

航空材料理化检测技术

第二届航空理化检测技术学术交流会论文选集

刘昌奎 杨春晟 主编

HANGKONG CAILIAO LIHUAIJIANCE JISHU
DIERJIE HANGKONG LIHUA JIANCE JISHU XUESHU JIAOLIUHUI LUNWEN XUANJI



化学工业出版社

航空材料理化检测技术

第二届航空理化检测技术学术交流会论文选集

刘昌奎 杨春晟 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

航空材料理化检测技术——第二届航空理化检测技术
学术交流会论文选集 / 刘昌奎, 杨春晟主编. —北京:
化学工业出版社, 2017.5

ISBN 978-7-122-29425-8

I. ①航… II. ①刘… ②杨… III. ①航空材料-物理
化学性质-检测-学术会议-文集 IV. ①V250.2-53

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 068808 号

责任编辑: 李晓红
责任校对: 宋 夏

文字编辑: 向 东
装帧设计: 王晓宇

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 装: 北京京华虎彩印刷有限公司

710mm×1000mm 1/16 印张 16 $\frac{3}{4}$ 字数 292 千字 2017 年 7 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 98.00 元

版权所有 违者必究

编 委 会

主 编：刘昌奎 杨春晟

编 委（按姓氏笔画排序）：

王 红	王 荣	王 祺	王晓红	叶晓英
曲士昱	闫秀芬	刘昌奎	刘晓燕	李 帆
李 莉	李天文	李永斌	李兴无	杨春晟
何玉怀	宋晓辉	张银东	周静怡	郑运荣
赵文侠	高 峡	陶春虎	谢文博	

主 审：李 莉 李兴无 陶春虎 何玉怀 王晓红

前言

为推动航空工业理化检测分析技术的进步和发展，由中国航空工业集团公司航空材料及热工艺技术发展中心主办，中国航发北京航空材料研究院检测研究中心、中国航空工业集团公司失效分析中心、中国商飞机械失效分析中心承办，《航空材料学报》、《材料工程》、《失效分析与预防》等学术刊物协办的第二届航空理化学术研讨会在安徽合肥召开。

本次会议的主题是“理化检测技术的发展及其在材料研究中的应用”。会议筹备得到了国内同行的热情支持和响应，会议邀请了来自航空院所、知名高校等国内理化检测领域的专家向大会做了专题报告，参会的 80 余人员来自航空系统研究院所/工厂及其他国防科技工业、民口企事业单位。

理化检测是对材料的物理化学特性进行测量和表征的科学，是材料研制的重要基础专业。通过对材料的成分—组织结构—形貌—物性的一体化研究，将微观结构和化学成分与宏观性能相联系，为材料设计研制提供微观结构、化学成分与性能、工艺关系的基础数据支持，指导工艺改进和性能优化，解决材料研制生产中的理论和工程问题。同时开展理化检测技术的研究与开发，满足材料研制、检测与表征对理化检测技术的需求。因此，理化检测技术是航空工业提高能力和实现跨越式发展的基础保障。

本次会议论文集的出版，希望能够对我国航空理化检测技术的进步、航空理化检测专业的发展起到推动作用，对从事航空理化检测工作的工程技术人员、检测人员起到借鉴作用，以及对设计、制造、维修、使用部门的工程技术人员和管理人员起到参考作用。

本次会议的成功召开和论文集的出版得到了会议主办单位、承办单位、协办单位的大力支持和协助。在此，向这些单位以及为本次会议及论文集出版付出辛勤劳动的每个人表示衷心的感谢。

本论文集中难免会存在不妥或错误之处，恳请读者指正。

本书编写组

2017 年 5 月

目录

上篇 物理检测

50CrVA 弹簧真空热处理表面铁素体组织分析 (李璠, 李艳芬) / 2

7075 铝合金端面晶粒坑蚀试验研究 (肖文, 胡建雄, 韩金军) / 8

TiN 离子镀膜金相样品制备方法研究 (李艳芬, 李璠, 郑为智) / 15

复合材料基体上涂层厚度的测定 (徐春华) / 21

厌氧胶强度性能影响因素研究 (赵威力, 马慧茹, 顾育红) / 28

钛及钛合金高低倍试样制备方法浅析 (刘锦燕, 陈容, 史志新) / 34

影响 EDS 分析钢中碳元素准确度因素探讨 (刘松) / 43

航空液压泵定寿方法研究 (黄作剑, 屈怀松, 陈轶希) / 51

某型发动机 4060 润滑油适用性研究 (高永丹, 潘柳, 吴涛, 欧阳飞) / 57

柔度法在三点弯曲试样断裂韧性测试中的误差分析 (胡家杰) / 63

防冻液污染分析 (王培凌, 张敬彤, 王宇魁) / 69

理化检验在产品质量控制中的作用 (刘建华, 尹少鹏) / 76

下篇 化学检测

ICP-MS 在冶金材料痕量元素分析中的应用进展 (杨春晟, 高帅) / 82

- 合理选用工作曲线拟合方法——航标原子吸收光谱分析工作曲线规定的合理性 (李国华, 徐秋心, 刘晓燕) / 93
- ICP-AES 法测定镍基、铁镍基高温合金 Al 元素分析方法研究 (李帆, 叶晓英, 赵海燊, 耿小颖) / 99
- ICP-OES 测量条件的优化与探讨 (单勇革) / 113
- 氢化物发生-原子荧光法测定钴基钎料中 Se、Te 的含量 (高颂, 李亚龙) / 122
- 光电直读光谱法测定 A356.0 铸造铝合金中多元素含量 (刘众宣, 辛丞琳, 赵岩松) / 130
- 高纯合金中 O、N、H 元素分析技术研究 (王强, 王志远) / 138
- ICP-AES 法测定钛合金中微量 B (易文燕, 张海燕) / 144
- 摄谱法定性及半定量测定钛合金中的“其他元素” (刘晓燕, 曹方) / 149
- 钼标准溶液的配制及不确定度评定 (谢文博, 石晓丽) / 159
- 火焰原子吸收光谱法测定轴承润滑脂中的铜和铁 (徐小平, 皇甫琴, 张浪清, 段惠琳) / 166
- 光谱标准样品在能力验证中的意义及使用 (邓晓文, 肖宁) / 171
- 高温合金样品 ICP-AES 光谱分析试样前处理技术 (冯艳秋, 叶晓英) / 176
- EDTA 容量法测定腐蚀溶液中的镍含量 (刘志勇, 徐小平, 金欢) / 183
- ICP-AES 测定非晶合金 $Zr_{55}-Cu_{25}-Ni-Al$ 中的镍、铝、铁、铬 (王益芳) / 188
- ICP-AES 标准加入法非线性工作曲线测量钢中低量钼 (张桂竹) / 194
- 不锈钢合金光电光谱控样的制取、检验及应用 (杨园, 何文) / 207
- ICP-AES 法测定高硅铝合金中高硅含量的研究 (易文燕, 谢培均, 杨群峰, 熊凌华) / 213
- 火焰原子吸收光谱法测定钢铁中的镍含量 (陈安平, 肖金辉) / 220
- 实验室化学分析方法选择及其确认 (屈伟, 张敬彤, 欧文) / 226
- 镍铝钨成分分析方法准确性分析 (黄德渊) / 235
- 某铈青铜材料控制样品的制备及其测定数据分析 (张磊) / 242
- 有机材料分析方法及其在航天材料研究中的应用 (李琴梅, 刘伟丽, 兰巧锋, 张梅, 魏晓晓, 高峡) / 248
- ICP-AES 法测定纯铝及变形铝合金中 Si、Fe、Cu、Mn、Mg、Ti 的含量 (单勇革) / 256

