

滴注式可控气氛渗碳

上海市机械制造工艺研究所

1977年11月



目 录

前 言	(1)
一、滴注式可控气氛的制备及碳势控制原理	(3)
(一) 滴注式可控气氛的制备	(3)
(二) 碳势控制原理	(4)
二、实验设备的改装	(6)
(一) 风扇轴的密封	(6)
(二) 滴注阀	(6)
(三) 滴注管	(8)
(四) 取气管	(8)
(五) 取样管	(9)
三、碳势自动控制系统及红外线分析仪的安装使用	(10)
(一) 碳势自控系统	(10)
(二) 红外线分析仪的安装和使用	(11)
四、滴注式可控气氛渗碳工艺试验及其应用举例	(12)
(一) 实验方法及结果	(12)
1. $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 的对应关系	(12)
(1) 铁皮定碳的方法和结果	(12)
(2) 剥层定碳的方法和结果	(12)
(3) 影响 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系的因素	(12)
2. 渗碳速度	(13)
(1) 炉气碳势对渗碳速度的影响	(14)
(2) 合金元素对渗碳速度的响影	(14)
(二) 可控气氛渗碳工艺应用举例	(15)
1. 处理对象及质量要求	(15)
2. 渗碳工艺	(15)
3. 渗碳结果	(16)
(1) 渗层深度	(16)
(2) 渗层硬度	(16)
(3) 碳浓度分布	(16)
(4) 金相组织	(16)
五、关于炉气生成和变化情况的实验讨论	(17)
六、结束语	(21)

滴注式可控气氛渗碳

前言

准确地控制渗碳件的表面碳势，乃是渗碳过程中一项十分重要的环节。随着产品质量要求的不断提高，这个问题的重要性将越来越引起人们的注意。实验证明，在一定的工作条件下，不同的渗碳钢往往有着不同的最佳表面碳浓度；即使是同样的渗碳钢，由于工作条件的不同，其表面最佳碳浓度也是不一样的。如能根据钢种及其所制另件的工作状态，准确地将其表面碳浓度控制在一定的范围之内，对充分发挥渗碳钢的潜力、延长渗碳件的使用寿命，有着非常显著的意义。

在气体渗碳中，渗碳件表面碳势的控制，目前大多是通过控制炉气的碳势来实现的。但是，历史悠久的渗碳工艺，至今都未能实现碳势控制。因此，渗碳质量很不稳定，不是渗碳不足，就是渗碳过剩，产生网状碳化物及大量的残余奥氏体。为了消除这些缺陷，常常需要增加很多辅助工序，如用正火或双淬火来消除网状碳化物；采用长时间的高温回火或冰冷处理来消除过多的残余奥氏体；采用烦琐的清理来清除工件上的碳黑沉积，等等。这样处理的结果，无疑将增加生产成本，降低产品质量。纵然如此，仍不免造成大量的废品。

第二次世界大战以后，出现了用发生器制备吸热式可控气氛的方法。从此实现了碳势控制，推动了渗碳工艺的发展。但是，这种方法所用设备的制造成本比较高；发生器和发生炉需要的原料气，在一般工厂里都很难得到。除此之外，在工作炉的碳势控制方面目前仍有不少问题，有待进一步的实验研究。由于以上原因，使得这种方法的大量使用和推广，受到了限制。

广泛采用的井式炉渗碳，具有设备易得、操作简便、灵活机动等优点。由于以前缺乏必要的测试手段，在井式炉中，炉气测定的结果通过自动调节渗碳剂的用量来进行碳势控制。而渗碳剂的用量又是由许多因素决定的，诸如碳势的高低、装炉量（即工件表面积）、不同的渗碳阶段以及渗碳剂的密封程度等。如此之多的变动因素，在没有必要的测试手段及相应的自控机构的情况下，单凭经验是很难根据每个瞬间的需要来随时调节渗碳剂用量的。尤其是当渗碳材料重量（工件表面积）经常变化的情况下，工件表面的碳浓度更是难以控制。另外，以前所用的渗碳剂大多是单独一种重碳氢化合物（如煤油、焦苯等），其分子中过剩的碳很多，在高温下的分解很不完全，常常形成碳黑或焦油，不仅发气量很少而且气体成分也极不稳定。这样的气氛是不可能进行碳势控制的。

由于以上两个主要原因，井式炉渗碳气氛的碳势，长期不能控制。后来，随着各种科学的发展，终于出现了井式炉滴注法可控气氛渗碳的报导。这种方法不仅具备原来井式炉气体渗碳法的经济性，而且兼备了发生器法的碳势可控性，因此一经问世便引起了很大的重视。我国有不少单位对此曾进行过试验研究，取得了十分可喜的成绩。最近几年，随着我国仪表工业的迅速发展，为实现炉气碳势控制提供了十分宝贵的条件。在此情况之下，我所开展了井式炉碳势控制的实验工作。本实验采用上海第二分析器厂的HQG—71型红外线CO₂分析仪，对炉气进行连续测量和自动调节；与此同时，又采用上海分析仪器厂的102—G型气相色谱分析仪，对炉气进行全分析，借以全面了解其生成和变化规律。经过一年多的努力，取得了一

定的进展，实现了渗碳剂滴量的自动调节即炉气碳势的自动控制。本工艺已经用于生产，并在生产中进行了多次的验证，其精确性和再现性均已达到了初步满意的效果。

本文是对前一阶段实验工作的回顾。由于水平所限，对实验中所涉及到的许多基础理论知识深感贫乏。故错误与不当之处，在所难免，诚恳希望得到批评和指正。

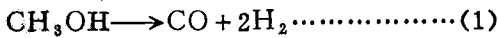
在实验过程中，承蒙上海第二分析仪器厂红外组的同志们多次给以即时而有效地帮助，使工作得以顺利进行。在此，谨向他们表示深切的谢意。

一、滴注式可控气氛的制备及碳势控制原理

(一) 滴注式可控气氛的制备

本方法不同于原来井式炉气体渗碳的一个显著特点是同时向炉内滴注两种不同的有机液体，通过高温之下的直接分解而获得所需要的渗碳气氛。

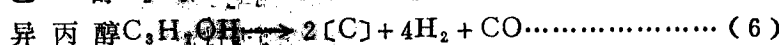
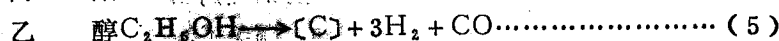
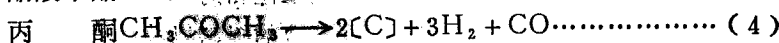
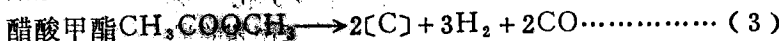
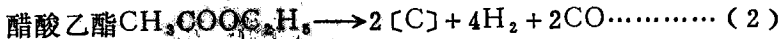
其中一种有机液体在渗碳温度下分解成一股渗碳作用十分微弱的稀释气氛（或称运载气氛）。其作用是在渗碳初期排除炉内的空气，在渗碳阶段维持炉内正压，并构成基本恒定的炉气成分。这种液体一般选用甲醇。甲醇是结构简单的脂肪醇，碳氧之比（%）等于1。在高温之下，将以下式进行分解：



