线衍射法只是从宏观上统计晶粒的平均尺寸,且其准确度随着衍射线宽化程度的降低而降低,要直观地看到表面层的晶粒尺寸以及随深度的变化,还需要通过 TEM 进行进一步的证实。40Cr 调质钢在 SFPB 处理后,表面均形成了纳米层,图3为其中塑性变形层最厚的 3[#]试样的 TEM 像。图3a为试样距表面 5 μ m 深度处的纳米层区的 TEM 像及其电子衍射花样,可以看出试样经 SFPB 处理后接近表面处的晶粒为比较均匀的等轴纳米晶,统计平均晶粒尺寸为 10nm 左右,衍射环呈连续状分布,亦表明表面层晶粒为纳米晶,且所有纳米晶的取向是随机的,各晶粒间的相位角为大角度晶界。图3b为距表面 15 μ m 深度处过渡区 TEM 像及其电子衍射花样,统计平均晶粒尺寸为 25nm 左右,比表面层晶粒尺寸有所增大,且晶粒取向有了一定的方向性,通过对其电子衍射花样的标定(如图3d所示),结果表明,包含有铁素体和渗碳体两相组织,无其它相,且原组织中的铁素体和渗碳体均被细化。图3c为距表面 40 μ m 深度处接近基体的 TEM 像及其电子衍射花样,晶粒尺寸基本在 50~200nm 范围内,平均尺寸为 150nm,基本呈等轴状亚晶粒,取向近于随机分布,可见纳米层厚度可达 40 μ m。亚晶界较为清晰,从晶界上可以看到部分位错墙还未转化为亚晶界,说明亚晶界是由位错累积到位错墙,再由位错墙发展而来的。从衍射衬度的差异可以发现亚晶内部还存在尺寸较小的亚结构,这些亚结构就是由位错墙分开的胞状结构,说明亚晶界就是由位错胞转化而来的。电子衍射花样也已经呈不连续的点状分布,说明晶

粒明显变大,变形层厚度就在 $40 \sim 50 \mu\text{m}$ 范围内。TEM 检测结果的表面晶粒尺寸比 XRD 测得结果较大,是因为 XRD 的穿透深度范围是从表面到距表面 $10 \mu\text{m}$ 深度处,而采用 TEM 测定晶粒尺寸是从表面到距表面 $40 \mu\text{m}$ 处,所以其统计的平均晶粒尺寸较大。

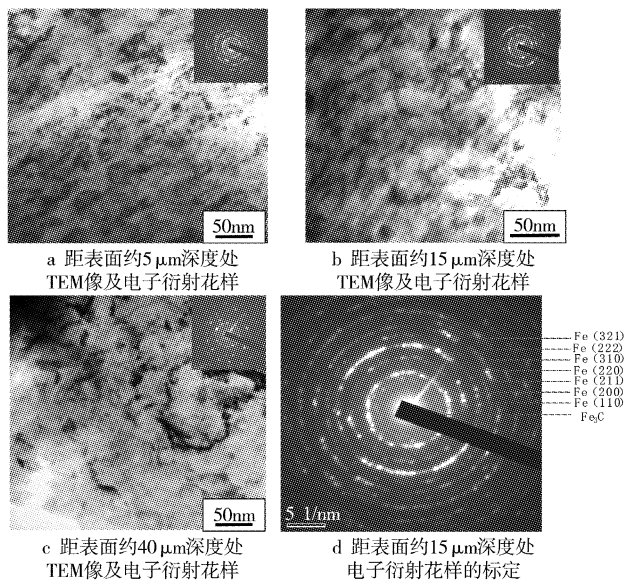


图 3 3#样品 SFPB 处理后的 TEM 像

Figure 3 TEM images and the corresponding selected area electron diffraction pattern of the SFPB treated sample 3

2.2 性能分析测试

表 3 为试样 3#从表面到 $150 \mu\text{m}$ 深处的横截面显微硬度值, SFPB 处理后试样的表面显微硬度提高到 2 倍左右,且随着深度的增加,急速下降,结果与 TEM 基本吻合。

