

HB

中华人民共和国航空行业标准

FL 0180

HB 7750—2004

钛合金零件真空热处理

Vacuum heat treatment of titanium alloy parts

2004-09-01 发布

2004-12-01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由中国航空工业第一集团公司提出。

本标准由中国航空综合技术研究所、北京航空材料研究院归口。

本标准起草单位：北京航空材料研究院、沈阳飞机工业(集团)有限公司、贵州新艺机械厂。

本标准主要起草人：沙爱学、王庆如、李兴无、刘东升、于新年、赵 松。

钛合金零件真空热处理

1 范围

本标准规定了钛合金零(组)件真空热处理的设备及工艺材料、热处理工艺、工艺要求、质量控制与检验和技术安全等内容。

本标准适用于钛合金零(组)件的真空热处理,包括退火、去应力退火、除氢退火、固溶处理和时效等。钛合金半成品的真空热处理亦可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包含勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 209 工业用氢氧化钠

GB 210 工业碳酸钠

GB/T 394.1 工业酒精

GB/T 4209 工业硅酸钠

GB/T 4698.15 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 真空加热气相色谱法测定氢量

GB/T 6026 工业丙酮

GB/T 9983 工业三聚磷酸钠

GB/T 10066.1 电热设备的试验方法 通用部分

GB/T 10624 高纯氩

GJB 3763A—2004 钛及钛合金热处理

HB 5354—1994 热处理工艺质量控制

HB 5415 热处理淬火用油

HB 5425 航空制件热处理炉有效加热区测定方法

HB/Z 344 钛合金酸洗工艺及质量检验

3 设备及工艺材料

3.1 真空加热及控制设备

3.1.1 真空炉一般采用冷壁辐射电热元件加热。真空炉内的真空压强应不大于 6.7×10^{-2} Pa。

3.1.2 真空炉的分类与一般要求、温度测量设备与热电偶的要求以及炉温控制档案的建立,应符合 HB 5354—1994的有关规定。

3.1.3 炉温均匀度为热处理炉有效加热区内允许的温度偏差,真空热处理炉温度允许偏差见表 1。真空炉的炉温均匀度检验应在真空压强小于 13.3Pa 的状态下进行。其检验方法应符合 HB 5425 的有关规定。

3.1.4 真空炉空炉冷态的压升率一般应小于 0.67Pa/h。压升率的检验应按 GB/T 10066.1 的规定执行。压升率的检定周期为:

- a) 在连续使用的情况下每月一次;
- b) 设备大修后,更换密封元件后或长期未用重新使用前应及时进行检定。

表 1 真空热处理炉有效加热区内温度允许偏差

热处理种类	有效加热区内温度允许偏差 ℃	控温允许偏差 ℃	备 注
退 火	±10	±5	HB5354-1994 中的Ⅲ类炉
去应力退火	±10	±5	
除氢退火	±10	±5	
固溶处理	±10	±5	
时效	±5	±1.5	HB5354-1994 中的Ⅱ类炉

3.1.5 真空炉应具备真空压强指示、记录及自动控制的装置。真空测量仪表的检验按计量部门的有关规定执行。

3.1.6 真空加热室所用的结构材料不应真空热处理的零件产生有害影响。

3.1.7 真空炉冷却水进口水压应大于 0.2MPa，流量应能调节，并备有报警及断水保护装置。冷却水进口水温为 5℃~35℃，出口水的温升应不超过 20℃。

3.1.8 用于真空气淬的真空炉应具有快速充气装置、风扇搅拌和热交换装置。

3.1.9 真空炉的加热电极在通水的情况下对地绝缘电阻应大于 1kΩ。

3.1.10 在空炉并经干燥、除气的情况下，工作容积不大于 0.5m³ 的真空炉，应在 20min 内抽到规定的真空工作压强；工作容积在 0.5m³~1.0m³ 的真空炉，应在 30min 内抽到规定的真空工作压强；工作容积大于 1.0m³ 的真空炉，应在 1h 内抽到规定的真空工作压强。