分解的气分基本是由1/3的CO和2/3的H₂所组成。由于分解率很难达到百分之百，故尚有少量的CO₂、H₂O和CH₄。

甲醇在800℃以上时才能比较充分的裂解。但为了防止工件的氧化，在650℃时即可以向炉内滴注。甲醇的碳当量（所谓碳当量，就是产生1克原子碳—12克碳所需要的液体重量）很大。据有关文献介绍，在950℃时要想获得0.6%的碳势，甲醇的耗用量高达744.45克之巨，所以通常不用甲醇作为形成渗碳气氛的液体，而只用它来形成稀释气氛。

另外一种液体在高温下能够分解成渗碳气氛。由于这种液体的碳当量大大地低于甲醇，滴量的变化对炉气碳势的影响很大。因此，碳势的自动控制主要是通过自动控制这种液体的用量而实现。作为形成渗碳气氛的液体，最好选用那些分子结构简单、在高温下受碳氢化合物含氧衍生物的作用极易分解的有机化合物、裂化之后过剩的碳不多，因而没有产生碳黑或焦油的危险。这类化合物有醇、酮、酯、醚等，碳氧之比（%）均大于1。它们理想的渗碳反应分别如下：



分解气氛的组成中，主要是CO和H₂，另处还有少量的CO₂、H₂O和CH₄。在900℃碳势为1%时气体成分如表1所示。

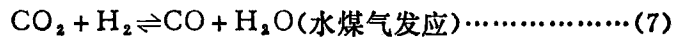
表1：在900℃碳势为1%时的气体成分：

滴注剂	气 体 成 分 (%)				
	CO ₂	H ₂ O	CH ₄	CO	H ₂
CH ₃ OH (甲醇)	0.35	0.96	0.68	32.35	65.66
CH ₃ COOC ₂ H ₅ (醋酸乙酯)	0.35	0.96	0.68	32.35	65.66
CH ₃ COC ₂ H ₅ + CH ₃ COOH ₃ (丙酮 + 醋酸甲酯 = 1 : 1)	0.35	0.96	0.68	32.35	65.66
C ₃ H ₇ OH (异丙醇)	0.13	0.695	1.025	19.42	78.73

从以上所得气氛的组成可见，是以CO和H₂为主的吸热式气氛。

其中CO和CH₄属还原渗碳性气氛；CO₂和H₂O属氧化脱碳性气氛；H₂虽属还原性气氛但在高温之下却有脱碳作用。因此，要想达到光洁渗碳之目的，气相中的CO₂/CO和H₂O/H₂比值应该很小。在正常的气氛中，这个比值是符合要求的，这从表1中可以看出。

气氛在炉内进行着一系列错综复杂的反应。它们在与炉壁及钢铁工件之间，存在着氧化——还原和渗碳——脱碳反应；炉气之间也进行着互相反应，而其中代表着炉气之间互相依存互相制约的反应，便是著名的水煤气反应：

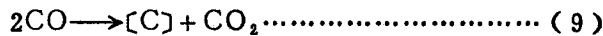


(二) 碳势控制原理

碳渗入到钢件中有两种可能。其一是甲烷CH₄的直接分解：

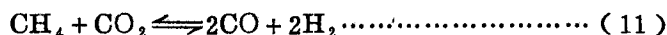
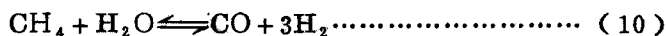


其二是布德奥德(Boudouard)反应，即CO的分解：



从方程式(8)和(9)可以看出：当以甲烷CH₄直接分解进行渗碳时，碳势与 $\frac{\text{CH}_4}{(\text{H}_2)^2}$ 成正比关系；当以布德奥德反应进行渗碳时，碳势与 $\frac{(\text{CO})^2}{\text{CO}_2}$ 成正比关系。由于气氛中的CO和H₂是大量存在的，而且在很大的碳势范围内基本上又是恒定不变的。因此，影响碳势的主要因素是炉气中CH₄和CO₂的含量，提高CH₄或减少CO₂的含量均能使碳势升高，反之则降低碳势。

甲烷CH₄是一种强烈的渗碳气氛，在高温下它首先与H₂O和CO₂进行如下的反应：



反应之后如仍有过剩的甲烷时，才以方程式(8)进行分解，直接提供活性碳素。在一定的时间和限度之内(如渗碳初期)，这些活性碳素将被未饱和的奥氏体所吸收，这对加快排气过程及迅速提高炉气碳势，并无害处。但随着炉气碳势的提高以及渗碳件表面对碳的吸收能力的减弱，过剩的甲烷分解产物将会形成碳黑和焦油，隔绝了渗碳气氛与渗碳工件表面的接触，从而对渗碳引起抑制作用。因此，在渗碳过程中必须通过渗碳剂的用量或渗碳剂与甲醇的比例而对甲烷的含量严加控制，使其含量在1.5%以下，在这种情况下，渗碳主要是以CO的分解来进行的。于是只要控制炉气中CO₂的含量，便可对碳势实行控制。本实验就是用红外线CO₂分析仪通过对炉气中CO₂含量的控制来实现碳势控制的。

由于炉气中存在着互相制约的水煤气反应，当CO和H₂含量基本上恒定不变时，CO₂和H₂O之间存在着一线性关系。因此，控制炉气中H₂O的含量，也同样可以达到控制碳势的目的。这就是采用露点仪通过控制炉气中的水份含量实现碳势控制的理论依据。

综上所述，只有当炉气中的CO和H₂含量基本上恒定不变而甲烷CH₄的含量又不超过1.5%的情况下，才能通过控制炉气中的CO₂(或H₂O)含量对炉气进行准确的一元化控制。否则，CO₂%——C%之间便没有固定的对应关系。这是非常重要的问题，所谓气氛是否稳定主要是指此而言。通过正确地选择两种滴剂、严格控制两者的用量比例、以及保证滴剂充分裂解的炉膛结构，是可以满足这些要求的。因此，当用甲醇为稀释剂时还必须改虑这样一个重要的问题：渗碳剂分解后的气氛应该对甲醇分解后所构成的基本气体成分干扰不大。只有这样才能保障炉气成分的稳定，满足控制的要求。

