

连接温度对高铌 TiAl 合金扩散接头组织和强度的影响

包潘飞^{1,2}, 宋晓国^{1,2}, 王新波², 胡胜鹏², 彭赫力³, 李中权³

(1. 哈尔滨工业大学 先进焊接与连接国家重点实验室, 黑龙江 哈尔滨 150001)

(2. 哈尔滨工业大学(威海) 山东省特种焊接技术重点实验室, 山东 威海 264209)

(3. 上海航天精密机械研究所, 上海 201600)

摘 要: 在连接工艺参数为 1000~1200 °C/25 MPa/90 min 条件下, 对高铌 TiAl 合金 (TAN) 进行直接扩散连接。采用 SEM、EDS、XRD 和 EBSD 等方法对连接界面微观组织进行分析, 并研究了连接温度对接头界面结构和剪切强度的影响。结果表明: 当连接温度 $T < 1100$ °C 时, 连接界面清晰垂直, 继续升高温度, 界面消失; 扩散连接过程中, 连接界面处出现再结晶现象, 随着连接温度的升高, 再结晶晶粒不断增多并长大, 并且再结晶区域出现大量 α_2 相; 当连接温度达到 1150 °C 时, 接头平均抗剪强度达到最大值为 105 MPa。

关键词: 高铌 TiAl 合金; 扩散连接; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG456

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)07-2132-05

TiAl 基合金具有低密度、高比强度以及优异的抗氧化和抗蠕变性能, 是一种非常有前景的轻质高温结构材料, 有望在航空航天和汽车领域代替传统 Ni 基和 Ti 基合金, 使得组件减重, 提高工作效率^[1-4]。而高铌 TiAl 合金作为第 3 代 TiAl 合金, 其具备更加优异的高温强度和蠕变抗力。因此, 研究高铌 TiAl 合金之间的连接对于其实际应用具有重要意义^[5-7]。

目前, 连接 TiAl 基合金的方法主要有熔焊、摩擦焊、钎焊以及固态连接技术^[8-13]。由于 TiAl 基合金具有严重的低温脆性和热裂倾向, 使得熔焊接头容易产生凝固及固态裂纹, 摩擦焊接过程中也会有微裂纹的产生, 钎焊接头中容易引入杂质元素, 使得接头的抗氧化和抗腐蚀性能下降。而固态扩散连接能够避免这些缺陷并显著提高接头强度。X. G. Song 等^[14]采用 Al 箔作为中间层反应扩散连接高铌 TiAl 合金。结果表明: 适当升高温度和延长保温时间, 有利于减少接头裂纹等缺陷, 当连接工艺参数为 1345 °C/5 MPa/60 min 时, 得到全层状的接头。但是此方法采用 Al 箔作为中间层, 使连接过程变的繁琐, 限制了高铌 TiAl 合金的实际应用。B. Tang 等^[15]对高铌 TiAl 合金进行了直接扩散连接, 但是其主要研究了热处理对连接界面处再结晶行为的影响, 并未对更高温度下连接发生相变进

行研究, 限制了所得的接头强度。

本研究较为系统地研究了高铌 TiAl 合金直接扩散连接过程中, 连接温度对连接界面处再结晶以及相变的影响, 对接头剪切强度及断口形貌进行了分析。本研究结果为高铌 TiAl 合金直接扩散连接提供可靠的实验数据和理论分析。

1 实 验

试验所用高铌 TiAl 合金由先进金属材料国家重点实验室提供, 其名义成分为 Ti-45Al-8.5Nb-(W, B, Y), 显微组织如图 1a 所示。由图可知, 组织呈现出层片状特征并含有少量富铌区域。X 射线衍射结果表明, 其含有 α_2 -Ti₃Al 和 γ -TiAl 两相, 如图 1b 所示。表 1 为母材经过 EDS 分析获得的各元素的含量。

