

文章编号: 1004-0609(2003)02-0319-04

基体温度对 Ti6Al4V 表面渗 Mo 合金层性能的影响^①

李秀燕, 范爱兰, 唐 宾, 潘俊德, 田林海, 徐 重

(太原理工大学 表面工程研究所, 太原 030024)

摘 要: 利用双层辉光离子渗金属技术在 Ti6Al4V 表面渗 Mo, 形成了表面改性合金层, 就 910~990 °C 渗 Mo 时基体温度对表面合金层性能的影响进行了研究。结果表明, 渗 Mo 后的表面合金层由扩散层和沉积层组成, 沉积层呈(211)晶面的择优取向。随着基体温度的升高, 扩散层的厚度增加, 并且合金层表面粗糙度增大。渗 Mo 后的表面合金层硬度较基体 Ti6Al4V 的大大提高, 而基体温度变化对合金层硬度没有明显影响。用涂层压入仪对沉积层和扩散层间的结合强度进行了评定。研究表明, 随着基体温度的升高, 临界压入载荷 p_c 增大, 沉积层和扩散层间的结合强度增大。

关键词: 双层辉光离子渗金属; Ti6Al4V; Mo; 组织; 性能

中图分类号: TG 115.22

文献标识码: A

钛合金具有密度小、比强度高、耐蚀性能优异等优点, 被成功地应用于航空、航天、化工、海洋、汽车、生物医学、体育用品等领域。但钛合金的摩擦因数大、耐磨性较差, 在还原性酸中腐蚀比较严重, 抗高温氧化性差, 这些弱点使它的应用受到一定的限制。对钛合金进行表面处理是改善其性能的既经济又有效的手段^[1,2]。已有的研究表明 Mo 在钛合金表面改性中是一种重要的元素。用磁控溅射制备的 Ti-Mo 合金薄膜具有良好的抗氢脆能力^[3], 采用等离子喷涂 Mo 处理的 TiAl 基合金汽车排气阀阀杆已被实际应用^[4]。双层辉光离子渗金属技术利用低温等离子体及采用固态金属材料作为欲渗元素的供给源, 可在导电材料表面形成梯度渗层, 该技术用于金属材料的表面改性具有独特的优势^[5,6]。利用双层辉光离子渗金属技术对黑色金属材料进行表面改性已有较成熟的经验^[7-11], 但用于钛合金的表面改性研究目前还少见报导。作者利用双层辉光离子渗金属技术在 Ti6Al4V 表面渗 Mo, 就渗 Mo 时的基体温度对合金层性能的影响进行研究。

1 实验

1.1 基材及源极材料

选择退火态的钛合金 Ti6Al4V 作为实验基材,

其成分(质量分数, %)为: Al 6.7, V 4.21, Si 0.07, Fe 0.10, C 0.03, O 0.14, N 0.015, H 0.003, Ti 余量。试样尺寸为 d 16 mm $\times$ 3 mm, 渗 Mo 前所有试样都经过抛光, 表面粗糙度平均值 $R_a \leq 0.1 \mu\text{m}$ 。源极材料为粉末冶金法制备的纯 Mo 板。

1.2 Ti6Al4V 双层辉光离子渗 Mo 的工艺条件

实验设备为 LS-450 型双层辉光离子渗金属真空炉, 极限真空度 $< 6.7 \times 10^{-2}$ Pa。采用 WDL-31 型光电测温仪测温。装炉前试样用丙酮清洗, 渗 Mo 前用载气 Ar 进一步溅射清洗。渗 Mo 时的工艺条件为: 气压 35~40 Pa, 极间距 15 mm, 源极电压 1 100~1 300 V, 工件电压 550~600 V, 渗 Mo 温度 910~990 °C, 渗 Mo 时间 4 h。

1.3 检测方法

用 KYKY1000B 型扫描电镜及 TN-5400 型能谱仪测定试样合金层的厚度和成分, 用 NEOPHOT21 型光学显微镜分析合金层和基体的显微组织, 用 LECOM-400-H1 型显微硬度计测定合金层及基材硬度, 用 D/max 2500 型 X 射线衍射仪分析合金层的相结构($\text{CuK}\alpha$ 靶), 用 TR240 型表面粗糙度仪测定表面粗糙度(仪器分辨率为 0.02 μm)。用西安交通大学研制的 TCY-A 型涂层压入仪进行 p_c 压入试

① 基金项目: 山西省青年科技研究基金资助项目(20021002)

