

TA2/Ni+ Nb 中间层 /1Cr18Ni9Ti 扩散焊接头的组织与性能

李 鹏, 李京龙, 熊江涛, 张赋升

(西北工业大学 摩擦焊陕西省重点实验室, 西安 710072)

摘要: 采用 50 μ m 纯 Ni 箔 + 10 μ m 纯 Nb 箔复合中间层, 在焊接温度 840 $^{\circ}$ C, 880 $^{\circ}$ C 和 920 $^{\circ}$ C, 压力 4 MPa 以及保温时间 60 min 的工艺下, 对工业纯钛 TA2 和 1Cr18Ni9Ti 不锈钢进行了真空扩散焊实验, 测试了接头的抗拉强度, 并利用光学显微镜 (OM)、扫描电镜 (SEM)、能谱 (EDS) 和 X 射线衍射 (XRD) 对接头的组织结构、元素分布以及断口形貌和相组成进行了分析。结果表明: Ni+ Nb 复合中间层的存在成功阻止了 Fe-Ti 互扩散, 实现了 TA2 与 1Cr18Ni9Ti 的可靠连接, 接头的拉伸强度达到 26 MPa, 该强度主要受剩余 Ni 箔控制, 且焊接温度的变化对其影响不大。接头所生成反应层自不锈钢一侧起分别为 Fe₃C₂Ni 固溶体、剩余 Ni₃Nb, 剩余 Nb 以及 TiNb 魏氏体。

关键词: 扩散焊; Ni+ Nb 复合中间层; TA2-1Cr18Ni9Ti; 组织与性能

DOI 10.3969/j.issn.1005-5053.2010.5.005

中图分类号: TG457.19

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2010)05-0025-05

钛及钛合金与不锈钢的复合构件, 能充分发挥两种材料在性能上和经济上的优势互补^[1], 在航空航天领域有广泛的应用前景, 例如发动机油管接头、转子盘与叶片接头以及卫星用新型燃料喷注器均要用到该复合构件^[2-4]。然而, 钛与不锈钢直接扩散焊接时存在如下问题: Ti 元素与不锈钢中的 Fe, Cr, C 元素易形成 TiFe, TiFe₂, σ , Fe₂Ti₃O 以及 TiC 等脆性相^[5-7], 从而使接头发生脆性断裂, 并且由于钛和不锈钢物理性能方面存在巨大差异, 例如线膨胀系数 1Cr18Ni9Ti 不锈钢 ($19 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) 约为 TA2 工业纯钛 ($9.41 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) 的两倍, 直接焊后接头存在较大残余应力^[5], 导致接头强度不高, 严重时甚至不能形成接头。采用添加中间层的扩散焊是解决以上问题, 实现二者可靠连接的有效途径之一。由于镍能与铁无限互溶, 且镍具有良好的高温塑性, 可以缓释接头残余应力^[8], 所以常被选作扩散焊接不锈钢与其他金属的中间层材料^[9], Kundu S 等人^[10]采用 300 μ m 厚 Ni 箔作为中间层成功扩散焊接纯钛与 304(1Cr18Ni9) 不锈钢。然而, 由于镍和钛之间的互扩散能力强, 在高温和长时间焊接条件下, 镍、钛交界面上会生成诸多 Ti-Ni 金属间化合物而影响

接头质量^[8], 另外, Kundu S 等人^[10]也认为 Ti 元素穿过中间 Ni 层而与不锈钢中的 Fe 发生了反应, 这是导致接头质量骤减的重要原因。因此, 单加 Ni 作为中间层材料是不够的, 需要在中间层 Ni 与钛合金母材之间添加一层原子激活能较高的中间层, 以阻止 Ti-Fe 的互扩散, 并且要求中间层元素尽量能与 Ti 无限互溶, Ta, Mo, V 以及 Nb 均符合以上要求^[6], 但考虑到仅有 Nb 与 Ni 反应生成金属间化合物较少^[11], 且生成的金属间化合物 Ni₃Nb 在室温下具有较高的强度与塑性 (例如沿 [110] 方向的抗拉强度可达到 500 MPa, 延伸率高达 17.5%), 且高温性能优异 (800 $^{\circ}$ C 时, 多个晶向方向的强度接近或超过 500 MPa^[12]), 是极具潜力的高温结构材料, 所以最终选择了 Nb+ Ni 作为中间层。