3.1.11 真空炉的淬火延迟时间(由开启闸阀时算起到零件全部没入淬火介质中结束)按 GJB 3763A-2004 规定执行。

3.1.12 真空炉及其辅助设备与各种仪表的工作环境应符合有关技术文件的要求。

3.2 冷却设备

3.2.1 真空炉应根据需要装配固定的或可装卸的油槽、水槽、气冷槽。其容积应足够大，以保证在连续生产条件下具有足够的冷却能力。油槽、水槽的工作温度不应因零件的淬入而超过工艺规定的温度或使用温度的上限。

3.2.2 油槽、水槽均应配备加热、冷却、测温、控温、超温报警及搅拌装置。淬火槽测温仪表的分辨率应优于 5℃。

3.3 清洗设备

3.3.1 清洗设备应满足零件清洗质量的要求。

3.3.2 凡对环境有污染或对操作人员身体健康有影响的清洗设备，均应符合有关技安管理条例的规定。

3.3.3 凡有温度要求的清洗设备，均应配备分辨率优于 5℃的测温仪表。

3.4 冷却介质

3.4.1 氩气

真空气冷所用的高纯氩气应符合 GB/T 10624 的规定，其纯度不低于 99.999%。

3.4.2 水

符合要求的工业用水。

3.4.3 油

真空淬火油应符合 HB 5415 的规定。使用过程中的真空淬火用油应按 HB 5354-1994 的规定进行定期检验。

3.5 清洗剂

3.5.1 品种

真空热处理前后，零件可用下列清洗剂进行清洗(清洗剂不应与零件发生不良反应)：

- a) 有机溶剂(含有机溶剂蒸气);
- b) 金属清洗剂(不推荐使用水溶性清洗剂)。

3.5.2 调整与更换

应根据清洗效果对清洗剂进行必要的调整或更换。

4 热处理工艺

4.1 预热

4.1.1 零件加热前应将加热室的真空压强抽至不大于 6.7×10^{-2} Pa。

4.1.2 为减少快速升温时零件变形或产生裂纹,可采用阶段式升温。

4.2 加热温度和真空压强

4.2.1 退火

4.2.1.1 真空退火、去应力退火的加热温度应按 GJB 3763A—2004 的有关规定执行。

4.2.1.2 真空炉内的真空工作压强应不大于 6.7×10^{-2} Pa。在真空退火过程中,为避免因真空压强过低而产生真空表面腐蚀,一般应将真空工作压强控制在不小于 2×10^{-3} Pa。

4.2.1.3 允许将真空退火与零件的热矫正和热变形过程相结合。一般在 $650^{\circ}\text{C} \sim 750^{\circ}\text{C}$ 范围内进行矫正,在 750°C 或更高的温度下进行热变形。

4.2.2 除氢退火

4.2.2.1 除氢退火时,加热室真空工作压强应符合 4.2.1.2 的要求。

4.2.2.2 半成品和制件的除氢退火一般在 $550^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ 范围内进行。

4.2.2.3 半成品或制件中氢含量为 $0.0125\% \sim 0.025\%$ 时,除氢退火的保温时间应按表 2 的规定进行选定,其他氢含量制件的保温时间由实验确定。应在装炉零件热透的情况下,从真空工作压强不大于 6.7×10^{-2} Pa 的时刻开始计算。

表 2 除氢退火的保温时间

最大截面厚度或直径 mm	保温时间 h
≤ 20	1~2
$> 20 \sim 50$	$> 2 \sim 3$
> 50	> 3

4.2.3 固溶时效

4.2.3.1 钛合金需进行真空固溶处理和时效时,应按 GJB 3763A—2004 规定的固溶处理和时效制度进行。

4.2.3.2 在真空固溶处理和时效时,加热室真空工作压强应符合 4.2.1.2 的要求。

4.3 真空加热的保温时间

4.3.1 参照附录 A 规定的方法对零件在真空炉中的加热滞后时间进行实际测定。测定的结果用于确定零件在真空炉中加热的保温时间。

4.3.2 在测定了加热滞后时间的情况下,零件真空热处理的保温时间等于实测的加热滞后时间加上 GJB 3763A—2004 规定的保温时间。

4.3.3 在未实际测定加热滞后时间的情况下,零件真空热处理的保温时间应在 GJB 3763A—2004 规定的保温时间的基础上再增加 50%。

4.4 冷却

4.4.1 概述

当按 GJB 3763A—2004 规定的制度在真空中进行普通退火、双重退火或等温退火时,零件的冷却、

转移过程应在真空中或有氩气介质保护的条件下进行，其后续的热处理也应在真空中进行。

真空淬火时的冷却可以在水中、油中或氩气流中进行。能确保具体零件在真空淬火时的冷却速度的介质应通过实验确定。

4.4.2 炉冷

若按GJB 3763A-2004中规定随炉冷却，则真空退火时在炉中的冷却速度一般为2℃/min~4℃/min。为了加快冷却速度，可以在氩气流中冷却。真空热处理的零件一般在随炉冷至200℃以下方可出炉空冷。

