

N5 单晶过渡液相扩散焊接头微观组织研究

Investigation of Microstructure of Transient Liquid Phase Diffusion Bonded N5 Single Crystal Superalloy Joint

中航工业北京航空制造工程研究所 郭德伦 郎波 侯金保

[摘要] 为了提高 N5 单晶高温合金过渡液相 (TLP) 扩散焊接头的力学性能,采用扫描电镜 (SEM) 和能谱分析仪 (EDS) 研究接头微观组织,以及 TLP 扩散焊过程中基体组织的变化。结果表明,接头由连接区和基体区所组成,未发现明显的扩散区特征。连接区由等温凝固区和快速凝固区组成。快速凝固区主要是由接头中心的硼化物、 γ 和 γ' 相的三元共晶,及靠近等温凝固区的 γ 和 γ' 相二元共晶组成。快速凝固区可以通过延长保温时间的方法予以消除。TLP 扩散焊过程对基体组织有重要影响。随着焊接温度升高、焊接时间延长,基体内的 γ' 相尺寸增加。

关键词: 单晶 过渡液相扩散焊 微观组织

[ABSTRACT] Microstructure of transient liquid phase (TLP) diffusion bonded N5 single crystal superalloy joint and parent material during TLP diffusion bonding is investigated by using scanning electron microscopy (SEM) and energy-dispersive spectrum (EDS) for improving mechanical property of joint. The results show that the joint contains bonding zone and parent material zone. The diffusion zone is not obviously observed. The bonding zone contains isothermal solidification zone and rapid solidification zone. Metallographic examination reveals that rapid solidification zone contains two different structures, which is ternary eutectic of borides, γ and γ' phase developing in the center of joint, binary eutectic of γ and γ' phase appearing close to isothermal solidification zone. Rapid solidification zone could be absented by increasing welding time. Effect of TLP diffusion bonding on the microstructure of the parent material is very important. The γ' phase size in the parent material increases with welding temperature and welding time increasing.

Keywords: Single crystal Transient liquid diffusion bonding Microstructure

先进航空发动机的研制,需采用大量的新材料与新结构。单晶高温合金具有优异的高温蠕变和疲劳性能,

已成为国际上制造先进航空发动机涡轮叶片的首选材料。因此,研制开发出能实现单晶高温合金可靠、高性能连接的先进焊接技术,对单晶合金的工程推广应用具有重要的现实意义。

采用熔化焊和钎焊焊接单晶高温合金时满足不了单晶生长的要求,焊接接头无法形成单晶化组织,从而显著降低接头的力学性能。扩散焊也可用于镍基单晶高温合金的连接,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。过渡液相 (Transient Liquid Phase, TLP) 扩散焊结合了钎焊和扩散焊二者的技术优点,能获得组织与成分均匀的接头,已成为定向凝固合金、氧化物弥散强化合金等新材料的首选连接方法^[1-2],其可以实现单晶高温合金的优质连接,避免在连接区产生大角度晶界^[3]。

国内, N5 单晶材料以其优异的高温性能已成功应用于航空发动机涡轮叶片的制造,但是,尚未解决 N5 单晶材料的高强度焊接问题,以至制约了 N5 单晶材料的推广应用进程。文中针对航空发动机涡轮叶片研制所需的 N5 单晶材料,开展 TLP 扩散焊接头微观组织演变研究,旨在寻找 N5 单晶 TLP 扩散焊接头微观组织的控制方法,进而提高接头的高温使用性能。

1 试验材料与方法

试验用材料为 [001] 取向的 $\phi 15\text{mm}$ 棒状 N5 单晶高温合金。N5 单晶微观组织由 γ 相和 γ' 相组成, γ' 相呈立方体状,平均边长约为 $0.6\ \mu\text{m}$,如图 1 所示。将 N5 单晶材料加工成 $\phi 15\text{mm} \times 4\text{mm}$ 的试样,用于 TLP 扩散焊试验,焊接间隙控制在约 $40\ \mu\text{m}$ 。