收稿日期: 2002-06-17 修订日期: 2002-08-28

作者简介: 李秀燕(1966-), 女, 副教授, 博士研究生。

通讯联系人: 李秀燕, 副教授, 博士研究生; 电话: +86-351-6010540; E-mail: lixiuyan863@163.com

验, 以评定合金层的结合强度, 采用金刚石圆锥压头(圆锥角 120°), 载荷范围 0~ 300 N, 0~ 700 N, 0~ 1 500 N, 最小分辨率为 0.1 N, 位移范围 0~ 1 000 μm , 加载、卸载速率 $9.2 \times 10^{-4} \sim 2.8 \times 10^{-1} \text{ mm/min}$ 。用声发射法和金相显微观察法相结合, 并采用类似疲劳试验中确定疲劳极限的升降法, 来确定合金层脱落的临界压入载荷 p_c 值。

2 结果与分析

2.1 合金层的组织成分

Ti6Al4V 合金的 ($\alpha + \beta$) $\leftrightarrow \beta$ 转变温度为 $(995 \pm 15)^\circ\text{C}$ 。处理温度高于转变温度时, 空冷后会形成粗大的魏氏组织, 破坏基材原有的力学性能^[12]。因此, 选定渗 Mo 时基体 Ti6Al4V 的温度在 910~ 990 $^\circ\text{C}$ 之间。Ti6Al4V 渗 Mo 后表面形成均匀的合金层, 图 1 所示为 950 $^\circ\text{C}$ 渗 Mo 试样的断面形貌和主要元素 Mo, Ti, Al 和 V 沿断面的分布。图 1(a) 中表面

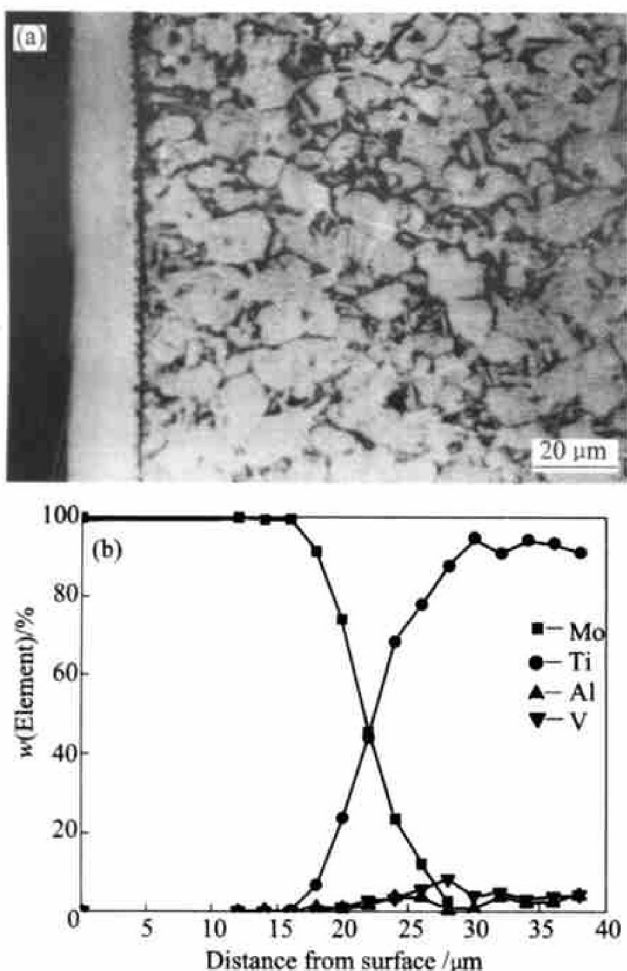


图 1 渗 Mo 合金层及基体 Ti6Al4V 的形貌(a) 和主要元素沿断面的分布(b)

Fig. 1 Micrograph of Mo alloying layer and Ti6Al4V base (a) and constituent distribution of elements on cross section(b)

的白亮层为渗 Mo 后的合金层, 由图 1(b) 可知, 合金层由纯 Mo 的沉积层和 Mo 在基体 Ti6Al4V 中的扩散层构成, 扩散层中 Mo 的含量由 100% 逐渐降至 0。靠近扩散层的基体表层中约 10 μm 范围内的 Al 和 V 含量与渗 Mo 前基体 Ti6Al4V 中的含量相比, 基体表层存在明显的 Al 和 V 贫化现象, 这是由于在较高的渗 Mo 处理温度下, Al 和 V 元素的迁移及高温挥发所致。

不同基体温度下, 合金层中 Mo 含量随层深的变化如图 2 所示。可见, 随着温度升高, 扩散层厚度增大, 这是随着温度升高 Mo 在基体中的扩散系数增大所致。

实验发现, 渗 Mo 后的试样均比渗 Mo 前基体 Ti6Al4V 的表面粗糙度大, 随着基体 Ti6Al4V 温度升高, 合金层的表面粗糙度增大, 如图 3 所示。