4.4.3 气冷

钛合金零件进行气冷(气淬)时使用高纯氩气。气冷室应预先抽真空到不大于 13.3Pa。气冷的充气压强应根据工艺要求确定。气冷时应用风扇进行搅拌，使气体循环流动。

4.4.4 水淬

真空水淬前，应通过抽空与搅拌(时间不宜过长)，并用氩气洗炉1次~3次(每次充气使水面压强达到 5×10^4 Pa左右)，使之充分脱气。此后，水面真空压强应保持在不大于13.3Pa。水槽的工作温度应根据工艺要求确定。淬火前，水面压强应通过回充氩气控制在 7.5×10^4 Pa左右，并采取先充气后入水的方式进行淬火。不允许充空气。淬火时水槽一般应进行搅拌，使水循环流动，水温应控制在10℃~40℃范围内。

4.4.5 油淬

真空油淬前，应通过加热、反复抽空与搅拌，将真空淬火油充分脱气并排除水分，其后真空压强应保持在不大于 13.3Pa。油温应控制在 20℃~100℃范围内。淬火时油面压强一般应通过回充氩气控制在 5×10^4 Pa 左右，并采取先充气后入油的方式进行淬火。不允许充空气。淬火时油槽一般应进行搅拌，使油循环流动。

5 工艺要求

5.1 热处理前设备、零件和工装的准备

5.1.1 设备

炉子壳体的内表面、隔热屏的外表面应用汽油擦洗，然后用酒精擦洗。隔热屏的内表面、加热器和绝缘瓶的表面应用丙酮擦洗，然后用酒精擦洗。

为了防止钛合金零件被污染，对已进行过其他合金热处理的真空炉，在处理钛合金之前必须擦洗炉子，并在已进行过的最高热处理温度 10℃ 以上进行空炉退火。空炉退火时的真空工作压强应尽可能低，保温时间不少于 1h。用于钎焊零件的热处理炉建议不进行钛合金的真空热处理。

5.1.2 零件

5.1.2.1 需进行真空热处理的零件表面不应有对零件和炉子产生有害影响的切屑、污物和低熔点涂层、镀层等。禁止将有脏物、油漆标记、油类、氧化皮等痕迹的零件和组件进行真空热处理。

5.1.2.2 真空热处理前，应采用吹砂和酸洗处理或机加工除去零件表面的氧化皮和 α 层，吹砂和酸洗处理按 HB/Z 344 的规定进行。

5.1.2.3 焊接件应清理掉焊接时形成的氧化色。

5.1.2.4 时效之前在零件表面允许有在水冷时形成的淡蓝色的氧化色。

5.1.2.5 真空热处理的零件，在除油或酸洗之后用热水清洗并干燥。

5.1.2.6 为了除去润滑脂和其他油性脏物，推荐按表 3 规定的碱性槽液处理零件表面。

表 3 碱性槽液成分

名 称	含量, g/L	技术标准
磷酸钠	30~70	GB/T 9983
碳酸钠	20~25	GB 210
氢氧化钠	5~15	GB 209
工业硅酸钠	10~20	GB/T 4209

5.1.2.7 在真空热处理前，用符合 GB/T 6026 的工业丙酮擦洗零件，再用棉布沾符合 GB/T 394.1 的精馏工业酒精擦洗。

5.1.2.8 清理好的零件或组件应放入干净的容器中贮存和运输。在操作过程中操作人员应配戴干净的手套。

5.1.3 工装夹具

放置在真空炉内的工装夹具，应用不锈钢、高温合金和钛合金制造。不推荐采用管材和封闭元件制造工装。工装不允许存在锈痕、氧化皮、沙子和其他脏物。真空热处理前工装表面的准备与零件表面相同。新工装使用前应进行吹砂，并在零件处理最高温度下经过除气处理后方可使用。