待焊 N5 单晶高温合金试样需要严格配对加工,采用 VBF-80 型真空钎焊炉进行 TLP 扩散焊试验。焊接之后,垂直于焊接面方向将接头剖开作为金相试样。其横截面经过打磨、抛光后,再采用化学腐蚀方法对接头腐蚀,腐蚀剂为 $\text{CuSO}_4 (20\text{g}) + \text{浓 HCl} (80\text{mL}) + \text{H}_2\text{O} (100\text{mL})$,利用扫描电镜 (SEM) 和能谱仪 (EDS) 对 TLP 扩散焊接头进行微观组织及成分分析。

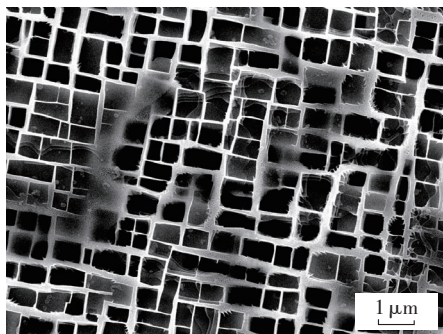


图1 N5单晶微观组织

Fig.1 Microstructure of N5 single crystal

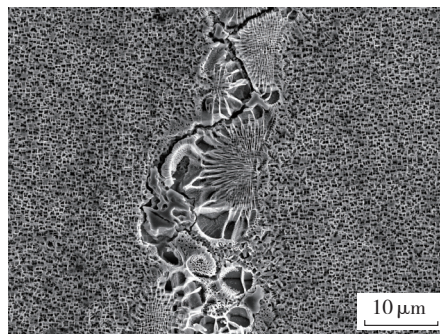


图2 采用KNi3B中间层的接头微观组织

Fig.2 Microstructure of joint using KNi3B insert metal

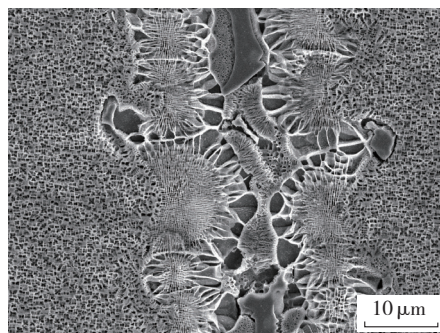


图3 采用KNi3C中间层的接头微观组织

Fig.3 Microstructure of joint using KNi3C insert metal

2 试验结果与分析

2.1 中间层成分设计

单晶 TLP 扩散焊中间层应具备以下条件: 熔点低于母材, 与母材间的润湿性良好; 接头内不形成有害的金属间化合物与再结晶晶粒; 等温凝固与成分均匀化时间短。

目前, 一般采用 B、Zr、Hf 等元素作为中间层的降熔元素。B 在 γ 相中的固溶度很低, 很容易形成脆性的硼化物相。因此, 在用 B 为降熔元素时, 应合理设计 B 的加入量, 避免在 TLP 扩散焊接头中形成脆性的化合物相。在镍基高温合金中加入 Zr 元素能够改善合金的强度、延展性、低循环疲劳寿命。根据 Ni-Zr 相图可知, γ 和 Ni_5Zr 的共晶温度是 1170°C , 大约比单晶高温合金的液相线温度低 200°C 。另外, Ni_5Zr 的延展性要优于硼化物。因此, Zr 可以作为中间层合金的降熔元素。Hf 元素能够改善高温合金的蠕变性能, 且 Ni_5Hf 的熔点在 $1130\text{--}1160^\circ\text{C}$ 之间, 因此, Hf 元素也可以作为中间层的降熔元素。B 在镍基高温合金中是间隙原子, 而 Zr、Hf 是置换原子, 中间层采用 B 作为降熔元素的 TLP 扩散焊等温凝固和固态均匀化时间要远小于中间层采用 Zr、Hf 作为降熔元素的焊接。因此, 设计的中间层应采用 B 作为降熔元素。在 N5 单晶成分基础上, 设计两种成分的中间层 KNi3B (B 元素质量分数 2.0%) 和 KNi3C (B 元素质量分数 3.2%)。