本研究设计采用 Ni 箔 + Nb 箔作为复合中间层, 对工业纯钛 TA2 与 1Cr18Ni9Ti 不锈钢的扩散焊进行了实验研究, 测试了扩散焊接头的拉伸性能, 观察、分析了接头断口形貌及相组成, 对不同工艺下获得的扩散焊接头微观结构与成分变化进行了扫描电镜和能谱分析, 并讨论了影响接头组织结构与性能的工艺因素。

1 实验材料及方法

1.1 实验材料

收稿日期: 2009-11-18; 修订日期: 2010-04-29

作者简介: 李 鹏 (1986-), 男, 硕士研究生, 主要从事材料连接方面的研究工作, (E-mail) lpx_19860505@163.com。

实验材料为工业纯钛 TA2 和奥氏体不锈钢 1Cr18Ni9Ti; 其化学成分如表 1 所示, 试件分别加工成 $\phi 30\text{mm} \times 3\text{mm}$ 片状用于焊后的金相显微分析,

$\phi 30\text{mm} \times 50\text{mm}$ 柱状用于焊后接头拉伸强度试验。中间层为 $50\mu\text{m Ni} + 10\mu\text{m Nb}$ 箔, 箔材纯度 (质量分数) 均为 99.9%。

表 1 实验材料的化学成分 (质量分数 %)

Table 1 Chemical composition of 1Cr18Ni9Ti and TA2 (mass fraction %)

Materials	C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Ti	Fe	N	H	O
1Cr18Ni9Ti	0.05	0.59	1.61	0.02	8.69	17.5	0.39	Bal			
TA2	0.10	0.15					Bal	0.30	0.05	0.02	0.20

1.2 实验方法

实验前依次用 500# ~ 2000# SiC 砂纸磨光 TA2 和 1Cr18Ni9Ti 的待焊面, 并用 Keller 试剂 (2mLHF + 3mLHCl + 5mLHNO₃ + 190mLH₂O) 清洗后, 将其与 Ni 箔、Nb 箔一起放入无水乙醇中超声波清洗 5 分钟, 冷风吹干备用。

扩散焊设备为真空辐射加热扩散焊炉 (FJK-2 型, 西北工业大学)。实验采用 1Cr18Ni9Ti/Ni/Nb/TA2 的装卡顺序, 将圆片状分析试样以及圆柱状拉伸试样一起沿轴向叠放入炉腔内上下压头间并加压, 两组试样之间加阻焊层。扩散焊工艺为: 压力 4MPa, 焊接温度分别选取 840°C, 880°C 以及 920°C, 保温时间为 60min。

焊接结束后, 圆片状试样经砂纸打磨及绒布抛光, 用 10mLHF + 5mLHNO₃ + 85mLH₂O 溶液及 10gFeCl₃ + 20mLHCl + 20mLH₂O 溶液分别腐蚀 TA2 和 1Cr18Ni9Ti 后, 利用光学显微镜 (OM, OLYMPUS-PMG3) 和扫描电镜 (SEM, JSM-6390A) 进行接头显微组织分析, 用扫描电镜上配备的能谱仪进行接头成分分析, 在 402MVD™ 数显微维氏硬度计上对接头端面进行硬度测试。拉伸试样的尺寸按照国家标准 GB/T 2651-2008 进行加工, 如图 1 所示, 在 Instron3382 型电子万能材料试验机上以 0.5mm/min 的加载速率进行拉伸试验, 拉伸断口采

用扫描电镜及能谱仪进行断口形貌和元素分布分析, 并用 X 射线衍射仪进行断面相组成分析。

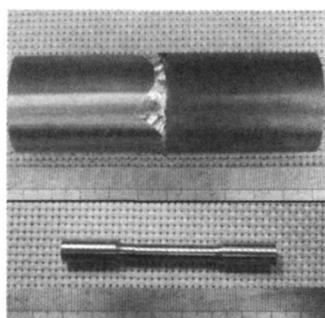


图 1 焊后试样 (上) 与加工后的标准拉伸试样 (下)
Fig 1 Photos of the welded joint (upper) and the standard sample for tensile testing (lower)