5.1.4 零件的放置与装夹

当进行除氢退火时，为确保制件表面的氢能均匀逸出，零件应在炉中有效加热区内自由放置。零件以及随炉处理的试样应散放在料筐内或悬挂在夹具上。当成品制件退火时，为了减少在重量载荷和热应力作用下的翘曲，宜采用固定夹具。

5.1.5 装炉

零件在炉中的放置由热处理工艺确定，并使零件的变形最小和加热均匀。装炉料和加热器之间的间隙应不小于 40mm。

6 质量控制与检验

6.1 质量控制

6.1.1 表面质量

6.1.1.1 真空热处理后的零件表面应光亮、无碰伤。特殊情况下，允许存在带金属光泽的氧化色到淡黄色。

6.1.1.2 真空热处理后的零件不允许真空腐蚀——表面极亮且密布小坑；若有则由冶金部门技术负责人根据实际情况酌情处理。

6.1.2 氢污染

零件经过可能引起增氢的加工工序后，应检验氢含量。若氢含量不符合技术标准要求时，应进行除氢退火。

6.1.3 力学性能

钛合金零件真空热处理后的力学性能应符合该零件技术标准、专用技术条件或图样规定的要求。

6.1.4 变形

真空热处理后零件的变形应符合工艺文件的要求。

6.2 检验

6.2.1 表面质量检验

真空热处理后零件的表面质量用目视检查。

6.2.2 氢含量检验

除氢退火后氢含量的检验按 GB/T 4698.15 的规定执行。

6.2.3 力学性能的检验

零件真空热处理后力学性能的检验应按图样或相关的技术文件规定执行。

7 技术安全

7.1 在设备准备和使用时可能造成不安全和危害的主要来源如下：

- a) 电流；
- b) 热辐射和接触热；
- c) 有机溶剂(丙酮、汽油、酒精等)。

7.2 采用接触保护的措施如下：

- a) 保护接地；
- b) 绝缘手套；
- c) 绝缘垫；
- d) 进、排气通风装置；
- e) 长工作服和手套；
- f) 无指手套；
- g) 泡沫灭火器；
- h) 干沙、耐热布和毡。

7.3 真空热处理过程中应遵循金属热处理安全技术和有关工业卫生规则的要求。

7.4 在真空炉中进行钛合金热处理时，只允许经过真空热处理设备规则培训并考核合格的人员进行设备操作。

附 录 A
(资料性附录)
加热滞后时间的测定方法

A.1 试样材料和几何尺寸

应至少选取代表零件的最小、最大和中等厚度的三种尺寸的试样进行加热滞后时间的测定。试样的材料和表面状态应与实际零件相同。试样的形状、尺寸应符合图 A.1 的规定。

A.2 测试温度与真空工作压强

加热滞后时间的测定至少应在四个温度下进行：生产中将要使用的最高和最低两种温度以及两种中间温度。中间温度应从生产中所使用的总的温度范围内以接近等间隔的办法选取。升温方式与加热功率等应与实际生产条件相同。

加热滞后时间的测定应在加热室的真空工作压强小于 6.7×10^{-2} Pa 的条件下进行。

A.3 测试装炉量与装炉方式

根据生产需要测定满载和(或)半载时的加热滞后时间。装炉方式应与实际生产情况相同。

A.4 热电偶的布置与数量

根据生产的需要，将一定数量的热电偶插入炉内适当部位的试样孔中，并与孔底紧密接触，但至少应有一根热电偶插入代表炉中到温最慢部位的试样的孔中，并以此为依据确定零件的加热滞后时间。

