

选择先进材料分析方法， 解决工艺技术难点

Choosing Advanced Analysis Method for Materials , Solving Difficulty of Process Technique

西安航空发动机(集团)有限公司 杨 健

在科学技术迅速发展的今天,只有掌握和了解一些先进的材料分析方法和先进的分析技术,合理选择有效的分析手段,才能使应用技术的价值得到真正的体现。

在发动机研制和制造过程中,工艺过程的技术分析是一个重要环节。这些技术分析是建立在大量试验数据与试制件性能、结构特征和状态基础上的。近年来,随着科学技术的发展,试验分析技术也有了很大提高,为工艺过程分析提供了更多可供选择的方法和更可靠的分析依据。

本文结合公司科研生产的一些实际情况,对应用技术研究中需要了解的现代材料分析方法和一些设备的作用进行了介绍,指出如何有效选择分析方法进行合理的试验分析,掌握技术分析的基本思路,使工程技术人员能更有效地解决工艺技术问题,提升应用技术的价值。

材料分析方法的内容

进行材料分析具有多方面的研究内容,每种分析方法都有其特点,但也有一定局限性。实践中需要多方面结合,综合应用才能解决实际问

题。下面通过对公司解决工艺技术难点问题的一些实际状况进行分析,介绍一些材料分析方法的特点和一些先进技术与设备的发展状况。

1 材料的显微分析

在进行铸造、锻造、焊接、热处理等热加工工艺过程中都需要分析材料在各种状态下的组织结构,近年来在一些机加工的表面及很多特种工艺的评定中也较多地采用了显微分析的方法。但是在公司的一些工艺攻关中很多工艺人员往往只注重研究其工艺方法,在进行材料分析时仅做一些宏观分析或按照标准要求进行一些常规检测。研究成果仅是一些方法描述,没有从材料的内在结构、组织特征上去分析,使一些成果得不到提升。如对一些高温合金材料只进行晶粒度检查(放大倍数为100倍),这对分析材料的内在本性意义不大。高温合金的组织变化最重要的是 γ' 相及一些化合物相的

变化,而这些通常要放大到数千倍或上万倍才能观察到,常规检测不能达到分析的目的。通常可进行的显微分析为:组织特征相;晶粒大小与形态,如等轴晶、柱状晶、枝晶等;各种界面,如表面、相界、晶界;夹杂物。

(1) 光学显微镜。

光学显微镜是最常用的也是最简单的观察显微组织的工具,它能直观地反映材料样品的微观组织形态(如晶粒大小,珠光体还是马氏体,焊接热影响区的组织形态,铸造组织的晶粒形态等)。但由于其分辨率(约200nm)和放大倍数(约1500倍)低,因此只能观察到100nm尺寸级别的组织结构,而对于更小的组织形态与单元(如一些合金的强化相,多数高温合金的相、位错、原子排列等)则需要电子显微镜。

(2) 扫描电子显微镜。

扫描电子显微镜将电子在样品表面扫描时激发出来的各种物

理信号调制成像,扫描电镜的视场、深度远比光学显微镜大,可以用它进行显微断口分析。以公司拥有的Quata400型扫描电镜为例,其分辨率为3.5nm,能够观察的样品大小可达100mm×100mm×60mm;实用的放大倍数,对于显微组织观察可达4000~6000倍,断口观察可达10000倍。该设备将能够解决铸造高温合金中大多数 γ' 相的判定,并能够基本解决发动机失效分析中各类断口的分析和一些微观特征的判定。但是对于一些变形高温合金其 γ' 相还很难辨别和判定,这就需要采用透射电镜。

(3) 透射电子显微镜。

透射电子显微镜的操作方法与光学显微镜非常相似,但试样必须是不够薄的以便电子流能完全穿透。分辨率0.2nm,视场深度500 μ m,实用放大倍数100000倍。

(4) 高分辨透射电子显微术。

高分辨透射电子显微术是近10年发展起来的先进的分析技术。高分辨像可以直观地给出晶体中局部区域的原子配置情况,如晶体缺陷、微畴和晶体中各种界面及表面处的原子分布。加速电压为200kV的高分辨电镜,分辨率可达0.07nm。同时发展起来的还有高分辨像的计算机模拟技术。通过模拟可以获得一些实验中所不能观察到的信息,获得某些特殊样品或样品中特殊结构的合适高分辨像。通过高分辨透射电子显微镜可以进行材料微观结构和缺陷及其与性能之间关系的研究,这些一直是材料学领域的重大理论与试验研究课题。如能很好地应用这些技术,对于公司近年来许多反复发生的故障能够加以深入研究,最终可以从其机理和本质上找出原因,提出根本的解决方法。

