

先进氮化专家系统的应用

景 晖, 王 鑫, 刘 薇

(德国斯坦格电气有限公司上海代表处, 上海 200030)

摘要: 本文介绍了德国斯坦格电气有限公司氮化专家系统的工作原理和应用案例。对该系统的控制原理、工艺特点及实现方式进行了详细的说明, 同时阐述了德国斯坦格电气有限公司最新的氮化技术。

关键字: 氮势 Kn、氮化专家系统、氢探头、白层

Application of STANGE Nitriding Expert System

Hui Jing, Xin Wang, Wei Liu

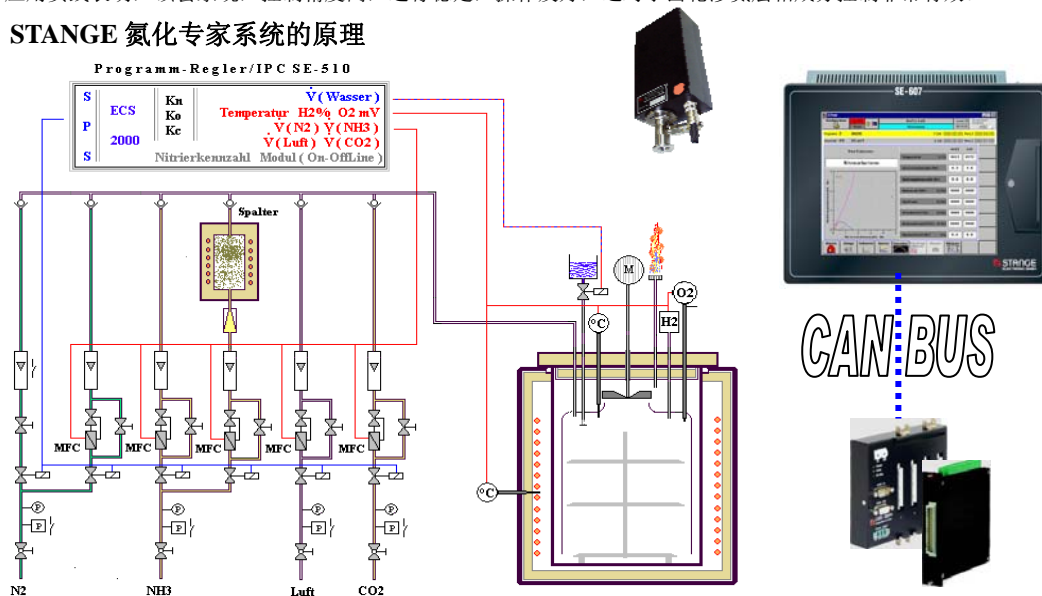
Abstract: The working principle and relevant application cases of Nitriding Expert System which is developed and researched by STANGE ELEKTRONIK GmbH are introduced. More details on control mode, workmanship feature and running way are described particularly; meanwhile the most advanced Nitriding technology created by STANGE is put forward.

Key words: N-potential (KN), Nitriding Expert System, H₂ probe, the white layer

齿轮的渗氮是在一定温度下使活性氮原子渗入齿轮表面的化学热处理工艺。齿轮渗氮的主要目的是提高齿轮表面的硬度、耐磨性、抗胶合性能、疲劳强度及抗腐蚀能力。渗氮硬化层具有高的回火稳定性和低的缺口敏感性。同时, 由于热处理温度低(一般在 500~560℃), 变形小, 所以渗氮在齿轮中的应用越来越受到重视。

在氮化过程中, 炉内温度和氮势是重要的工艺和控制参数, 两者合理匹配及精确控制是确保产品质量的关键。目前, 温度的控制精度对于加热炉已不是问题, 影响氮化质量的主要问题是氮势的精确控制, 德国斯坦格电气有限公司(STANGE)30多年来一直致力于热处理领域的研究和控制, 积累了丰富的经验, 并与著名的Freiberg大学(德国)热处理专业共同合作, 研发出了由氢探头, 渗氮指数模块, 渗氮层深模块等共同组成的氮化专家系统。通过氢探头直接在线检测炉内氢含量, 同时由专门的功能模块计算出氮势, 使整个渗氮工艺过程获得精确可靠控制, 实现全自动作业。应用实践表明, 该套系统, 控制精度高, 运行稳定, 操作友好, 这对于齿轮渗氮层相成分控制非常有效。