2 实验结果与分析

2.1 接头的微观结构及随焊接温度的演变

由 Arrhenius 公式可知, 焊接温度是扩散焊最重要的工艺参数, 因此, 本工作重点研究了 840°C、880°C、以及 920°C 不同保温温度对焊接接头的影响。图 2 所示为不同连接温度下接头的微观组织。

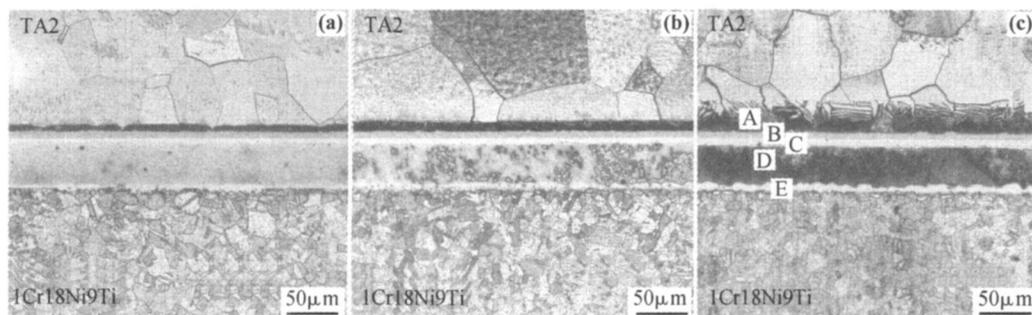


图 2 不同保温温度下的焊接接头金相照片

Fig 2 OM Micrographs of the joints bonded at different bonding temperatures (a) 842°C; (b) 880°C; (c) 920°C

可以看出, 焊缝区均呈典型的五层层状分布, 为确定这五层反应产物, 分别对每一层做了能谱分析。

图 3 所示为焊接温度 880°C 下的接头端面扫描电镜形貌及能谱线扫描分析结果, 表 2 为对应的能谱分

析点扫描的结果。结果表明,元素 Fe、Cr 与 Ni、Nb 与 Nb、Nb 与 Ti 均发生了一定的互扩散,但 Ti、Fe 均没有显著穿过中间层而发生反应,同时结合二元相图分析可知, A 层为 TiNb 固溶体区, B 层为剩余 Nb 层, C 层为 NiNb 反应层(主要为 Ni₃Nb 相), D 层为剩余 Ni 层, E 层为 FeCrNi 固溶体区。对比图 2 各接头微观形貌容易看出,随保温温度的提高(840℃ → 920℃),元素扩散能力急剧提高,母材及各反应层之间元素互扩散及反应随之加剧,导致 A、C、E 层厚度显著增加,但 B(Nb 箔)、D 层(Ni 箔)逐渐被消耗变薄。尽管如此,最终 D 层(Ni)仍剩余有 40μm 之多,消耗较少,未能充分固溶其它元素而提高强度。840℃时,FeCrNi 固溶体(E 层)与 1Cr18Ni9Ti 之间界面上依然存在孔洞,随着保温温度升高,在压力和时间的共同作用下,在 920℃保温时界面孔洞已完全消失,并且可以明显看出 TiNb 固溶体(A 层)呈现为针状组织(图 2 右),这是由于 Nb 元素在 α-Ti(TA2 为单相 α-Ti)中的溶入,超过其溶解度后,α-Ti 基体内部发生 β 转变,在 α-Ti 基体上生成针条状 β-TiNb 固溶体,这种 α + β 双相针状结构(魏氏组织)^[7]一直保留到了室温。由于 Ti+ Nb 无限互溶, Nb 箔与 TA2 母材界面结合良好。C 层(NiNb)与 D 层(Ni)之间存在明锐的相界面,且存在未闭合的界面孔洞,有可能是力学性能的薄弱环节。

