

TiN 颗粒增强 AgCuTi 合金钎焊 CBN 磨粒的界面微结构

陈珍珍, 徐九华, 丁文锋, 杨长勇, 傅玉灿

(南京航空航天大学 江苏省精密与微细制造技术重点实验室, 江苏 南京 210016)

摘 要: 向 Ag-Cu-Ti 合金中加入 TiN 颗粒组成复合钎料。在加热温度 920 °C 和保温时间 5 min 的工艺下进行立方氮化硼 (CBN) 磨粒与 45[#] 钢基体的连接实验。运用三维视频显微镜、扫描电镜、能谱仪和 X 射线衍射仪分析 TiN 颗粒、Ag-Cu-Ti 合金、CBN 磨粒和钢基体之间的结合界面的微观组织结构。结果表明: 加入的 TiN 颗粒在结合剂层中分布均匀、致密, 且显著细化了结合剂层 (复合钎料层) 显微组织, 提高了结合剂层的显微硬度; 加入 TiN 颗粒后仍可确保结合剂层与钢基体之间的良好结合; 复合钎料对 CBN 磨粒有好的润湿性, TiN 颗粒未对 CBN 磨粒与结合剂层的界面化学反应造成负面影响, 实现了对 CBN 磨粒的牢固连接。

关键词: TiN 颗粒; CBN 磨粒; Ag-Cu-Ti 合金; 界面微结构; 显微硬度

中图法分类号: TG401

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)08-1398-04

近十几年的研究表明, 钎焊 CBN 超硬磨料砂轮在镍基高温合金、钛合金等难加工材料的高效磨削加工中具有广泛应用前景。目前单层钎焊 CBN 砂轮的研制已取得某些突破, 但仍存在一些深层次的问题阻碍着单层钎焊 CBN 砂轮加工性能的进一步提高^[1]。例如, Ag-Cu-Ti 活性钎料已广泛用于钎焊 CBN 磨料、陶瓷材料等, 但银基钎料的熔点相对较低, 其强度、硬度和耐磨性尚不够理想。为此, 近年出现了用复合钎料半固态连接陶瓷的新方法。所谓复合钎料, 就是在钎料中加入一定比例的纤维或颗粒作为增强相, 以提高钎料的高温强度、硬度, 同时降低钎料的热膨胀系数以降低钎焊接头的残余应力^[2]。

本课题组在前期研究中已发现, 在优化的钎焊工艺下, CBN 磨粒与 Ag-Cu-Ti 钎料中的活性元素 Ti 发生界面反应形成显微过渡结构, 而 TiN 是该界面反应的一种重要产物, 并对界面反应层厚度具有决定性作用^[3,4]。此外, TiN 也是一种常见的金属基复合材料强化相, 且热膨胀系数介于 Ag-Cu-Ti 钎料与 CBN 磨粒之间, 若向该钎料加入 TiN 颗粒将能提高砂轮结合剂层 (钎料层) 的强度和硬度, 同时也能在一定程度上缓解因热膨胀系数不匹配而引起的残余应力^[5,6]。因此, 本研究提出向 Ag-Cu-Ti 合金中加入一定比例的 TiN 颗粒组成复合钎料, 并采用这种复合钎料对 CBN

磨粒与 45[#] 钢基体进行钎焊实验, 主要分析其界面结合特征及显微硬度, 以期为制作高性能钎焊 CBN 砂轮提供指导。

1 实 验

试验采用的基体材料为 45[#] 钢; 磨料为无镀膜 CBN, 其颗粒尺寸为 300~425 μm; 复合钎料为 (Ag₇₂Cu₂₈)₉₅Ti₅ 合金和 8% (质量分数, 下同) 的微米级 TiN 颗粒的混合物。TiN 颗粒尺寸控制在 5 μm 以下, 原始形貌如图 1 所示。Ag-Cu-Ti 钎料的特性同文献^[3]。

