

以 Ti, Ni 薄膜为中间层的钛合金与高温合金低温扩散焊研究

Diffusion Bonding of Titanium Alloy and Superalloy at Lower Temperature Using the Ti and Ni Thin Films as Interlayer

周媛¹, 李晓红¹, 毛唯¹, 毕晓昉², 熊华平¹, 吴欣¹

(1 北京航空材料研究院 焊接及锻压工艺研究室, 北京 100095;

2 北京航空航天大学 材料科学与工程学院, 北京 100191)

ZHOU Yuan¹, LI Xiaohong¹, MAO Wei¹, BI Xiaofang², XIONG Huaping¹, WU Xin¹

(1 Laboratory of Welding and Forging, Beijing Institute of Aeronautical Materials,

Beijing 100095, China; 2 School of Materials Science and Engineering,

Beihang University, Beijing 100191, China)

摘要: 采用磁控溅射技术在 TA15 钛合金表面沉积 Ti 薄膜, 在 DD6 单晶高温合金表面沉积 Ni 薄膜, 以 Ti, Ni 薄膜作为中间层进行低温扩散焊研究。通过 X 射线衍射分析发现 Ti, Ni 薄膜均为多晶体结构。采用 AFM 分析发现, 沉积薄膜后, TA15 钛合金和 DD6 单晶基片的表面粗糙度均有所降低。以 Ti, Ni 薄膜作为中间层在 800℃/20MPa/2h 规范下实现了 TA15 钛合金和 DD6 单晶高温合金的异种材料低温扩散连接。通过扫描电镜和能谱分析表明, Ti, Ni 两元素均扩散至另一母材界面, 整个接头呈现分层组织, 主要为 Ti_2Ni 和 $TiNi$ 相。

关键词: 薄膜; 扩散焊; 钛合金; 高温合金

中图分类号: TG453 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2010)10-0096-04

Abstract: Diffusion bonding of titanium alloy TA15 to superalloy DD6 was investigated at a lower temperature using Ti and Ni thin films as interlayer, which were deposited on the surfaces of TA15 and DD6 respectively by magnetron sputtering. X-ray diffraction analysis was carried out to test the crystal structure of films deposited on the substrate. The multicrystal structure was observed from both patterns of Ti and Ni films. The roughness of the substrate was examined by AFM. The results showed that the roughness of TA15 and DD6 substrates decreased after deposited the Ti and Ni films. Diffusion bonded joint of TA15 with DD6 has been achieved at the condition of 800℃/20MPa/2h with the interlayer of Ti and Ni films. The microstructure and composition of joint were studied by SEM and EDS. Elements Ti and Ni diffused the base metal on the other side. Several layers appeared in the joint, mainly composed of Ti_2Ni and $TiNi$ phases.

Key words: thin film; diffusion bonding; titanium alloy; superalloy

固态的扩散焊接是靠高温下材料表面的局部塑性变形使接触面之间贴紧来保障连接材料表层上的互扩散, 从而产生原子量级上的结合形成整体接头的方法^[1]。扩散焊在异种金属焊接中适用范围最广泛。钛合金密度小, 比强度、比刚度高, 具有良好的抗腐蚀和抗疲劳等性能, 在航空、航天、生物医学等领域应用广泛^[2~4]。但由于钛与常用金属都会生成多种金属间化合物引起接头脆化, 这对钛合金与其他材料的连接提出了很高的要求。扩散焊基于其独特的优势, 已广泛用于钛合金与其他材料的连接。目前, 大量研究集中于钛合金与不锈钢的连接方面^[5~7], 而对于钛合金与

高温合金的扩散连接研究较少^[8]。

由于高温合金具有较高的高温强度, 这使得高温合金扩散焊接时也应较高的温度下进行, 一般在 1000℃以上, 远高于钛合金的 β 转变温度, 这在一定程度上限制了扩散焊技术在钛合金与高温合金连接上的推广应用。本课题组前期采用磁控溅射技术在钛合金表面沉积钛薄膜作为中间层, 在较低温度下实现了钛合金的真空扩散连接^[9]。由此引出是否可以采用薄膜作为中间层在钛合金可承受的温度范围内实现钛合金与高温合金的低温扩散连接的设想。