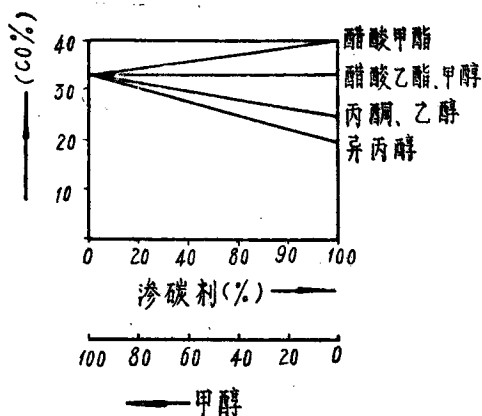


图 1 不同渗碳剂与甲醇混合物对炉气中CO含量的影响

图 1 介绍了几种有机液体在与不同比例的甲醇联合使用时，经理想的渗碳反应之后CO含量的变化情况。从图1及表 1 中可以看出，醋酸乙酯与甲醇在任何比例之下，分解后的气体均与甲醇单独分解后的气体成分完全一样。因此，在以甲醇为稀释剂的情况下，醋酸乙酯应该是最为理想的渗碳剂，而丙酮、乙醇等应该略为逊色。但实际情况并非如此。实验证明，丙酮、乙醇等反而比醋酸乙酯为好。我们在后面将对此进行讨论说明。

我们用醋酸乙酯和丙酮为渗碳剂分别进行了实验之后，接着又用煤油为渗碳剂进行了大量的实验。照以往的观点来看，用煤油似乎满足不了本工艺的要求，因为单独使用煤油时其分解后的气氛不仅甲烷含量很高(在4%以上)，而且其他成分也与甲醇分解后的气体成分相差很大。但是，在与甲醇联合使用时，并非如此。本实验所用的自动执行机构是电磁阀，当电磁阀对煤油进行脉冲式自动控制的情况下，我们对炉气成分进行了大量的全分析，结果如表2所示：

表 2: 炉 气 成 分

炉 气 成 分 , (%)						备 注
CO ₂	O ₂	N ₂	CH ₄	CO	H ₂	
0.70	0	2.10	0.35	33.90	63.95	停 供 煤 油 时 供 应 煤 油 时
	0	2.45	0.64	33.40	63.21	
0.50	0	1.99	0.45	33.40	63.66	
0.45	0	2.79	0.56	32.90	63.30	
0.40	0	2.69	0.64	32.40	63.87	
0.35	0	2.17	0.64	31.10	65.47	停 供 煤 油 时 供 应 煤 油 时
	0	2.06	1.12	31.00	65.47	

注：CO₂系以红外线CO₂分析仪测定，其他用气相色谱分析仪测定。其中N₂数据，可能是炉子或取气时针管稍有漏气所致。

从表2实测气氛的数值可以看出，炉气中CO和H₂的含量是相当稳定的，误差波动在 ± 1.2%以内。由于在两者联合使用时，煤油在碳氢化合物含氧衍生物的作用下分解效率很高，故甲烷含量基本能在1%以下，即使在脉冲供给煤油的状态下仍不超过1.5%。另外，在渗碳自控阶段时，煤油的需要量又很少，仅为甲醇的1/6~1/7或更少，因此，当煤油滴入后的裂解气氛对甲醇分解后所构成的基本炉气成分，干扰不大，从而保证了炉气成分的稳定性，满足了进行碳势控制所需要的气氛条件。煤油价钱便宜、来源丰富，能在滴注式可控气氛渗碳中使用，意义很大。本文将重点介绍这方面的情况。

二、实验设备的改装

本实验是在75千瓦的井式气体渗碳炉上进行的。鉴于实验工作的一些特殊要求，必须对原来的炉子进行适当的改装，方能保证工作的正常开展。图2是炉子改装后的外观照片。

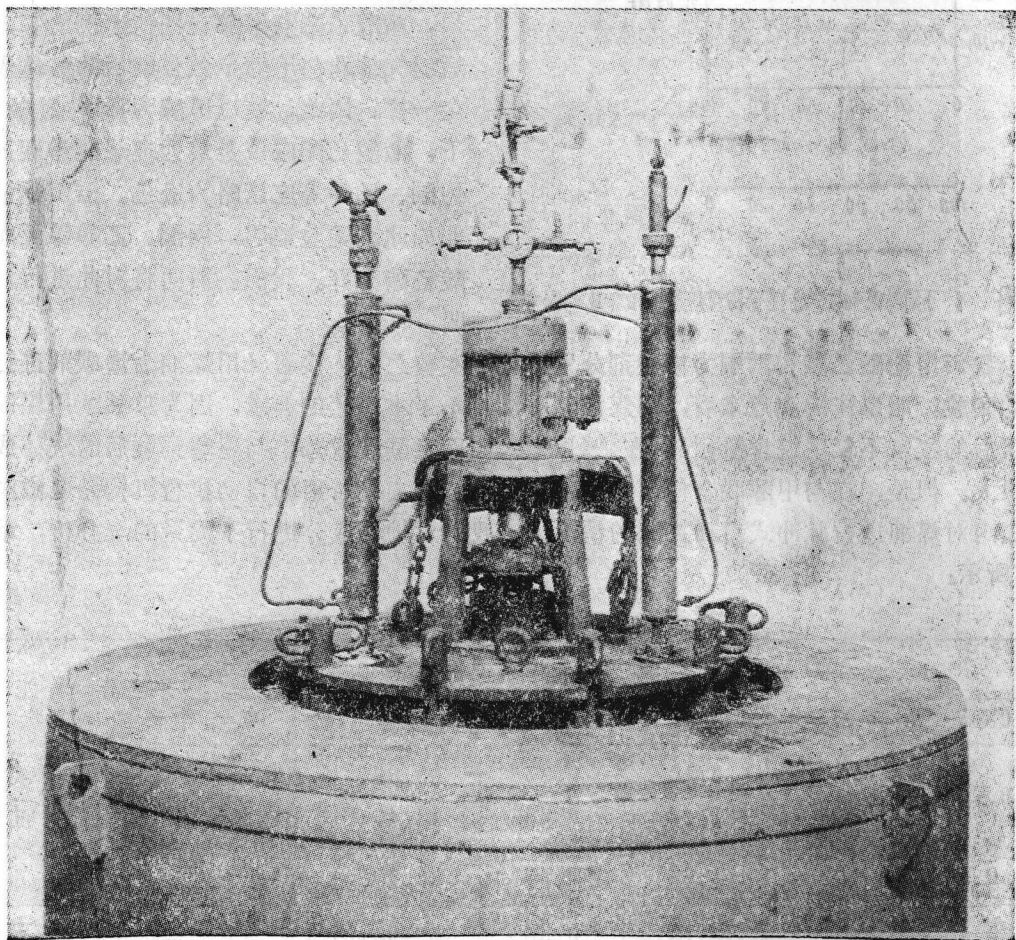


图2： 改装后的炉子外观照片

现将几个改装部分说明如下：

(一) 风扇轴的密封

如前所述，保证炉气成分的稳定乃是实现碳势控制的基础。如果炉膛密封性不好，非但要过多的消耗滴剂、延长排气的时间，而且炉气很难稳定，对于精确地控制碳势非常不利。原来的风扇轴漏气十分严重，成了整个炉膛密封的最薄弱环节。为此，我们改成了活塞环加水冷套的密封方式(见图3所示)。这种改法比较简单。原来的风扇架和风扇轴均可继续使用，经一年多的使用，仍然运行平稳、密封良好。值得注意的是，每次停炉之后不应过早地关闭冷却水。

