

## 镍基单晶高温合金 TLP 连接\*

李文<sup>1,2)</sup> 金涛<sup>1)</sup> 孙晓峰<sup>1)</sup> 郭义<sup>1)</sup> 管恒荣<sup>1)</sup> 胡壮麒<sup>1)</sup>

1) 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016

2) 沈阳工业学院材料科学与工程系, 沈阳 110016

**摘要** 采用自制的镍基合金柔性布作为中间层合金对 DD98 单晶高温合金进行瞬态液相(TLP)连接。TLP 连接在 1473—1523 K, 0.5—24 h 真空条件下进行。利用光学显微镜、扫描电镜对接头的微观结构和化学成分进行观察和分析。利用电子背散射衍射测定了连接层和基体之间的结晶学取向。结果表明接头区域由连接区、中间金属/基体金属界面扩散区、基体金属区组成。均匀化处理后的接头与基体上的  $\gamma'$  沉淀相的尺寸趋于一致。连接层与基体之间的取向匹配良好。

**关键词** DD98 单晶高温合金, TLP 连接, 结晶学取向

**中图分类号** TG146.1

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2001)011-1165-04

## TLP BONDING OF Ni-BASE SINGLE CRYSTAL SUPERALLOY

LI Wen<sup>1,2)</sup>, JIN Tao<sup>1)</sup>, SUN Xiaofeng<sup>1)</sup>, GUO Yi<sup>1)</sup>, GUAN Hengrong<sup>1)</sup>, HU Zhuangqi<sup>1)</sup>

1) Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

2) Department of Materials Science and Engineering, Shenyang Institute of Technology, Shenyang 110016

Correspondent: LI Wen, Associate professor, Tel: (024)23843531-55432, Fax: (024)23891320,

E-mail: zqhu@imr.ac.cn

Manuscript received 2001-03-09, in revised form 2001-07-24

**ABSTRACT** The DD98 single crystal superalloy was bonded by transient liquid phase(TLP) bonding, in which a Ni base flexible metal cloth was used as an insert alloy. TLP bonding of DD98 superalloy was carried out at 1473—1523 K for 0.5—24 h in vacuum. The melting characteristics of the interlayer was determined using differential thermal analysis(DTA). The bonded region was observed by optical microscopy, and the microstructural and compositional analyses across the bonded interlayer were performed by using a scanning electron microscopy(SEM). The electron back scattering diffraction(EBSD) method was applied to determine the crystallographic orientation. The results indicated that the joint zone consists of a bond, diffusion and base regions, and the  $\gamma'$  phases both in the bonded interlayer and in the superalloy substrate are almost identical and the orientation relationship between the bonded interlayer and the bonded substrate has a good match.

**KEY WORDS** DD98single crystal superalloy, TLP bonding, crystallographic orientation

镍基高温合金在高温下具有优良的性能, 并且广泛地用于燃气涡轮发动机上, 采用连接方法用于制造这些高温合金涡轮发动机部件可使成本降低, 并且获得良好的性能, 例如: 对结构复杂的对开组合式叶片, 单凭铸造技术无法制备, 其制造过程必然涉及到材料的连接<sup>[1-3]</sup>, 但绝大多数高温合金的可焊性限制了熔焊技术的应用。钎焊技术经常被用于连接这些材料, 从而避免了熔焊裂纹的问题, 但是很多钎焊高温合金并不具有高温机械和物理性能。扩散焊接也可用于镍基高温合金的连接, 但是这种方法需

要采用较大的压力, 配合面要求高, 对于复杂形状的工件不可能均匀加压, 甚至还需要昂贵和复杂的夹具。

瞬态液相连接法(TLP)的工艺过程如下: 在连接温度下, 中间合金开始熔化并填充间隙, 形成薄液体层。与此同时, 连接件保持在连接温度, 在中间层和基体金属中的合金元素迅速扩散, 这种在界面区域的成分变化导致接头的等温凝固。构件在连接温度保持更长的时间, 使接头区域均匀化最终得到成分和组织与基体均匀一致的接头。因此, TLP 连接是一种理想且可靠的连接工艺。自从 Duvall 等<sup>[2]</sup>第一次开始采用 TLP 连接工艺以来, 美国、日本等国家陆续开展了此方面的研究工作<sup>[4-6]</sup>, 但是到目前为止, 有关 TLP 连接过程的详细研究和分析方面的