采用磁控溅射技术在钛合金表面沉积 Ti 薄膜, 在

镍基高温合金表面沉积 Ni 薄膜,使钛合金与镍基高温合金的连接问题转化为 Ti/Ni 薄膜连接问题。在钛合金与不锈钢扩散连接中经常采用 Ni 作为中间过渡金属层,镍与钛形成的金属间化合物无其他金属间化合物的脆性,而具有一定的塑性^[10]。因此,以 Ti/Ni 薄膜作为钛合金与镍基高温合金扩散焊的中间层应该可以获得具有一定强度的接头。本研究采用磁控溅射技术制备 Ti,Ni 薄膜作为中间层进行钛合金与镍基高温合金的低温扩散连接实验,分析了接头组织及成分的变化情况。

表 2 DD6 单晶合金化学成分(质量分数/%)

Table 2 Chemical composition of DD6 alloy (mass fraction/%)

Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Nb	Al	Hf	Ni
3.8-4.8	8.5-9.5	1.5-2.5	7.0-9.0	6.0-8.5	1.6-2.4	0.1-2	5.2-6.2	0.05-0.15	Bal

合金薄板厚约 1.5mm,DD6 单晶铸板经线切割制成厚 1mm 的薄片,两种基片均制成 8mm×8mm 见方,在一个 8mm×8mm 的表面上沉积薄膜。沉积薄膜前,基片表面经 200, 600, 1000, 2000# 砂纸磨制,然后用丙酮、酒精依次进行超声清洗。

采用高纯 Ti 靶(99.99%,质量分数,下同)经 JCK-500 磁控溅射台在 TA15 钛合金基片表面沉积 Ti 薄膜,采用纯 Ni 靶(99.98%)在 DD6 单晶合金基片表面沉积 Ni 薄膜,溅射气体为氩气(纯度 99.99%),工作气压为 0.8Pa,溅射功率约为 50W。Ti 薄膜厚度约为 1μm,Ni 薄膜厚度在 2.5μm 左右。

将表面覆有 Ti 薄膜的 TA15 钛合金基片与表面覆有 Ni 薄膜的 DD6 单晶合金基片以对接形式装配置于 L1215 II-1/ZM 型真空扩散焊炉中,以 10℃/min 的升温速率进行加热同时调节压力大小。由于 TA15 板材的退火温度为 700~800℃^[11],因此选定温度为 800℃、压力为 20MPa 下恒压保温 2h 进行 TA15/DD6 扩散连接。

1 实验材料及方法

实验采用 TA15 钛合金和 DD6 单晶合金作为基体,其化学成分分别列于表 1 和 2 中^[11,12]。TA15 钛

表 1 TA15 钛合金化学成分(质量分数/%)

Table 1 Chemical composition of TA15 alloy (mass fraction/%)

Al	Zr	Mo	V	Ti
5.5-7.0	1.5-2.5	0.5-2.0	0.8-2.5	Bal

采用日本理学 D/Max2000 型 X 射线衍射仪(XRD)对 TA15 钛合金基片、DD6 单晶合金基片分别沉积 Ti,Ni 薄膜前后进行物相分析,采用 SPA-300HV 原子力显微镜(AFM)观察分析沉积 Ti,Ni 薄膜前、后 TA15 钛合金及 DD6 单晶合金基片的表面形貌,采用 FEI QUANTA 600 扫描电镜(SEM)和 INCA 能谱仪对扩散焊接头组织成分及元素分布情况进行分析。

2 结果与讨论

2.1 Ti,Ni 薄膜物相分析

TA15 钛合金为近 α 型钛合金,对其基片表面进行 X 射线衍射分析发现主要为 α-Ti 相。在 TA15 钛合金基片表面沉积的 Ti 薄膜以晶化的 α-Ti 相为主,主要以(110),(112)晶向生长^[9]。

DD6 单晶合金基片的 X 射线衍射图谱图 1(a)中只有 γ 相 Ni₃Al 的(100),(200)衍射峰,并且(200)衍射峰极强,说明 DD6 单晶基片沿[001]取向生长,验证