(二) 滴注阀

原来电炉上配套的滴注阀只有一头，这对以前只用一种滴剂的气体渗碳尚能满足需要。而本工艺需要同时滴注两种液体，原配滴阀不适应了。于是，我们重新加工了一个三头滴阀(见图4)。滴量 $100d \approx 4ml$ 。阀杆螺距为 $0.75mm$ 的细牙，阀杆锥度为 10° 的尖针，这对保证

滴量的精确性和稳定性，效果很好。考虑到某些滴剂(如醋酸乙酯)有腐蚀性，故阀件材料均为不锈钢。

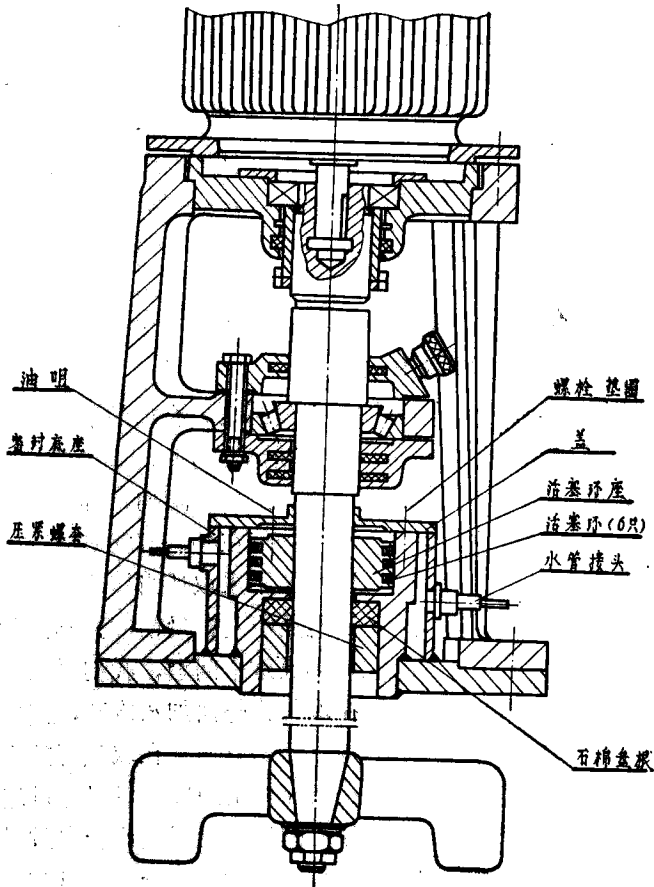


图3 风扇轴密封

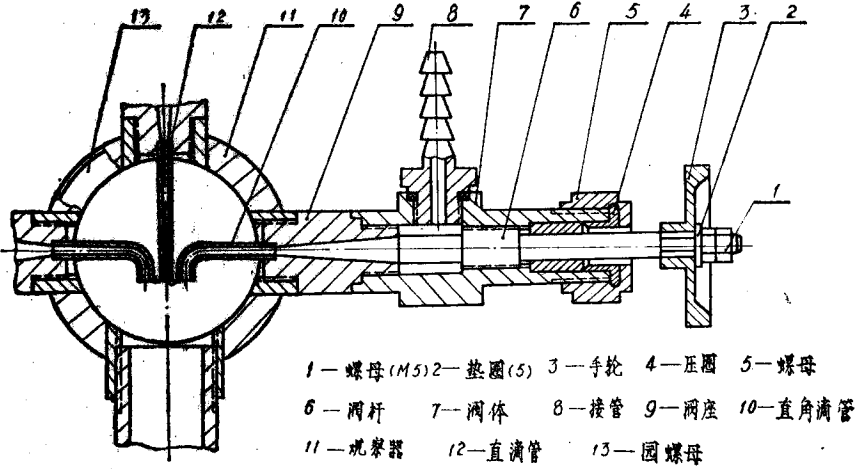


图4 气体渗碳炉滴液阀

(三) 滴注管

滴注管由内外两部分组成(见图5)。炉外部分上接滴注阀,外有水冷套,目的是防止滴剂在中途受热雾化,保障正常滴注。

炉内部分是滴剂的导向管。原来的导向管长度只到绝热箱的下端,不仅风扇鼓出的废气对滴管的出口造成一股向上的压力而影响滴量的稳定性;而且在这个位置分解后的气氛很容易被风扇直接排出炉外。现在我们把它加长到挡风板以下,避开了废气对滴剂出口的不利影响,保证了滴量的稳定性。另外,由于向下延长了出口位置,使得刚刚分解的气氛顺应了炉气正常的循环方向,不但避免了被风扇直接排走,而且对提高滴剂的分解效率也是十分有利的。

(四) 取气管

进入红外线 CO_2 分析仪的炉气试样,是通过这个管道进行抽取的。抽出来的气氛是否具有代表性和真实性,对碳势控制精度影响很大。

取气位置是决定气样是否具有代表性的主要因素。合理的取气位置应该在工件的附近。但原来这个管道的位置却在料筐的外面,不太理想。为此,我们把它弯到了内部(见图6)进行取气,效果很好。由于气氛是控制的,所以管道虽然弯曲,却不曾有过碳黑堵塞的现象。

炉气在 $400\sim 720^\circ\text{C}$ 时存在着 $\text{CO}\longrightarrow\text{C}+\text{CO}_2$ 反应,如不采取适当措施来消除这个影响,测试结果必然是 CO_2 含量偏高、不能代表炉气的真实情况。为解决这个问题,我们采取了双重措施,一方面是在取气管外面加水冷套,使气氛出炉之后立刻冷却;另一方面是在取气管的上部加点火装置,使气氛迅速排出炉外,借以尽量缩短在上述温度区间的停留时间。经反复比较,效果很好。另外,把取气管与排气管合为一体,对减少自控的滞后也是极为有利的。

(五) 取样管

这个管道比较简单,只是在炉外部分加了水冷套,目的是缩短定碳铁皮出炉之后在此冷却的时间。

原来的井式炉经以上几点改动之后,基本上可以满足本实验的要求。但我们觉得除了上述几点之外,有些地方仍有进一步改造的必要。在此,我们想根据实验中的体会,提几点极其粗浅的看法,仅供今后开展炉子改革时参考:

(1) 在渗碳过程中是否使用装料筐,对渗碳质量的均匀性,影响很大。与电炉配套的料筐除了用于装工件之外,还有着使炉气按照一定方向进行循环的作用——这对提高气氛在炉内的均匀性和滴剂的裂化程度非常有利。如果不用料筐,同一炉渗件的深度和浓度,将有很大的差别。