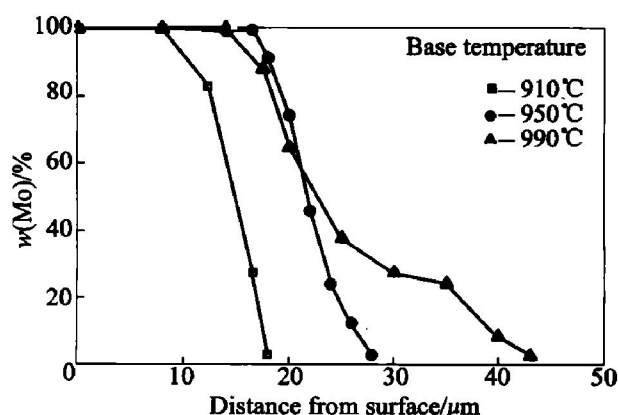


图 2 基体温度分别为 910 $^\circ\text{C}$, 950 $^\circ\text{C}$ 和 990 $^\circ\text{C}$ 时合金层中 Mo 含量随层深的变化

Fig. 2 Distribution of molybdenum in alloying layers with base temperature of 910 $^\circ\text{C}$, 950 $^\circ\text{C}$ and 990 $^\circ\text{C}$

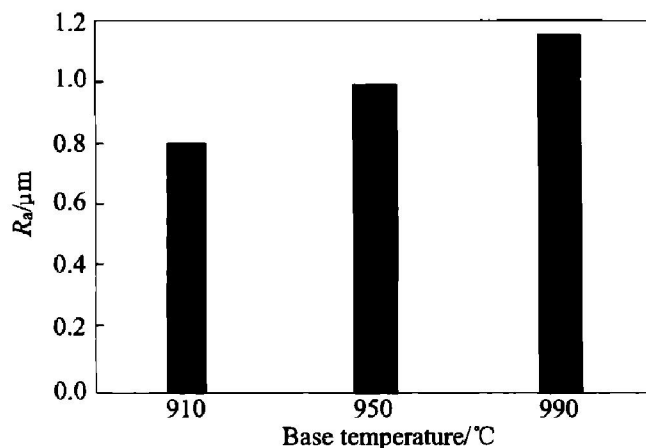


图 3 不同 Ti6Al4V 基体温度下合金层的表面粗糙度

Fig. 3 Surface roughness of Mo alloying layers at different Ti6Al4V base temperatures

在不同温度渗 Mo 时, 保持气压和基体 Ti6Al4V 的电位基本不变, 主要通过改变 Mo 源极与钟罩间的电压来改变基体 Ti6Al4V 的温度。基体温度升高, 对应 Mo 源极与钟罩间的电压增大, 这会使源极溅射量增大及溅射出的 Mo 颗粒变大, 从而使合金层厚度增加, 并使合金层的表面粗糙度增大。

用 X 射线衍射仪分析了合金层的相结构, 图 4 所示为 950 °C 渗 Mo 合金层的 XRD 衍射谱。由图 4 可以看出, 合金层表面有一层纯 Mo 的沉积层, 这与 TEM 能谱成分分析结果相一致。经过分析可知, Mo 沉积层呈现(211)晶面的择优取向。

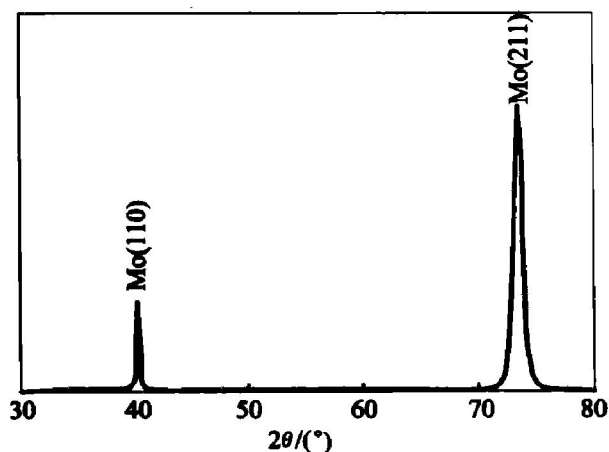


图 4 基体 Ti6Al4V 上渗 Mo 合金层的 XRD 谱

Fig. 4 X-ray diffraction pattern of Mo alloying layer on Ti6Al4V base

2.2 合金层的性能

对 910 °C, 950 °C 和 990 °C 3 个不同基体温度的合金层的表面显微硬度进行了测试, 各合金层的表面显微硬度 10 点平均值差别不大, 约为 HV780 (0.01), 表明基体温度对合金层的硬度影响较小。渗 Mo 后表面合金层的硬度较基体 Ti6Al4V 的大大提高, 图 5 所示为 950 °C 渗 Mo 后沿深度方向的