钎焊前对磨粒、基体表面做除油除污处理, 将复合钎料均匀置于基体表面, 再排布 CBN 磨粒。将钎

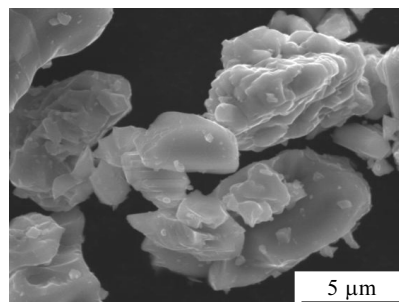


图 1 TiN 颗粒原始形貌

Fig.1 SEM micrograph of the TiN particles

收稿日期: 2008-07-21

基金项目: 江苏省自然科学基金重点项目 (BK2006723); 国家重点基础研究发展计划 (2009CB724403)

作者简介: 陈珍珍, 女, 1985 年生, 博士生, 南京航空航天大学机电学院, 江苏 南京 210016, 电话: 025-84892901, E-mail: czzjudy@126.com;

通讯作者: 徐九华, 教授, E-mail: jh xu@nuaa.edu.cn

焊试样放入真空炉中加热至 920 °C, 保温 5 min, 再随炉冷却至室温。该加热工艺已在前期 CBN 磨粒钎焊研究中被广泛采用。

钎焊完毕后, 将其沿垂直于磨粒与钎料的结合界面方向剖开, 抛光后采用 HXS-1000AK 硬度仪测试其显微硬度, 然后用 65% 的硝酸溶液对试样表面进行腐蚀。最后, 运用 Hirox KH-7700 三维视频显微镜、(JEOL) JSM-6300 型扫描电镜及附带的 X 射线能谱仪、XD-3A 型 X 射线衍射仪等分析 TiN 颗粒、Ag-Cu-Ti 合金、CBN 磨粒和钢基体之间的结合界面的微观组织结构。

2 结果与分析

2.1 TiN 颗粒对复合钎料层显微组织的影响

图 2、图 3 分别为纯 Ag-Cu-Ti 合金钎料与添加 8 % TiN 颗粒的 Ag-Cu-Ti 复合钎料的微观组织。前期研究表明, 图中白色区域主要是溶解少量 Cu 和极少量 Ti 的 α 相富 Ag 固溶体, 灰色区域是溶解少量 Ag 和较多量 Ti 的 β 相富 Cu 固溶体^[3,4]。对比图 2a 与 3a 可以看出, 加入 TiN 颗粒后, 钎料组织中白色区域相对较少, 且在灰色区域中分布呈均匀化; 同时钎料合金组织明显得到细化, 粗大的 α 相单晶胞变成了相对较小的胞状晶。相比图 2b 粗大的菊花状 β 相, 图 3b 的 β 相生长得比较致密, 晶粒细小, 且形状比较均匀, 生

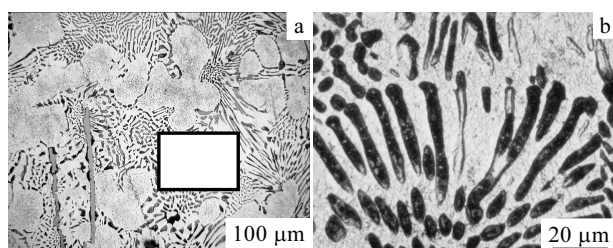


图 2 纯 Ag-Cu-Ti 钎料的显微组织

Fig.2 Microstructure of Ag-Cu-Ti alloy: (a) lower magnification and (b) higher magnification

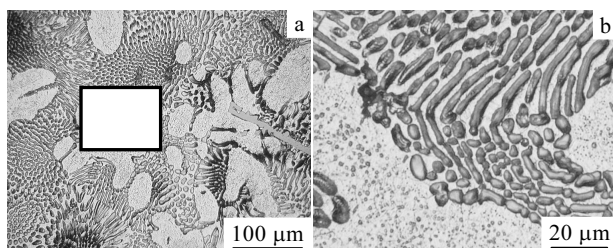


图 3 Ag-Cu-Ti+TiN 复合钎料的显微组织

Fig.3 Microstructure of composite materials of Ag-Cu-Ti and TiN: (a) lower magnification and (b) higher magnification