扩散连接前, 用电火花线切割把高铌 TiAl 合金切成 10 mm×20 mm×3 mm 和 5 mm×5 mm×3 mm 块状, 扩散连接面积为 5 mm×5 mm。并将待连接表面依次用 320#、800#、1200#、1500# SiC 砂纸逐级打磨, 采用 2.5 μ m 金刚石抛光剂抛光, 随后在丙酮中超声清洗 15 min 以除去油污并置于无水乙醇中保存。把高铌 TiAl 合金试样按照图 2a 进行装配并放入真空度为 5×10^{-3} Pa 的真空扩散焊炉(ZC-ZK/YL3)进行扩散连接, 连接

收稿日期: 2017-07-15

基金项目: 国家科技重大专项 (2014ZX04001131); 国家自然科学基金 (51405099); 上海航天科技创新基金 (SAST2015045)

作者简介: 包潘飞, 男, 1993 年生, 硕士, 哈尔滨工业大学先进焊接与连接国家重点实验室, 黑龙江 哈尔滨 150001, 电话: 0451-86418146, E-mail: m18816311227@163.com

温度为 1000~1200 °C, 保温时间为 90 min, 连接压力 25 MPa。

连接过程中, 以 20 °C/min 的速率升温到连接温度, 保温 90 min 后, 再以 10 °C/min 降温至 600 °C, 之后随炉冷却至室温。实验采用 Instron-1186 型万能试验机对接头按照图 2b 所示进行剪切强度测试, 压头加载速度为 0.5 mm/min, 同一工艺参数下选取 5 个试样取其平均值。采用电子背散射衍射(EBSD, Zeiss-MERLIN)及扫描电子显微镜(SEM, Quanta-200FEG)对扩散连接界面结构和剪切断面形貌进行观察。对于 EBSD 试样, 采用先机械抛光, 之后在电压为 35 V, 温度为-30 °C 的情况下, 电解抛光 60 s 制得, 其中电解抛光液成分为: 6%高氯酸+34%正丁醇+6%甲醇。

2 结果与讨论

2.1 温度对连接界面的影响

连接温度是扩散连接中的重要参数, 适当提高连接温度能够加速原子之间的扩散, 促进界面的结合, 但是过高的温度也会使母材及接头性能发生恶化。图 3 为在连接工艺参数为 1000~1200 °C/25 MPa/90 min 情况下的界面组织。从图中可以看出, 当连接温度低于 1100 °C 时, 连接界面处无未闭合孔洞且界面清晰垂直, 这说明扩散连接过程中, 原子扩散并不充分。当连接温度大于 1100 °C 时, 连接界面处亦无未闭合孔洞

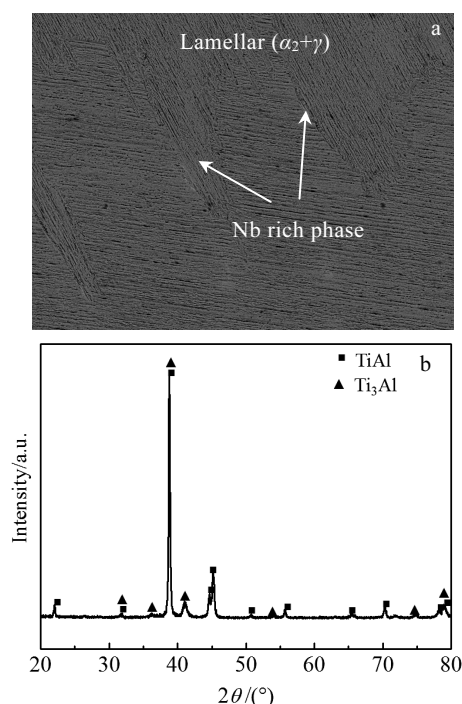


图1 母材显微组织及 XRD 图谱

Fig.1 Microstructure (a) and XRD pattern (b) of base material

表 1 母材化学成分

Table 1 Chemical composition of base material (at/%)

