

铼钛中间过渡层材料的真空电子束制备工艺

Vacuum Electron Beam Smelting Technology of the Re-Ti Intermediate Transition Layer

陈 艳, 杨尚磊, 薛小怀, 楼松年

(上海交通大学焊接工程研究所, 上海 200030)

CHEN Yan, YANG Shang-lei, XUE Xiao-huai, LOU Song-nian

(Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030, China)

摘要: 采用全自动闭环控制的真空电子束系统, 制备出了组分连续变化且未见 Ti_5Re_{24} 脆性相产生的铼钛中间过渡层材料。由硬度测试结果可见, 所有过渡层的表面硬度和端面硬度都高于钛合金和纯铼的硬度。总的趋势是随着合金粉末中 Me 含量的增加, 其硬度降低, 随着合金粉末中铼含量的增加, 其硬度上升。同时, 复合过渡层材料中铼的含量越高, 其脆性越大, 加工性能越差。

关键词: 铼; 钛; 中间过渡层; 电子束

中图分类号: TG406 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2005)03-0048-04

Abstract: By fully automatic loop-locked controlling equipment of vacuum electron beam smelting, intermediate transition layer without brittle phase Ti_5Re_{24} has been obtained. And the components in the layer transit continuously. From the result of hardness measurement it can be seen that both the hardness solidness at the surface and terminal face of intermediate transition layer is higher than that of the titanium alloy and pure rhenium. In general, the hardness solidness decreases with the increasing of the Me content, and increases with the increasing of the rhenium content. At the same time, with the increasing of the rhenium content, the intermediate transition layer became more brittle and more difficult for processing.

Key words: rhenium; titanium; intermediate transition layer; electron beam

铼及钛合金是在航空发动机结构中广泛应用的航空材料, 电子束焊接由于焊接接头化学成分纯净, 焊接接头热影响区小以及焊接变形小, 而成为钛合金和异种金属连接的首选方法。^[1-6]

但铼、钛的物理性能和结晶化学性差异较大, 焊接时因导热性及线胀系数不同易造成很大的残余应力。且铼钛直接焊接时焊缝接头中存在浓度差异, 由铼钛相图可知, 在靠铼侧焊缝熔合区会产生 Ti_5Re_{24} 化合物, 从而影响接头的塑韧性, 严重时会产生裂纹, 而在靠近钛侧则会产生 ω' 脆性相而使接头的塑韧性下降。因此, 为了获得良好的接头, 要采用合适的中间过渡层材料以抑制脆性相产生, 并可形成线胀系数的梯度变化, 减小焊接应力。故采用 EBW-15C 型真空电子束设备制备 Re, Ti, Me 复合过渡层, 从而实现 Re, Ti 可靠的连接。

1 铼钛中间层材料的设计

中间过渡层材料的选用应满足以下原则: 应与铼

钛产生固溶体, 并可有效抑制 Ti_5Re_{24} 化合物; 具有良好的高温性能; 焊接性良好, 即能与铼和钛形成良好的接头; 能形成线胀系数的梯度变化; 还要考虑中间层材料制备的技术可行性和机械加工性能。

Me 元素具有介于 Re, Ti 元素之间的原子半径、熔点、沸点和密度, 与二者有较好相容性, 在物理性能上作为中间层过渡元素显示出较理想的特征。因此, 复合中间过渡层材料可采用 Me 铼钛合金。避免产生 Ti_5Re_{24} , 接头中铼含量应该控制在 20% ~ 75% (质量分数, 下同), 钛含量应该在 25% ~ 80%。中间层材料的配比如下表。

表 1 中间层材料粉末配比(质量分数/%)
Table 1 Mixture ratio of intermediate transition layer
(mass fraction / %)

	A	B	C	D	E
Re	58~ 62	48~ 52	40~ 44	34~ 38	23~ 32
Me	26~ 30	36~ 40	44~ 48	50~ 54	56~ 60
Ti	9~ 12	9~ 12	9~ 12	9~ 12	9~ 12