1. STANGE 氮化专家系统的原理



图一: STANGE 氮化专家系统

Fig.1 STANGE Nitriding Expert System

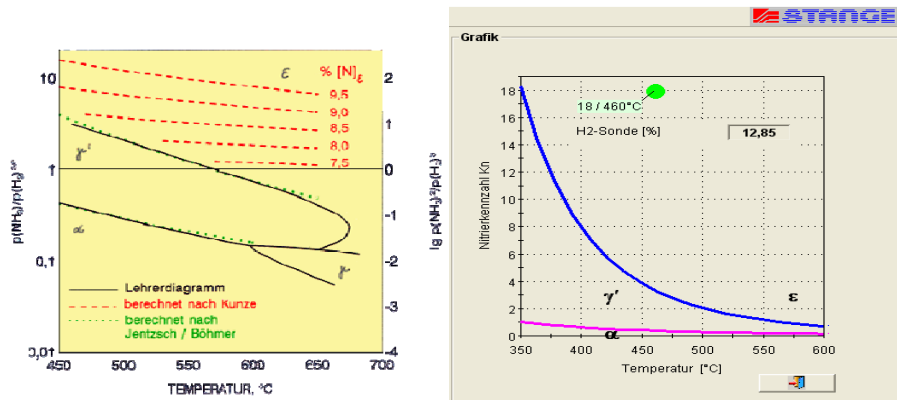
STANGE 氮化专家系统主要由硬件和软件两部分组成(如图一):

硬件包括 STANGE 专用仪表, 如 SE-607(触摸式)、SE-606(按键式), 输入输出模块(模拟量数字量)及 STANGE 氢探头。

软件包括 STANGE 氮化专家系统，其中含有传统渗氮专家模块、氮碳共渗专家模块、后氧化专家模块及渗氮层深模块等。

氢探头在线检测气氮氢含量，由 SE-607 控制器中的专家模块计算出对应的氮势 K_n ，根据闭环控制原理，依据氮势偏差控制器实时计算出所需的各种气氛的流量（ NH_3 、裂解 NH_3 、 CO_2 、 N_2 ），并驱动对应的 MFC(质量流量控制器)来精确调节各气体的质量流量，使实际氮势和设定值保持一致。氮化专家模块包括：

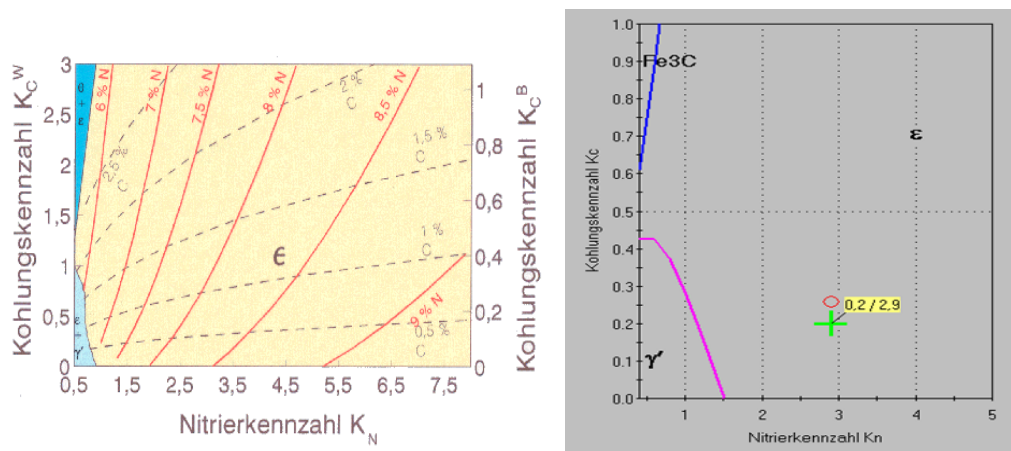
- 1) 传统渗氮预先计算专家模块：以 Lehrer 相图为理论基础，显示传统渗氮过程中氮势 K_n 和温度及气体流量的关系，帮助实现传统渗氮工艺预先设定和氮势 K_n 在线控制。