50CrVA 弹簧真空热处理表面 铁素体组织分析

李璠，李艳芬

(贵州红林机械有限公司，贵州贵阳 550009)

摘要：本文通过光学金相对 50CrVA 弹簧真空热处理出现铁素体组织的特征进行了分析，并根据 50CrVA 的等温转变曲线，对 50CrVA 弹簧制品在真空热处理后表面出现的铁素体组织的形成机理进行了探究，发现 50CrVA 弹簧真空热处理后出现铁素体组织与真空淬火转移冷却速度有关。通过改进工艺，采用油淬前充氮辅助冷却提高冷却速度，控制了铁素体组织的转变。通过生产试验验证了改进工艺的有效性和可行性，提高了 50CrVA 弹簧真空热处理加工的质量水平及弹簧使用的可靠性。

关键词：弹簧；真空热处理；铁素体；转移速度；辅助冷却

1 引言

在柱塞式油泵中，用 50CrVA 钢丝制造的柱塞弹簧是油泵中关键零部件之一。弹簧的质量可靠性对油泵的性能有极其重要的影响。50CrVA 钢丝制造的弹簧在热处理后，应获得均匀一致的回火屈氏体组织，以保证弹簧综合性能及较好的使用性能。真空热处理是一种较为先进的热处理技术，目前已经被广泛地应用于工业产品制造环节。但是 50CrVA 钢丝制造的弹簧在采用真空热处理后，发现表面甚至芯部偶有铁素体组织存在。铁素体组织的存在会导致弹簧的性能下降，从而对弹簧的使用带来风险及危害。

本文对 50CrVA 弹簧制品在真空热处理后表面铁素体组织的产生原因进行了研究，分析了表面铁素体组织的形成机理，通过工艺改进和生产试验验证，制订了控制铁素体组织出现的可行措施，提高了弹簧热处理加工质量水平及弹簧使用的可靠性。

2 试验与方法

2.1 试验用弹簧材料及形状

试验采用 $\phi 1.4\text{mm}$ 规格的 50CrVA 材料制成如图 1 形状的弹簧,该弹簧具有以下特点:一是长径比较大;二是为了确保弹簧的几何尺寸,热处理时需要带芯棒一起进行处理(见图 1)。

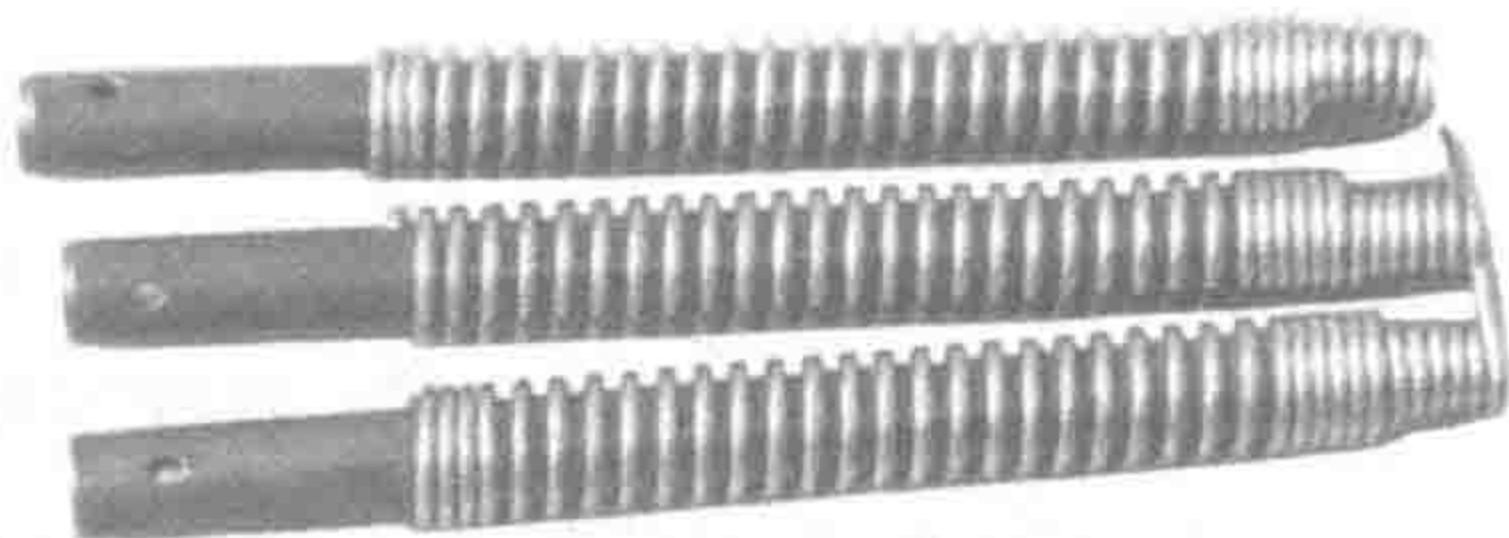


图 1 弹簧热处理状态实物(1×)

2.2 热处理试验

采用双室真空油淬炉,加热($860^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$),保温(60min~90min),油冷。真空回火($340^{\circ}\text{C}\sim 390^{\circ}\text{C}$),保温(30min~40min),油冷。

3 试验结果与讨论

3.1 金相组织

通过对大量的试验弹簧进行金相检查,发现弹簧表面铁素体的形貌特征基本一致,即为条块状,且大多数出现在弹簧内圈的表面及亚表面,见图 2。在较低的放大倍数下,表面铁素体组织与氧化脱碳组织相似,容易被误认为是氧化脱碳组织。图 3 为弹簧芯部组织,偶尔可见条块状的铁素体组织。分析认为弹簧表面及芯部出现的铁素体其性质为共析铁素体,而非氧化脱碳形成的铁素体。