2 实验材料及方法

2.1 实验材料

实验材料选用钛合金棒、铌粉(99.99%, 60目)、Me粉(99.6%, 100目)、钛粉(99.9%, 100目)、有机粘接剂、无水乙醇。钛合金棒采用机加工方法制备成端部呈凹形的试样。不同配比的铌粉、Me粉、钛粉应用有机粘接剂或无水乙醇等涂在钛合金试样上,经干燥固化后,进行真空电子束熔炼,使粉末材料与钛合金熔合为复合过渡层材料。钛合金试样及粉末堆高见图1所示。

2.2 实验方法

实验采用自主开发研制的电子束柔性加工系统,本系统由电子束焊机、工控机、PLC、功率放大器、外挂式偏转线圈、AD/DA转换器、红外测温仪及相关控制软件构成。采用了虚拟仪器LabVIEW进行编程实现模拟驱动信号的生成和输出,不仅编程方便、可离线编程,而且所输出的模拟信号及合成结果可以在计算机屏幕上直观地显示出来,利用本系统编辑的电子束扫

描图形及实际电子束扫描路径见图2。扫描轨迹采用4个成矩形分布的点,匀速旋转以均匀加热试样,主要参数为:幅值1.50,每一点点数300。

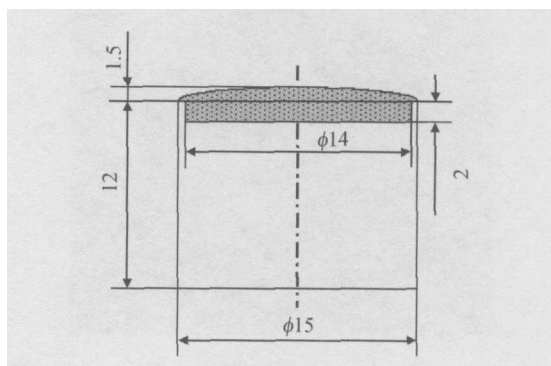


图1 钛合金试样及粉末堆高

Fig. 1 Titanium alloy sample with powder

真空电子束熔炼制备工艺参数为:加速电压50kV,聚焦电流600mA,加热时间5~10min,速度7r/min,电子枪真空度 2.2×10^{-3} ,真空室真空度 2.2×10^{-3} 。