图二：Lehrer 相图

Fig. 2 Lehrer Phase Diagram

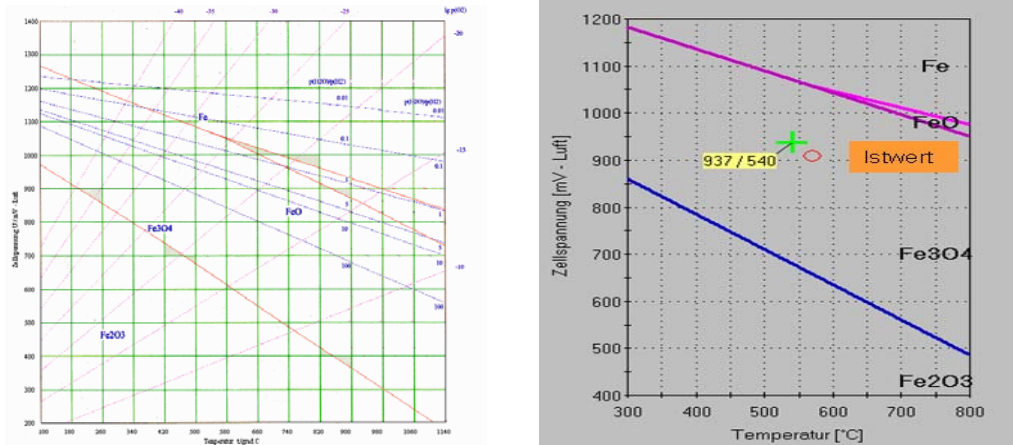
- 2) 氮碳共渗预先计算专家模块：以 Kunze 相图为理论基础，显示氮碳共渗过程中氮势 K_n 、温度、气体流量和 K_c (水煤气反应中的碳势)的关系，帮助实现氮碳共渗工艺预先设定和氮势 K_n 在线控制。



图三：Kunze 相图

Fig. 3 Kunze Phase Diagram

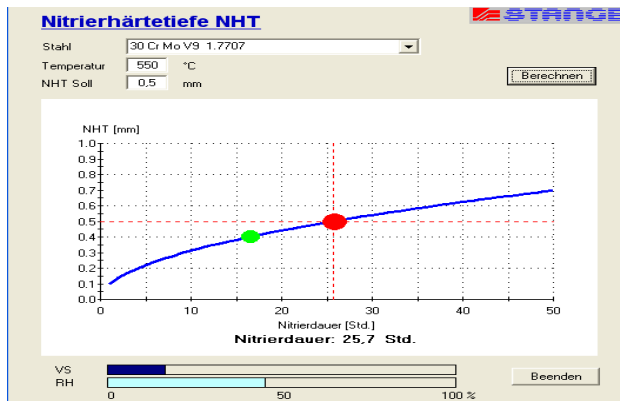
- 3) 后氧化专家模块：以 Berg 相图为理论基础，显示后氧化过程中，温度和氧探头的毫伏信号之间的最佳匹配，帮助后氧化工艺预先设定。



图四：Berg 相图

Fig. 4 Berg Phase Diagram

- 4) 渗氮层深模块：以实验数据为基础，根据材料类型及设定氮势和氮化层深，推断所需要的工艺氮化时间并显示白层(复合层)和边缘硬度的生长趋势，工艺人员可根据此值，优化和创建符合工艺要求的氮化工艺程序。