Element	Content
Ti	47.69
Al	43.93
Nb	8.38

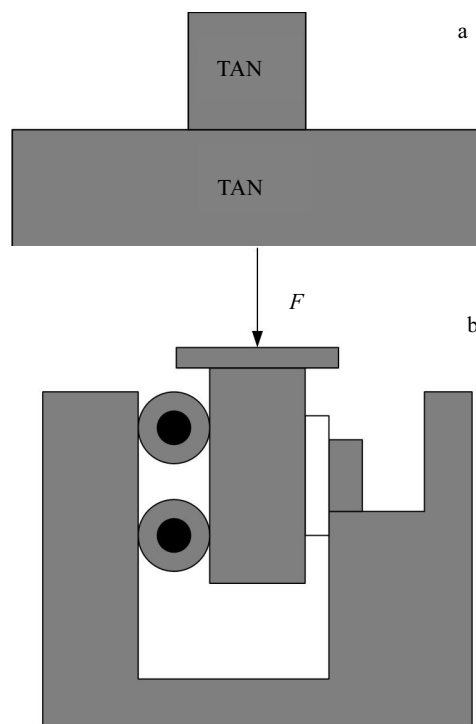


图2 扩散连接装配及剪切模型示意图

Fig.2 Schematic of the assembling diffusion bonding parts (a) and shear test experiment (b)

且界面消失, 形成相应的扩散连接区域, 此时原子扩散较为充分。其中 A 点为连接界面区域弥散分布的白点, 经能谱分析, 其为富 Nb 区域, 分析结果如表 2 所示。

在扩散连接过程中, 连接界面存在一定的粗糙度, 在一定温度和压力作用下, 界面处会发生再结晶, 再结晶晶粒的形核与长大, 会促进连接界面的结合与迁移。

2.2 温度对接头再结晶及成分的影响

在高铌 TiAl 合金直接扩散连接过程中, 由于压力的作用, 待连接界面紧密接触且发生微量塑性变形, 这些变形为再结晶晶粒的形核提供畸变能, 随着温度的升高, 再结晶晶粒不断长大。

图 4 为在压力 25 MPa, 保温时间 90 min, 不同连接温度下所获得接头的 EBSD 照片, 其中红色部分表示 α_2 相, 其余为 γ 相。从图中可以看出, 随着温度的升高, 再结晶晶粒不断长大并且贯穿于连接界面, 使得界面逐渐消失, 有利于接头强度的提高。