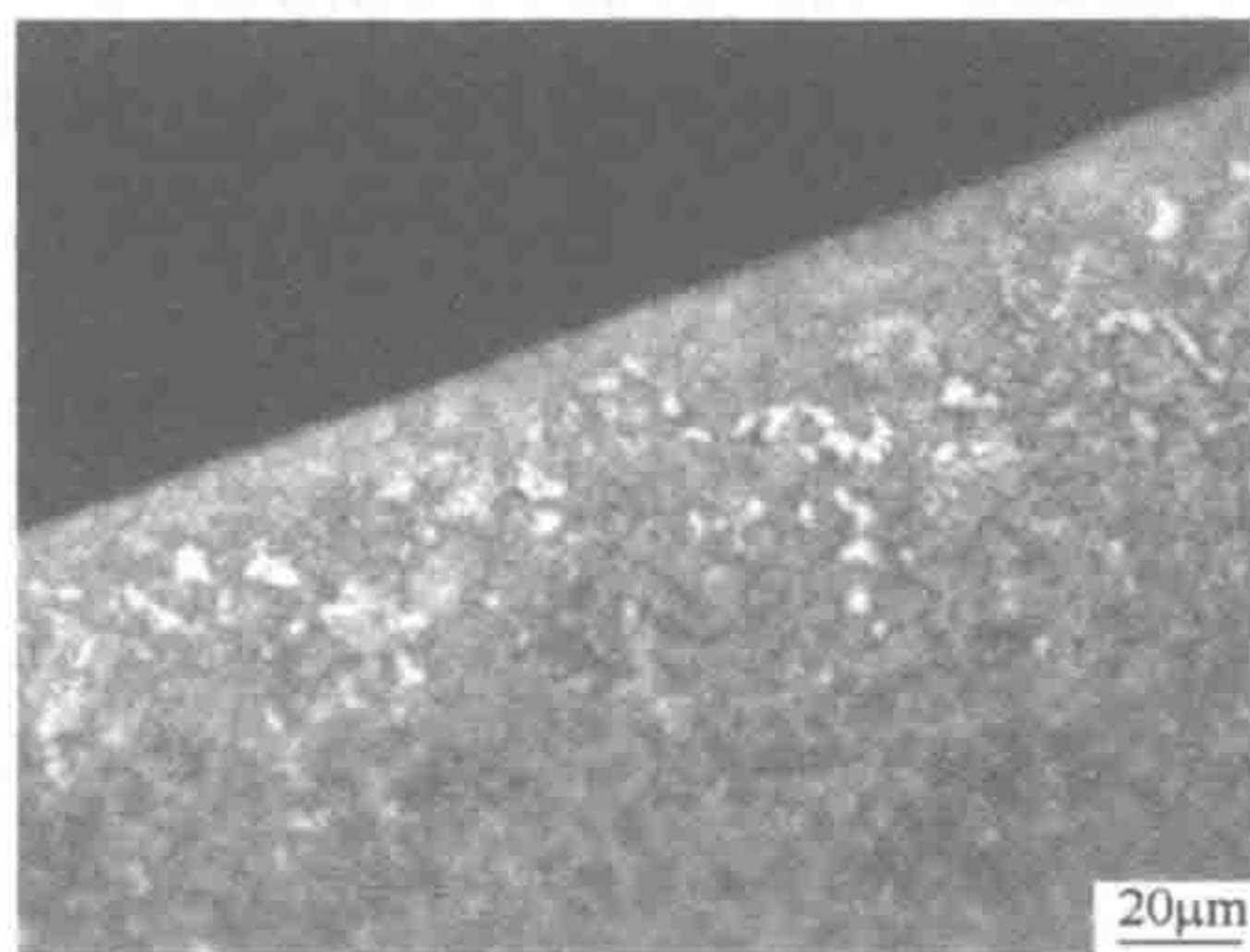


图 2 弹簧表面铁素体特征(500×)

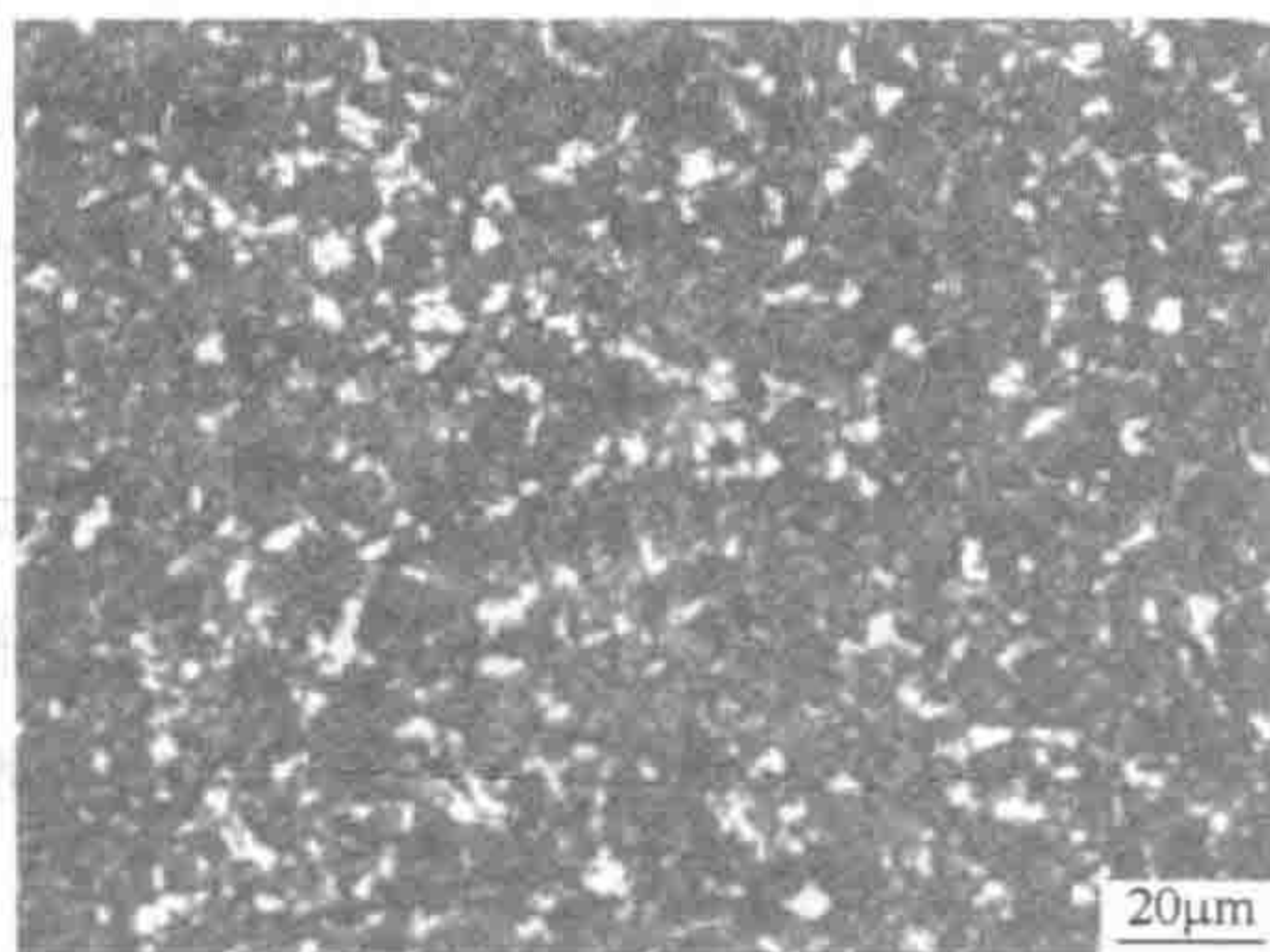


图 3 弹簧芯部铁素体特征(500×)