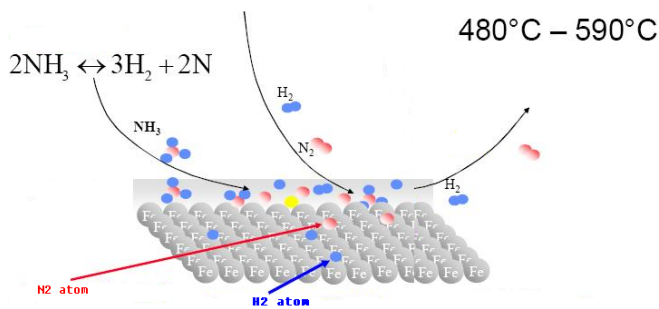


图五：渗氮层深模块

Fig. 5 NKZ module in ECS-2000

2. 氮势控制理论及 STANGE 氢探头测量原理

- 1) 活性氮在工件表面的传递如图六所示意，此过程包括：



图六：氮传递示意图

Fig. 6 Nitrogen Dispersion Sketch Map

- 活性氮原子提供剂 (NH₃) 包围工件
- NH₃ 分子被吸附到工件表面，并在其催化作用下释放出活性氮原子
- 活性氮原子被工件表面吸收
- 活性氮原子从工件表面到内部扩散

2) 氮势控制机理 在化学热处理中，常用渗剂的活性来衡量渗剂所能提供活性原子的能力。对于氮化过程中，

渗剂 $\text{NH}_3 \rightleftharpoons \frac{1}{2} \text{N}_2 + \frac{3}{2} \text{H}_2$ ，其化学平衡常数为 $K = \frac{\Psi_{\text{R}}(\text{N}_2)^{\frac{1}{2}} \Psi_{\text{R}}(\text{H}_2)^{\frac{3}{2}}}{\Psi_{\text{R}}(\text{NH}_3)}$ 其中 $\Psi_{\text{R}}(\text{H}_2) = 3\Psi_{\text{R}}(\text{N}_2)$ ，同时为了

便于实现测量和控制，取 $K_{\text{N}} = \frac{\Psi_{\text{R}}(\text{NH}_3)}{\Psi_{\text{R}}(\text{H}_2)^{\frac{3}{2}}}$ 来反应渗剂 NH_3 所能提供活性氮原子 $[\text{N}]$ 的能力，及氮势。式中

$\Psi_{\text{R}}(\text{NH}_3)$ -----氨气浓度（摩尔浓度）

$\Psi_{\text{R}}(\text{H}_2)^{\frac{3}{2}}$ -----氢气的浓度（摩尔浓度）

通过实验可知，氮势和温度决定着渗层的生长趋势与组织结构，尤其是白层,Fe 和 N 的 ϵ 相化合物。Kn 和氮化物生成相的关系可以借助 Lehrer 相图和 Kunze 相图来显示，参看图二和图三。

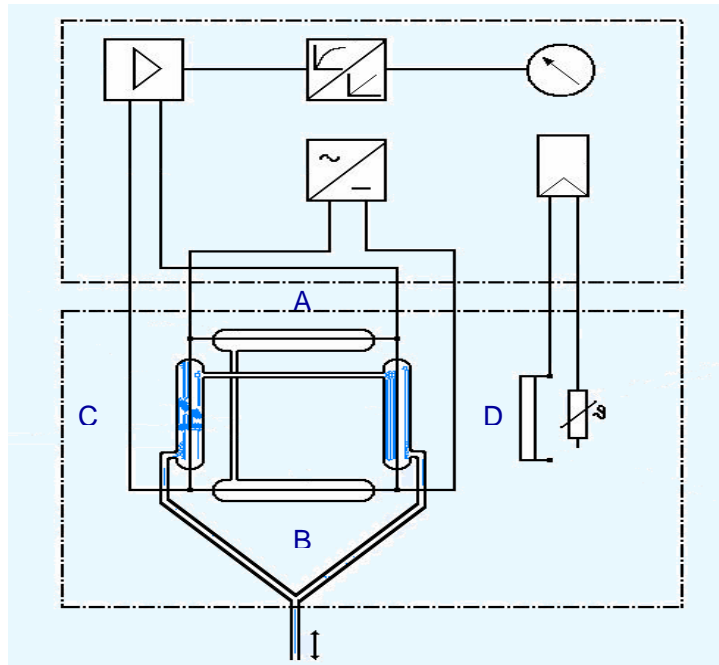
在渗氮过程中，气氛中的氢含量通过 STANGE 专利氢探头测量，再由下列关系模型：

$$\text{KN} = [1 - 1.333 * \Psi_{\text{R}}(\text{H}_2) / \Psi_{\text{R}}(\text{H}_2)^{\frac{3}{2}}]$$