采用 1260°C 温度下保温 10h, 再 10h 升温至 1300°C 保温 4h 的焊接工艺, 研究中间层成分对 TLP 扩散焊接头组织的影响, 如图 2 和图 3 所示。结果表明, 在同样的焊接条件下, 采用 KNi3C 中间层的 TLP 扩散焊接头内快速凝固区宽度比采用 KNi3B 中间层的宽。说明采用 KNi3C 中间层 TLP 扩散焊等温凝固时间比采用 KNi3B 中间层的长。这主要是由于 KNi3C 中间层内 B 含量较高, 增加了母材溶解阶段最大液相区宽度, 而等温凝固所需时间与最大液相区宽度的平方成正比^[4], 以至增加了 TLP 扩散焊等温凝固时间。因此, 选择 KNi3B

作为中间层来进行 N5 单晶 TLP 扩散焊试验。

2.2 接头微观组织特点

采用 KNi3B 中间层进行 N5 单晶 TLP 扩散焊试验, 接头由连接区 (A) 和基体区 (B) 所组成, 未发现明显的扩散区特征, 如图 4 所示。扫描电镜观察发现连接区由等温凝固区和快速凝固区组成, 如图 5 所示。等温凝固区主要由 γ 和 γ' 相组成 (图 5 (a)), 而根据图 5 (b) 中点 C 能谱点扫描结果 (表 1) 可知, 快速凝固区主要是