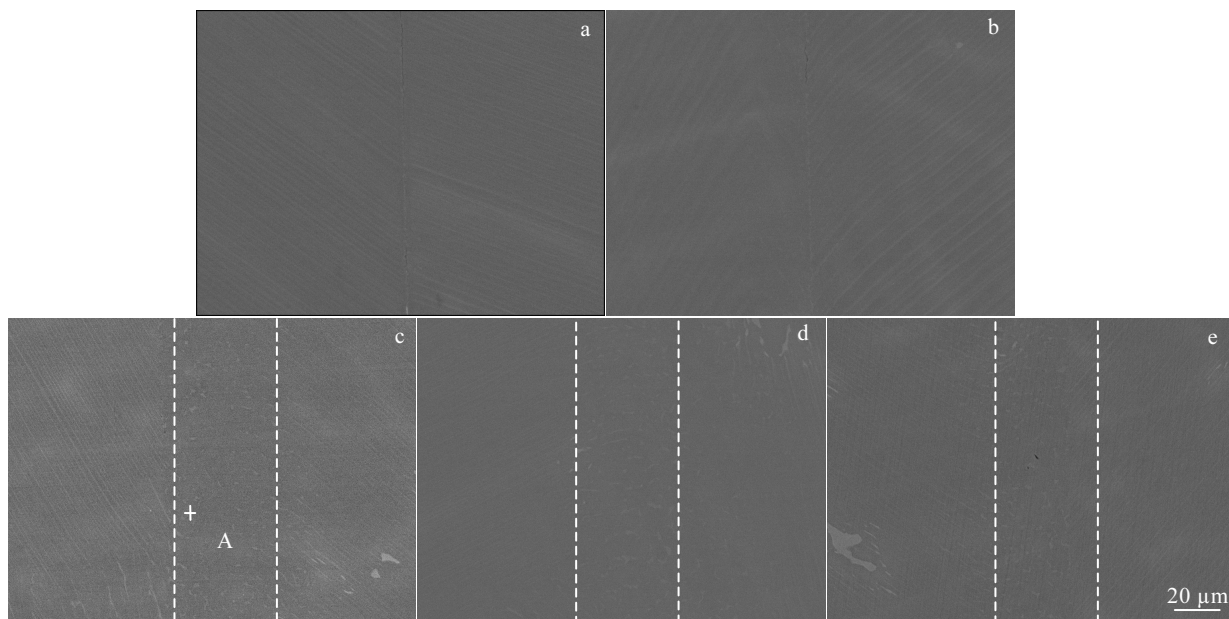


图 3 不同温度下的扩散连接界面组织状态

Fig.3 Microstructures of bonded joint at different temperatures: (a) 1000 °C, (b) 1050 °C, (c) 1100 °C, (d) 1150 °C, and (e) 1200 °C

当连接温度 $T < 1100$ °C 时,再结晶区域有很少的 α_2 相,其主要集中在母材处,此时再结晶区域的 α_2 相可能是由于待连接表面残余氧元素污染所致^[16];当温度 $T \geq 1100$ °C 时, α_2 相在再结晶区域所占的面积比逐渐增大;当温度为 1200 °C 时,其达到最大为 3.1%,如图 5 所示。结合 Ti-Al 相图可知,当连接温度大于 1125 °C 时,母材发生相变: $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al} + \gamma\text{-TiAl} \rightarrow \alpha\text{-Ti} + \gamma\text{-TiAl}$,此时由于浓度梯度关系,母材中的 $\alpha\text{-Ti}$ 向连接界面处扩散。在温度降至 1125 °C 过程中, $\alpha\text{-Ti}$ 和 $\gamma\text{-TiAl}$ 又会反应生成 $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$ 和 $\gamma\text{-TiAl}$,此时由于连接界面处 $\alpha\text{-Ti}$ 浓度较高,致使降温过程中再结晶区域生成较多 α_2 相, α_2 相硬而脆,不利于接头力学性能的提高。

在连接界面处,存在大量细小等轴晶,随着距离

界面的增大,等轴晶不断增大并且逐渐转化为柱状晶,柱状晶沿层状方向择优生长。其中图 4a 区域 I 和 II 的柱状晶生长方向不一致,主要是由于两区域中母材层状方向不一致所致。

2.3 温度对接头的力学性能及断口形貌的影响

图 6 为不同连接温度所对应的接头抗剪切强度。从

表 2 图 3c 中 A 点 EDS 分析结果

Table 2 EDS analysis of spot A in Fig.3c (at/%)