经计算模块推导出对应氢含量的氮势值 Kn，在控制器的人机界面上在线显示，并同时控制气体 MFC（质量流量控制器）调节氨气和裂解氨气的精确流量，从而实现自动控制氮势的目的。同时为了使计算出的氮势 Kn 能过真正反应气氛中的活性氮原子的程度，STANGE 氮化专家系统中的氮化模块都需要设定氨气的最小流量，保证最小的氨气换气率，防止‘虚氮势’。

3) Stange 氢探头的构造及测量原理

(1) Stange 氢探头的构造



图七：STANGE 氢探头构造

Fig. 7: the construction of STANGE H2 Probe

STANGE 氢探头是一种炉外式测量机构。通过本身的 KF16 耐真空法兰与炉内气氛引出管相连接。炉内气体通过扩散在 6~20s 内（一个大气压：绝对压力）进入 Stange 氢探头的测量间 C、D，在测量间中有热敏电阻，其电阻值会根据测量间气体热导率的变换而变化，A、B 为标准气体室，其中

也有热敏电阻，两组热敏电阻构成平衡电桥的两个桥臂，如图七所示。

(2) Stange 氢探头的测量原理

气体名称	$\lambda_0 \times 10^{-5} \text{ cal/cm.s.}^\circ\text{C}$	λ_0 / λ_{A0}	$\lambda_{100} / \lambda_{A100}$
空气	5.83	1.00	1.00
N2	5.81	0.996	0.996
O2	5.89	1.013	1.014
H2	41.60	7.15	7.10
CO	5.63	0.96	0.962
CO2	3.52	0.603	0.7000
CH4	7.21	1.25	1.45
NH3	5.22	0.895	1.04
SO2	2.04	0.350	-----

表1 各种气体0℃时的导热系数 (λ_0)，0℃时的相对导热系数 (λ_0 / λ_{A0})，及100℃时的相对导热系数 ($\lambda_{100} / \lambda_{A100}$)

Table 1 Thermal Conductivity (λ_0) at 0 Celsius and Relative thermal conductivity of various gases at 0 Celsius (λ_0 / λ_{A0}) and at 100 Celsius ($\lambda_{100} / \lambda_{A100}$)

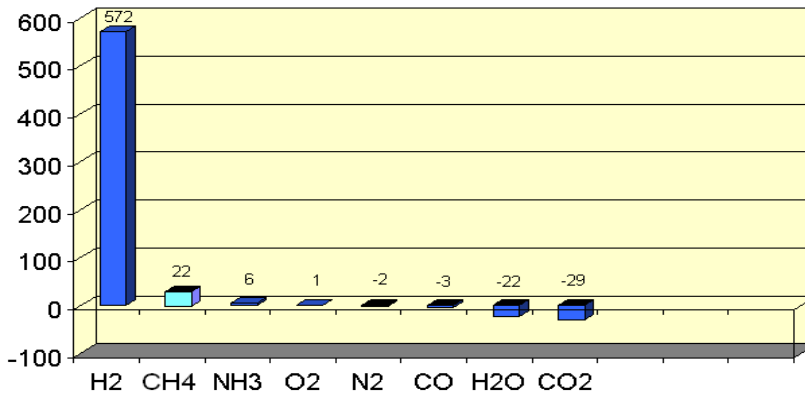
气体与固体一样，能导热，传热的快慢也是和各种气体的导热系数有关。表1中列出了常见的气体在0℃时的导热系数和相对导热系数。以空气的导热系数为基准，各种气体的导热系数与空气的导热系数相比，就是各种气体的相对导热系数。对于彼此之间无相互作用的多组分混合气体，它的导热系数可以近似地认为是各组分导热系数的算术平均值。