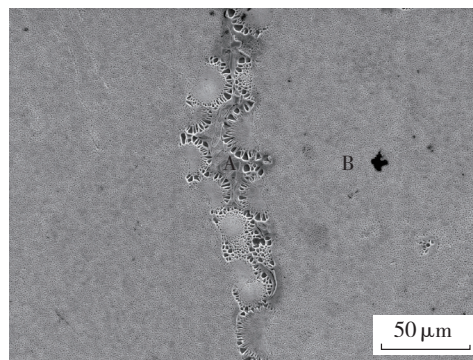


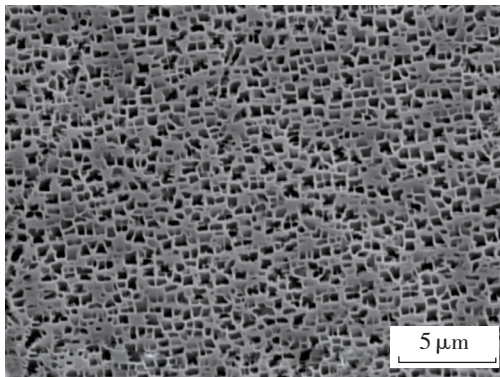
图4 接头微观组织

Fig.4 Microstructure of joint

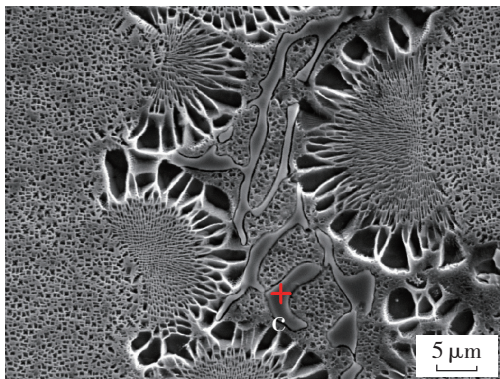
表1 EDS点扫描成分分析

化学成分	Cr	W	Re	Mo	Ta	Co	B	Ni
质量分数 /%	24.11	16.04	15.81	11.53	10.19	3.14	7.77	余量

由接头中心的硼化物(图 5 (b)点 C)、 γ 和 γ' 相的三元共晶,及靠近等温凝固区的花簇状 γ 和 γ' 相二元共晶组成,如图 5 (b)所示。



(a) 等温凝固区



(b) 快速液相区

图5 接头连接区微观组织

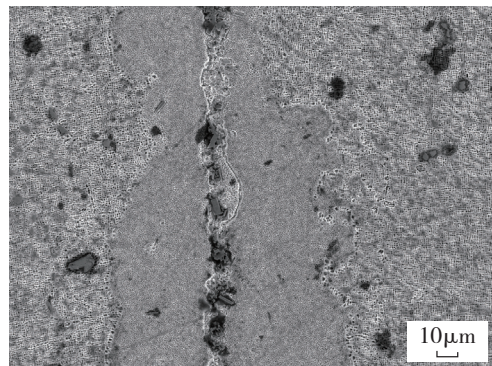
Fig.5 Microstructure of bonding zone

根据经典 TLP 扩散焊理论, TLP 扩散焊过程可以依次分为中间层熔化、母材溶解、等温凝固和固态均匀化四个阶段。其中,最重要的阶段是等温凝固过程。如果等温凝固过程没有完成,那么焊接结束后,将在接头内形成快速凝固区。等温凝固区主要是通过液态中间层中 B 元素向基体扩散,使液态中间层中降熔元素的浓度减小,熔点随之升高,以至发生等温凝固行为而形成的。而快速凝固区的形成主要与降熔元素 B 的偏析有关。B 元素在 Ni 中的固溶度和偏析系数都非常低,使其在冷却过程中被排挤到邻近的液相中,从而使液相成分趋近于共晶成分。此外, B 元素在 Ni 中的固溶度和偏析系数低,还导致了快速凝固区中金属间化合物相的生成。在接头冷却过程中,液相首先依附于等温凝固区而凝固,形成了 γ 和 γ' 二元共晶组织。随着凝固过程的进行, B 元素被排挤到界面前沿,当温度下降到残余液相的熔点后,将在接头中心形成硼化物、 γ 和 γ' 的三元共晶组织。从冷却过程可知, γ 和 γ' 相二元共晶的

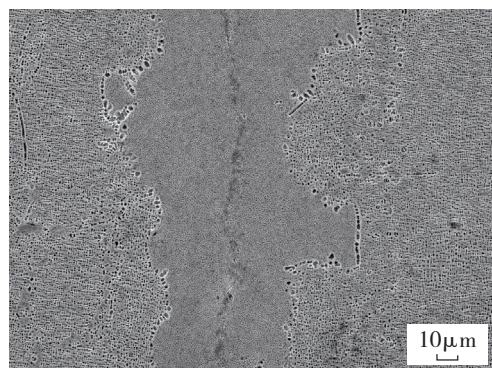
熔点要高于硼化物、 γ 和 γ' 相三元共晶的熔点。最终,形成了接头中心的硼化物、 γ 和 γ' 相的三元共晶,及靠近等温凝固区的花簇状 γ 和 γ' 相二元共晶组织。

2.3 工艺参数对接头组织的影响

在 1240℃ 焊接温度下,分别保温 1h 和 4h 时,接头微观组织如图 6 所示。随着焊接时间的增加,接头内快速凝固区的宽度逐渐减小,等温凝固区宽度逐渐增大。当焊接时间为 1h 时,快速凝固区连续分布在接头中心线上,其由硼化物、 γ 和 γ' 相的三元共晶,及 γ 和 γ' 相的二元共晶组织组成。当焊接时间为 4h 时,快速凝固区消失,等温凝固已经完成,但在界面有硼化物相存在。当焊接时间延长时,界面上硼化物相将消失,连结区由 γ 和 γ' 相组成,且连结区内 γ' 相尺寸小于基体区。因此,可以通过适当延长焊接时间使 B 元素扩散均匀,以消除接头中心的快速凝固区和硼化物。