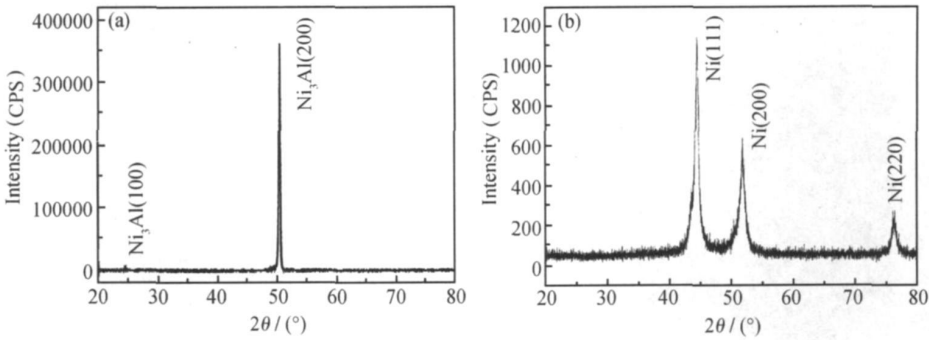


图 1 DD6 单晶基片沉积 Ni 薄膜前(a)、后(b) XRD 图谱

Fig. 1 X-ray diffraction patterns of DD6 single crystal substrate before deposition (a) and after Ni film deposition (b)

了基片的单晶属性。沉积 Ni 薄膜后, XRD 谱图中出现的是面心立方 Ni 的(111), (200) 和(220) 衍射峰, 原来 DD6 单晶衍射峰已消失不见, 如图 1(b) 所示, 说明沉积在 DD6 单晶基片上的 Ni 薄膜与单晶基片的结构不同, 为多晶态。

2.2 Ti, Ni 薄膜表面形貌

通过 AFM 对未沉积 Ni 膜的 DD6 单晶合金基片

进行表面形貌分析可见, 基片表面高低起伏, 经 2000[#] 砂纸磨制后留下的划痕比较均匀, 表面粗糙度在 300nm 左右, 如图 2(a), (c) 所示。在基片磨制表面沉积 Ni 膜后, 表面状态略有改善, 粗糙度降低至 120nm 左右, 但磨制痕迹仍然存在, 成膜较为均匀, 如图 2(b), (d) 所示。

TA 15 钛合金基片经 2000[#] 砂纸磨制后留有比较

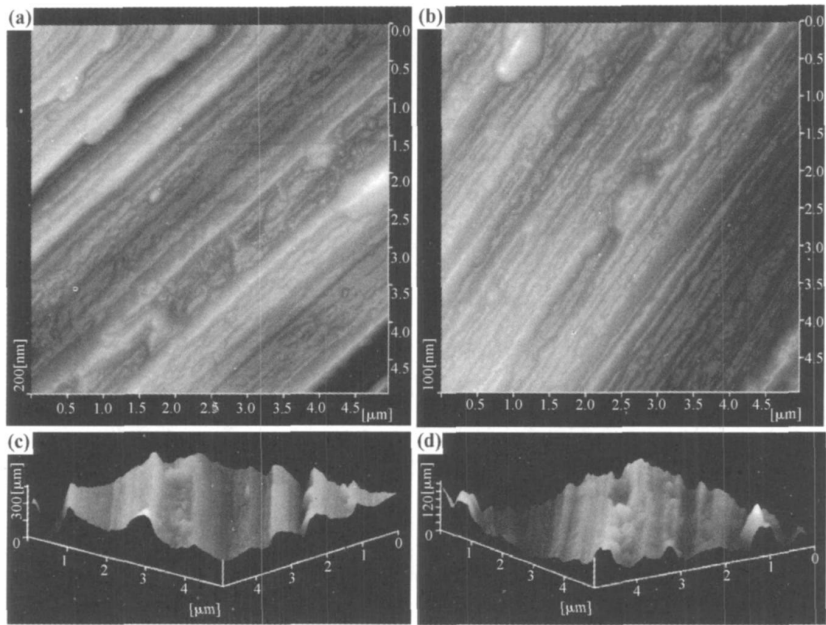


图 2 DD6 单晶基片沉积 Ni 薄膜前、后的 AFM 照片

(a) 沉积前表面形貌; (b) 沉积后表面形貌; (c) 沉积前侧面形貌; (d) 沉积后侧面形貌

Fig. 2 AFM photos of DD6 single crystal substrate before deposition and after deposited Ni film

