

汽车齿轮用低碳低合金钢表面渗碳处理的电子探针表征

EPMA-009

摘要：低碳低合金钢齿轮零件通过表面渗碳硬化处理后，能够使表面具有高硬度、高耐磨性及抗疲劳性能的同时保持心部的强韧性。表面渗碳的浓度、渗层深度及梯度分布对于产品的性能影响至关重要。但由于碳属于轻元素，类似于这种低含量的梯度分布变化的测试使用其他仪器测试难以完成，而岛津电子探针 (EPMA) 由于配置 52.5° 的高特征 X 射线取出角，能够更有效地减少基体吸收所带来的影响，具有高灵敏度和优异的检测限特征。

关键词：表面处理 硬化层 渗碳 浓度梯度 微区分析 电子探针

低碳低合金钢是在含碳量低的碳素钢基础上加入少量合金化元素而获得的高强度、高韧性等综合性能较好的钢种，合金元素一般总量低于百分之三。常使用的有：铁素体和珠光体型钢，如 09MnV、10MnPNbRE、0.6AlNbCuV 等；贝氏体钢，如 18MnMoNb；马氏体型钢，如 18MnPRE。

金属材料的表面处理是指对表面采用物理、化学、电化学、真空方法等进行表面处理和改性以形成具有特殊功能的表面层或某种功能的覆盖层，从而满足特定性能和特殊需要的工艺技术，常见的有电镀、热浸镀、阳极氧化、化学层转化、涂装、表面硬化等。具体又可以分成很多小类别，如表面硬化，常见的有表面淬火、表面渗碳、渗氮、镀铬及渗其他金属等。

渗碳是常见的一种表面硬化方法，通过渗碳的工艺使零件的表层具有很高的硬度、耐磨性及耐疲劳性但心部仍然保持较好的韧性和强度。主要用于承受磨损、交

变接触应力或者弯曲应力和冲击载荷的零部件，如各种轴类、齿轮等。

渗碳是将含碳量较低的零件在渗碳介质中加热和保温，使活性较强的碳离子渗入表面，从而在表面获得一定含碳量。常用的工艺有固体渗碳、液体渗碳和气体渗碳三种方法。渗碳层表面含碳量和渗碳深度随渗碳的时间增加而增加，随渗碳温度的升高而加深。

不同产品或者同类产品但使用场景的不同，对于渗碳表面浓度与渗层深度也会有所区分，测试和分析表面处理状态是对产品检验最基本的要求。这些基础数据的获得对于产品的开发、生产工艺的制定以及失效分析等各个方面具有指导作用。

本案例测试了汽车某齿轮部件的表面渗碳情况，展示了岛津 EPMA 具有 52.5° 高取出角对于低含量轻元素测试的优势。

实验部分

1.1 仪器

岛津电子探针 EPMA-1720



1.2 仪器配置

X 射线检出角：52.5°

罗兰圆尺寸：统一 4 英寸

晶体类型：约翰逊型全聚焦晶体

通道数：5 通道共 10 种晶体

1.3 分析条件

测试参数

加速电压 (AccV)：10 kV

束流 (Beam Current)：100 nA

测试时间 (Sampling time)：面分析 50 ms/point,

强度单位 (Unit)：Wt%

1.4 样品处理

汽车齿轮零件其中一个经过镶嵌后磨制抛光，另一个直接磨制抛光。分别使用不同粒度的金刚石进行抛光，使用 0.05 μm 的 Al_2O_3 终抛，最后使用压缩空气直接吹干。

■ 结果与讨论

钢中低碳的电子探针定量分析有一定的困难性。这是由于电子束进入试样内部交互作用后产生的特征 X 射线要从试样基体出射出去有一定的路程，而碳属于轻元素，其特征 X 射线具有长波长低能量的特性，穿透性较差，极易被样品本身基体所吸收，而岛津 EPMA 较高的取出角对于低含量轻元素的测量具有明显的优势。其原理如图 1 所示，当特征 X 射线产品的深度为 1 μm 时，两者的出射路程差 $\Delta L=b-a=1/\sin 40^\circ-1/\sin 52.5^\circ=1.556-1.261=0.295 \mu\text{m}$ 。高取出角能够显著地缩短出射路程。