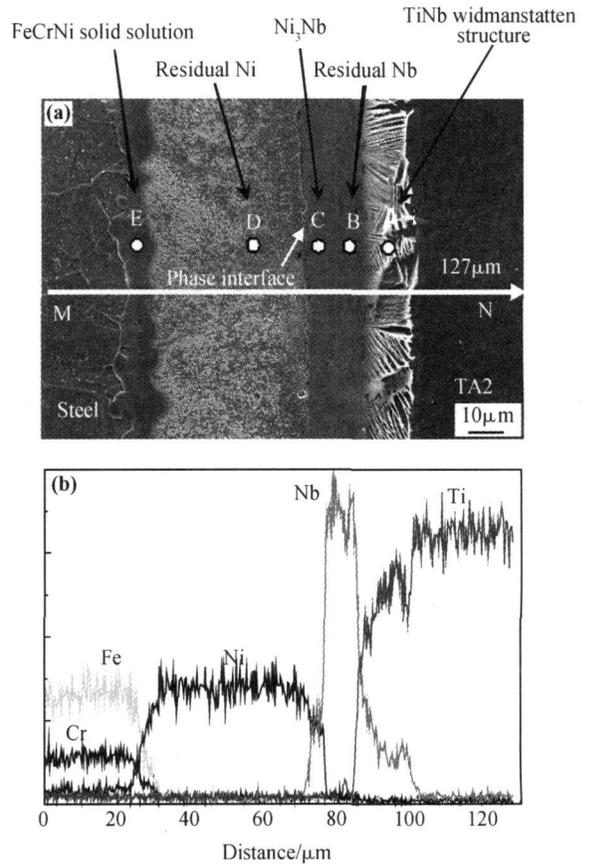


图 3 接头微观形貌 (a) 与能谱分析结果 (b)
Fig 3 Microstructure of the joint bonded at 880°C (a) and EDS result of line scanning from M to N (b)

表 2 图 3 对应的点扫元素分布及相组成 (原子分数 %)

Table 2 EDS results of spot scanning and phase composition of the joint shown in Fig 3 (atom fraction %)

Layer	Ni	Cr	Fe	Ti	Nb	Structure
A	—	—	—	84.70	15.30	α + β widmanstatten structure
B	—	—	—	—	100.0	residual Nb
C	69.64	—	—	—	30.36	Ni ₃ Nb
D	100.0	—	—	—	—	residual Ni
E	71.04	7.04	21.92	—	—	FeCrNi solid solution

2.2 接头的显微硬度分布

通过维氏硬度计测试不同工艺下扩散焊接头的显微硬度值具有相似的变化规律,图 4 所示为 880℃焊接温度下接头端面焊缝区的维氏硬度分布曲线。

根据图 4 可知,扩散区存在 5 个不同硬度分布区,这与前面显微组织分析结果相一致,母材 1Cr18Ni9Ti 和 TA2 的硬度相差不大,靠近不锈钢侧扩散形成的 FeCrNi 固溶体,由于固溶强化效果而使硬度有所提高,而 TA2 侧生成的 TiNb 魏氏体相比母材硬度变化不明显,剩余 Ni 箔硬度 (180HV) 高于纯 Ni 的硬度 (60~80HV),说明残余 Ni 箔仍被少量

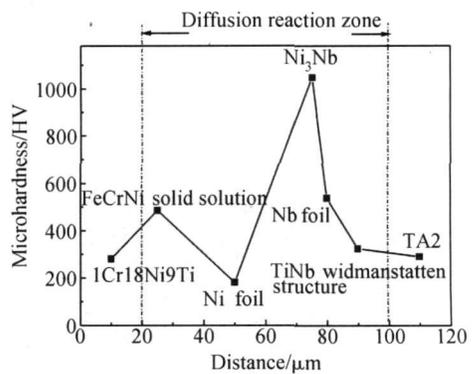


图 4 扩散接头界面区显微硬度分布
Fig 4 Distribution of microhardness across the interface of the joint bonded at 880°C