(a) surface morphology before deposition; (b) surface morphology after deposition

(c) profile before deposition; (d) profile after deposition

细小的划痕, 在磨制表面沉积的 Ti 薄膜原子团聚现象比较明显^[9], 与 DD6 单晶合金基片上沉积 Ni 膜情况不同。

2.3 TA15/DD6 扩散焊接头

将表面覆有 Ti 薄膜的 TA15 钛合金和表面覆有

Ni 薄膜的 DD6 单晶高温合金对接进行扩散焊, 规范为 800 °C/ 20MPa 保温 2h, 接头组织如图 3(a) 所示, 接头区域元素线扫描分析结果如图 3(b) 所示。两侧母材及接头组织各层能谱成分分析结果列于表 3 中。

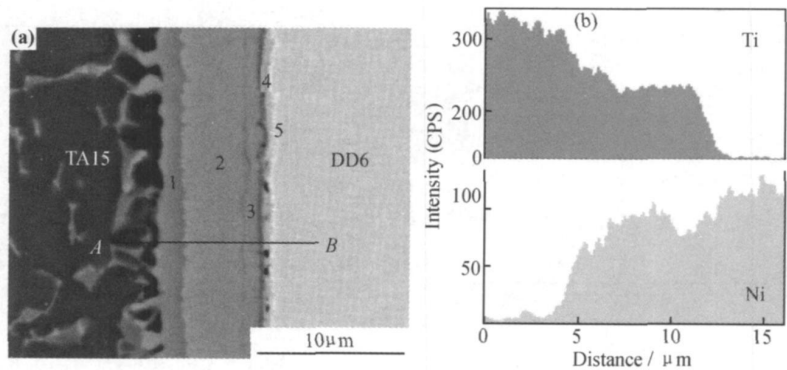


图 3 TA 15/ DD6 扩散焊接头组织背散射电子像(a) 及 AB 段元素线扫描分析(b)

Fig. 3 BSD image of TA 15/ DD6 diffusion bonded joint (a) and elements line scanning analysis of segment AB(b)

表 3 DD6/TA15 扩散焊接头各区域成分能谱分析结果(原子分数/%)

Table 3 The compositions of various microzones in the joint analyzed by EDS(atom fraction/%)

Microzone	Al	Cr	Co	Ni	Nb	Mo	Ta	W	Fe	Re	Ti	V	Zr
TA15	11.38	—	—	—	—	0.69	—	—	—	—	85.76	1.22	0.95
1	5.21	—	—	32.50	—	—	—	—	—	—	61.34	—	0.96
2	4.61	—	1.13	46.73	—	—	—	—	—	—	46.97	—	0.56
3	3.26	—	2.27	42.29	—	—	—	—	1.27	—	50.19	—	0.72
4	8.07	2.31	3.13	55.51	—	—	1.12	1.59	1.89	—	26.38	—	—
5	14.42	4.83	8.06	60.35	0.69	1.08	2.61	3.46	—	0.45	4.05	—	—
DD6	14.03	5.38	9.88	62.35	0.90	1.58	2.38	3.08	—	0.42	—	—	—

从图 3(a) 中可见, 采用 Ti, Ni 薄膜作为中间层, 在 800℃ 下实现了 TA15/DD6 异种材料的扩散连接, 低于 Ti 6242/INCONEL 625 扩散焊温度(900℃)^[8]。两基片连接界面处 Ni/Ti 薄膜结合良好, 整个接头组织呈现分层, 扩散焊中间层薄膜元素 Ti, Ni 在焊缝中出现明显浓度梯度分布。扩散焊加热过程中, Ti, Ni 发生强烈的相互扩散, 完全穿越另一种薄膜扩散至另一母材界面。TA15 基片上的 Ti 扩散至 DD6 界面, DD6 基片表面的 Ni 扩散至 TA15 界面, 如图 3(b) 所示。可能由于 Ti, Ni 两元素的扩散速率不同以及薄膜厚度带来的原子总量的影响, 从表 3 中可以发现, 在 DD6 界面处的第“5”层 Ti 含量只有 4.05%(原子分数/%, 下同), 而在 TA15 界面附近的第“1”层 Ni 含量却高达 32.5%。Ti, Ni 两种元素通过相互扩散, 使得原来不同的两种中间层薄膜界面消失, 形成新的层状组织。如表 3 所列, 第“1”层 Ni 含量为 32.5, Ti 含量为 61.34, 原子比接近 1:2, 结合 Ti-Ni 二元相图^[13]推测, TA15/DD6 扩散焊缝中的第“1”层可能为 Ti₂Ni 相。第“2, 3”层中 Ni, Ti 原子比接近 1:1, 可能是 Ti-Ni 相。