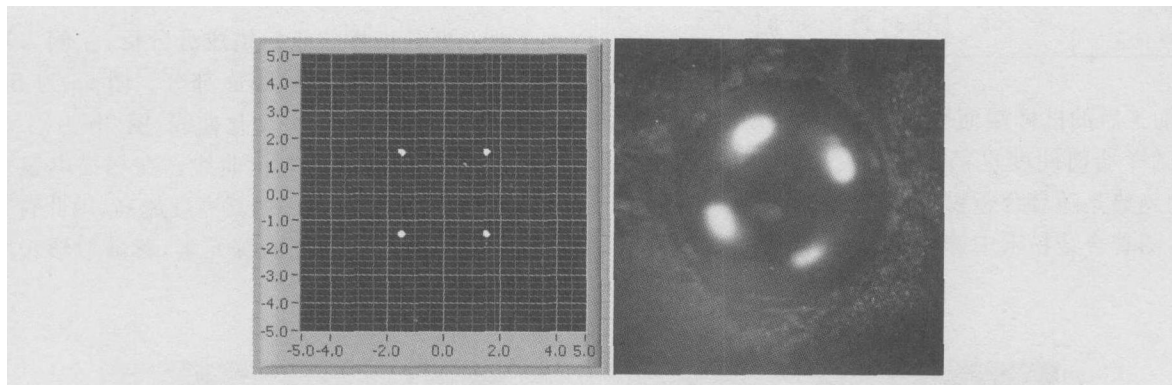


图2 电子束扫描路径编辑曲线及实际扫描加热图形

(a) 工控机编辑的扫描图形; (b) 电子束实际扫描路径

Fig. 2 Programmed EB scanning track and the actual tracking photo

(a) programmed EB scanning track ; (b) actual EB scanning track

束流加载曲线见图3所示。束流与熔炼时间参数

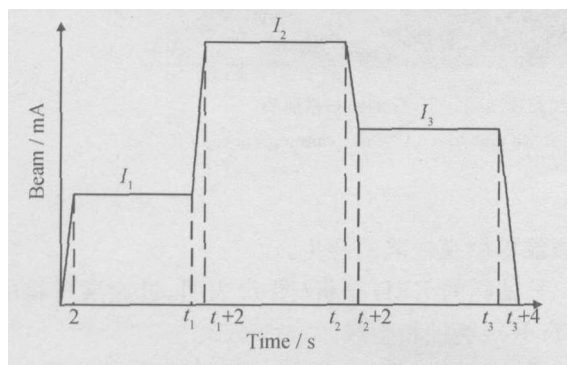


图3 束流加载曲线

Fig. 3 Beam loading curve

为: I_1 (烘干电流)为1mA, I_2 (熔炼电流)为11mA, I_3 为6.5mA。束流加载时间均为2s。 T_1 为30s, T_2 为90s, T_3 为110s。

3 结果与分析

真空电子束熔炼的中间过渡层形貌见图4。真空电子束熔炼后进行表面(距表层1mm处)和端面(距表层4mm处)硬度测试,结果见表2。

由熔炼过渡层表面硬度测试结果可见,所有过渡层的硬度都高于钛合金和纯铌的硬度,表明铌、钛、Me元素间的固溶体组织由于晶格畸变、快速冷凝等因数导致强度和硬度上升,表层形成的化合物组织则具有

更高的硬度。

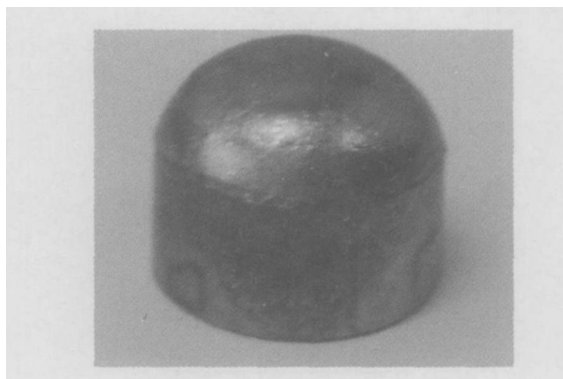


图 4 中间过渡层外观

Fig. 4 Appearance of intermediate transition layer

表 2 硬度测试结果(HRC)

Table 2 Hardness testing result (HRC)

	A	B	C	D	E	Ti alloy	Re
Hardness of surface	47.3	41.7	40.0	39.7	35.7	37.3	35.5
Hardness of middle face	—	45.7	43.8	43.5	40.8	37.3	35.5

由加工后的试样端面硬度测试结果可见, 所有过渡层的试样端面硬度也都高于钛合金和纯铌管的硬度, 总的趋势是随着合金粉末中 Me 含量的增加, 其硬度降低, 随着合金粉末中铌含量的增加, 其硬度上升。

真空电子束熔炼过渡层进行硬度测试后, 进行电子束焊接试样的加工, 车削过程表明, 复合过渡层材料中铌的含量越高, 其脆性越大, 加工性能越差。铌含量最高的 A 试样熔炼后, 熔炼层形成脆性相, 加工时发现 A 试样的中间层因脆性大而块状脱落, 呈亮白色, 无法用车削加工方法制备焊接试样(图 5)。B、C、D、E 试样加工性能逐步改善, E 试样加工性能最好。

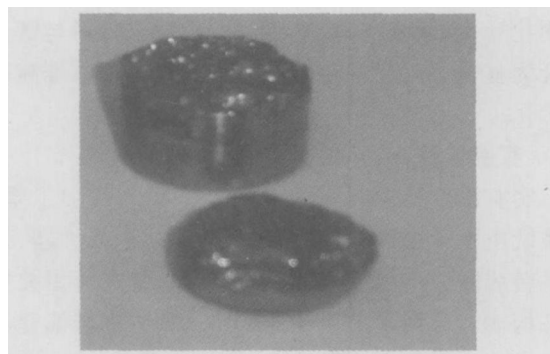


图 5 A 试样加工件

Fig. 5 Machining of sample A

图 6 为 E 试样的线扫描成分分析, 左侧为靠近母材部分, 右侧为靠近焊缝表面部分。图 6a 为 SEM 背散射图及 Re 和 Me 成分变化曲线, 图 6b 为同一 SEM 背散射图上 Ti 的成分变化曲线。在扫描电镜背散射图中, 原子序数越大的区域其亮度越高, 因此背散射形貌图右部应该含有较高的铌元素, 背散射形貌图左部