\* 收到初稿日期: 2001-03-09, 收到修改稿日期: 2001-07-24

作者简介: 李文, 女, 1964 年生, 副教授, 博士生

报道还很少. 本文针对 DD98 合金为研究对象, 以自制的镍基柔性布为中间合金进行 TLP 连接, 并且对接头的结构和成分分布以及连接区域与基体之间的取向关系等问题进行了研究.

## 1 实验方法

实验用母材选用中国科学院金属研究所研制的 DD98 镍基单晶高温合金. 用线切割的方法将试棒加工成直径为 13 mm, 厚为 5 mm 的待连接试样. 试样的连接面用 600 号砂纸机械磨光. 在连接前用丙酮进行超声清洗. 两个待连接试样之间置入中间合金, 组成连接试样. 中间层合金成分 (质量分数, %) 为: Cr 16, Co 8, W 5, Mo 4, Si 5.3, B 2.04, 余为 Ni. 中间合金的获得首先通过超声雾化法得到粒度为 45  $\mu\text{m}$  的细合金粉, 然后向合金粉中填加少量的有机物. 采用热轧工艺, 将合金粉制成具有良好柔韧性, 又有一定强度的柔性布, 使分散的合金粉末变成一个整体. 这样有利于其在金属基体表面上的固定. 用差热分析 (DTA) 测定出中间层合金的固、液相线的温度分别为 1225 和 1432 K. 连接试样在  $1 \times 10^{-4}$ — $5 \times 10^{-4}$  Pa 的真空条件下施加一定的压力 ( $5.58 \times 10^{-3}$  MPa) 加热至连接温度 1473—1523 K, 连接时间为 0.5—24 h. 用于连接实验的单晶合金具有 [001] 取向, 实验中保持该取向与连接面垂直并且接触面之间保持匹配关系. 试样在预定的保温时间和压力作用下连接在一起. 然后在真空样品室中冷却. 并对样品进行固溶处理和时效处理. 利用光学显微镜、扫描电镜 (SEM) 等手段对不同参数下 TLP 接头的微观结构和化学成分进行观察和分析. 利用电子背散射衍射 (EBSD) 方法测定了连接层与基体金属之间的结晶学取向.

## 2 实验结果与讨论

图 1 是 TLP 接头在 1473 K, 3 h 条件下的背散射像. 接头由连接区、中间金属 / 基体金属界面扩散区、基体金属区组成.

连接区处于具有相对细小第二相沉淀的两个界面扩



图 1 TLP 接头区的 SEM 背散射像  
Fig.1 SEM image of TLP joint (1473 K, 3 h)

散区之间, 它主要由类似于 DD98 母材的  $\gamma + \gamma'$  和一些白色的沉淀相组成. 经分析沉淀相主要是硅化物或硼化物.

图 2 是在光学显微镜下观察的温度在 1473 K 分别保温 3, 5, 24 h 时的 TLP 接头组织. 可以看到随保温时间的增加, 棱角状的沉淀相逐渐球化, 数量逐渐减少. 在 TLP 连接温度下, Si, B 等元素由接头向基体扩散, 因此接头中心沉淀相数量减少. 如果适当提高连接温度并且保持一定的时间, 沉淀相将趋于消失. 中间金属 / 基体金属界面扩散区的形成是由于熔化的中间层中的合金元素 Si, B 等迅速向基体扩散. 这些降熔点元素使得靠近连接区的母材熔化, 以致在中间层 / 基体金属界面区上形成细小的沉淀相. 在扫描电镜下还可以观察到中间层 / 基体金属界面扩散区随保温时间的增加逐渐变窄, 而相应的连接区变宽. 但是扩散区和连接区总的宽度几乎不变.