Element	Content
Ti	50.23
Al	40.04
Nb	9.73

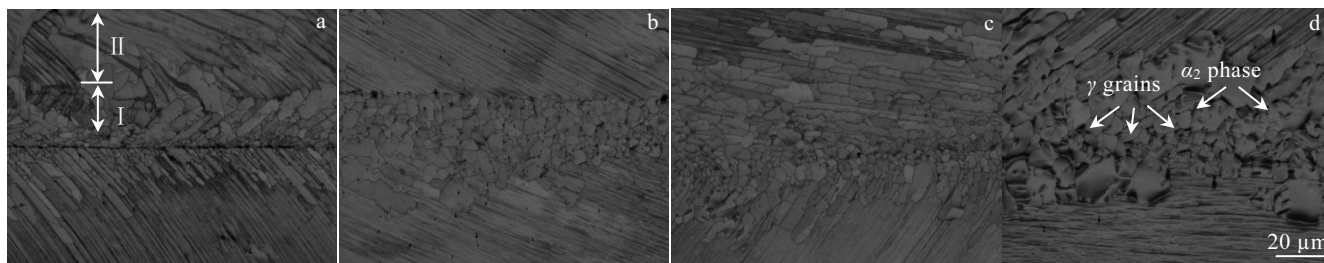
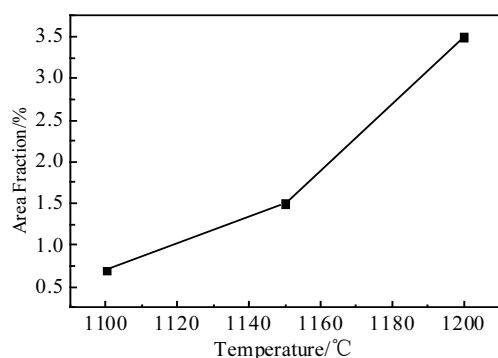


图 4 不同连接温度下的连接界面的 EBSD 照片

Fig.4 EBSD images of bonding interface at different temperatures: (a) 1050 °C, (b) 1100 °C, (c) 1150 °C and (d) 1200 °C

图5 不同温度下 α_2 相所占的面积分数Fig.5 Area fraction variation of α_2 phase with temperatures

图中看出, 在压力为 25 MPa, 保温时间为 90 min 的情况下, 随着连接温度的升高, 接头的抗剪切强度不断增大, 当温度达到 1150 °C 时, 抗接头强度达最大值 105 MPa, 之后随着温度继续升高, 接头抗剪切强度下降。当连接温度较低时, 连接界面处再结晶晶粒细小, 随着温度的升高, 再结晶晶粒的形核数量不断增多, 晶粒尺寸不断增大, 致使连接界面消失, 接头强度升高。当连接温度达到 1200 °C 时, 接头中特别是再结晶区域与母材连接界面处有大量的 α_2 相, 致使再结晶晶粒与母材的连接强度降低, 导致断裂的发生。

图 7 为不同温度下的断口形貌。当连接温度较低 (1000 °C) 时, 断口平面较为平滑, 此时断口上有大量的等轴晶存在, 断裂形式为晶间断裂, 如图 7a、7d

所示。对其中一个等轴晶(点 B)进行能谱分析, 结果如表 3 所示。可知其为再结晶晶粒。继续升高连接温度(1100 °C), 此时断口平面上有少量凸出部分, 如图 7b 中区域 1 所示, 其为断裂母材。因此可以判断此时部分断裂发生在母材侧, 这主要是由于再结晶晶粒的不均匀长大所致, 个别大的晶粒会导致断裂发生在母材处。断口平面上含有部分等轴晶, 断裂形式为解理断裂和韧性断裂并存, 如图 7e 所示。当温度达到 1200 °C 时, 断裂主要发生在母材处, 如图 7c 中区域 2 所示, 此时断口中存在大量河流花样, 呈典型的解理断裂特征, 如图 7f 所示。随着连接温度的升高, 连接界面处晶粒不断长大, 接头抗剪切强度升高, 当连接温度达到 1200 °C 时, 晶粒尺寸过大, 导致断裂发生在母材侧。