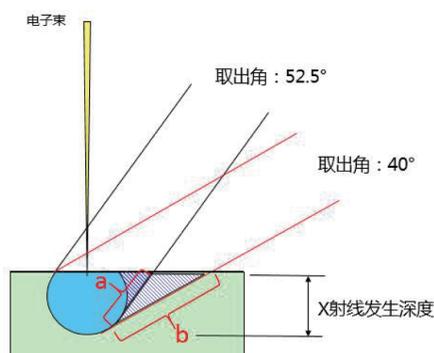


图1 不同取出角对特征X射线路程的影响示意图

钢中微量碳元素的定量分析使用 EPMA 的工作曲线法 (也称检量线法)。通过建立元素碳在某种测试条件下测定的特征 X 射线的计数量和含量对应的工作曲线，就可以进行定量测试，也可以把面分析和线分析的计数值转换成对应的质量百分含量。此种测试方法可参考国际标准：ISO 16592：2006 《Microbeam Analysis - Electron Probe Microanalysis - Guidelines For Determining The Carbon Content Of Steels Using A Calibration Curve Method》和国家标准 GB/T15247-2008 《碳钢和低合金钢中碳的电子探针的定量分析方法灵敏度曲线法 (检量线法)》。此种测试方面有严格的限定，比如使用铁碳套标及可以忽略的基体效应。

使用经日本产业技术综合研究所 (AIST) 计量标准中心 (NMIJ) 认证过的铁 - 碳套标建立碳的工作曲线，见图 2。使用此工作曲线把齿轮面分析的数据直接定量化，碳元素定量面分布结果见图 3 所示，其中图 3.a 为树脂镶嵌制样，图 3.b 为直接测试的结果。镶嵌具有很好的保边性，但树脂镶嵌可能会带来一定的碳污染，制样的时候一定要注意。如有可能，可在外表面在溅射镀层加以保护后再进行镶嵌处理，效果将会更好。在图 3.b 的面分布测试结果中可以直接画一条线段 (可以有一定的宽度以反映平均分布) 显示其碳元素的表面碳含量及分布梯度变化，如图 4 所示。