$$\lambda = \sum_{i=1}^n \lambda_i C_i$$

式中 λ -----混合气体的导热系数

λ_i -----混合气体中第 i 组分的导热系数

C_i -----混合气体中第 i 组分的体积百分含量



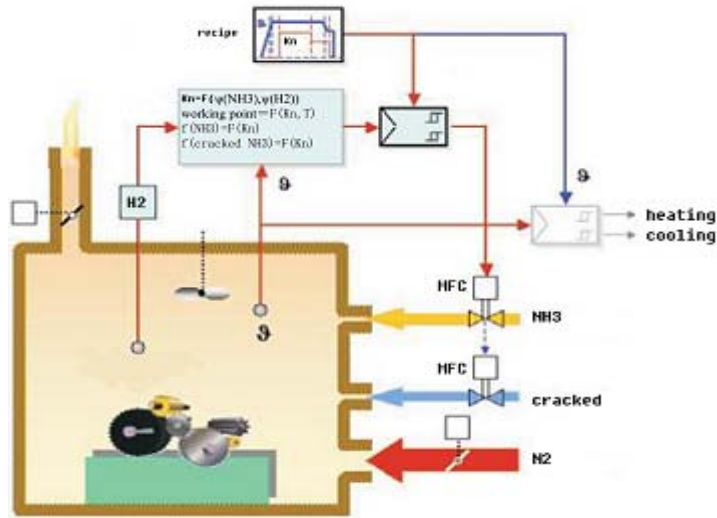
图八：各气体的相对热导系数

Fig. 8 the relative thermal conductivity coefficient

由于 $\lambda_{H2} \gg \lambda_{other}$ ，如图八所示。所以炉内气体中氢含量的变化会显著影响该混合气体的导热系数，氢含量变化也就改变了测量室中的热敏电阻的阻值，使得平衡电桥不在平衡，输出 4~20mA 的信号，根据此标准信号（该标准信号和气氛中氢浓度成正比例线性关系），换算出炉内氢气的含量。

Stange 氢探头很好的解决了传统测量的问题，通过 Stange 探头直接连续测量炉内的气氛，气体成分不会产生偏差。采用扩散原理测量，避免了废气处理的问题。

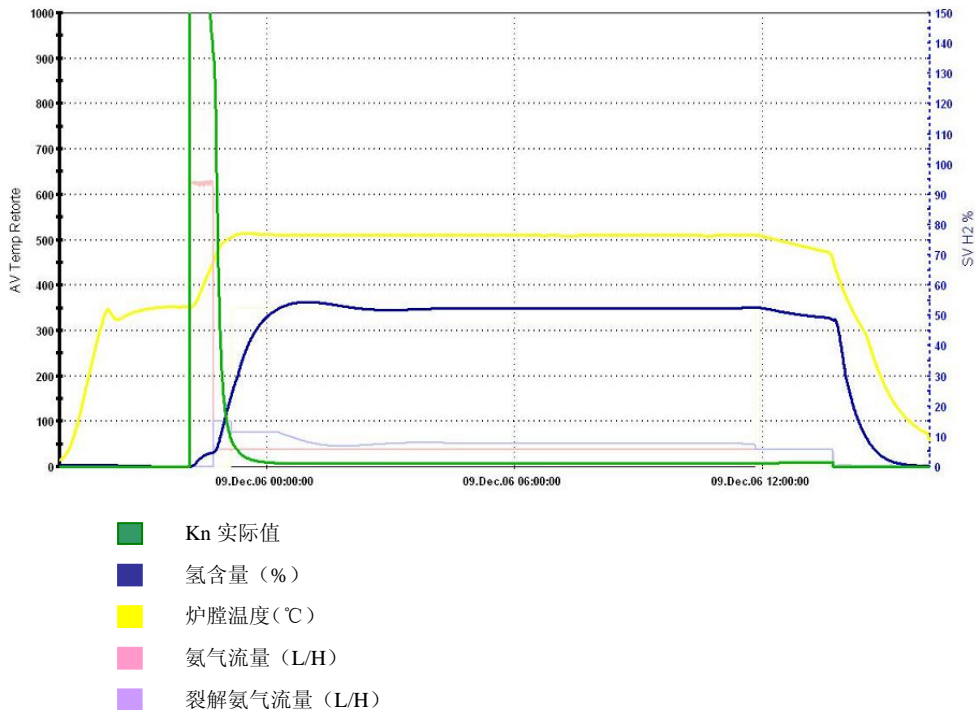
3. 控制实现



图九：控制模式（传统渗氮）

Fig. 9 control mode (Conventional Nitriding)