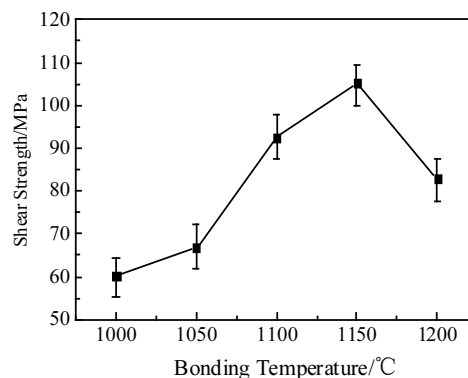


图6 连接温度对接头抗剪切强度的影响

Fig.6 Effect of temperature on shear strength of joint

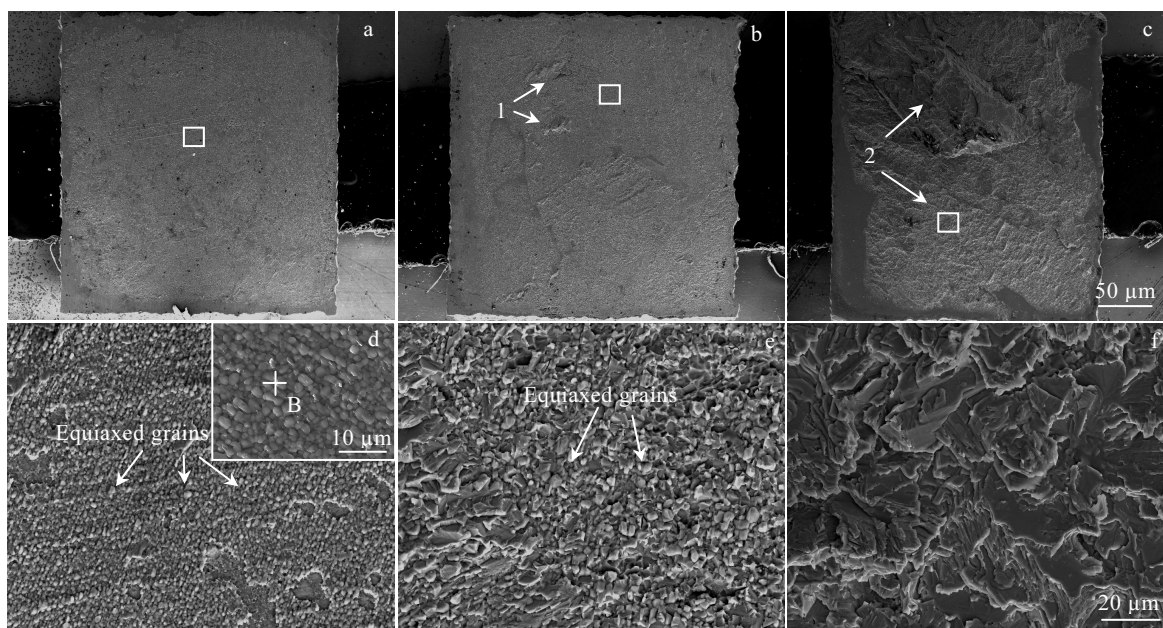


图7 不同温度下的接头断口形貌

Fig.7 Fracture morphologies of joints at different temperatures (25 MPa/90 min): (a, d) 1000 °C, (b, e) 1100 °C, and (c, f) 1200 °C

表 3 图 7d 中 B 点 EDS 成分结果
Table 3 EDS analysis of spot B in Fig.7d

Element	Content/at%
Ti	45.94
Al	46.68
Nb	7.38

3 结 论

1) 在压力为 25 MPa, 保温时间 90 min 的条件下, 当连接温度 $T < 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 连接界面处无未闭合孔洞, 界面清晰且垂直, 继续升高温度, 连接界面消失, 形成扩散连接区域。

2) 随着连接温度的升高, 连接界面处再结晶晶粒不断长大, 促进了界面的消失和迁移, 其中连接界面处为等轴晶, 远离界面处为柱状晶并沿层状方向择优生长。当连接温度 $T > 1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 母材及接头处发生相变, 导致再结晶区域 α_2 相不断增多, 不利于接头性能的提高。