(5) 具有三维功能的高分辨力扫描电镜。

具有三维功能的高分辨力扫描

电镜不仅可以进行高倍数下的材料组织观察和断口分析,同时还可以对这些组织和断口的亚表面、次表面和内部进行微观下的逐层剖层分析。

(6) 原子力显微镜。

原子力显微镜可测量绝缘体表面形貌,达到接近原子分辨率,可以测量表面原子间的力作用状态,测量表面的弹性、塑性、硬度、粘着力、摩擦力等性质。

2 材料的化学成分和相组成分析

在进行材料研究时,首先要了解材料的组成,即材料是由哪些化学元素构成的,其含量是多少。要进一步了解材料中各种相的成分构成和含量,了解材料中各种元素的作用,单个元素对材料组织和性能的影响,各元素组合形成对材料组织和性能的影响及各元素间相互的影响。近年来,一些微量元素对材料组织和性能的影响受到越来越多的关注,如发动机上的一些高温合金材料铸造的零件中有一些微量元素,如B和La系元素在材料中仅有非常微小的含量,但对合金的性能会产生很大影响。检测设备的不断发展,使得对这些影响进行准确分析已成为可能。

(1) 辉光光谱仪。

辉光光谱仪是目前在国内应用较少的成分分析设备。该设备除进行常规成分分析外,其最大特点是可以进行宏观的剥层成分分析,这为一些零件表面状态的分析提供了准确的判定手段。该设备的应用已使公司一些精锻工艺、特殊加工工艺表面层的测试水平处在国内的领先地位。

(2) 微区成分分析设备。

在发动机零件的制造和发动机试车过程中经常会遇到要对一些微小区域的材料成分和表面状态进行分析,如发动机零件表面污染的分析,通常是检测碳、氧、氮元素的含量,目前采用X射线能谱仪进行检测。但是在进行检测时要注意该设备分析的局限性和误差较大的特点,

不能正确应用其检测数据会导致错误的结论。X射线能谱仪理论上可分析原子序数为5~92的所有元素,分析深度0.5~2 μ m。但在实际应用中,对于原子序数小于10的轻元素,如C、O、N,分析困难,精度和灵敏度很差,通常只能比较其相对含量,无法测出其绝对量。对原子序数大于10,含量大于10%的元素,修正后的测量误差在 $\pm 5\%$ 左右。

(3) X射线光电子能谱(XPS)仪。

这是目前应用最广泛的表面分析方法之一,其空间分辨率可达10 μ m,根据测得的光电子动能可以确定表面2mm的深度层中所存在元素以及该元素原子所处的化学状况,还可得到元素及其化学状态的深度分布,这就是深度剖面分析。该技术最大的特色是可以获得丰富的化学信息,被认为是新的分析技术方向,是20世纪的一项重要突破。该设备可以广泛应用于材料和零件表面的污染检测、功能团的检测、表面氧浓度检测,还可以进行污染的杂质元素检测,污染物质的状态分析,表面氧化与污染等原因查明,腐蚀作用进展与状态的评价。对于机械部件的润滑系统可进行润滑膜厚的检测,涂镀膜的脱落评价,机械部件润滑层的氧化评价等研究分析。

3 力学性能分析

(1) 常规力学检测设备。

力学性能检测设备近年在电子化发展方面有了很大进步,能够准确检测一些微小力学性能的变化。同时,这些先进检测设备对于试样的加工要求也越来越高,样品的光度、表面状态和残余应力对实际检测数据的影响越来越受到重视。在制定力学性能指标方面,所取试样的代表性、检测结果的有效性、对零部件是否有真正的考核意义,都需要加以注意。

(2) 疲劳检测设备。

材料结构件的疲劳性能,特别是各类特种工艺导致的表面疲劳性能的检测是目前在工程实践中倍受关注的重点,这类试验设备包括热机械疲劳试验机、环境疲劳试验机等。在进行工业疲劳试验时,重要的是如何设计好试验方案,如何制取试样使其能在试验机上很好地完成试验并有工艺的代表性。这要求工艺和试验人员不仅要了解疲劳设备的特性,还要了解被测零件的使用状态和应力情况。对于模拟样品的工艺方案的设计更要精心考虑。

4 应力分析(残余应力分析)