分析表 3 能谱结果还注意到, TA15 钛合金母材中的活性元素 Zr 扩散距离较长, 在焊缝中靠近 DD6 的第“3”层中仍保持较高的含量。而 DD6 母材中只有 Co 元素扩散距离较长, 达到焊缝中央第“2”层, 其他元素(如 Cr, Mo, Ta, W, Re) 仅仅扩散至焊缝与 DD6 界面附近。TA15 钛合金和 DD6 单晶母材中都含有 Al, 在扩散焊过程中它们从两侧向焊缝中心扩散。

3 结论

(1) 采用磁控溅射技术在 TA15 钛合金表面沉积的 Ti 薄膜和在 DD6 单晶表面沉积的 Ni 薄膜均为多晶态结构。

(2) 在 TA15 钛合金和 DD6 单晶表面沉积薄膜后, 磨制痕迹仍然存在, 表面粗糙度有所降低。Ni 薄膜较为均匀, 而 Ti 薄膜中原子团聚现象较为明显。

(3) 以 Ti, Ni 薄膜作为中间层在 800℃/20MPa/2h 规范下实现了 TA15 钛合金与 DD6 单晶高温合金的异种材料低温扩散连接, Ti, Ni 两元素均扩散至另一母材界面, 整个接头呈现分层组织, 主要为 Ti₂Ni 和 TiNi 相。

参考文献

[1] 卡扎柯夫. 材料的扩散焊接[M]. 何康生, 孙国俊, 译. 北京: 国防工业出版社, 1982.

[2] 曹春晓. 钛合金在大型运输机上的应用[J]. 稀有金属快报, 2006, 25(1): 17-21.

[3] 何成旦, 李鹤岐, 李春旭. 钛合金板与不锈钢网扩散焊接技术研究[J]. 真空与低温, 2006, 12(1): 28-32.

[4] 张鹏省, 毛小南, 赵永庆, 等. 世界钛及钛合金产业现状及发展趋势[J]. 稀有金属快报, 2007, 26(10): 1-6.

[5] 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.

[6] KUNDU S, GHOSH M, LAIK A, et al. Diffusion bonding of commercially pure titanium to 304 stainless steel using copper interlayer[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 407: 154-160.

[7] 张汇文, 岳鑫, 张九海, 等. 钛合金和不锈钢的钎焊和扩散焊接技术研究现状和发展趋势[J]. 焊接, 2006, 1: 11-16.

[8] ALEMAN B, GUTIERREZ I, URCOLA J J. Interface microstructures in the diffusion bonding of a titanium alloy Ti 6242 to an INCONEL 625[J]. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 1995, 26(2): 437-446.

[9] 周媛, 李晓红, 毛唯, 等. Ti 薄膜作为中间层扩散焊接 TA15 钛合金[J]. 材料科学与工艺, 2009, 17(增刊 1): 25-28.

[10] 宋敏霞, 赵熹华, 郭伟, 等. 钛合金与其他金属材料扩散连接研究现状与发展[J]. 焊接, 2005, 1: 5-7.

[11] 中国航空材料手册编辑委员会. 中国航空材料手册钛合金 铜合金: 第 4 卷[M]. 2 版. 北京: 中国标准出版社, 2002.

[12] 中国航空材料手册编辑委员会. 中国航空材料手册变形高温合金 铸造高温合金: 第 2 卷[M]. 2 版. 北京: 中国标准出版社, 2002.

[13] 虞觉奇, 易文质, 陈邦迪, 等. 二元合金状态图集[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1987.

收稿日期: 2010-06-20; 修订日期: 2010-07-27

作者简介: 周媛(1981—), 女, 工程师, 硕士, 现主要从事钎焊-扩散焊研究. 联系地址: 北京 81 信箱 20 分箱(100095), E-mail: jeanzhouyuan@yahoo.com.cn