(a) 1h

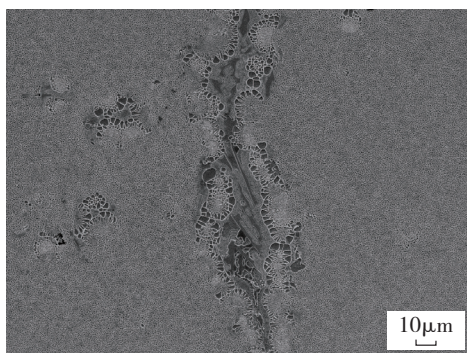


(b) 4h

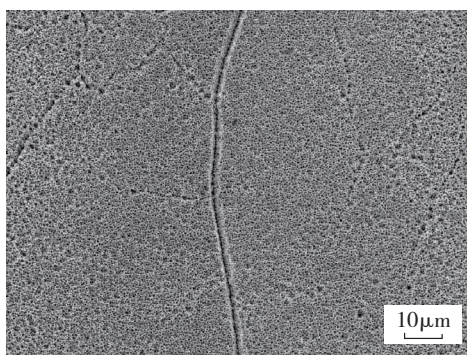
图6 在 1240℃ 焊接温度下焊接时间对接头组织的影响

Fig.6 Effect of welding time on microstructure of joint under condition of 1240℃ welding temperature

图 7 给出了焊接温度 1280℃ 不同焊接时间条件下接头微观组织。可以看出,随着焊接时间的增加,快速凝固区逐渐减小直至消失。此外,在相同焊接时间条件下,焊接温度为 1280℃ 时的快速凝固区宽度要大于 1240℃。这是由于提高焊接温度将使基体溶解量增加,

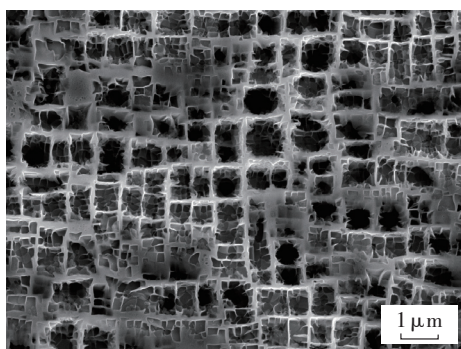


(a) 1h

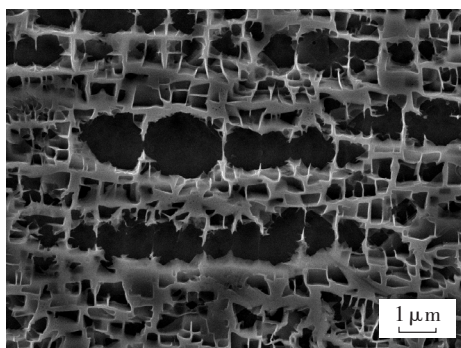


(b) 14h

图7 在1280℃焊接温度下焊接时间对接头组织的影响
Fig.7 Effect of welding time on microstructure of joint under condition of 1280℃ welding temperature



(a) 1240℃



(b) 1280℃

图8 焊接温度对基体组织的影响

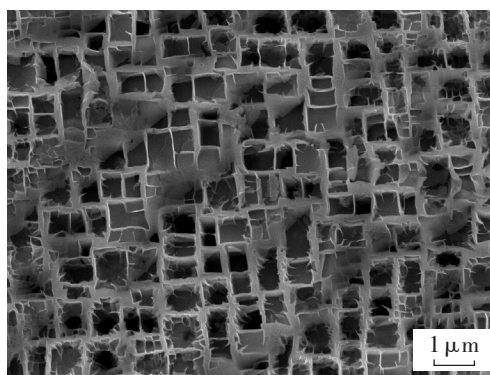
Fig.8 Effect of welding temperature on microstructure of parent material