长方向的一致性较好, 这有利于复合钎料层发挥细晶强化效应。

图 4 为复合钎料层的 X 射线衍射图谱。很明显, 复合钎料层中除形成了 Cu-Ti、Ag-Ti 金属间化合物外, 还含有 TiN 颗粒。图 5 显示了 TiN 颗粒在复合钎料层中的分布特征和结合状态。可以看出, 结合剂层主要由两部分组成: 一是以 Ag-Cu-Ti 合金为主的钎料组织; 另一部分是分布在钎料层内的 TiN 颗粒。与图 1 所示的 TiN 颗粒原始形貌对比分析可知, 加入的 TiN 颗粒在钎料中基本上保持了原始形貌。这是由于 Ag-Cu-Ti 合金的熔化温度区间为 780~840 °C, 本实验的钎焊温度为 920 °C, 远低于 TiN 的熔点 2950 °C, 且 TiN 的高温稳定性好, 因此 TiN 颗粒在钎焊过程中并不熔化, 始终保持为固态, 也没有与 Ag-Cu-Ti 合金发生界面化学反应。但合金钎料对 TiN 颗粒有好的物理润湿作用, 从而形成了固态 TiN 颗粒与液态熔融钎料共存的状态, 并实现了 TiN 颗粒的再分布^[1]。TiN 颗粒在微观上分布比较均匀, 没有明显的偏聚。

从图 5 可以清楚地观察到, TiN 颗粒与 Ag-Cu-Ti 钎料层结合紧密, 长径比较大的颗粒已深深地嵌入钎料组织。由此可知, 复合钎料层的凝固组织实质上是以 Ag-Cu 共晶组织为基体、以 TiN 颗粒为增强相的金

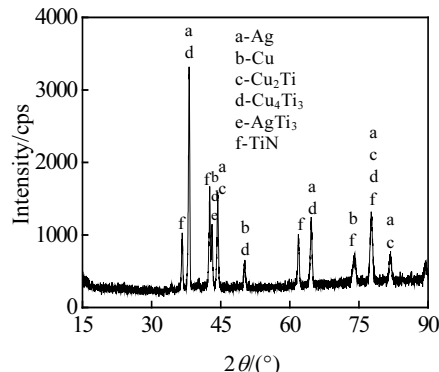


图 4 Ag-Cu-Ti+TiN 复合钎料层的 X 射线衍射图谱

Fig.4 XRD pattern of the composite filler of Ag-Cu-Ti and TiN

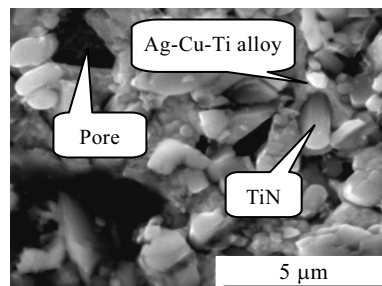


图 5 TiN 颗粒在复合钎料层中的分布特征与结合状态

Fig.5 Characteristics of distribution and bonding of TiN particles in the composite filler

属基复合材料，而不是纯钎料与增强颗粒的简单混合物，这对提高结合剂层的主要力学性能无疑是有利的^[4]。图 5 中的孔隙是金相腐蚀过程中，由于 TiN 颗粒周围的结合剂层被腐蚀掉而造成部分小尺寸颗粒脱落而形成的。

2.2 复合钎料与 45# 钢基体结合界面的显微结构

图 6 显示了 Ag-Cu-Ti+TiN 复合钎料与 45# 钢基体结合界面的显微结构。图 7 则是两种结合界面的显微硬度的分布曲线。可以看出，纯 Ag-Cu-Ti 钎料的平均显微硬度 $HV_{0.05}$ 为 900 MPa 左右，而添加 8% TiN 颗粒的复合钎料层的平均硬度 $HV_{0.05}$ 大约为 1500 MPa，且硬度分布更加均匀，这无疑会提高砂轮结合剂层的耐磨性。结合界面过渡层对应的显微硬度 $HV_{0.05}$ 约为 4500 MPa，远高于钎料层的硬度。这是由于钎料与钢基体在结合界面发生了化学反应，形成连续、致密的过渡层，使得钎料与基体牢固结合，如图 6 所示。能谱分析发现，过渡层主要富集 Fe、Cu、Ti 3 种元素。这主要是因为 Fe、Cu、Ti 原子半径分别为 0.127、0.128、0.147 nm，可见它们的原子半径和晶格常数比较接近，在高温下通过界面互扩散可有限互溶，从而在结合界面微区形成硬脆性的金属间化合物^[3]。从图 6 可以看

