

钎焊温度对 CMSX-4 单晶高温合金接头组织与性能的影响

侯星宇^{1,2}, 孙元¹

(1 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016; 2 沈阳科金新材料有限公司, 沈阳 110016)

摘要: 采用一种镍基合金钎料钎焊 CMSX-4 单晶高温合金, 利用扫描电镜、电子探针等分析手段研究接头的微观组织与相组成, 并利用高温持久试验机测试接头的高温持久性能, 讨论不同钎焊工艺条件下, 接头的组织与性能变化规律及接头的断裂机制。研究发现, 随着钎焊温度的提高, 焊缝中低熔点化合物相减少, 小尺寸凝固缺陷消失, 白色硼化物比例先升高后降低, γ 沉淀相增多, 接头的高温组织稳定性增加。当钎焊温度不低于 1 290 °C 时, CMSX-4 单晶高温合金接头在 980 °C /100 MPa 条件下的持久寿命可达到 400 h。观察接头的断口形貌发现, 断裂均发生在焊缝处, 断裂模式为以脆性断裂为主的混合断裂。

关键词: 单晶高温合金; 钎焊; 持久性能; 镍基合金钎料

中图分类号: TG454

0 前言

CMSX-4 单晶高温合金是国外某公司研制的第二代含铼镍基单晶高温合金, 其综合性能优异, 现已广泛应用于该国的先进航空发动机中, 未来在国内的民用航空发动机上具有广阔的应用前景。通过开展 CMSX-4 单晶高温合金连接技术研究, 不但可以实现复杂零部件的高性能连接, 还可对存在铸造缺陷或服役后的叶片进行修复, 有效提高航空发动机可靠性和使用寿命, 具有重大应用价值。

分析 CMSX-4 单晶合金的特性发现, 由于该合金含有较高的 Al, Ti, W, Ta, Re 等沉淀强化及固溶强化元素, 其焊接性较差。常用的氩弧焊、激光焊、电子束焊接、等离子弧焊等熔焊方法对此类合金进行焊接较易产生裂纹, 且由于熔焊过程中母材局部熔化, 因而对零件的装配和母材的组织性能均会产生较大影响^[1-6]。真空钎焊技术形状适应性和工艺稳定性较好, 钎焊过程中母材不熔化, 其焊接热过程对母材组织影响小, 工件受热均匀, 变形量小, 是单晶高温合金最常用的连接方法^[7-11]。目前, 国内对于承受应力较大的区域通常采用(Transient Liquid Phase, TLP) 连接方法^[12-16]。但 TLP 连接的保温时间较长、成本较高, 且焊接热过程对

母材组织影响较大, 并需要严格控制焊缝间隙, 对零件的配合精度和母材晶体取向均提出较高要求, 工艺适用性不佳^[17-18]。因此有必要探寻一种钎焊时间较短、接头性能优良的钎焊连接方法, 文中即对此开展研究。

该研究针对 CMSX-4 合金的成分特点, 研制了一种镍基钎料, 用于钎焊 CMSX-4 单晶高温合金, 通过对比不同钎焊温度下接头的显微组织, 研究钎焊温度对接头高温持久性能的影响, 分析接头的断裂机制, 优化钎焊工艺, 从而获得具有优异高温力学性能的接头。

1 试验材料及工艺

研究中使用的母材为 CMSX-4 单晶高温合金试棒, 试棒的取向为(001) 方向, 试棒的尺寸为 $\phi 13 \text{ mm} \times 210 \text{ mm}$, 其主要成分见表 1。利用线切割机沿垂直于母材 CMSX-4 单晶棒(001) 方向切割成待焊样品, 样品尺寸为 $\phi 13 \text{ mm} \times 35 \text{ mm}$ 。

文中所用钎料为中国科学院金属研究所自主研制的镍基钎料 JSSNi60, 粉末的粒径不大于 $74 \mu\text{m}$, 其化学成分见表 1。将准备好的钎料与粘结剂混合、调匀, 然后放置于母材样品的待焊表面, 再利用储能点焊机将 CMSX-4 母材之间的焊缝间隙控制为 $200 \mu\text{m}$, 并将适量钎料置于焊接面周围。

将装配好的样品放入真空钎焊炉中, 以 $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率将待焊试样加热至 $500 \text{ }^\circ\text{C}$, 保温 20 min, 使粘结剂充分挥发, 再以 $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率加热至 $1\ 070 \text{ }^\circ\text{C}$,