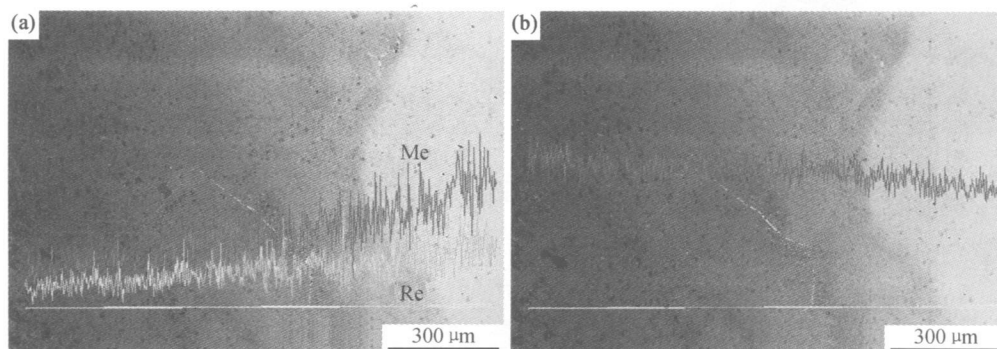


图 6 E 试样线扫描成分分析 (a) Re 和 Me 的线扫描曲线; (b) Ti 的线扫描曲线

Fig. 6 Line scanning of sample E (a) line scanning curve of Re and Me; (b) line scanning curve of Ti

含有较高的钛元素。线扫描表明沿直线特征 X 射线在背散射图右部铌、Me 含量高、钛含量低, 背散射图左部铌、Me 含量低, 钛含量高, 但两区域铌、Me、钛元素含量差异不是很大。E 试样铌钛中间层焊接接头成分变化的过渡较平缓、均匀, 在过渡区及其界面没有引

起裂纹等微观缺陷的产生。

E 试样的 XRD 分析(图 7)表明, 过渡层材料中未见 $\text{Ti}_5\text{Re}_{24}$ 脆性相生成。

在熔炼过程中, 电子束束斑的局部高温使该区域钛元素蒸发烧损, 造成过渡层的表层贫钛, 而含有很高

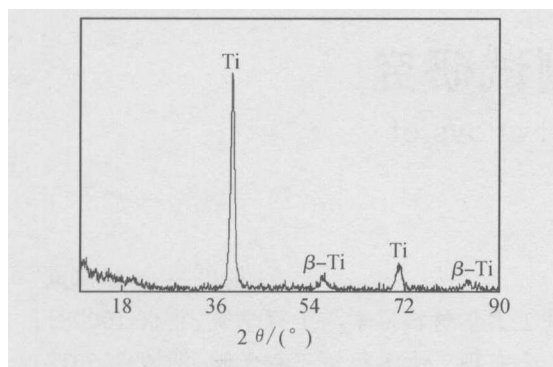


图 7 E 试样 XRD 分析

Fig. 7 X-ray diffraction pattern of sample E

的铌和 Me 元素, 在接近钛合金母材的区域, 由于低熔点的钛合金大量熔化, Me 原子特别是铌原子的扩散速度较慢, 钛合金母材附近熔化区富钛, 而含有较低的铌和 Me 元素, 从而在中间过渡层形成了化学元素浓度梯度, 该浓度梯度的存在对于真空电子束焊接铌管是有益的, 达到了为向纯铌管的过渡提供中间层的目的。