元素扩散进入而得到强化,而相比退火态纯 Nb 的硬度 (8HV), 剩余 Nb 箔的硬度要高很多 (53HV), 说明 Nb 中有少量的 Ti 元素扩散进来而得到强化, 这可以从图 3 线扫描结果中看出, 但是, 二者之间互扩散生成的金属间化合物 Ni_3Nb 层的硬度高达 104HV, 和剩余 Ni 箔硬度 (18HV) 相差最大, 接头性能在此过渡最为急促, 因此拉伸试验时断裂极有可能发生在这里。

2.3 扩散焊接头力学性能及断面分析

对焊接接头进行了拉伸性能测试, 测试结果列于表 3 中, 接头抗拉强度均在 261MPa 左右, 接近纯金属 Ni 的强度 (317MPa), 并且焊接温度的变化并没有引起接头强度的明显变化。为了弄清接头断裂原因, 断口位置及断面相组成, 对其断面进行了 SEM, EDS 以及 XRD 分析。

表 3 接头强度测试结果

Table 3 Tensile strengths of the joints

Bonding temperature / ℃	Tensile strength / MPa	Average strength / MPa
840	261	
880	263	261
920	259	

图 5 所示为 880℃ 焊接接头断口扫描电镜形貌, 为典型的韧窝状断口, 对断面进行了能谱点分析, 分析结果如表 4 所示。结果表明, 断面上存在大量的 Ni 元素, 结合前面关于剩余 Ni 层厚度较大, 没有得到充分固溶强化以及接头性能过渡急促的分析, 可以认为断裂主要发生在靠近 Ni_3Nb 反应层的剩余 Ni 层上, 裂纹在扩展过程中撕裂了部分 Ni_3Nb 反应层, 因此断面上还含有少量 Ni_3Nb 相, 这和前面的分析预测是一致的。图 6 所示断面的 XRD 衍射谱分析也验证了断面上有 Ni 和 Ni_3Nb (少量) 两相的存在。

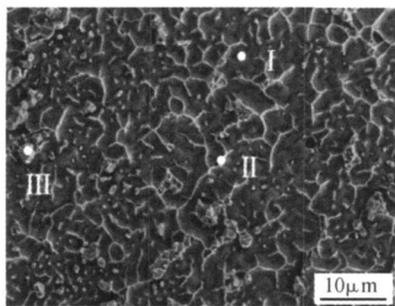


图 5 典型断口形貌 (1Cr18Ni9Ti 一侧)

Fig 5 Typical fracture morphology of the joint

(the side of 1Cr18Ni9Ti)

表 4 对应的点扫元素分布及相组成 (原子分数 %)

Table 4 EDS results and phase composition of the fracture surface (atom fraction %)

Point	Ni	Nb	Structure
I	94.37	5.63	Ni
II	93.92	6.08	Ni
III	78.31	21.69	Ni_3Nb

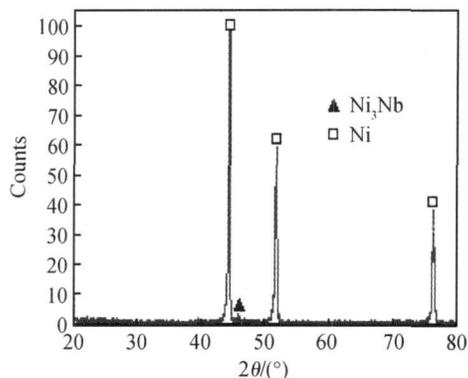


图 6 拉伸断口 XRD 衍射谱

Fig 6 XRD pattern of the fracture surface

3 结论

(1) 在压力 4MPa 温度 840~920℃, 时间 60min 焊接工艺下, 采用 Ni+ Nb 复合中间层的扩散焊方法, 成功阻止了 Fe-Ti 元素的互扩散, 避免了 Fe-Ti 脆性相的生成, 实现了工业纯钛 TA2 与 1Cr18Ni9Ti 不锈钢的可靠连接。

(2) 本实验范围内只改变焊接温度工艺条件, 焊缝区扩散与反应规律基本一致, 均形成 5 层反应层。自不锈钢一侧起分别为 FeCrNi 固溶体 / 剩余 Ni 层 / Ni_3Nb / 剩余 Nb 层 / TiNb 魏氏体。