表 3 试样 3#的横截面显微硬度

Table 3 Cross section micro-hardness of the SFPB treated sample 3

距表面深度/ μm	0	20	40	60	100	150
显微硬度 HV	526	470	306	291	284	283

图 4 为在 8N 载荷、往复摩擦 15min 条件下,3#试样 SFPB 处理前后的摩擦因数随时间的变化。可以看出,试样表面纳米化后,摩擦因数从原始的 $0.35 \sim 0.45$ 降低到 0.3 左右,提高了试样的耐磨性^[8]。从表 4 摩擦磨损失重数据可进一步看出,原始面失重 0.165 2g,而表面纳米化后试样失重 0.021 6g,磨损失重明显减少,耐磨性能提高。

3 结 论

1) 利用 SFPB 技术在 40Cr 调质钢表面制备了具有纳米晶特征的表面层,铁素体和渗碳体均已达到纳米级。

2) SFPB 处理工艺为 0.4MPa,320s 时,在 40Cr 调质钢表面制备了 $40 \mu\text{m}$ 左右厚度的纳米结构层,其表面纳米化机理主要是大量位错运动的结果。

3) 显微硬度测试表明,经 SFPB 处理后,40Cr 调质钢的表面显微硬度可达 526HV,提高到原始状态的 2 倍。

4) 经 SFPB 处理后,40Cr 调质钢的摩擦因数从 0.45 降低到

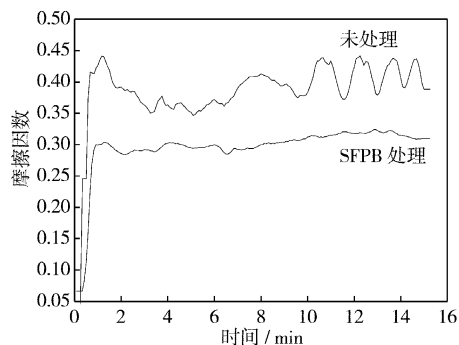


图 4 SFPB 处理样品和原始样品摩擦因数随对磨时间的变化趋势

Figure 4 Variation of the friction coefficient with the wear time for the samples after SFPB and original

表 4 3#试样 SFPB 处理前后摩擦磨损失重数据

Table 4 Weight loss data of 3 samples after SFPB and original

样品	磨前/g	磨后/g	磨损失重/g
SFPB 处理面	19.607 6	19.586 0	0.021 6
原始面	19.850 7	19.685 5	0.165 2

0.3,耐磨性提高。

[参 考 文 献]

- [1] Lu Ke, Lv Jian. Surface nanocrystallization(SNC) of metallic materials presentation of the concept behind a new approach [J]. J Mater. Sci. Technol., 1999, 15(3): 193-197
- [2] Lu K, Lu J. Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment [J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 375(37): 38-45
- [3] Masahide Sato, Nobuhiro Tsuji, Yoritoshi Minamino, et al. Formation of nanocrystalline surface layers in various metallic materials by near surface severe plastic deformation [J]. Science and Technology of Advanced Materials, 2004, (5): 145-152
- [4] 雍兴平, 刘刚, 吕坚, 等. 低碳钢表面纳米化处理及结构特征 [J]. 金属学报, 2002, 38(2): 157-160
- [5] 巴德玛, 马世宁, 李长青, 等. 超音速微粒轰击 45 钢表面纳米化的研究 [J]. 材料科学与工艺, 2007, 15(3): 342-346
- [6] 熊天英, 刘志文, 李智超, 等. 超音速微粒轰击金属表面纳米化新技术 [J]. 材料导报, 2003, 17(3): 69-71
- [7] 黄惠忠. 纳米材料分析 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2003. 244
- [8] 王立平, 高燕, 薛群基, 等. 晶粒尺寸对纳米晶钴摩擦磨损性能的影响 [J]. 表面技术, 2005, 31(1): 31-33

专利名称: 用化学气相沉积法由烷氧化铋制备铁电薄膜

专利申请号: 99815966.2 公开号: CN1537178

申请日: 1999-12-06 公开日: 2004-10-13

申请人: 德国因芬尼昂技术股份公司; 先进技术材料公司

化学气相沉积被用来在加热的底物上通过分解一些氧化物的前体而在该底物表面上形成氧化铋、氧化铟和氧化钽的薄膜。氧化铋的前体是一种铋的络合物, 它包含至少一个烷氧基并且可在低于 450°C 的温度条件下分解和沉积。用低温 CVD 方法获得的氧化铋、铟、钽的薄膜主要是非铁电性的薄膜, 但可通过后续的加热过程而转化成铁电性薄膜。