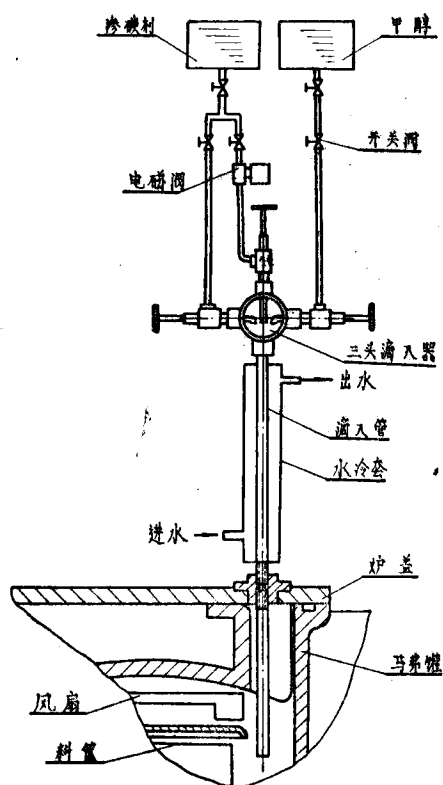


图5 滴入装置

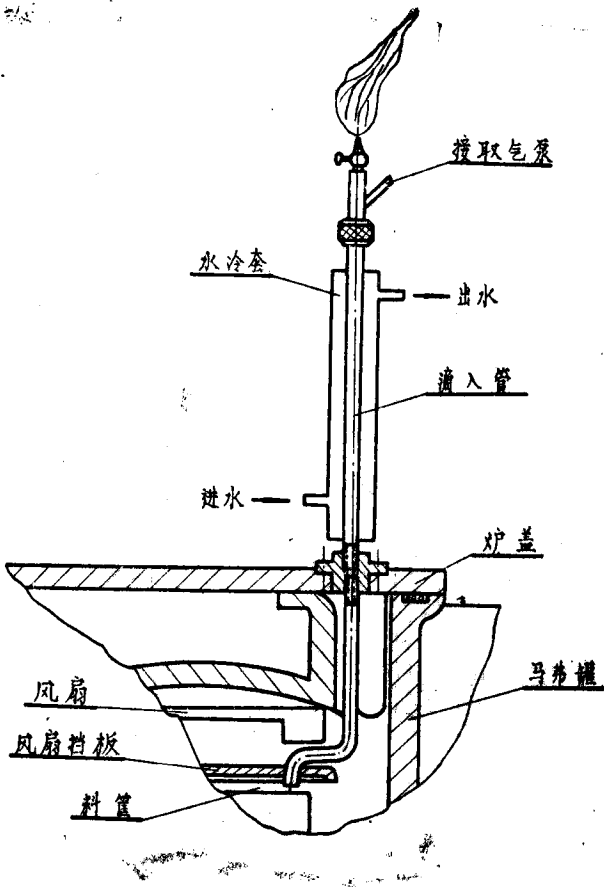


图6 取气排气装置

但是，现在配套出厂的料筐在结构上存在着一些需要克服的缺点，诸如：对炉膛空间占用过大、太笨重、装出不便、不能直接淬火、不能装长工件，等等。关于这方面的改进，我们觉得最好搞成一个整体的园套，平时装在炉内不动，尺寸不仿可以适当放大一些，以便提高炉子的有效利用系数。因为它的作用只在于引导炉气循环，为避免与现在的料筐发生混乱，是否可以名之为：导气套？至于装工件的料筐或料架，再视具体的处理对象和冷却方式而另行制造。

另外，我们发现挡风板与料筐之间有个40mm左右的间隙，不太理想。因为这个间隙会造成循环气氛短路，使一部分刚刚裂解而尚未进行渗碳的气氛被风扇直接排出炉外，出现炉压很高但炉内的下面气氛不多的假象，因而使渗碳质量不均匀。建议通过加长挡风板的吊杆或提高料筐的高度使两部分紧密配合起来。

关于井式炉内部的结构改造，我们想提出一个如图7所示的设想。这种结构能把要排走的废气与刚刚裂解而尚未参加渗碳的新气隔绝开来。因而可以避免把新气当作“废气”排走，也可以避免把真正的废气进行再循环。这对提高滴剂的分解效率和炉气的均匀性，可能会有作用。由于马弗罐、挡风板和绝热箱均需作一定的改动，故对几个管子的配置提供了方便。

(2)如前所述，炉子密封性的好坏，对提高碳势的控制精度，降低滴剂的消耗量，缩短渗碳的时间，关系很大。对此，我们在实验中有了一定的体会。据有关文献介绍，工件装炉之后，首先用真空泵抽出炉内的空气使之形成一个较高的负压，之后开始供应滴剂。据说这样可以大大地缩短排气时间。采用这种方式的基础是炉膛的密封性能要好。为了满足这样的要求，炉膛的密封性能还应该进一步的提高。我们觉得不仅风扇轴的密封需要改进，就是炉盖与马弗罐之间的密封也仍然需要进一步改进。关于后者的密封问题，建议适当地借鉴真空炉门的方式。炉盖的密封目前大多是螺纹拧紧的方法，很不理想，因为螺纹很容易生锈氧化，需要经常更换。最好能以锁紧方式取而代之。

另外，关于“全封闭式”的井式炉也应该引起我们的注意。这种炉子不仅可以渗碳，而且可以在气氛的保护下进行光亮淬火。因此，可以扩大井式炉的应用范围。

(3)除了一些特殊情况之外，采用这种工艺时最好是渗碳之后降温直接淬火。这样可以

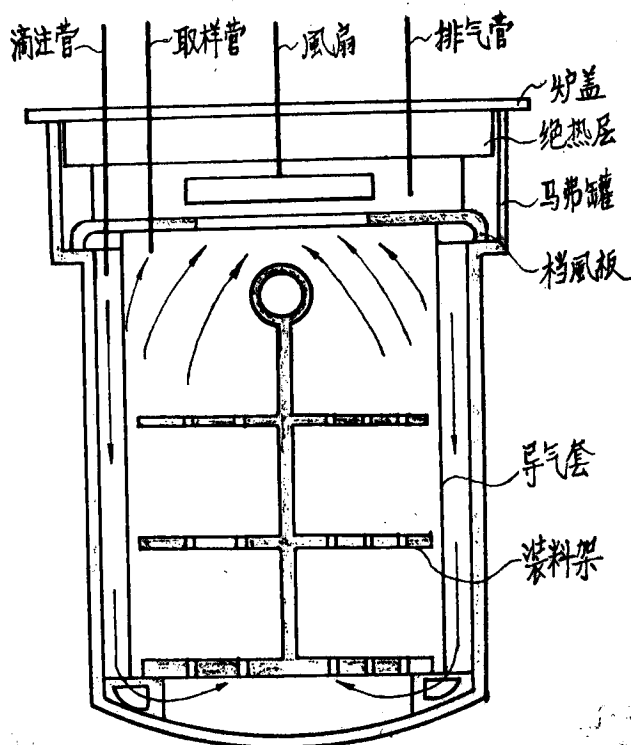


图 7

充分保持原来所控制的碳势精度。但是，由于炉子所用绝热材料的蓄热量太大，所以降温的时间很长，影响了炉子的使用效率。因此，最好选用那些蓄热量小的材料来进行取代。这样不仅降温快，而且升温也快。于是，井式炉的机动灵活性将更为显著了。