(3) 强度测试中, 断裂主要发生在剩余 Ni 箔上, 裂纹在扩展过程中撕裂了相邻的 Ni_3Nb 反应层, 接头抗拉强度平均为 261MPa 接近纯金属 Ni 的强度。

参考文献:

- [1] 周荣林, 张九海, 田锡唐. 钛 / 不锈钢相变扩散连接工艺研究 [J]. 焊接, 1999, (2): 9-12
- [2] 李京龙, 李锋, 熊江涛, 等. Ti-6Al-4V 钛合金板与 304L 不锈钢网的扩散焊 [J]. 机械科学与技术, 2006, 25(3): 301-304
- [3] 孙荣禄, 杨文杰, 于斌. 钛合金与不锈钢扩散焊中间金属的选择 [J]. 宇航材料工艺, 1997, (5): 15-18

- [4] 单磊. TC4 钛合金-钢复合激光焊接工艺研究 [D]. 杭州: 浙江大学, 2006: 1.
- [5] GHOSH M, CHATTERJEE S. Characterization of transition joint of commercially pure titanium to 304 stainless steel [J]. *Materials Characterization*, 2002, 48(5): 393-399.
- [6] 钱锦文, 侯金保, 李京龙, 等. Ti2AlNb/GH4169 真空扩散连接初步研究 [J]. *热加工工艺*, 2008, 37(13): 90-92.
- [7] GHOSH M, CHATTERJEE S. Diffusion bonded transition joints of titanium to stainless steel with improved properties [J]. *Materials Science and Engineering (A)*, 2003, 358(1-2): 152-158.
- [8] 陈石卿. 钛合金金相学 [M]. 北京: 国防工业出版社, 1986: 194.
- [9] 伍光凤, 盛光敏. 钛合金和不锈钢的扩散焊接研究进展 [J]. *热加工工艺*, 2007, 36(3): 86-89.
- [10] KUNDU S, CHATTERJEE S. Interfacial microstructure and mechanical properties of diffusion-bonded titanium-stainless steel joints using a nickel interlayer [J]. *Materials Science and Engineering (A)*, 2006, 425(1-2): 107-113.
- [11] 钱锦文, 李京龙, 侯金保, 等. Nb+Ni 中间层对 Ti2AlNb 与 GH4169 扩散连接接头组织与性能影响 [J]. *航空材料学报*, 2009, 29(1): 57-52.
- [12] HAGHARA K, NAKANO T, UMAKOSHIY. Plastic deformation behavior and operative slip systems in Ni3Nb single crystals [J]. *Acta Materialia*, 2000, 48(7): 1469-1480.

Structure and Properties of Diffusion Bonded TA2 to 1Cr18Ni9Ti Joints with Ni+ Nb Composite Interlayer

LI Peng LI Jing-bing XIONG Jiang-tao ZHANG Fu-sheng

(Shaanxi Key Laboratory of Friction Welding Technologies, Northwestem Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract Diffusion bonding in vacuum was carried out between commercially pure titanium TA2 and austenitic stainless steel 1Cr18Ni9Ti by using Ni+ Nb composite interlayer at the temperature of 840°C, 880°C and 920°C for 60 min under 4 MPa axial pressure. The tensile strengths of the joints were tested, meanwhile the fracture surfaces were analyzed by SEM and XRD. The microstructure and element distribution of the joints were analyzed by OM, SEM and EDS. The results show that Ni+ Nb composite interlayer successfully suppresses interdiffusion of Ti and Fe, so that the sound joints were formed. Five reacted-layers are presented at the joint. They are FeCrNi solid solution, residual Ni, Ni3Nb, residual Nb, TiNb wulffite structure from 1Cr18Ni9Ti to TA2. The residual Ni is critical to strength of the joint, the strength reaches up to 261 MPa and changes a little with temperature.

Key words diffusion bonding; Ni+ Nb composite interlayer; TA2; 1Cr18Ni9Ti; structure and properties