3.2 铁素体形成机理分析

材料在进行热处理时，由于淬火加热温度过高、保温时间过长、未采用保护气体加热，会使得材料表面形成一定深度脱碳层，从而出现铁素体组织。这种铁素体组织是由于合金中碳元素的损失而形成的，其形态具有纯铁组织的特征，光学显微镜下呈多边形晶粒，回火后达不到所要求的力学性能，在交变载荷下，脱碳层中的铁素体强度较低，容易变形并产生疲劳裂纹，使制件早期失效。

在亚共析钢中，低于共析成分的奥氏体从高温慢冷下来时，在发生共析相变之前析出的铁素体一般情况下呈细条状分布在奥氏体晶界，有时也呈块状、交叉针状和平行针状。这种共析铁素体在 A_{r3} 以下温度下析出，是从奥氏体中同素异构转变出的铁素体，是亚共析组织的特有产物，析出温度在 727°C 以下。

热处理氧化脱碳形成的铁素体主要与加热时的氧化性气氛有关，且形成的铁素体在弹簧最表层是完全的多边形铁素体晶粒。而先共析铁素体的形成主要与冷却速度有关，淬火冷却时，由于冷却速度不够，在 A_{r3} 以下温度停留，即会发生共析转变，出现铁素体。

3.3 50CrVA 弹簧先共析铁素体成因分析

通常含碳量在 $0.0218\%\sim 0.77\%$ 之间的铁碳合金称为亚共析钢，50CrVA 材料的平均含碳量为 0.5% 。当其冷却到室温后，显微组织均由先共析铁素体和珠光体组成。先共析铁素体是共析转变的产物，且温度低于 727°C 下发生的转变。图 4 为 50CrVA 的等温转变曲线，可以看出，材料在 $600^{\circ}\text{C}\sim 700^{\circ}\text{C}$ 之间停留超过 10s 后，即有非淬火组织出现，说明 50CrVA 弹簧发生了共析转变。

随着等温温度的降低，铁素体的形状也会由块状变成条状（或针状）。先共析铁素体在组织上是属于自由铁素体，它在室温下具有与纯铁相近的机械性能，因此它的存在对弹簧的工艺性能和使用性能均有重要的影响。50CrVA 弹簧组织中出现先共析铁素体组织主要是在 $600^{\circ}\text{C}\sim 700^{\circ}\text{C}$ 之间停留时间较长所致，要避免发生共析转变，必须提高临界淬火冷却速度。

3.4 50CrVA 弹簧真空热处理过程分析

50CrVA 弹簧真空热处理的工艺过程如下：

洗涤→吹干→装筐→装炉（炉温 600°C 以下）→升温（ $860^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ ）→保温（60min~90min）→油冷。