进而导致母材溶解阶段最大液相区宽度增加,以至冷却后接头内快速凝固区宽度增加。因此,焊接温度的选择对 TLP 扩散焊至关重要。焊接温度过低,将降低 B 元素的扩散系数,进而导致等温凝固时间延长,而焊接温度过高将增加最大液相区宽度,同样将导致等温凝固时间延长。在实际焊接过程中, N5 单晶 TLP 扩散焊温度选择为 1260℃为宜。

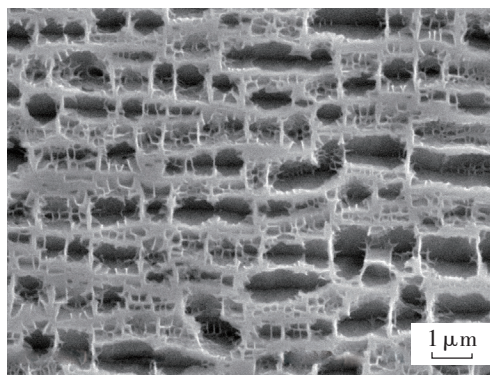
2.4 工艺参数对单晶基体组织的影响

TLP 扩散焊过程对单晶基体微观组织有重要影响。图 8 为 1240℃、1280℃条件下分别保温 1h 后单晶基体的微观组织形貌。可以看出,经过 TLP 热循环过程后,一次 γ' 相发生了粗化,且有细小的二次 γ' 相形成。当焊接温度为 1240℃时,基体内的立方体状一次 γ' 相平均边长略有增加,且棱角发生钝化。当焊接温度为 1280℃时,一次 γ' 相平均边长增加到 1.2 μm ,且棱角钝化严重,逐渐向球形发展。

图 9 为 1240℃下分别保温 0.25h 和 10h 后单晶基体微观组织。可以看出,当焊接时间为 0.25h 时,与原始母材相比, γ' 相尺寸、立方度和体积分数均未发生明显变化,仅在 γ 相基体上形成了少量细小的二次 γ' 相。



(a) 0.25h



(b) 10h

图9 焊接时间对基体组织的影响

Fig.9 Effect of welding time on microstructure of parent material

(下转第 80 页)

应力和加工硬化相对比较严重,因此热处理过程中消除这部分所消耗的能量要比SZ多;TMAZ虽然也受到了高温塑性变形,但没有SZ剧烈,动态再结晶不够充分,后续热处理过程中所吸收的能量有一部分先是用于再结晶,然后才是晶粒的长大。而SZ在焊接过程中经历了高温和大应变,发生了剧烈的塑性变形,金属塑性流动好,原始粗大的晶粒被显著破碎,动态再结晶充分,后续热处理过程中所吸收的能量主要用于晶粒的长大,因此SZ的晶粒相对较大。

表2为不同退火温度下FSW接头的拉伸试验结果。当退火温度低于260℃时,退火温度对接头抗拉强度影响不大。这主要是因为该温度下退火时,原子未能获得了足够的活动能力TMAZ发生再结晶。当退火温度到360℃时,接头的力学性能略微下降,延伸率下降明显,说明该温度超过了再结晶温度,且晶粒开始长大,使材料的塑性下降,表现在延伸率下降。

表2 AZ31B(H112)不同热处理温度下接头的抗拉强度

接头性能	热处理温度/℃				
	常温	150	200	260	360
抗拉强度/MPa	218	215	216	213	201
延伸率(δ_{50})	8.5	8.0	8.0	7.5	5.0

3 结论

(1)可实现20mm厚镁合金搅拌摩擦焊接且良好成形、无缺陷,焊缝晶粒度级别7级,热机影响区(后退侧)晶粒度级别为7.5级,母材晶粒度级别为8级。

(2)随着退火温度的升高,焊接接头不同区域晶粒的长大速度不同。焊核区晶粒的长大速度大于热机影响区混区域。焊后去应力退火处理温度低于260℃时,对焊接接头的力学性能影响不大;建议焊后去应力退火处理温度不高于260℃。