- 1) 工艺配单：用户根据工件的加工要求（渗氮层深、白层程度）在 STANGE 智能仪表上创建工艺配单。STANGE 渗氮专家模块按照白层的程度和氮化温度预先计算出渗氮指数 K_n 。
- 2) 在线控制：STANGE 智能仪表根据由氢探头测量出的炉里气氛中的氢含量，然后计算出当前的 K_n 值。在比较 K_n 的实际值和设定值后，智能仪表自动计算出所需要的氨气和裂解氨气的流量，在由相应的 MFC (质量流量控制器) 对气体的流量进行精确的控制，保证实际氮势 K_n 与其设定值在氮化过程保持一致。
- 3) 安全保证：在渗氮过程中会产生易燃易爆的气体 H_2 ，在出现紧急情况时，STANGE 智能仪表会自动打开安全氮气的阀门将危险气体排出炉膛，同时在工件预热阶段，可通入 N_2 作为保护气氛。
- 4) 实际的控制效果如图十所示：



图十：实际控制效果（传统渗氮）

Fig. 10 normal control effect (Conventional Nitriding)

4. 生产应用

- 1) 材料及状态 针对齿轮用户或其它产品，如模具零件用户的渗氮要求，选择相应的钢材，如 42CrMo ,40CrNiMo,25Cr2MoV(31CrMoV9)等 齿轮钢，及 8407、2344、HOTVAR、718 等模具钢进行渗氮工艺试验及应用。
- 2) 工艺参数的选择 传统的渗氮工艺的是通过测试氨在炉内的分解率，来调节进入炉内的氨流量。Stange 氮化专家系统采用氨探头直接控制氨势，根据炉内的实际氨势情况，由控制器根据相关的专家模块计算出氨气进入流量，通过 MFC（质量流量控制器）精确控制氨气的流量。根据相关的数学模型，可以推导出氨分解率与氨势的关系：

$$\text{Log } N = \text{Log} (100 - \alpha_{pr}) - 1.5 \text{Log} \alpha_{pr} + 1.187$$

式中 α_{pr} -----NH₃ 的分解率，由滴定瓶刻度直接读出，%

工艺要求为达到一定的深度和表面硬度，且不产生脆性（白层较少），对各钢种采用相应的工艺参数，经过硬度和金相检测结果均达到要求。

表 2 所示为模具钢进行渗氮后的硬度和金相检测结果。





表面处理项目	材料	工艺	表面硬度	渗层	金相照片 100X	金相照片 500X
硬氮化	DIEVAR	温度 510℃		0.23mm		
		时间 30h	HV			
		Xn 值 1.5	1057.1			
硬氮化	8407	温度 510℃		0.20mm		
		时间 30h	HV			
		Xn 值 1.5	1009.4			

表 2 工艺参数和金相检测结果

Table 2 recipe parameters and metallographic photo

本专家系统已在南京高精齿轮集团公司，比利时汉森机械传动有限公司，德国 Carl Gommann 有限公司的渗氮中应用，并取得良好效果。

5. 结论

- 1) 使用 STANGE 氮化专家系统，显著提高了普通氮化炉的先进性和可靠性，其渗氮质量满足齿轮和注塑模具等各类零件的质量要求。
- 2) 采用 STANGE 专利氨探头和氮化专家系统可准确实施氨势控制，确保渗氮的高质量和稳定性。
- 3) STANGE 专利氨探头通过扩散直接测量并通过氮化模块转化为氨势，灵敏度高，反应速度快，可随时对炉内气氛进行监控。
- 4) 渗氮后工件硬度高，基本无白层出现，可满足齿轮等零件的高质量渗氮要求。

参考文献

- [1] 潘邻. 化学热处理应用技术[J]. 北京: 机械工业出版社, 2004.
- [2] Dr.-Ing. Dieter Liedtke. Waermebehandlung von Eisenwerkstoffen, Nitrieren und Nitrocarburieren[J].
- [3] 齐宝森, 陈路宾, 王忠诚. 化学热处理技术[J]. 北京: 化学工业出版社, 2006.