在实际工作应用中,发动机涡轮盘、叶片在机械加工和表面特种加工过程中零件表面会残留一些应力,这些应力的存在有时会严重影响发动机的使用寿命。在某发动机试车过程中,发生了几次在仅试车几个小时后其涡轮盘第三榫齿就出现裂纹的现象,其最大可能就是第三榫齿残留有较大的应力。

残余应力测定有很多方法,一种是应力松弛法,即用钻孔、开槽或剥层等方法使应力松弛,用电阻应变片测量变形以计算残余应力,这是一种破坏性的测试;另一种是无损测试法,主要是X射线衍射法。目前发展的便携式X射线应力仪的出现和计算机的应用使现场和在线的应力测试成为可能,更扩展了它的实用领域。试样表面状态对应力测定有很大的影响,待测表面应无油污、氧化皮和粗糙的加工痕迹。同时应注意测试部位的曲面影响和内部显微组织的影响。

5 结构分析

如何能使用好各种零件,取决于零件本身的性能,而零件的性能与材料的结构有很大关系。在公司很多的实际工程应用中,这方面没有得到足够的重视,很多问题的解决仅局限于表面。通过结构分析可以解决很多工艺实践中难以解决的问题。

(1) X射线衍射仪。

衍射仪测量具有方便、快速、精确等优点,是进行晶体结构分析的主要设备。衍射仪与计算机结合,使操作、测量及数据处理基本上实现了自动化。目前,大部分测试项目已有了专用程序,使衍射仪的作用得到更进一步的发挥。衍射仪主要用于材料的物相分析,其中包括:纯元素、化合物、固溶体,并可区别材料的同素异构体,进行非晶态材料的分析。在进行固溶体类型的确定、固相溶解度曲线的测定、宏观应力的量度、化学热处理层的分析、过饱和固溶体分解过程等的研究时,X射线衍射仪可以起到重要的作用。

(2) 背散射电子衍射仪(EBSD)。

背散射电子衍射技术出现于20世纪80年代末,目前已发展成为将显微组织与晶体学分析相结合的一种新的图像分析技术,已成为研究材料形变、回复和再结晶过程的有效分析手段,特别是在微区结构分析方面已发展成为一种新的方法。从一张取向成像的组织形貌图像中,不仅能获得晶粒、亚晶粒和相的形状、尺寸及分布的信息,而且还可获得晶体结构、晶粒取向、相邻晶粒取向相差等晶体学信息。

在织构分析中,EBSD技术不仅能测定各种取向的晶粒在样品中所占的比例,而且还能确定各种取向在显微组织中的分布。

在晶粒间取向差分析中,EBSD技术可以测定样品每一点的取向,也可测出晶界两侧晶粒间的取向差。

(3) 物相鉴定及相含量测定。

通过取向成像技术,可实现选择物相成像,图像中能清晰地显示相的分布,利用图像处理功能可方便地计算出相的相对含量。

(4) 测量晶粒尺寸。

传统的晶粒尺寸测量方法依赖于显微组织中界面的观察,显微组织

通常借助于合适的腐蚀剂而显露出来。如果腐蚀剂选择或侵蚀程度控制不当,使一些界面不能显现,即使试样腐蚀工艺合适,也难以同时使各类界面显露,这将给准确测量晶粒尺寸带来一定的困难。而EBSD技术除了用取向成像来显示组织形貌外,还可选择晶界、亚晶界和相界面成像,在清晰显示晶粒、亚晶粒和第二相形貌的同时,在图像中很容易区分各类界面。

材料分析的基本思路

分析过程必须要有一个整体、系统、全过程的概念。要了解各类背景资料和相关历史情况,要从一些零部件外部的现象了解到内部结构、应力等的变化过程。

首先要确定分析对象(零部件)发生时的状态,对其现象和问题的实质要有准确的描述;其次要收集一些零部件失效的状态和特征,检测其宏观、微观特征;然后了解当前的、潜在的和过去的问题零件;同时还应了解其环境、介质、应力、温度等特征的情况。

在分析的合理性、有效性上应注意如下几个方面:

- 了解检测设备的使用范围和局限性(适用性);
- 了解被检测材料的性能特点;
- 了解样品的制取方法及方法的有效性;
- 了解检测的目的(研究深度);
- 掌握检测结果评价方法:精确度、准确性、综合判断;
- 考虑检测技术的经济性、时间性。

结束语

在科学技术迅速发展的今天,只有掌握和了解一些先进的材料分析方法和先进的分析技术,合理选择有效的分析手段,才能使应用技术的价值得到真正的体现。(责编 依然)