(4) 建议在滴注阀上附加锁紧机构和阀位指针，并把每个阀位在特定条件下的滴量给以标定。这对稳定工艺的意义很大。

三、碳势自动控制系统及红外线分析仪的安装使用

(一) 碳势自控系统

本系统的闭环回路如图8所示。炉气依次经干燥器1、球形过滤器2、取样泵3、干燥器4、三通阀5、球形过滤器6、稳压阀7、流量计8，进入红外线分析仪的一次仪表9，炉气在此被分析并转变成相应的电信号；该信号经一次放大之后送到红外仪的二次仪表10，在其表盘上给以 CO_2 含量的指示数值，同时将0~10MV的电信号送到记录仪11；记录仪除能连续记录 CO_2 含量的变化之外，还备有上下限报警的触点开关，并与电磁阀12相接，当记录仪上 CO_2 %的实际值与预定值发生偏差时，触点开关立即转换，从而决定电磁阀的关闭或打开：当实际值高于预定值时电磁阀通电开放，渗碳剂开始滴注；当实际值低于预定值时，电磁阀断电关闭，渗碳剂停止滴注。如此反复，便实现了滴剂的自动调节即碳势的自动控制。图9是这种自动控制 CO_2 含量的真实照片。从图中可以看到，当红外线分析仪刚刚介入的时候，控制精度较差。需要有个调节和稳定的过程，待半小时之后， CO_2 的控制精度可以稳定在 $\pm 0.015\%$ 以内，再到后来其精度更高，可达到 $\pm 0.01\%$ 以内。

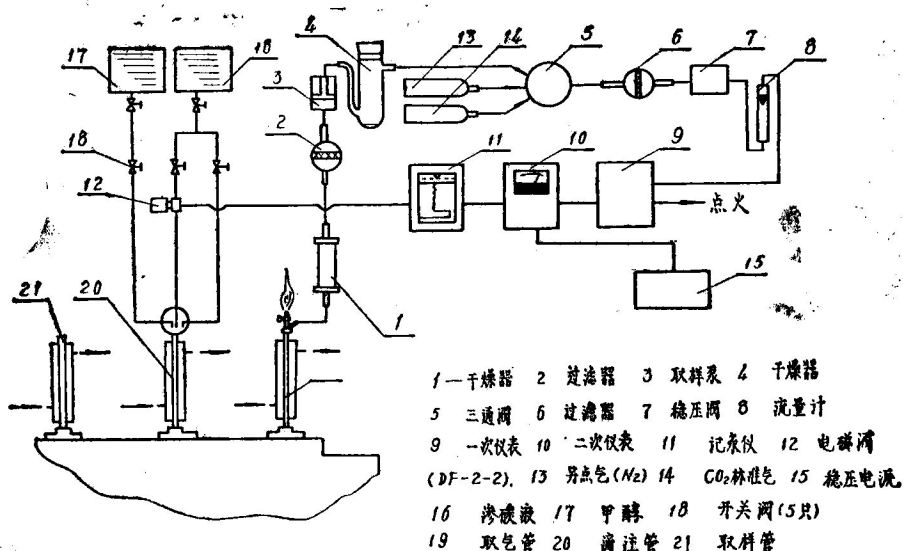


图8 碳势自控系统闭环回路

回路中的管道应该严格密封，不可有漏气现象，否则，测定的结果不准确，影响碳势控制精度。

为了减少自控的滞后性，回路中的管道应该尽量细、干燥器的容积应该尽量小。干燥器中装的是棉花和五氧化二磷（或无水氯化钙）。干燥器1是经过反复的实验比较而确定的一种形式，它是用 $\phi 27 \times 120\text{mm}$ 的不锈钢管和两个螺纹接头制成的，一旦干燥剂失效之后只要拧开两端的接头，即可很方便地更换新的干燥剂。

回路中所用的电磁磁型号是DF-2-2，公称通径是3mm，乃天津永红自动化元件厂生产。

(二) 红外线分析仪的安装和使用：

合理地安装和正确地使用，对测试效果的影响很大。这些在仪器的说明书上已有详细的说明。在此，只就我们遇到的问题，谈几点体会：

1. 为防止电源的干扰，红外仪的电源最好与动力电源分开，但我们这里的实验场地只有一种动力电源，因此其他设备的开关对仪器的干扰很大，具体的表现是当记录仪上的触点开关转换时，在记录纸上常常出现一些横线。破坏了触点开关的正常转换。对提高控制精度很是不利。为此，我们搞了一个大地线（把两根角钢入地3米然后再连接起来），把仪器所有的接地触头均与此相接，效果很好，克服了电源的干扰。

2. 红外仪在正式介入之前，最少要预热2.5小时（有的仪器预热的时间还要长）。相位调好之后不必每次重调。但光路平衡、零点及满度指示，每次使用之前均需耐心细致地调整。使用之后，应该用 N_2 和 CO_2 标准气对仪器进行校验，看其飘移情况，以便心中有数。最好在出炉之前的一小时对仪器进行一次校验，以便即时调整，保证渗碳质量的稳定。一般来说仪器的飘移情况不大。

3. 为了保障每次测试的稳定性，进入红外仪的气体流量应该固定不变。

4.为了节省 CO_2 标准气,在正式校对之前可以先用一次仪表的档光丝进行初校,但档光丝压入的深度应该每次都要一样,否则便没有参考价值。零点校正通常都用氮气,但空气经烧碱石棉(或其他分子筛)过滤之后也是可以的。对此我们曾进行过比较。

5.当红外仪的测定值偏低时,除了重新校验仪器之外,另一个重要原因就是管道或炉子漏气、由于空气的涌入把气氛冲淡,故出现测定值偏低的现象。如果是管道问题,则应逐段仔细检查;如果是炉子问题,除重新紧固之外,还可以适当加大甲醇的用量,借以抵销或减少漏气所引起的问题。

四、滴注式可控气氛渗碳工艺试验及其应用举例

(一) 实验方法及结果

1. $\text{CO}_2\%$ —— $\text{C}\%$ 的对应关系

炉气中 CO_2 含量及碳势($\text{CO}_2\%$ —— $\text{C}\%$)的对应关系曲线,是指导生产制订工艺的依据,正确与否影响很大。因此,必须认真地反复地通过定碳来找出两者的对应关系。这是本实验工作的一项重要内容。