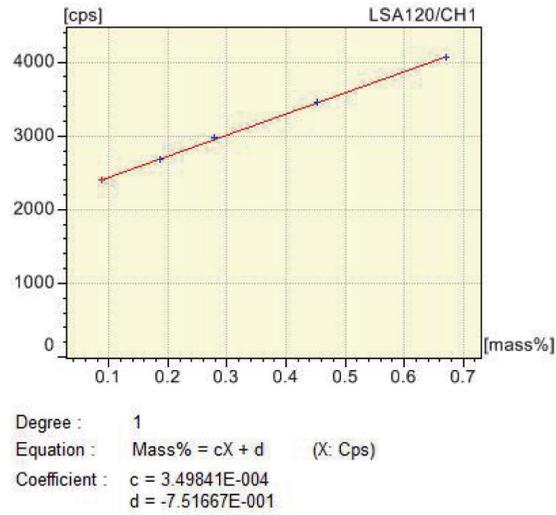


图2 元素C的工作曲线

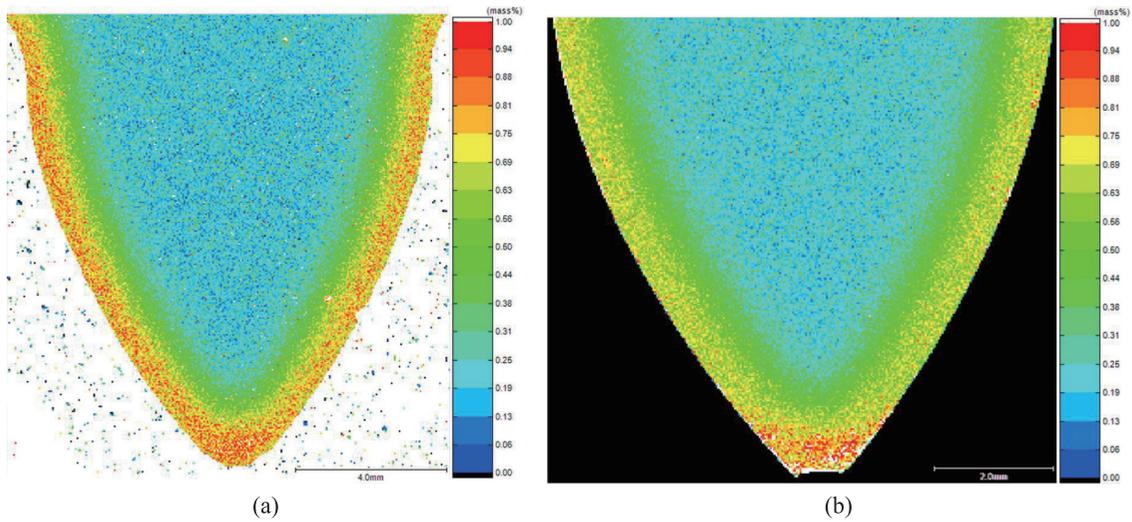


图1 齿轮表面碳的定量面分布图
不同的前处理方式, (a)镶嵌制样; (b)直接测试

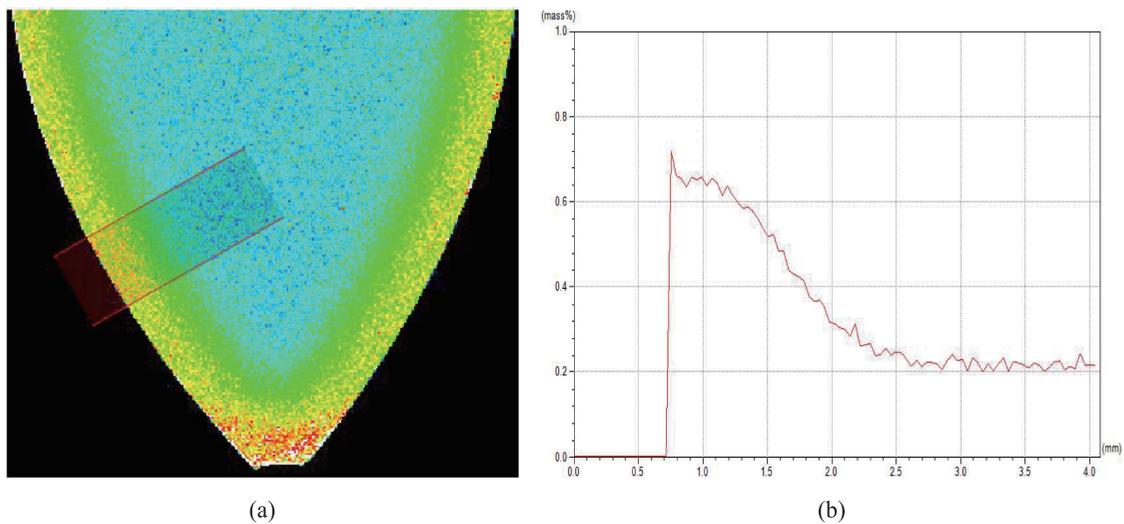


图4 齿轮指定位置的元素碳含量线分布特征
(a)线分布指定位置; (b)线分布浓度梯度

通过面分析结果可知，碳元素从表面到内部，其微量浓度逐渐变化反映出其渗透过程；从对应的线分析结果，也可以直接确认其不同渗透深度及相应的含量浓度，即表面层 C 含量约 0.65%，硬化层深度约 1.8 mm(如图 3、图 4 所示)。

■ 结论

低含量轻元素的测定在微区分析领域一直是一个难点，特别是元素碳，一则因为在制样和测试过程中很容易引入碳的污染，如镶嵌过程的树脂 (C-R) 污染、抛光过程中的金刚石 (C) 颗粒的残留、酒精 (C_2H_5OH) 清洗带来的碳污染以及测试过程中电子束照射引起的碳累积；二是因为碳的特征 X 射线波长较长，其他元素的高次线也会引入干扰；再一方面，碳的特征 X 射线穿透性很差，这是最主要的，基体的吸收将占有很大一部分。岛津 EPMA 通过配置 52.5° 的高特征 X 射线取出角能够有效的减少基体吸收的影响，大大提升轻元素测试的灵敏度。通过内建的使用套标方式的工作曲线法对于碳元素的测量具有很好的效果。