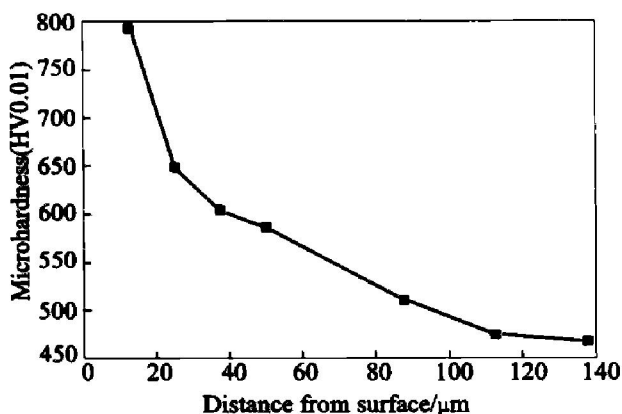


图 5 显微硬度随层深的变化

Fig. 5 Microhardness distribution vs distance from surface

显微硬度分布。

对不同基体温度试样表面进行 p_c 压入试验。因为基体 Ti6Al4V 与 Mo 扩散层间无结合强度问题, 所以 p_c 压入试验可以用来评定沉积层与扩散层间的结合强度。不同基体温度试样的临界载荷 p_c 值如图 6 所示, 可知随着基体温度升高, 试样的 p_c 值增大, 表明沉积层与扩散层间的结合强度增大。图 7 所示是采用 950 °C 基体温度, 试样达到临界载荷时的压痕形貌。基体 Ti6Al4V 较软, 在压入时合金层由于基体挤出塑性变形而开裂, 出现径向和环向裂纹。

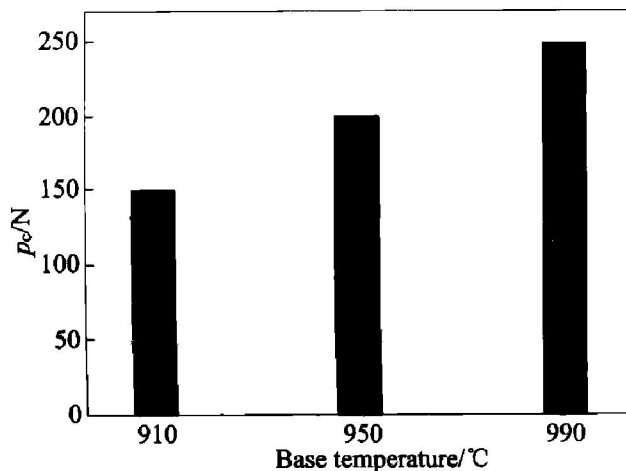


图 6 p_c 值随基体 Ti6Al4V 温度的变化

Fig. 6 p_c vs Ti6Al4V base temperature

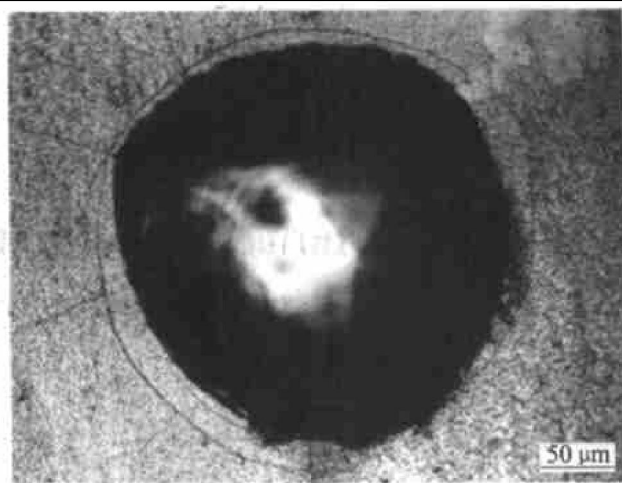


图 7 临界载荷时的压痕形貌

Fig. 7 Indentation morphology at critical indentation load

REFERENCES

- [1] 刘凤岭, 李金桂, 冯自修. 钛合金表面技术的进展 [J]. 腐蚀与防护, 2001, 22(2): 54-57.
LIU Feng-ling, LI Jin-gui, FENG Zi-xiu. Evolution of surface technologies for titanium alloys [J]. Corrosion & Protection, 2001, 22(2): 54-57.