图 3 为在 1473 K, 3 h 连接条件下 TLP 接头区域和基体的二次电子像. 从图中可见, TLP 接头区域仍然

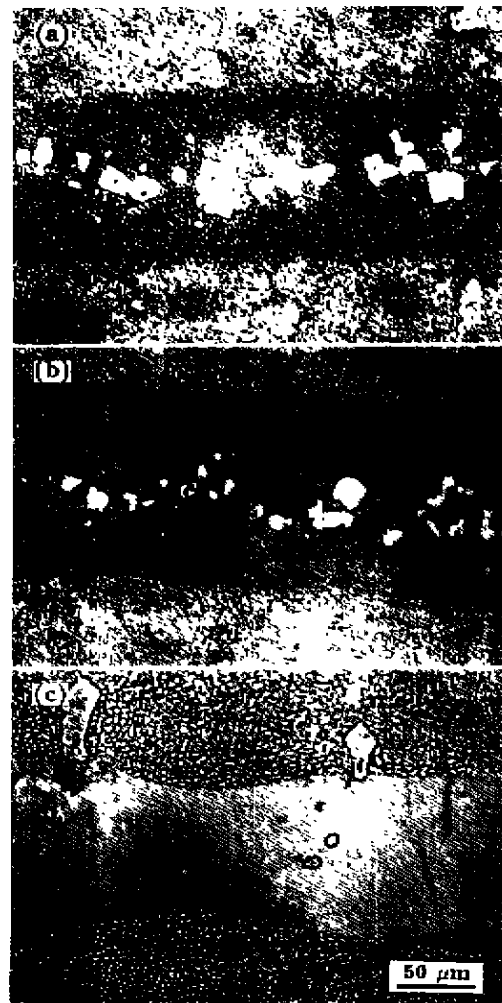


图 2 1473 K 温度下不同停留时间 TLP 接头金相组织  
Fig.2 Optical micrographs of TLP joint interfaces at 1473 K for 3 h (a), 5 h (b) and 24 h (c)

以  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub> (Al,Ti) 作为沉淀强化相. 接头区域与基体金属之间的差异在于  $\gamma'$  沉淀相的大小和数量不同. 图 4 为

1523 K, 24 h 连接后再经过固溶处理和时效处理后 TLP 接头区域和基体中  $\gamma'$  沉淀相形态. 可见, 如果适当提高连接温度并且进行适当热处理, 接头区的  $\gamma'$  将与基体中的  $\gamma'$  在尺寸和形态上将趋于一致.

图 5 为 1523 K, 24 h 连接条件并且经过固溶处理和时效处理后的均匀化的 TLP 接头, 箭头所示为接头区域. 可以看出, 接头与基体之间的组织具有相似性, 无明显差异.

图 6 为 1523 K, 24 h 条件下沿接头横截面的定性元素线扫描的结果. 连接区中 Al, Ti 的出现说明基体金属

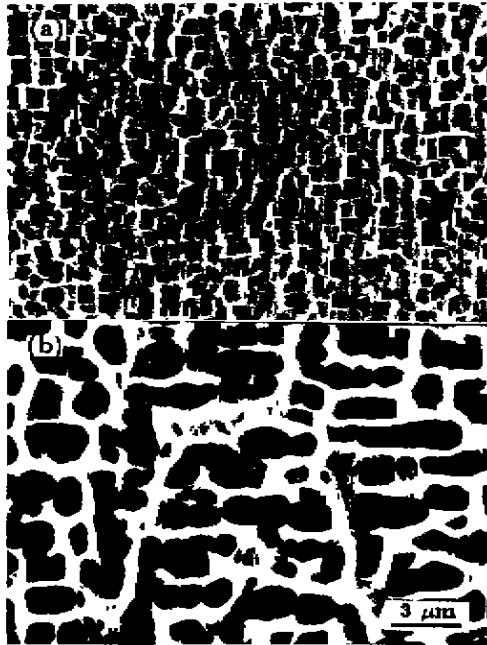


图 3 1473 K 停留 3 h 的 TLP 接头区和基体的二次电子像

Fig.3 Second electron images of joint region (a) and base metal (b) at 1473 K for 3 h

