

X 射线衍射法测定渗碳钢中残余奥氏体

陈劲松, 李学谦

(湖南大学材料学院, 湖南 长沙 410082)

摘 要: 用 X 射线衍射法测量低碳合金渗碳钢的渗碳层残余奥氏体含量, 测量速度较快, 结果精确, 重现性好, 优于传统的金相法测量。

关键词: 低碳合金钢; 渗碳层; 残余奥氏体; X 射线衍射法

中图分类号: TG115.23 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-5084(2004)03-0039-03

MEASURING RETAINED AUSTENITE OF CARBURIZE LAYER OF LOW CARBON ALLOYS WITH X-RAY DIFFRACTION METHOD

CHEN Jin-song, LI Xue-qian

(College of Materials Science and Engineering, Hunan University, Changsh 410082, China)

ABSTRACT: The content of retained austenite in carburize layer of low carbon metal alloys is measured with x-ray diffraction (XRD) method. The measurement results are accurate and the measuring speed is quick, and the repeatability is good. It's shown that the XRD presented here is prior to the traditional method.

KEY WORDS: low carbon metal alloys; carburize layer; retained austenite; x-ray diffraction method

1 前 言

渗碳钢在机器制造工业中用途极为广泛。大量的研究表明^[1~2], 渗碳钢表面渗碳层组织中残余奥氏体含量将显著地影响其使用性能。因此, 对该含量的准确测定具有十分重要的实际意义。

一直以来金相法或磁性法作为主要的检测手段, 用于残余奥氏体的测定。然而对于渗碳层残余奥氏体的测定来说都有其局限性, 如金相法, 当残余奥氏体含量低于 10% 时, 检测结果不再准确; 磁性法则难以测定局部及表面的残余奥氏体含量。而采用 X 射线衍射法测定渗碳层中残余奥

氏体含量则切实可行, 且快速精确, 重现性可达 95%。本文以 SAE9310 钢为研究对象, 讨论了 X 射线衍射法测定渗碳层残余奥氏体的原理及方法。

2 实验过程

制备 6 根 SAE9310 钢圆棒状试样(取自同一块材料), 尺寸为 $\phi 25 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$; 化学成分为, %: Fe > 94, C 0.11, Si 0.23, Mn 0.51, Cr ~ 1.2, Mo ~ 0.13, Ni ~ 3.2, P \leq 0.025, S \leq 0.025。采用井式炉渗碳, 渗碳温度为 925 $^{\circ}\text{C}$, 控温精度 $\pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 用红外分析仪控制碳势, 精度为

收稿日期: 2004-02-20

作者简介: 陈劲松 (1970), 女, 工程师, 主要从事金属材料测试分析工作。

±0.05%。渗碳后的热处理制度为：885℃、3h，两次退火，785℃淬火。试样冷却到室温后，将试样（编号为1~6）表层分别磨去0.00、0.05、0.1、0.15、0.20和0.25mm，然后每个试样均用120#、240#、320#、400#和600#的砂纸磨光，最后用6μm的金钢石研磨膏抛光、冷酸（10%的硝酸酒精溶液）腐蚀1~3min。保证被测表面无脱碳层，无氧化区，以及无热影响区。采用西德LEITZ公司生产的MM6卧式金相显微镜观察SAE9310钢渗碳淬火后的室温组织；X射线衍射分析采用丹东Y-500型衍射分析仪，Cu-Kα辐射，石墨弯晶单色器，管电压40kV、管电流30mA，步进扫描，扫描速度每分钟1°。

3 实验结果与分析

图1所示为SAE9310钢渗碳淬火后的金相照片，试样组织为细针状马氏体+残余奥氏体+颗粒状碳化物。由图1中可以看到，残余奥氏体以块状或是薄膜的形式存在于马氏体组织之间。块状残余奥氏体的尺寸并不是很大（约为0.169μm），并且长在已转变的马氏体组织之间。这种残余奥氏体组织由于与马氏体组织之间存在共格的关系，晶界分割不清晰，用金相法很难严格定量；而以薄膜的形式存在的残余奥氏体组织，则与马氏体组织紧密结合，由图1a和图1b对照可见，图1a在金相显微镜下分辨不了该组织，而放大