4 结论

(1) 采用全自动闭环控制的真空电子束钎焊系统, 制备出了组分连续变化且未见 Ti₃Re₂₄脆性相产生的中间层材料。

(2) 真空电子束熔炼制备工艺参数为: 加速电压 50kV, 束流 6~15mA。聚焦电流 600mA, 加热时间 5~10min, 速度 7r/min, 束流与熔炼时间参数为: T_1 为 30s, T_2 为 90s, T_3 为 110s。 I_1 为 1mA, I_2 为 11mA,

I_3 为 6.5mA。

(3) 由硬度测试结果可见, 所有过渡层的表面硬度和端面硬度都高于钛合金和纯铌管的硬度。总的趋势是随着合金粉末中 Me 含量的增加, 其硬度降低, 随着合金粉末中铌含量的增加, 其硬度上升。同时, 复合过渡层材料中铌的含量越高, 其脆性越大, 加工性能越差。

(4) 线扫描成分分析结果显示, 中间层接头中 Re, Me, Ti 元素过渡均匀, 无突变。XRD 分析表明, 过渡层材料中未见 Ti₃Re₂₄脆性相生成。

参考文献

- [1] 王顺昌, 齐守智. Re 铌的资源、用途和市场[J]. 世界有色金属, 2001, (2): 12-14.
- [2] 刘世友. 铌的应用现状与展望[J]. 稀有金属与硬质合金, 2000 (3): 57-60.
- [3] 刘敏, 康继东, 李瑜, 等. Ti 合金电子束焊接三维温度场计算[J]. 金属学报, 2001, 37(3): 301-306.
- [5] 林盾, 蒲成易, 廖杰, 等. ES-1 型电子束焊机微机控制系统[J]. 电焊机, 2001, (1): 17-20.
- [6] MITTENDORF D. The effect of manufacturing processes on the mechanical integrity of rhenium[R]. AIAA97-2675, 1997: 8.
- [7] WOLLMER S, MACK T, GLATZEL U. Influence of tungsten and rhenium concentration on creep properties of a second generation superalloy[J]. Materials science and engineering, 2001, A319-321: 792-795.
- [13] 王应德, 陈彦模, 朱美芳. 三叶形截面碳化硅纤维介电性能与吸波性能研究[J]. 东华大学学报(自然科学版), 2002, 28(4): 110-113.
- [14] 中华人民共和国国家军用标准 GJB 2038-94. 雷达吸波材料反射率测试方法[J]. 1994.
- [15] 全泽松. 电磁场理论[M]. 成都: 电子科技大学出版社, 1995. 196-201.

基金项目: 天津市自然科学基金资助项目(013616911)

收稿日期: 2004-05-08; 修订日期: 2004-09-11

作者简介: 李家俊(1955-), 男, 工学博士, 教授, 主要从事电磁功能复合材料的研 究, 联系地址: 天津大学材料学院(300072)。

(上接第 9 页)

- [6] 程海峰, 陈朝晖. 碳化硅短切纤维电磁特性改进研究[J]. 宇航材料工艺, 1998, (2): 55-59.
- [7] 程海峰, 陈朝晖. 碳化硅纤维表面化学镀改性研究[J]. 功能材料, 1998, (增刊): 396-399.
- [8] 程海峰, 陈朝晖. 短切碳化硅纤维微波电磁参数改性研究[J]. 宇航材料工艺, 1999, (4): 41-44.
- [9] 王军, 宋永才, 冯春祥. 掺混型碳化硅纤维微波吸收剂的制备[J]. 宇航材料工艺, 1997, (4): 61-64.
- [10] 王军, 宋永才, 冯春祥. 掺混型碳化硅纤维及其微波吸收特性[J]. 材料工程, 1998, (5): 41-43.
- [11] 王军, 宋永才, 冯春祥. 具有微波吸收功能的掺混型碳化硅纤维的研制[J]. 功能材料, 1997, 28(6): 619-622.
- [12] 王亦菲, 赵鹏, 宋永才, 冯春祥. 富碳含钛碳化硅纤维的研制[J]. 新型碳材料, 2000, 15(2): 57-60.