我们同时采用了低碳铁皮(含碳量为0.13%,厚度为0.06mm)和剥层试样($\varnothing 18 \times 100\text{mm}$)进行定碳。铁皮定碳简单易行,能够比较迅速地了解炉气碳势情况,作为炉前化验手段是非常适合的。但是,铁皮定碳不能反映出合金元素对碳势的影响,更不可能反映出碳的分布情况,装炉位置以及出炉冷却方式均与实际工件不同。因此,铁皮定碳只能作为实际工件碳浓度的参考。而剥层试样定碳却能够比较真实地反映实际工件的碳浓度及碳浓度的分布情况,故应该依此作为制订工艺的主要依据。但是剥层定碳比较繁索,不能进行炉前化验。本实验的定碳是依剥层法为主、铁皮法为辅。

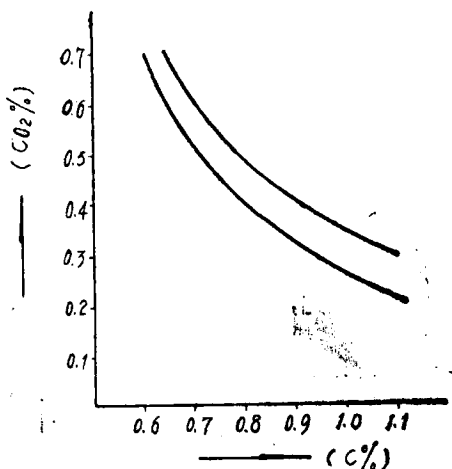


图10 铁皮 $\text{C}\%$ - $\text{CO}_2\%$ 对应关系
(930°C. 甲醇+煤油)

(1) 铁皮定碳的方法和结果:

首先把定碳铁皮用酒精擦干净,並以铁丝系之。待气氛稳定之后,即可入炉渗碳。在一定的气氛下保温15—20分钟便可渗透。考虑到炉气成分的瞬时变化对铁皮定碳的影响比较大,故本实验把保温时间延长到30~40分钟,这对保证定碳数据的重复性很有效果。出炉之后首先在取样管的保护气氛中冷却几分钟,借以保持不氧化不脱碳。随后再从取样管中拉出定碳铁皮,送交化验。图10是铁皮定碳的结果。

(2) 剥层定碳的方法和结果

剥层定碳是否准确,与试样的加工精度关系很大。试样精度的主要指标是两端的顶针孔一定要与光亮的外园同心。否则,难以保证剥层的准确性。因此,加工试样时必须说明这点。

剥层试样与工件同时出炉,每炉只能找出一个 $\text{CO}_2\%$ 所对应的碳势。试样出炉之后立刻淬火,然后涂上过饱和的硼酸酒精溶液于650°C回火,擦清表面即可剥层。试样经此处理后,表面脱碳极其轻微,对准确地反映碳势非常有效。每层剥0.1mm,依含碳量最高的一层(通常在第一层或第二层)作为碳势标准。如果只是为了定碳,每根试样剥三层也就够了。剥层时,试样表面不可沾上油污,否则定碳数值偏高;车剥速度不可太快,以防样品过烧,否则定碳数值偏低。

本实验对四种材料进行了剥层定碳，其 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系曲线分别如图11、图12、图13、图14所示：

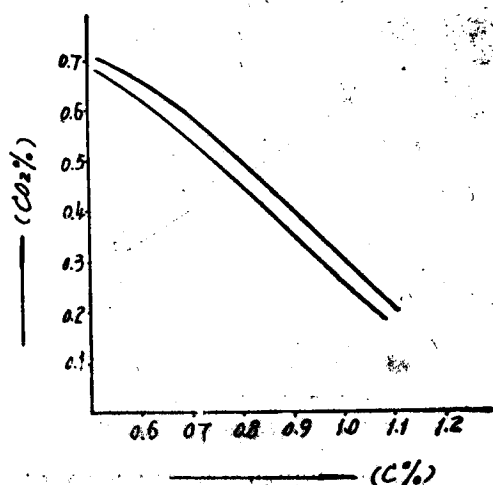


图11 20钢的 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系
(930°C, 甲醇+煤油)

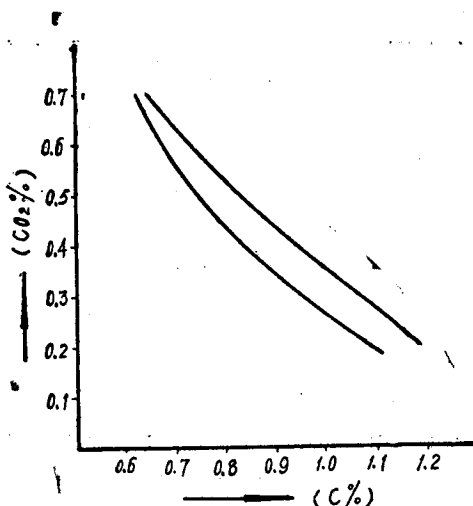


图12 20Cr的 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系 (930°C, 甲醇+煤油)

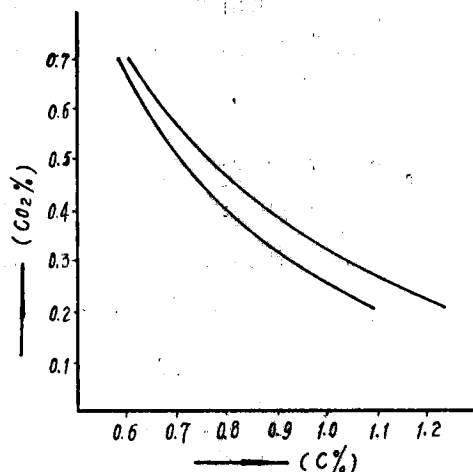


图13 18CrMnTi的 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系 (930°C, 甲醇+煤油)

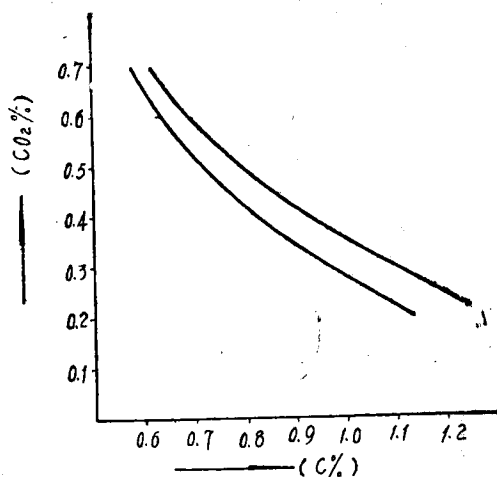


图14 18CrMnMo的 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系
(930°C, 甲醇+煤油)

(3) 影响 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系的因素

上述 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 的对应关系都是在特定条件下的测定结果。因此，这些曲线又可称之为经验曲线。当条件变化时，对应关系曲线也要相应的变化。

(a) 渗碳温度对 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系的影响

同样的炉气在不同温度下具有不同的碳势，炉温越高则碳势越低，反之亦然。通过图15即可清楚地看到温度对 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系的影响。