回火： $340^{\circ}\text{C}\sim 390^{\circ}\text{C}$ 保温 30min~40min，油冷。

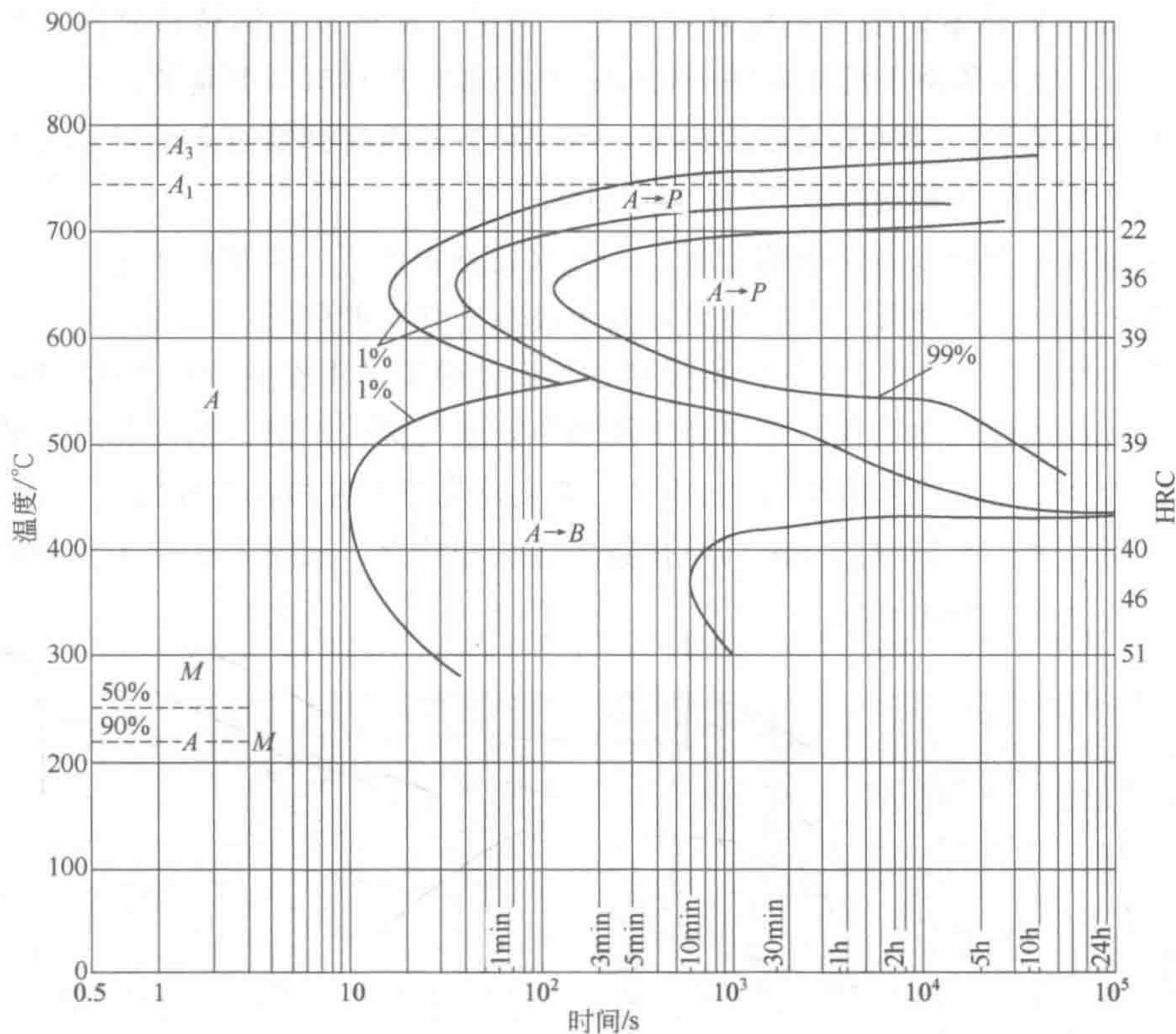


图 4 50CrVA 的等温转变曲线

50CrVA 弹簧的真空淬火设备是一种双室真空油淬炉，分为加热室和油淬室，弹簧在加热室保温结束后，需要将弹簧迅速从加热室转移到淬火室进行油冷淬火。但是要将加热室炉门打开，机械传动机构需做动作将弹簧移入油淬室，理论上设备能够保证在 12s~14s 之间完成动作，但是一般真空热处理设备要完成将零件转移到油淬室的时间一般均在 22s~24s，甚至有时达到 28s，此时被加热到高温的 50CrVA 弹簧在真空淬火室停留时，温度下降很慢，可以认为其处于平衡转变状态，发生共析转变，因此组织中会出现共析铁素体。由此可见 50CrVA 弹簧从加热室到淬火室的转移速度是 50CrVA 弹簧组织发生共析转变的关键因素。

由于弹簧带芯棒一同加热处理，在弹簧从加热室向油淬室转移过程中，紧贴在芯棒部位的弹簧表面在短时间内温度下降速率较其他部位慢，因此大多数情况下铁素体存在于弹簧内圈表面及亚表面。

3.5 工艺改进试验

根据对真空淬火设备的分析，要使弹簧避免经历 700℃以下的温区，可以

提高弹簧从加热室向油淬室的转移速率。但是，即便设备的转移时间调整到12s~14s，也难免由于机械系统的协同动作使实际转移时间要延长，因此不能保证弹簧避免经历 700℃以下的温区。另一种方法是在弹簧进入油淬室前就开始快速冷却，让弹簧避开在 700℃以下的温区停顿。

通过对工艺及设备系统的分析，工艺改进方案如下：让弹簧在进入油淬室前先充入氮气进行冷却，这样可以对处于高温的弹簧产生辅助冷却的作用，避免弹簧在高温区（共析区）的停留时间过长而使弹簧发生先共析铁素体的转变。为了保证热透性及均匀性，采用分阶段加热及氩气分压加热，油冷前向冷却室充入氮气（一定压力和时间），加热室、淬火室真空度控制在≤10Pa。