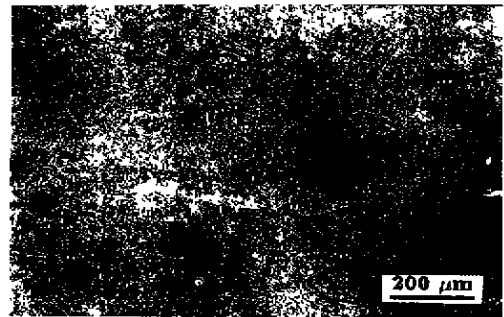


图 5 在 1523 K, 24 h 连接条件下并经过固溶和时效处理后均匀化的 TLP 接头组织

Fig.5 SEM image of TLP joint structure at 1523 K, 24 h followed by solution and aging treatment (arrow corresponding to the initial interlayer position)

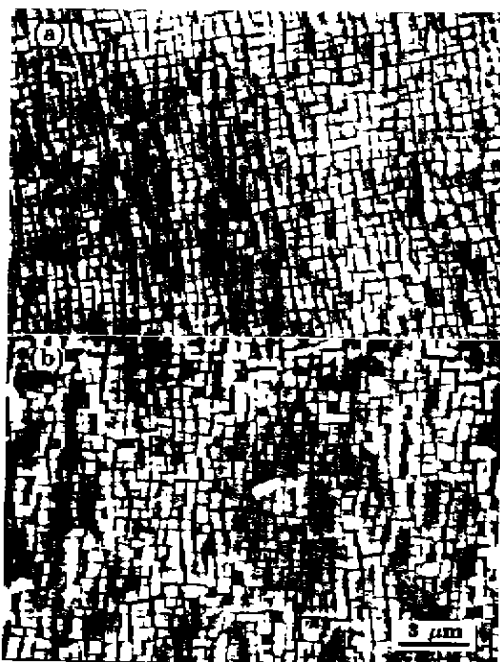


图 4 1523 K, 24 h 连接后经过固溶和时效处理的 TLP 接头区域和基体上  $\gamma'$  沉淀相形貌

Fig.4 Secondary electron images of joint region (a) and base metal (b) showing  $\gamma'$  precipitate morphologies at 1523 K for 24 h followed by solution and aging treatment

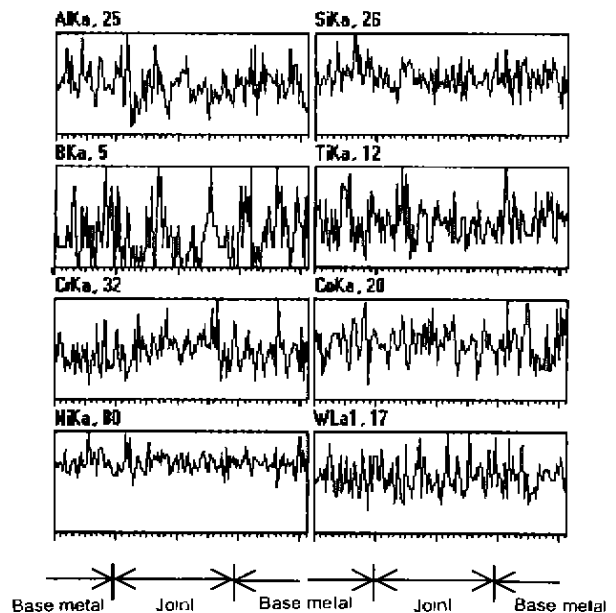


图 6 在 1523 K, 24 h 连接条件下接头横断面几种元素定性线扫描图

Fig.6 Qualitative element line scanning patterns across the bonded region jointed at 1473 K for 24 h