- [2] 萧今声, 许国栋. 提高高温钛合金力学性能的途径[J]. 中国有色金属学报, 1997, 7(4): 97-105.
XIAO Jin-sheng, XU Guo-dong. Several ways to improve mechanical properties of high temperature Ti-based alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 1997, 7(4): 97-105.
- [3] 施立群, 周筑颖, 赵国庆. Ti-Mo 合金薄膜的储氢特性和抗氢脆能力[J]. 金属学报, 2000, 36(5): 530-534.
SHI Li-qun, ZHOU Zhu-ying, ZHAO Guo-qing. Hydrogen storage and hydrogen embrittlement of Ti-Mo alloy films. [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2000, 36(5): 530-534.
- [4] 陈健, 黄伯云, 贺跃辉, 等. TiAl 基合金汽车发动机阀门的开发[J]. 材料导报, 1998, 12(3): 14-16.
CHEN Jian, HUANG Bai-yun, HE Yue-hui, et al. Development of TiAl based alloy automotive engine valves[J]. Materials Review, 1998, 12(3): 14-16.
- [5] XU Zhong. Method and Apparatus for Introducing Normally Solid Materials into Substrate Surface [P]. US 4520268, 1985.
- [6] XU Zhong. Method and Apparatus for Introducing Normally Solid Materials into Substrate Surface [P]. US 4731539, 1988.
- [7] 徐重, 王振民, 古风英. 双层辉光离子渗金属技术[J]. 金属热处理学报, 1982, 1: 71-83.
XU Zhong, WANG Zhen-min, GU Feng-ying. Double glow surface alloying technique[J]. Metal Heat Treatment, 1982, 1: 71-83.
- [8] 徐重. 双层辉光离子渗金属的发展、现状和展望[J]. 表面工程, 1997, 1: 4-10.
- XU Zhong. Advances, state-of-arts and perspectives of the double glow surface alloying technique[J]. Surface Engineering, 1997, 1: 4-10.
- [9] 李成明, 徐重, 田林海, 等. 双层辉光离子渗金属技术等离子体诊断[J]. 应用科学学报, 1999, 17(2): 232-236.
LI Cheng-ming, XU Zhong, TIAN Lin-hai, et al. Study on plasma diagnostics of double glow plasma surface alloying technique[J]. Journal of Applied Sciences, 1999, 17(2): 232-236.
- [10] 李成明, 田林海, 徐重, 等. 双层辉光离子渗金属中 W-Mo 供给源的研究[J]. 材料科学与工艺, 1998, 6(4): 109-111.
LI Cheng-ming, TIAN Lin-hai, XU Zhong, et al. Study on W-Mo alloy surface in double glow plasma surface alloying [J]. Material Science & Technology, 1998, 6(4): 109-111.
- [11] 李忠厚, 刘小萍, 高原, 等. Fe-W-Mo-Co 时效硬化合金的表面冶金工艺[J]. 中国有色金属学报, 1999, 9(4): 790-793.
LI Zhong-hou, LIU Xiao-ping, GAO Yuan, et al. Surface metallurgical technique of Fe-W-Mo-Co age hardened alloy [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 1999, 9(4): 790-793.
- [12] 张宝昌, 王世洪, 何明. 有色金属及其热处理[M]. 北京: 国防工业出版社, 1981. 232-256.
ZHANG Bao-chang, WANG Shi-hong, HE Ming. Nonferrous Metals & Heat Treatment[M]. Beijing: Defence Industry Press, 1981. 232-256.

Influence of Ti6Al4V base temperature on properties of molybdenum alloying layer

LI Xiuyan, FAN Ailan, TANG Bing, PAN Jun-de, TIAN Lin-hai, XU Zhong
(Surface Engineering Institute, Taiyuan University of Technology,
Taiyuan 030024, China)

Abstract: Surface alloying layer of molybdenum on Ti6Al4V base was formed by double glow discharge technique. The influence of Ti6Al4V base temperature on the properties of molybdenum alloying layer at 910-990 °C was studied. The results show that the molybdenum alloying layer is composed of deposit layer and diffuse layer. The thickness of diffuse layer and the surface roughness of molybdenum alloying layer increase with increasing the Ti6Al4V base temperature. The microhardness value of molybdenum alloying layer is much larger than that of Ti6Al4V base. The change of Ti6Al4V base temperature has little influence on the hardness of molybdenum alloying layer. The bonding strength between the molybdenum deposit and diffuse layer was studied with the indentation test. The result shows that it increases with increasing the Ti6Al4V base temperature.

Key words: double glow discharge technique; Ti6Al4V; molybdenum; microstructure; property

(编辑 杨兵)