采用以上工艺试验的 50CrVA 弹簧经过金相检查，表面及芯部未发现铁素体组织（见图 5 和图 6）。

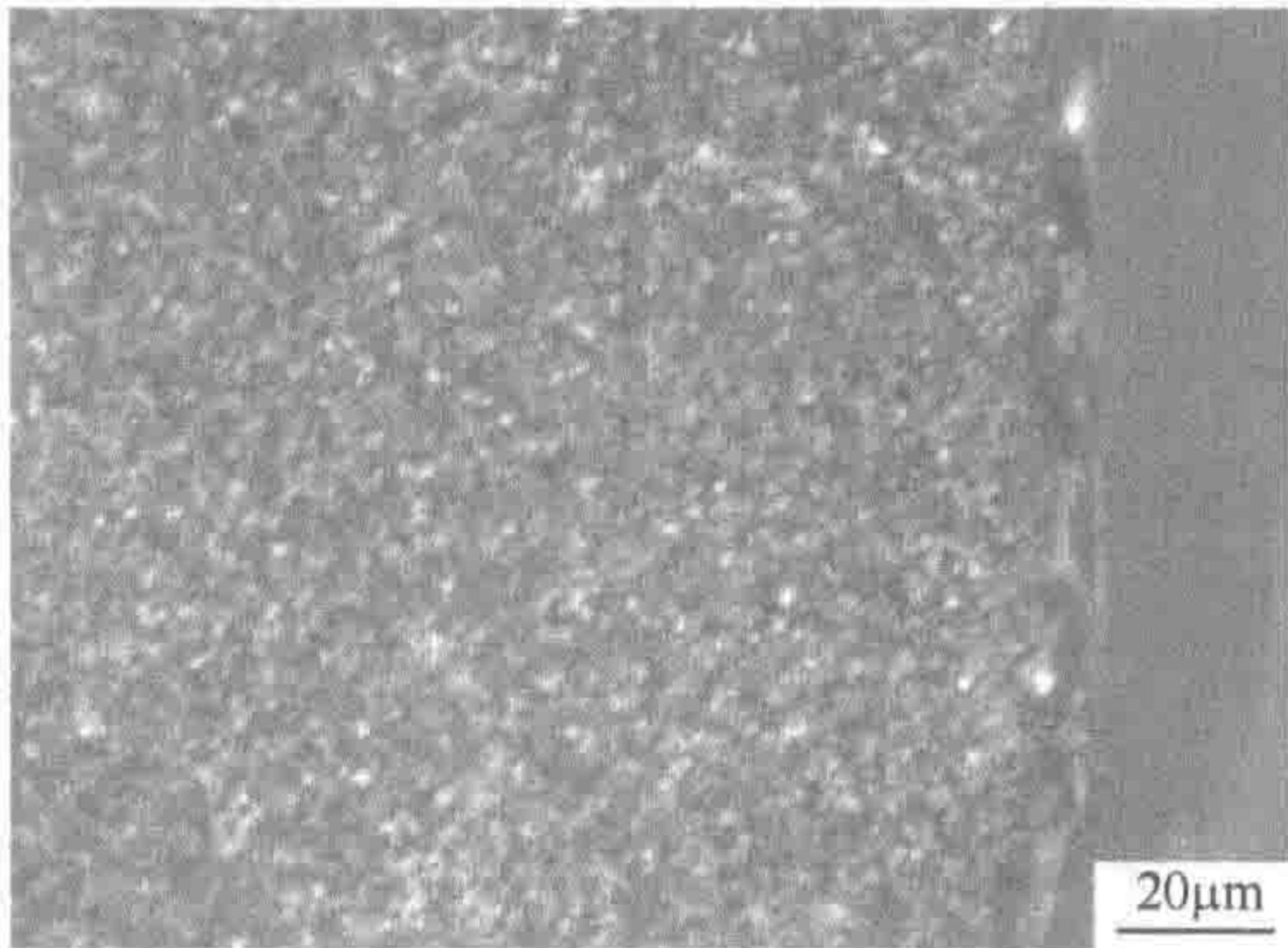


图 5 改进工艺 50CrVA 弹簧
表面组织（500×）

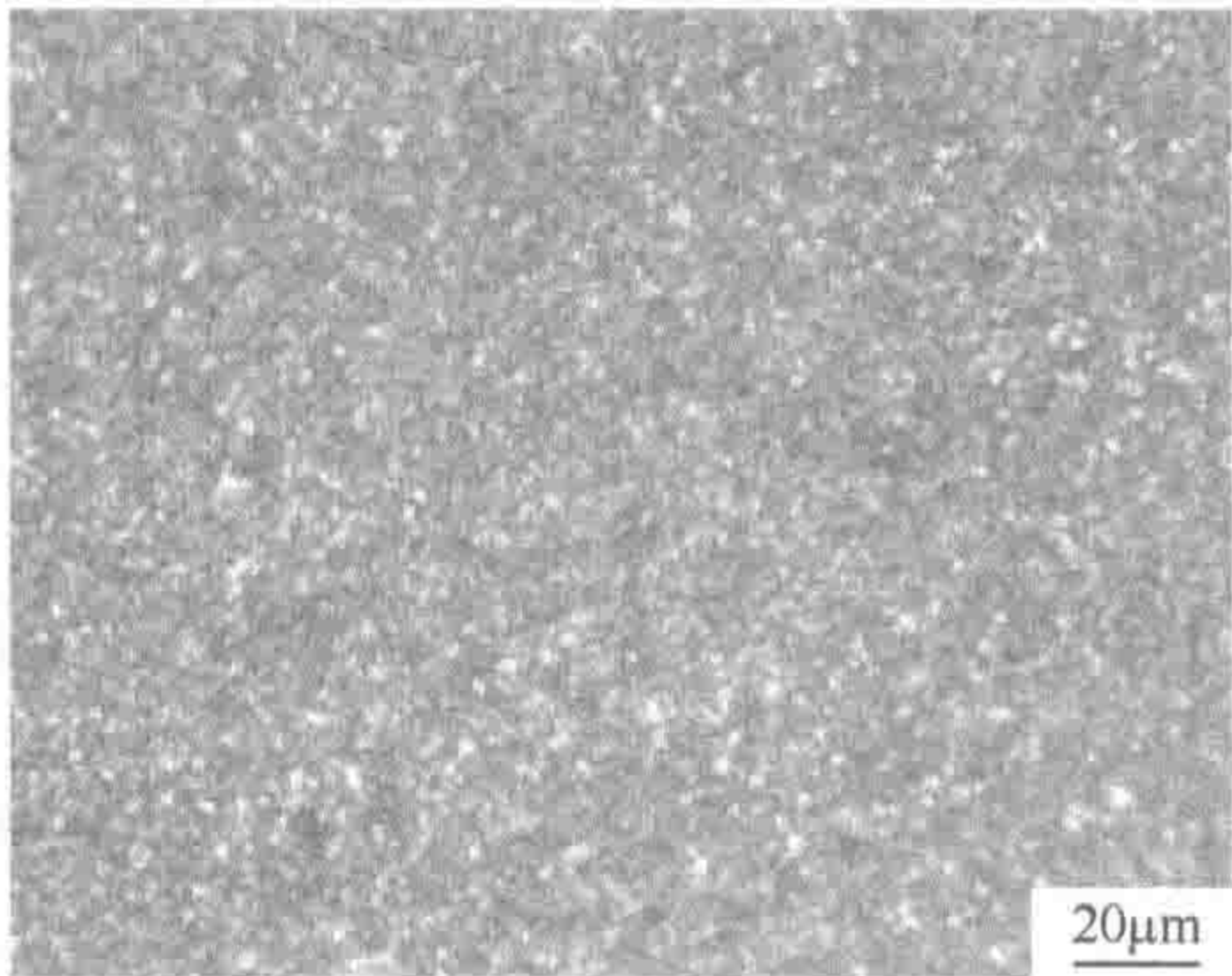


图 6 改进工艺 50CrVA 弹簧
芯部组织（500×）

3.6 生产验证

按照工艺改进后的方法对 20 批（共 2600 件）50CrVA 弹簧采用分阶段加热及氩气分压加热，油冷前向冷却室充入氮气的热处理方法进行加工，每批抽取 10%样品经金相组织检查，均未发现表面（亚表面）及芯部有铁素体组织。

4 结论

- ① 50CrVA 弹簧真空热处理后表面铁素体组织为共析铁素体，由淬火冷却速度不足造成。
- ② 采用油淬前充氮辅助冷却可以提高冷却速度，避免发生共析转变，能够较好地控制组织中的铁素体产生。

参考文献

- [1] 王广生. 热处理手册. 第2卷. 典型零件热处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2008.
- [2] 谢希文. 钢的热处理[M]. 西安: 西北工业大学出版社, 1993.
- [3] 李炯辉. 金属材料金相图谱[M]. 北京: 机械工业出版社, 2006.
- [4] 崔娟, 刘亚政, 黄学启. 中碳弹簧钢加热过程脱碳特性的试验研究[J]. 热加工工艺, 2007, 36(20): 20-23.
- [5] 邓洋, 等. 弹簧热处理工艺学[M]. 北京: 机械工业出版社, 1959.
- [6] 郑明宇, 刘斌, 白培康. 簧片用 50CrVA 弹簧钢材料的热处理工艺研究[J]. 热加工工艺, 2013, 42(16): 189-194.

Surface Ferrite Microstructures of the 50CrVA Spring after Vacuum Heat Treatment

Li Fan and Li Yanfen

(Guizhou Honglin Machinery Co. Ltd., Guiyang, Guizhou 550009, China)

Abstract: The surface ferrite microstructures of the 50CrVA spring after vacuum heat treatment have been investigated using optical metallographic method, and the surface ferrite formation mechanism of 50CrVA spring after vacuum heat treatment was analysed via isothermal transformation curve. The results showed that the ferrite microstructure was related to cooling velocity during vacuum quenching transferring. The ferrite microstructure can be controlled by improving technical process of nitrogen charge auxiliary cooling before oil quenching, which can increase the cooling velocity. The effectiveness and feasibility of the improved technical process were verified by tests, and the quality and reliability of 50CrVA spring were improved.

Keywords: Spring; Vacuum heat treatment; Ferrite; Cooling velocity; Auxiliary cooling

7075 铝合金端面晶粒坑蚀试验研究

肖文, 胡建雄, 韩金军

(中航飞机起落架有限责任公司, 陕西汉中 723200)

摘要: 7075 铝合金是铝-锌-镁-铜系超硬铝合金, 经固溶处理和人工时效后具有很高的强度和硬度, 但耐蚀性较差。铝合金表面处理过程中可使用碱清洗和酸清洗两种工艺, 而两种工艺过程控制不当会造成铝合金表面产生坑蚀现象。必须对铝合金的碱清洗或酸清洗工艺过程进行控制, 通过检测铝合金试样的坑蚀来评定碱及酸的清洗工艺。本文就试样的制备、检测方法、铝合金端面晶粒坑蚀的特征几个方面进行研究。

关键词: 超硬铝合金; 耐蚀性; 碱清洗; 酸清洗; 端晶坑蚀

1 引言

铝合金质轻, 比强度高, 同时也具有优异的耐腐蚀性能、机械性能等, 广泛应用于军工、民用、航空航天等多个领域, 尤其在航空航天领域更加占据着不可替代的位置。然而其服役的环境变化无常, 比如自然条件(大气腐蚀)、太空极端条件(宇宙风暴)、海洋苛刻条件(高温冲刷腐蚀), 导致其使用寿命受到了巨大的挑战。