3) 随着连接温度的升高, 接头抗剪切强度呈现先升高后降低的趋势, 当扩散连接工艺参数为 $1150\text{ }^{\circ}\text{C}/25\text{ MPa}/90\text{ min}$ 时, 接头强度达到最大值为 105 MPa。

参考文献 References

- [1] Huang Xu(黄旭), Qi Lichun(齐立春), Li Zhenxi(李臻熙). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(11): 1845
- [2] Kim S W, Hong J K, Na Y S *et al. Materials & Design*[J], 2014, 54(2): 814
- [3] Duarte L I, Viana F, Ramos A S *et al. Journal of Alloys & Compounds*[J], 2012, 536(S1): 424
- [4] Tang Jiancheng(唐建成), He Yuehui(何跃辉), Liu Wensheng(刘文胜) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2003, 32(3): 209
- [5] Zhao Lili(赵丽利), Lin Junpin(林均品), Zhang Laiqi(张来启) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2009(S1): 126
- [6] Zhang S Z, Kong F T, Chen Y Y *et al. Intermetallics*[J], 2012, 31(4): 208
- [7] Li Shujiang(李书江), Wang Yanli(王艳丽), Lin Junpin(林均品) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2004, 33(2): 144
- [8] Chen G, Zhang B, Liu W *et al. Intermetallics*[J], 2011, 19(12): 1857
- [9] Liu J, Dahmen M, Ventzke V *et al. Intermetallics*[J], 2013, 40: 65
- [10] Lee W B, Kim Y J, Jung S B. *Intermetallics*[J], 2004, 12(6): 671
- [11] He Peng(何鹏), Li Haixin(李海新), Lin Tiesong(林铁松) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(11): 2248
- [12] Ren Haishui(任海水), Xiong Huaping(熊华平), Chen Bo(陈波) *et al. Transactions of the China Welding Institution* (焊接学报)[J], 2016, 37(3): 106
- [13] Cao J, Liu J K, Song X G *et al. Materials & Design*[J], 2014, 56(4): 115
- [14] Song X G, Cao J, Liu J K *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2014, 43(1): 28
- [15] Tang B, Qi X S, Kou H C *et al. Advanced Engineering Material*[J], 2016, 18(4): 657
- [16] Herrmann D, Appel F. *Metallurgical & Materials Transaction A*[J], 2009, 40(8): 1881

Effect of Bonding Temperature on Microstructure and Strength of High Nb Containing TiAl Alloy Diffusion Joints

Bao Panfei^{1,2}, Song Xiaoguo^{1,2}, Wang Xinbo², Hu Shengpeng², Peng Heli³, Li Zhongquan³

(1. State Key Laboratory of Advanced Welding and Joining, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

(2. Shandong Provincial Key Laboratory of Special Welding Technology, Harbin Institute of Technology at Weihai, Weihai 264209, China)

(3. Shanghai Aerospace Precision Machinery Research Institute, Shanghai 201600, China)

Abstract: The direct diffusion bonding of high Nb containing TiAl alloy (TAN) was conducted at temperatures of $1000\sim 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 90 min under 25 MPa in vacuum. The effect of bonding temperature on interfacial microstructure and mechanical property of joints was studied and the microstructure of joints was analyzed by SEM, EDS, XRD and EBSD. The results indicate that the distinct interface can be seen when the temperature is below $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, and the temperature higher than $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ promotes disappearance of the interface; recrystallized grains are observed at bonding interface. The number and size of grains increase with the increase of temperature and a lot of α_2 phases appear in the area of recrystallization; when the connection temperature reaches $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$, the average shear strength of joints reaches a maximum of 105 MPa.

Key words: high Nb containing TiAl alloy; diffusion bonding; microstructure; mechanical property

Corresponding author: Song Xiaoguo, Ph. D., Associate Professor, State Key Laboratory of Advanced Welding and Joining, Harbin Institute of Technology, Weihai 264209, P. R. China, Tel: 0086-631-5678474, E-mail: songxg@hitwh.edu.cn