(b) 合金元素对 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系的影响：

在同一气氛之中进行渗碳时，由于材料的不同其碳势是不一样的。从图16可以看出合金元素对碳势的影响

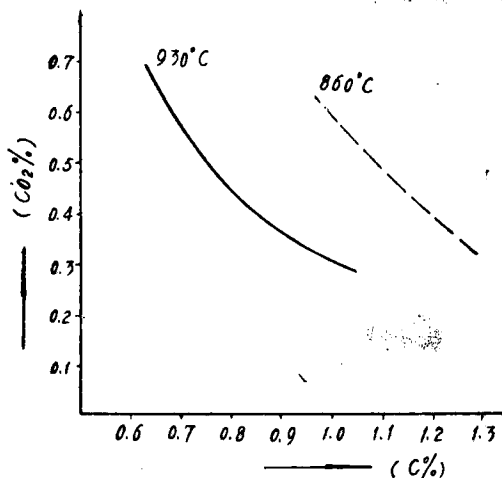


图15 温度对碳势的影响(甲醇+煤油)

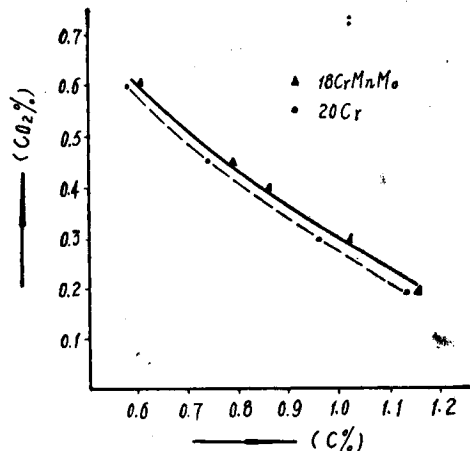


图16 合金元素对碳势的影响(930°C, 甲醇+煤油)

除此之外, 滴剂种类, 炉子密封程度等都对碳势有程度不同的影响。鉴于影响 $\text{CO}_2\%$ — $\text{C}\%$ 对应关系的因素很多, 因此, 只有根据具体的设备、炉温、渗碳材料、滴剂所确立的经验曲线, 才能准确地控制碳势。

2. 渗碳速度

原来的气体渗碳, 由于不能合理的调节渗碳剂的滴量, 在工件上常常有炭黑沉积, 隔断了气氛中的活性碳原子与工件表面的接触, 从而降低了渗碳速度。采用可控气氛渗碳时, 却不会出现这个问题, 所以渗碳速度比原来的方法为高。影响渗碳速度的因素除温度之外, 尚有炉气碳势、合金元素等。

(1) 炉气碳势对渗碳速度的影响:

我们曾以20Cr金相试样在不同的碳势下渗碳两小时, 出炉之后埋在砵石粉里进行缓冷, 用显微镜测量其渗碳深度, 结果如图17所示。可以看出, 碳势越高则渗碳速度越快。因此, 合理的渗碳工艺应该是先在高碳势下快速渗碳, 然后再于所需要的碳势下进行定碳。这样既能缩短渗碳周期, 又能得到所需要的表面渗碳浓度。

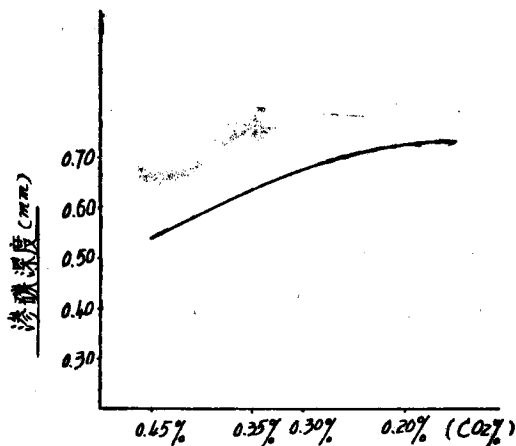


图17 20Cr钢在不同碳势下的渗碳速度
(930°C 渗碳2小时, 滴剂甲醇+煤油)

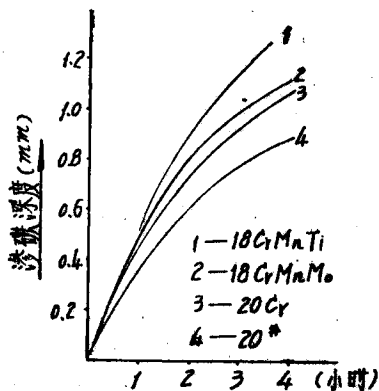


图18 在 $\text{CO}_2\%$ 为0.35%下渗碳速度
(渗碳温度930°C, 甲醇+煤油)

(2)合金元素对渗碳速度的影响:

关于合金元素对渗碳速度的影响,我们通过四种材料进行了实验比较。结果如图18所示。其处理条件是:温度为930℃;炉气CO₂含量为0.35%;滴剂是甲醇和煤油。

从以上结果可以看出,在同一炉内如果装两种以上不同材料的工件,是难以兼顾渗碳深度和渗碳浓度的要求的。

(二)可控气氛渗碳工艺应用举例

1.处理对象及质量要求

工件: 20Cr铲套

要求: 渗层深度1.0~1.5mm

2.渗碳工艺

炉子升温的同时,起动红外线CO₂分析仪进行预热。炉温到850℃时开始滴入一些甲醇,炉温到900℃时再加适量的煤油。这对缩短以后的排气时间很有效果。待温度达930℃时即可装炉。三块金相试样(20^{*}、20Cr、18CrMnMo)及三根剥层试样(20^{*}、20Cr、18CrMnMo)随工件同时装炉。至此,渗碳过程开始了,其工艺如图19所示:

		930 ℃			
		升温排气阶段		红 外 仪 自 控 渗 碳 阶 段	
时 间	1.5 小 时		5.5 小 时		
甲 醇	≤900℃	240滴/分	240 滴/分 （常量）		
	≥900℃	80滴/分			
煤 油	≤900℃	0	0~80 滴/分 （脉冲供给）		
	≥900℃	240滴/分			
CO ₂ %			0.35%±0.01% （自控）		
碳 势			20*	20Cr	18CrMnMo
			0.93%	0.99%	1.03%
炉 压			25~35mm水柱，火苗高250mm左右		

图19: 渗 碳 工 艺

在升温排气阶段,由于炉气中CO₂含量较高,故红外线CO₂分析仪不能介入工作。但是,这个阶段对整个渗碳过程的影响很大。我们把红外仪介入并到达CO₂含量的预定值之前,叫排气阶段。这个阶段的时间一般在2小时以内(如果是连续开炉,时间还要少)。因此,装炉后1.5小时就应该把红外仪调整好并开始进行介入的试探,试探不成应切断气氛,以防干燥剂过早的失效。红外仪可以介入而未即时介入,延长排气时间容易形成炭黑,影响以后的控制精度。排气阶段的滴量我们作两次调整: 900℃以前早醇滴量为240滴/分,煤油不滴或少滴; 900℃以后早醇滴量减为80滴/分,煤油滴量增加到240滴/分。当装炉后温度的下降仍不低于