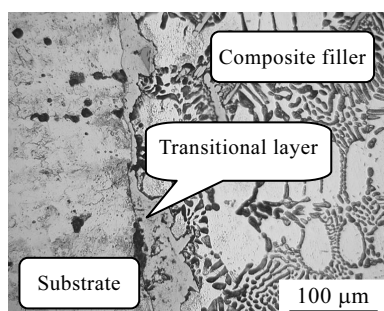


图 6 复合钎料与 45# 钢结合界面的显微结构

Fig.6 Microstructure of the interface between the composite filler and steel with 0.45% C

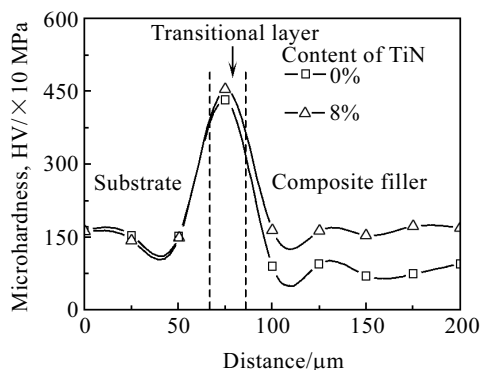


图 7 结合界面的显微硬度

Fig.7 Microhardness of the interface shown in Fig.6

出，过渡层在钎料层与钢基体之间呈凹凸啮合状态，最窄处的厚度约为 5 μm ，而宽处通常小于 30 μm 。

2.3 复合钎料与 CBN 磨粒界面反应区的显微结构

前期研究表明，Ag-Cu-Ti 钎料中的活性元素 Ti 与 CBN 之间通过元素扩散在界面处发生反应，可实现磨粒与钎料的化学结合，其中 CBN 磨粒表面的新生化合物主要有 TiB_2 、TiB、TiN，它们是钎料与 CBN 磨粒牢固连接的主要因素^[3,4]。图 8 显示了复合钎料与 CBN 磨粒的结合界面显微结构。右边是复合钎料层，在中间的界面反应微区可观察到针状 Ti-N 和 Ti-B 化合物，加入的 TiN 颗粒并未对 CBN 磨粒与钎料层的界面化学反应造成负面影响。正是通过这层新生的界面化合物，复合钎料层实现了对 CBN 磨粒的化学结合。

对钎焊 CBN 磨粒进行剪切试验，断口形貌如图 9 所示。可以看出，一方面，合金钎料对磨粒表现出很好的浸润性；另一方面，钎料与 CBN 磨粒牢固结合，在剪切力作用下磨粒未拔出，而在中部折断，断裂面在磨粒内部。这说明钎料与磨粒的结合强度已大于 CBN 本身的强度，从而能够避免磨削过程中完好 CBN 磨粒的过早非正常脱落，满足高效重负荷磨削的要求^[3]。