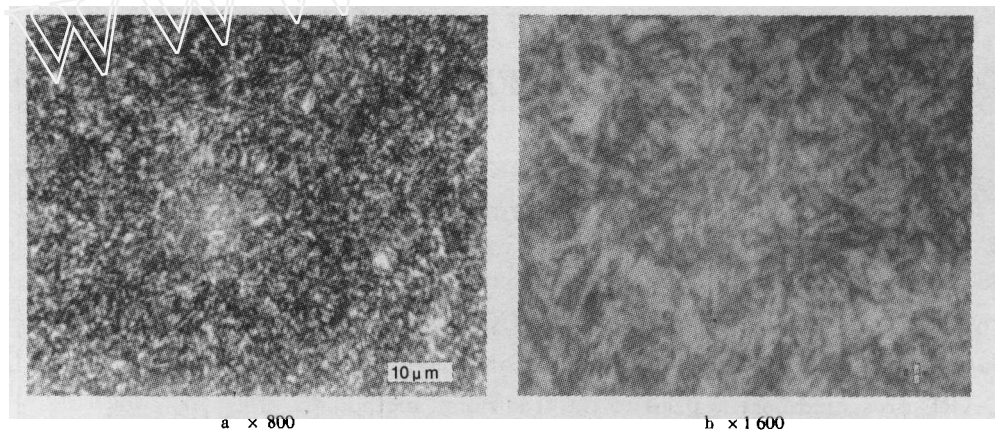


图1 SAE9310钢925℃渗碳和785℃淬火室温组织

倍数超过1000N·A时为虚伪放大，并不能看到有效放大倍数内所不能分辨的纤细部分^[3]，故对于该类钢采用传统的定量金相法是无法精确定量残余奥氏体的。

采用X射线衍射法测定时，首先分别对6个试样进行X射线衍射扫描分析，扫描结果见图2。

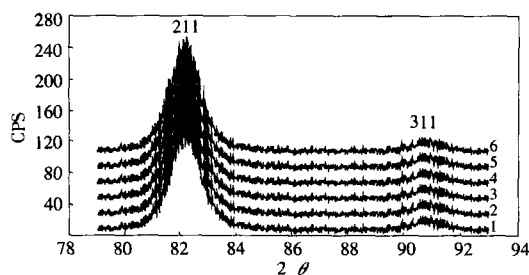


图2 测量残余奥氏体衍射图谱

金相分析表明，渗碳层中存在少量均匀分布的颗粒状碳化物，碳化物的存在将影响马氏体及奥氏体的衍射累计强度，直接影响到残余奥氏体测量的准确度。根据美国ASTM E975标准，综合各种碳化物对马氏体及奥氏体的衍射累计强度的影响，发现在马氏体的(211)晶面及奥氏体的(311)晶面方向上碳化物的衍射线最少，由此选择311-211线对进行测量。根据X射线衍射原理，某物相的含量与该物相参加衍射后所获得累计强度成正比。由此可采取直接对比法来测定残余奥氏体含量。其基本公式为：

$$V_r = (1 - V_c) / (1 + R_r/R_a \times I_a/I_r) \quad (1)$$

式中： V_r ——残余奥氏体的体积百分数；

V_c ——碳化物相总量的体积百分数；

I_a ——马氏体某晶面衍射线的累计强度；

I_r ——奥氏体某晶面衍射线的累计强度;

R_a 、 R_r ——与马氏体及奥氏体有关的强度因子。

在上式中 V_c 可以用定量金相法测得, I_a 、 I_r 可由 X 射线衍射仪直接测得, R_a 、 R_r 可由相关数据计算获得。可见只须精确测量 I_a 、 I_r 及 V_c 便能获得残余奥氏体含量。根据图 2 采用峰分析软件由计算机计算出各样品中残余奥氏体含量, 结果见附表。

附表 各样品计算结果

样品编号	I_a	I_r	$V_c/\%$	$V_r/\%$
1	2 453	35 905	0.65	7.5
2	2 552	36 838	0.70	7.7
3	2 765	36 905	0.62	8.2
4	3 148	36 723	0.60	9.3
5	3 548	36 052	0.55	10.6
6	2 143	32 718	0.50	7.3

在公式 1 中, 计算 V_c 的关键是 R_a 、 R_r 的获得。由文献[1]知:

$$R = 1/V_0^2 \times F^2 \times P \times (1 + \cos^2 2\theta) / \sin^2 2\theta \cos \theta \times e^{-2M} \quad (2)$$

式中 V_0 为马氏体及奥氏体的晶包体积, 在这里合金含量为 5% 左右, 可以忽略由于合金元素的加入而引起的晶包体积变化。分别取值为 3.61 和 2.8, 其余的参数可由文献[1]中查得。此外, 由于 6 块试样取自同一材料, 同一条件处理, 故它们的 R_a 、 R_r 相同, 令 $K = R_r/R_a$ 为一常数, 根据式 (2) 及文献[4]的有关数据计算得 $K = 0.892$, 代入式 (1) 即可求出各样品中残余奥氏体含量。在以上的计算过程中, 还涉及到碳化物体积数 (V_c) 测定的问题。本实验中采用了定量金相的方法。试样在经过金相制备后, 浸入沸腾的 10% 的苦味酸溶剂中染色, 时间约为 30 s。试样清洗干净后放入江南仪器仪表厂生产的 TCI 金相图象分析系统进行分析 (见图 3), 分别选取三个不同

的点面积, 利用相含量分析软件进行计算取平均值 (见附表)。



图 3 AMS 法获得碳化物分布图 $\times 800$

从附表的结果可以看到, SAE9310 钢渗碳后, 表面残余奥氏体量呈先减后增, 到距表面 0.2 mm 处时达到最大, 然后又减少的趋势, 与渗碳层表面碳浓度分布规律相吻合^[5]。

4 结 论

(1) 对晶界分割不清晰, 且以薄膜形式存在的残余奥氏体组织用 X 射线衍射法分析, 能解决金相法难以定量分析的问题。

(2) 用 X 射线衍射法测定渗碳层中残余奥氏体含量具有快速、准确和重现性好等优点, 是现代物理冶金不可缺少的检测手段。

参考文献:

- [1] Justus Parrish. Retained austenite [J]. Advanced Material & Processes, 1994, (3): 25-28.
- [2] 谢燮揆. 渗碳钢中的残余奥氏体 [J]. 热处理实践, 1996, (1): 7-10.
- [3] 沈桂琴. 光学金相技术 [M]. 北京: 国防工业出版社, 1983. 14.
- [4] 李树棠. 晶体 X 射线衍射学基础 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1990. 139-145.
- [5] 章守华. 合金钢 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1988. 105-107.