中元素向中间层溶解扩散, 中间层与基体金属中元素的相互扩散相当充分, 二者化学成分分布接近相同。

图7为试样在1523 K, 8 h连接条件下, 利用EBSD方法对连接区的结晶取向进行测试的结果。该图表示三个方向的极射三角形, 即样品的表面(ND), 连接面(RD)和垂直于两个连接面和表面的面(TD)。如图7所示, 所分析的“1”和“4”点在基体金属上, 点“2”和点“3”在连接层区域。对于单晶合金保证穿过连接区域的结晶学取向是很重要的。从图7可知, 对于任何方向, 所分析的每个点在极射三角形中几乎朝同一位置投影, 也就是说连接区域的单晶化基本实现。经EBSD分析, 任意两点之间最大取向差为 $2.09^\circ$ 。一般来讲, 穿过接头的取向偏离度为 $5^\circ$ 左右时, 即可满足要求<sup>[6,9]</sup>。

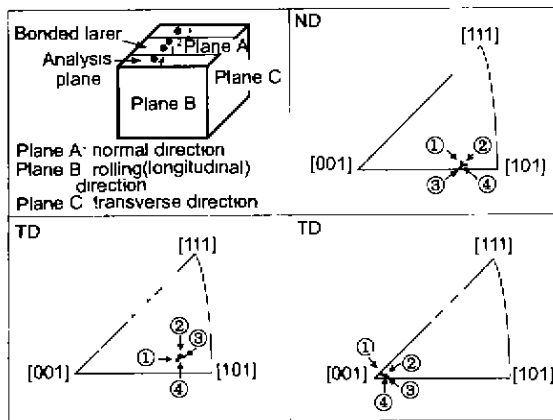


图7 试样在1523 K, 8 h连接条件下连接区及附近基体区EBSD测试结果

Fig.7 Crystallographic orientation projections of the jointed region and neighboring matrix region analyzed by the EBSD method for samples bonded at 1523 K for 8 h

### 3 结论

DD98 高温合金进行 TLP 连接, 接头由连接区、中间金属 / 基体金属界面扩散区及基体金属区三个区域组成。在连接区中心形成白色沉淀相, 并且随保温时间延长其数量减少。接头区域仍然是以  $\gamma'$ - $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  沉淀强化, 与基体的差异在于  $\gamma'$  沉淀相的大小和数量不同, 均匀化处理后的接头与基体上的  $\gamma'$  沉淀相的尺寸趋于一致。元素定性线扫描结果表明, 在适当连接条件下 TLP 接头区域的化学成分分布均匀。电子背散色衍射 (EBSD) 方法测定了连接层和基体之间的结晶学取向, 结果表明连接层与基体的取向匹配良好, 实现了单晶化的要求。

### 参考文献

- [1] Yeh M S, Chuang T H. *Weld Res Suppl*, 1997; 517-s
- [2] Duvall D S, Owczarski W A, Paulonis D F. *Weld J*, 1974; 20: 203
- [3] Li X H, Mao W, Cheng Y Y. In: Wang S Y, Wang L S eds, *Proceedings of the 8rd Welding Conference*, Beijing: China Machine Press, 1997: 1: 318  
(李晓红, 毛唯, 程耀永, 王守业. 王麟书主编. 第八次全国焊接会议论文集. 北京: 机械工业出版社. 1997: 1: 318)
- [4] Tetsuro T, Taka O E. *J Mater Sci*, 1996; 31: 2461
- [5] Msako N, Seiichi S, Makoto S, Hiromitsu T. *Mater Trans, JIM*, 1992; 33: 60
- [6] Nishimoto K, Saida K, Kim D, Asai S, Furukawa Y, Nakao Y. *Weld World*, 1998; 41: 121
- [7] Hoppin G S, Berry T F. *Weld Res Suppl*, 1970; 505-s
- [8] Tuah-Poku, Dollar M, Massalski T B. *Metall Trans*, 1998; 19A: 675
- [9] Chen S Q, Chen Z R. In: Aviation and Aerospace Department, *Editorial Board of Proceedings of High Efficient and Energy-saved Engine*, Beijing: Aviation Industry Press, 1991: 308  
(陈石卿, 陈章荣. 航空航天工业部高效节能发动机文集编委会. 高效节能发动机文集. 北京: 航空工业出版社, 1991: 308)