7000 系铝合金是现代航空航天、武器装备等领域发展必不可少的关键结构材料, 正向着高强、高韧、耐腐蚀、高淬透性方向发展。7075 铝合金属于 Al-Zn-Mg-Cu 系, 系热处理强化型合金, 是在 Al-Zn-Mg 系铝合金基础上发展起来的, 经固溶处理和人工时效后具有很高的强度和硬度, 但耐蚀性较差, 使该合金的推广应用受到制约。铝合金表面处理过程中可使用碱清洗和酸清洗两种工艺, 而两种工艺过程控制不当会造成铝合金表面产生坑蚀现象。必须对铝合金的碱清洗或酸清洗工艺过程进行控制, 通过检测铝合金试样的坑蚀来评定碱及酸的清洗工艺。

2 试验与方法

2.1 试验试件要求

7075 铝合金要从 7075-T6511 或 7178-T6511 的型材上切取试样，以便使晶端暴露出来。也可以从余料或边角料上切取试样。所用的试样应与被处理的合金、成型工艺和热处理状态相同，试件尺寸为 40mm×30mm×5mm，见图 1 和图 2。切割试样时需要冷却，以避免试样过烧。

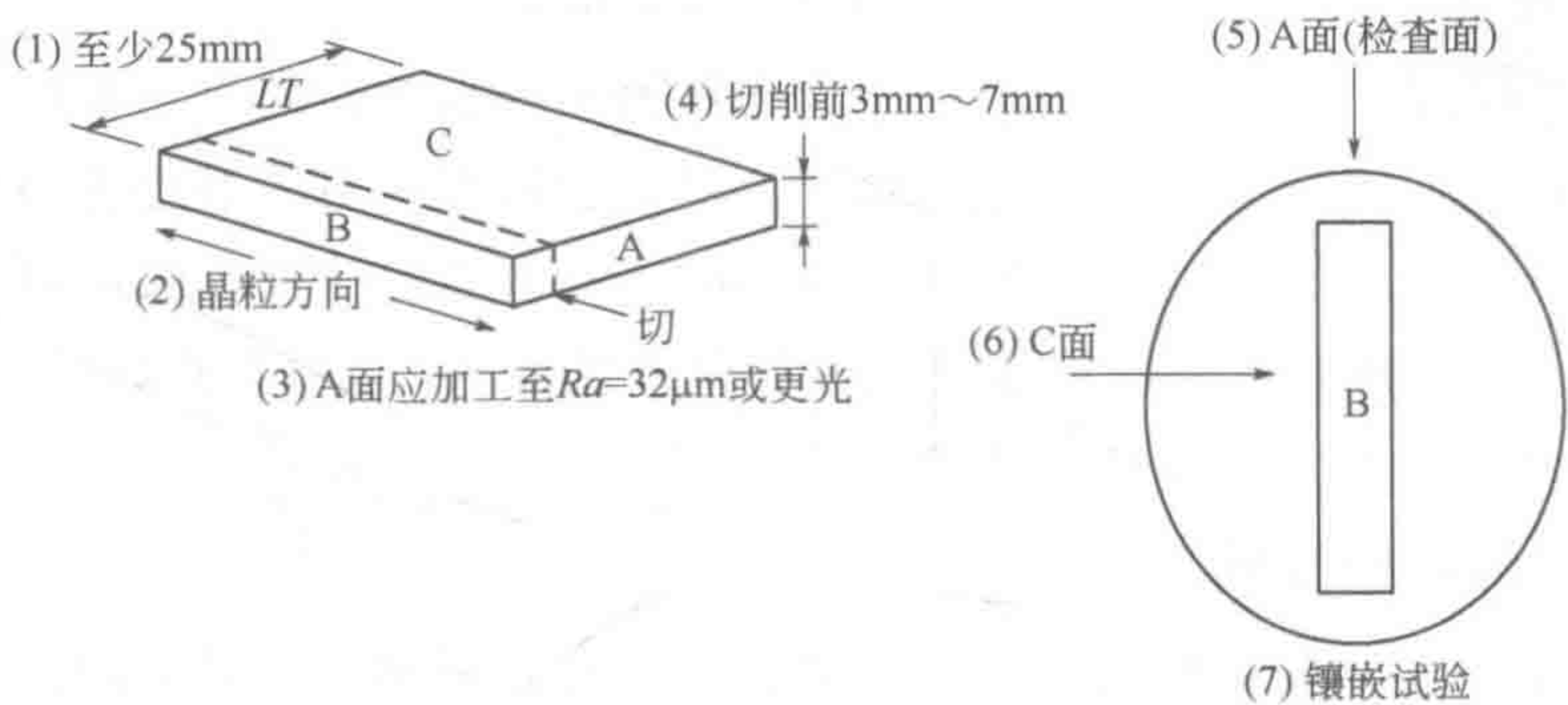


图 1 端晶坑蚀和晶间腐蚀试样方位

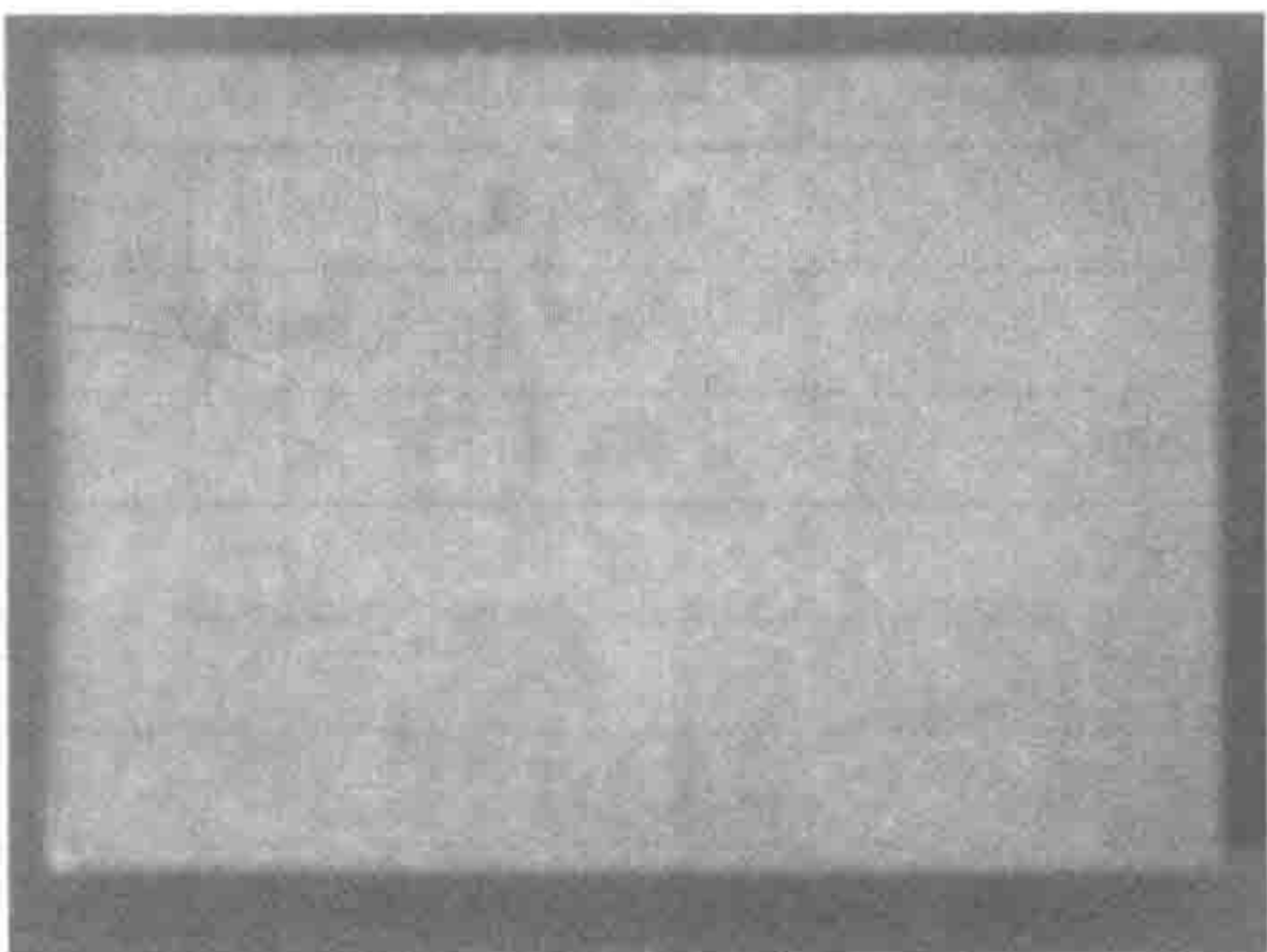


图 2 未经表面处理的试样（0 号试样）

7075 铝合金试样浸入溶液中达到要求的时间，以去除参考规范中规定的金属数量，如果参考规范中没有规定时间，将试样浸入溶液 30min 或所必要的时间，浸蚀的程度以每个面被去除 0.0010in（0.0245mm）为准。为保证试件和零件一致的浸蚀效果，试样和零件一起经过全部操作（包括预先清洗及以后的清洗）之后，在规定的时间内，去除金属的金属量应满足图纸要求或达到规定的清洁度。晶间腐蚀和坑腐蚀的程度应满足参考规范中试验零件所规定的极限。

2.2 试样的镶嵌