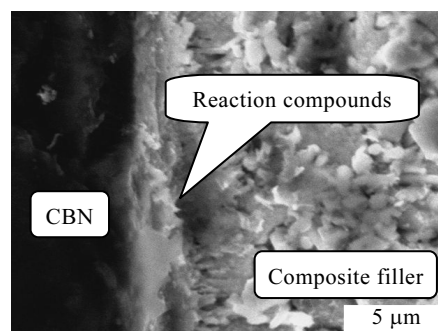


图 8 复合钎料与 CBN 磨粒结合界面显微结构

Fig.8 Microstructure of the interface between CBN grain and the composite filler

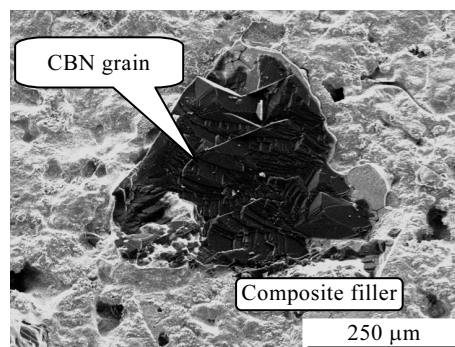


图 9 钎焊 CBN 磨粒剪切断口形貌

Fig.9 Shear fracture morphology of brazed CBN grain

3 结 论

1) 加入 TiN 颗粒后, 不仅 Ag-Cu-Ti 合金钎料的显微组织得到明显细化, 而且形成了以 TiN 颗粒为增强相、银基合金为基体的金属基复合材料, 显著提高了结合剂层的显微硬度。

2) 含 TiN 增强颗粒的复合钎料与 45[#]钢基体结合界面形成了连续、致密的过渡层, 确保了钎料与基体的牢固结合。

3) 加入的 TiN 颗粒并未对 CBN 磨粒与钎料层的界面化学反应造成负面影响, 复合钎料对 CBN 磨粒有很好的润湿性, 仍能实现结合剂层对 CBN 磨粒的牢固连接。

参考文献 References

- [1] Chattopadhyay A K, Chollet L. *Annals of the CIRP*[J], 1990, 39(1): 309
- [2] Zhang Deku(张德库), Wu Aiping(吴爱萍), Zhou Guisheng(邹贵生). *Transactions of the China Welding Institution*(焊接学报) [J], 2005, 10(26): 59
- [3] Ding W F, Xu J H, Shen M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 430: 301
- [4] Ding Wenfeng(丁文锋), Xu Jiuhua(徐九华), Shen Min(沈 敏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(8): 1215
- [5] Zhang Deku(张德库), Wu Aiping(吴爱萍), Zhou Guisheng(邹贵生) *et al. Journal of Materials Science & Engineering*(材料科学与工程学报)[J], 2004, 22(2): 157
- [6] Hanson W B, Ironside K I, Fernie J A. *Acta Materialia*[J], 2000, 48: 4673

Microstructure of the Interfacial Region between CBN Grains and AgCuTi Alloy Reinforced by TiN Particles

Chen Zhenzhen, Xu Jiuhua, Ding Wenfeng, Yang Changyong, Fu Yucan

(Jiangsu Key Laboratory of Precision and Micro-manufacturing Technology, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China)

Abstract: The brazing experiments of CBN abrasive grains and the steel with 0.45%C using Ag-Cu-Ti alloy reinforced by TiN particles as composite filler were carried out with heating temperature of 920 °C and dwell time of 5 min. The interfacial microstructure and characteristics among TiN particles, Ag-Cu-Ti alloy, CBN grains and the steel substrate were detected with three-dimensional video microscope, scanning electron microscope (SEM), energy dispersion spectrometer (EDS) and X-ray diffraction (XRD). The results show that the microstructure of Ag-Cu-Ti alloy is refined obviously by the well-dispersive TiN particles. The interfacial zone between the particles and the filler is uniformity and compact, and the microhardness of the filler layer is improved. Good combination between the filler and the substrate can still be obtained when the TiN particles are applied. The composite filler doesn't take negative effects upon the chemical reaction between CBN grains and the filler. Good wetting ability of the composite filler is realized on the CBN grains during brazing, which ensure the hard join to the grains.

Key words: TiN particles; CBN grains; Ag-Cu-Ti alloy; interfacial microstructure; microhardness

Biography: Chen Zhenzhen, Candidate for Ph. D., College of Mechanical and Electrical Engineering, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, P. R. China, Tel: 0086-25-84892901, E-mail: czzjudy@126.com; Corresponding Author: Xu Jiuhua, Professor, E-mail: jh xu@nuaa.edu.cn