参考文献

[1] 胡学安,徐道荣.镁合金搅拌摩擦焊研究现状及进.轻合金加工技术,2006,34:11-15.
 [2] 郭韡,王快社,王文,等.焊后热处理对镁合金搅拌摩擦焊接接头的影响.稀有金属材料与工程,2011,40:1075-1078.
 [3] 郭韡,王快社,王峰,等.热处理对AZ31B镁合金搅拌摩擦焊焊接接头显微组织和显微硬度的影响.机械工程材料,2009(10):33-36,67.
 [4] 柯黎明,邢丽,徐卫平.AZ81A镁合金焊接接头的组织与性能.材料工程,2005(1):10-12.
 [5] 徐卫平,邢丽,柯黎明.镁合金AZ80A搅拌摩擦焊焊核区组织金属学演变.材料工程,2007(5):13-16.

(责编 良辰)

(上接第77页)

随着焊接时间的延长,一次 γ' 相立方度降低并向球形发展,且其尺寸增加,而二次 γ' 相数量随着焊接时间的延长明显增加。

单晶中 γ' 相的形貌与 γ'/γ 两相错配度密切相关,多相材料组织演化的驱动力是系统总能量的降低。在大多数情况下,总能量由应变能和界面能组成。当错配度较小时,两相的共格应变较小,相应的应变能也较小,因而界面能起主要作用。界面能正比于 γ'/γ 界面面积,而在体积相同的情况下,球形的面积是最小的。组织演化的驱动力是体系总能量的降低,所以 γ' 相趋向于紧凑的各向同性的形状,而使 γ' 相形貌接近球形。当错配度增大后,沉淀相形状是由界面能和应变能共同决定的, $\langle 001 \rangle$ 方向是最软的方向,而应变能正比于沉淀相体积并且优于向 $\{001\}$ 软面发展,获得了立方体形状的 γ' 相形貌。N5单晶初始组织内 γ' 相呈立方体状,在TLP扩散焊过程中,随着焊接温度和焊接时间的增加, γ' 相依附原有核心继续长大,而使错配度增大。当错配度继续增大到一定程度,超越了弹性范围后, γ/γ' 两相不能保持共格状态,在两相界面上产生错配位错,因此应变能降低,界面能起主要作用, γ' 相的形貌将呈近似球形形貌。在随后冷却过程中,已形成的过饱和 γ 固溶体将析出细小的二次 γ' 相并长大,最终,基体内形成粗大的一次 γ' 相和细小的二次 γ' 相。

3 结论

(1)接头内等温凝固区主要由 γ 和 γ' 相组成,快速凝固区主要是由接头中心的硼化物、 γ 和 γ' 相的三元共晶,及靠近等温凝固区的花簇状 γ 和 γ' 相二元共晶组成;

(2)N5单晶TLP扩散焊中间层中B元素质量分数确定为2.0%,焊接温度选择为1260℃;

(3)焊接温度越高、焊接时间越长,单晶基体内的一次 γ' 相尺寸越大,且棱角发生钝化,逐渐向球形发展,而且二次 γ' 相数量增加。

参考文献

[1] 侯金保,张蕾,魏友辉.IC10合金TLP扩散焊接头组织与强度分析.焊接学报,2008,29(3):89-92.
 [2] 张胜,侯金保,郭德伦,等.MGH956合金TLP连接机理及接头组织分析.焊接学报,2004,25(3):43-47.
 [3] 李晓红,毛唯,郭万林,等.DD6单晶合金过渡液相扩散焊工艺.焊接学报,2005,26(4):51-54.
 [4] 张贵锋,张建勋,裴怡,等.液相扩散焊等温凝固阶段的特征及解析.焊管,2004,27(6):25-30.

(责编 日午)