对试样应进行镶嵌，镶嵌试样是为了更好地对试样进行磨抛，见图 3。金相试样在镶嵌机中用环氧树脂或酚醛塑料制成镶嵌试样，当用环氧树脂或酚醛塑料镶嵌试样时，加热温度为 $160^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ ，压力 $\geq 1.5\text{MPa}$ ，固化时间 $\geq 1\text{h}$ 。选择不同的镶嵌材料时，应选用与之相符合的温度和时间。磨抛后再将试样的镶嵌料部分去除，与零件一同进行表面处理。

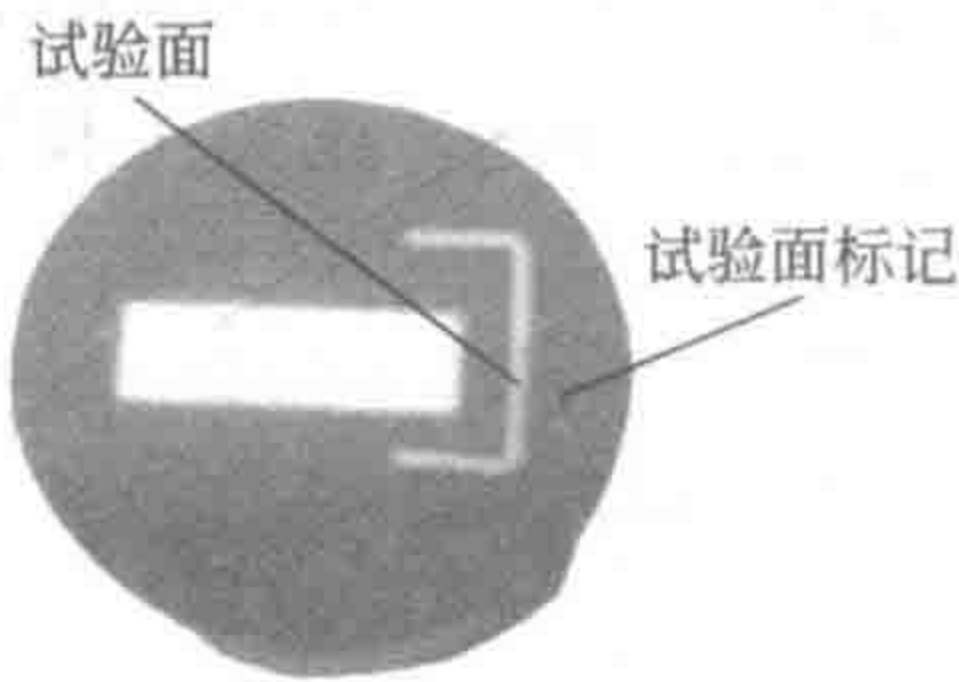


图 3 镶嵌后的试样

2.3 试样的磨抛

用磨光机磨出检查面，然后用砂纸由粗到细进行磨光，磨光和抛光时每次磨削方向应相互垂直（互成 90° 角），且每次磨削时应将前一次的磨痕全部去除，最后抛光应用润滑油或氧化铝悬浊液，以得到良好的检查表面。磨抛后的试样用水、酒精依次清洗并吹干。

2.4 试样的粗糙度要求

用于试验的试样粗糙度至少达到 $Ra\ 0.08\mu\text{m}$ 。最终用于试验的试样状态见表 1。

表 1 用于试验的试样状态

编号	清洗介质	溶液浓度/(g/L)	温度/ $^{\circ}\text{C}$	时间/min
0	未经表面处理试样			
1	turco4090	50	80	10
2	turco4090	60	80	10
3	turco4090	50	90	10
4	turco4090	50	80	20
5	硝酸水溶液	400	25	30
6	硝酸水溶液	500	25	30
7	硝酸水溶液	400	25	60
8	硝酸水溶液	400	50	30

2.5 端面晶粒坑蚀及晶间腐蚀的测定方法

磨抛好的试样放在 100 倍及以上倍数的显微镜下观察整个观察面，找出最深的凹坑并测量测出坑蚀深度，观察晶间腐蚀情况并测量晶间氧化深度。端晶坑蚀及晶间腐蚀测量方法见图 4。