收稿日期: 2018-10-19

doi: 10.12073/j.hj.20181019002

保温 20 min,使母材与钎料各区域温度均匀一致,随后以 20 °C/min 的速率升温至钎焊温度 1 230 ~ 1 310 °C,并保温 30 min,焊后快速冷却至 200 °C 以下。在钎焊过程中,炉内真空度不低于 5.0×10^{-2} Pa。

利用扫描电子显微镜(Scanning Electron Micro-

scope, SEM) 观察接头的显微组织,并采用电子探针(Electron Probe Microanalysis, EPMA) 对接头的元素分布和各相成分进行分析,推测焊缝的相组成。持久性能测试在悬臂式持久试验机上进行,测试 CMSX-4 单晶高温合金钎焊接头在 980 °C/100 MPa 条件下的持久寿命。

表 1 CMSX-4 单晶高温合金与 JSSNi60 镍基钎料的成分(质量分数,%)

类别	Ni	Cr	Co	W	Al	Nb	Ta
CMSX-4	余量	6.2~6.6	9.3~10.0	6.2~6.6	5.4~5.7	—	6.3~6.7
JSSNi60	余量	6.0~12.0	5.0~10.0	2.0~6.0	2.0~6.0	2.0~6.0	—
类别	Mo	Si	B	Re	Ti	C	Hr
CMSX-4	0.5~0.7	—	—	2.8~3.1	0.9~1.1	≤0.01	0.07~0.12
JSSNi60	0.5~4.0	0.2~4.0	0.2~2.0	—	0.5~3.0	0.01~0.50	—

2 试验结果

2.1 钎焊温度对接头显微组织的影响

图 1 为采用 JSSNi60 镍基钎料分别在 1 230 °C, 1 250 °C, 1 270 °C, 1 290 °C 和 1 310 °C 保温 30 min 条件下钎焊 CMSX-4 单晶高温合金的显微组织。结合前期研究结果分析^[10,18-19],接头内主要相组成为高熔点的白色硼化物相(图 1 中位置 2)、保温阶段形成的初生 γ -Ni 固溶体(图 1 中位置 5)、弥散分布于 γ -Ni 中的 γ'

增强相(图 1 中位置 4)以及钎料凝固阶段依次形成的灰色块状低熔点化合物相(图 1 中位置 6)和深色块状低熔点化合物相(图 1 中位置 1)。分析对比各钎焊温度的接头组织发现,该钎料能在 1 230 ~ 1 310 °C 的温度范围内对 CMSX-4 母材进行有效地钎焊连接,并且随着钎焊温度的增加,焊缝中低熔点化合物相含量减少,白色硼化物比例先升高后降低,小尺寸凝固缺陷消失(图 1 中位置 3), γ' 相含量增加。