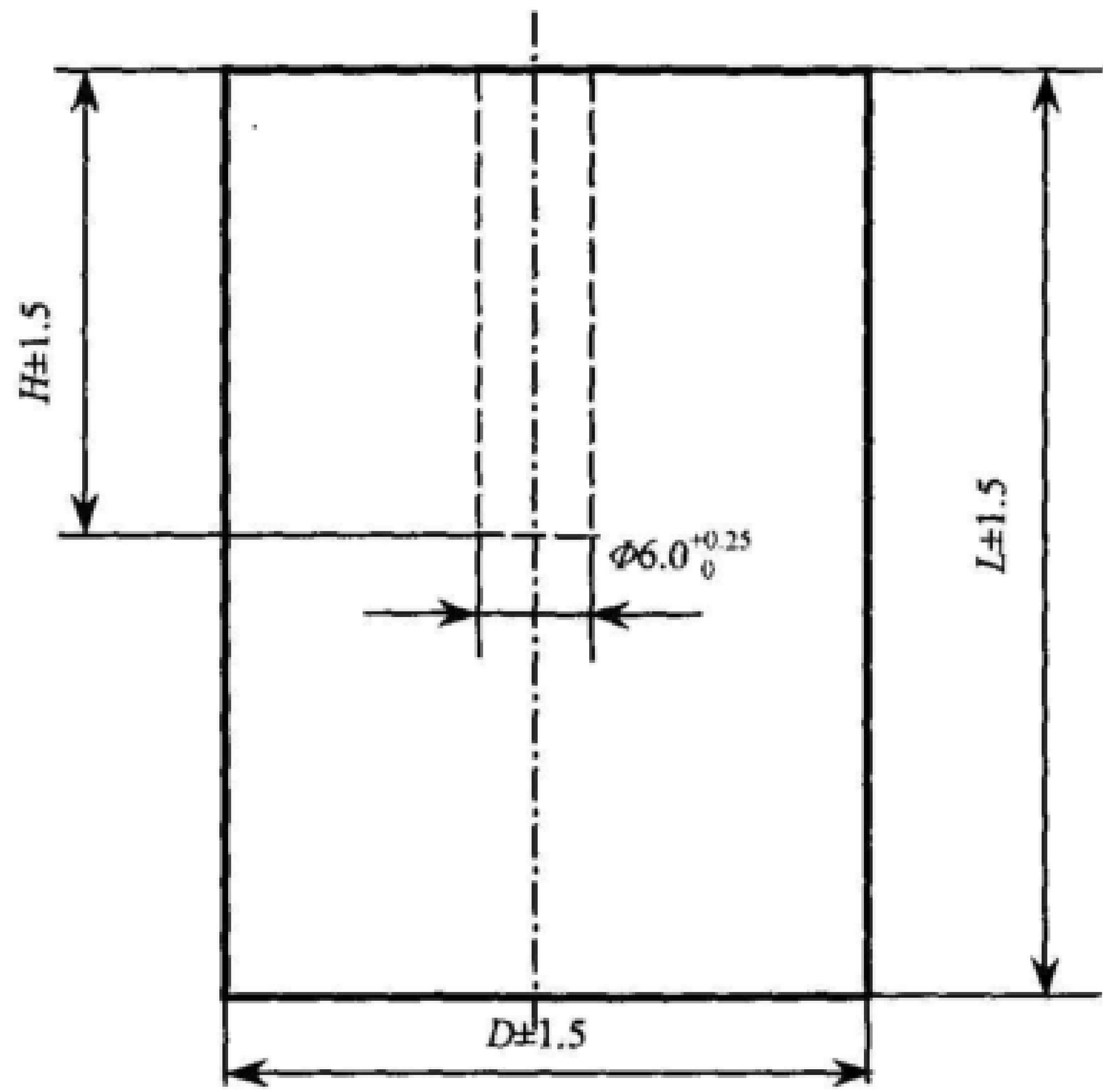
A.5 测试程序与记录

用一台温度—时间记录仪记录各热电偶的温度与测试时间。测试记录上应注明材料牌号、试样尺寸、装炉量与装炉方式、试样在炉中的位置、试样的表面状态、设定温度、升温方式、加热功率、炉子型号等内容。

A.6 测试结果的应用

测试结果用于确定零件在真空炉中加热的保温时间。如果生产零件的厚度或加热温度处于所测试的厚度或加热温度之间，应选用与其相近的较厚厚度或较高加热温度的测试结果。如果装炉量不足半载或满载，则选用半载或满载的结果。如果已有测试结果不能代表生产零件的厚度、加热温度和装炉量与装炉方式，则选用与其相近的较厚厚度、较高加热温度、较大装炉量与装炉方式的测试结果。

单位为毫米



$L \geq 2D$; $H = D \sim 0.5L$; D —圆形或方(矩)形试样的直径或厚度

图 A. 1 测定加热滞后时间的试样图

中华人民共和国航空行业标准
钛合金零件真空热处理

HB 7750—2004

*

中国航空综合技术研究所出版
(北京东外京顺路 7 号)

中国航空综合技术研究所印刷车间印刷

北京 1665 信箱发行

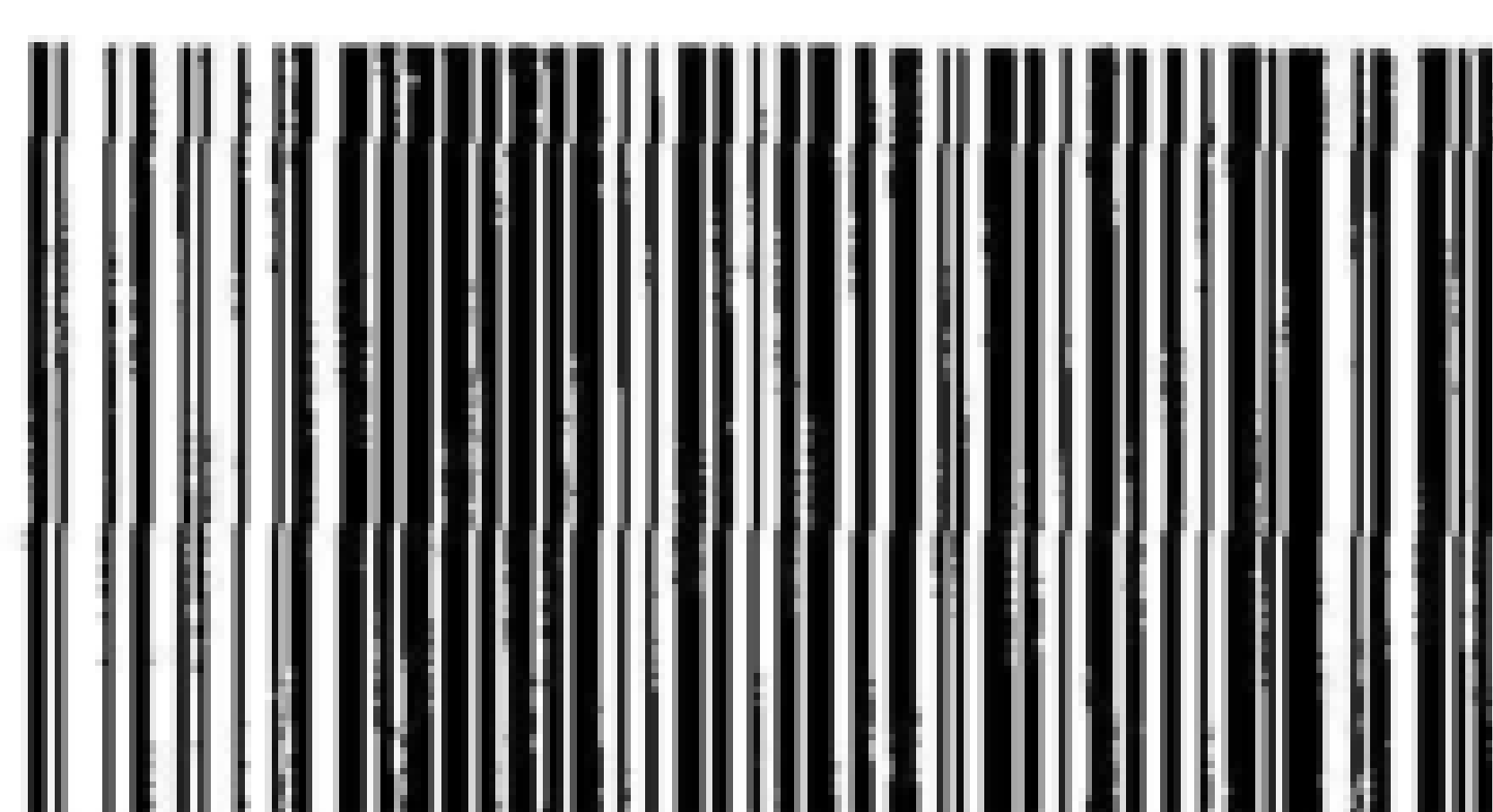
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 25 千字
2004 年 11 月第一版 2004 年 11 月第一次印刷
印数 1—400

*

书号: 标 301.2133 定价 8.00 元



H B 7 7 5 0 - 2 0 0 4