如图 1a 所示,在 1 230 °C/30 min 条件下焊接时,

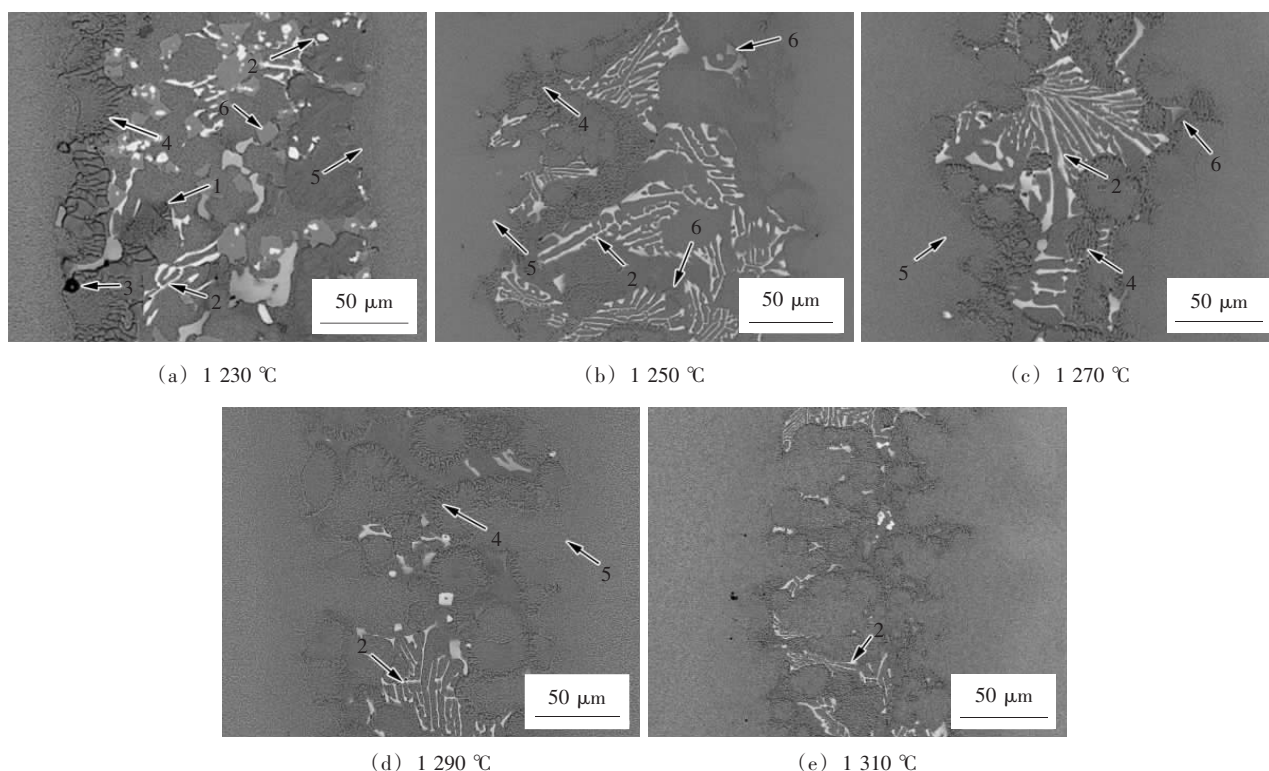


图 1 不同钎焊温度下的 CMSX-4 单晶高温合金接头显微组织

接头中出现大量不规则形状的灰色块状相、白色骨架状和块状相、 γ' 增强相以及少量深色块状相和小尺寸凝固缺陷。利用 EPMA 对接头进行成分分析可知,其中界面区域成分(原子分数)为 2.37% Si, 1.23% Ti, 66.89% Ni, 11.59% Cr, 11.23% Co, 6.69% Al, 应为钎焊保温阶段形成的初生 γ -Ni 相及弥散分布其中的 γ' 相^[10]。保温时,钎料中的 B, Si 元素向界面处的母材扩散,界面区成分发生变化,使液相钎料以母材为形核基底进行等温凝固,形成连续镍基固溶体,并在降温时从中析出 γ' 相^[11]。焊缝中的白色相为高钨的 M_3B_2 型硼化物,其成分(原子分数)为 35.4% B, 5.2% Si, 17.1% Ni, 18.1% W, 5.3% Cr, 6.3% Nb, 7.5% Co, 5.1% Mo。借助 Thermo-calc 软件计算及作者前期研究结果^[10] 可知,在钎焊保温时,液相钎料中存在未熔化的 M_3B_2 型硼化物相,它们在降温过程中继续从液相中析出,并随着液相钎料中 W, Mo 等元素含量的降低,后析出的化合物成分也随之发生变化,成为了灰色的富 Co, Ni, Nb, Si 元素的硼化物^[20-22],其成分(原子分数)为 12.4% B, 9.8% Si, 32.6% Ni, 5.9% W, 8.2% Cr, 9.3% Nb, 14.5% Co, 5.2% Mo, 2.1% Re。随着炉温继续下降以及接头成分的改变,钎料中的 Si 元素在焊缝中溶解度下降,形成了少量深色(Ni, Nb, Co)₃Si 型块状硅化物相^[11,21-23],其成分(原子分数)为 1.4% B, 22.8% Si, 54.8% Ni, 0.7% Ti, 12.3% Nb, 6.5% Co, 1.5% Cr。由于钎焊温度较低,在焊缝中形成的低熔点化合物相将对接头力学性能产生不利影响。

当钎焊温度升高到 1 250 °C 后,接头组织如图 1b 所示。由于钎焊温度的升高,保温时处于熔融状态的钎料中所含固相硼化物的比例减少,使液相中 W, Mo 等难熔元素含量相对提高,且较高的温度使接头中的 B 元素更快地扩散至母材中,以至于在保温结束后的降温过程中,富 W, Mo 元素的液态钎料开始非平衡凝固,

白色硼化物相增多,灰色硼化物相明显减少, γ' 相尺寸减小,深色硅化物相和小尺寸缺陷消失。此外,钎焊温度的升高,改善了钎料的流动性,增强钎料与母材的互扩散速率,提高接头初熔点,且焊缝中低熔点化合物相的减少,均有利于增强接头的承温能力。

随着钎焊温度进一步升高到 1 270 °C,如图 1c 所示,元素扩散加剧,钎料的熔点进一步提高。可观察到焊缝内白色硼化物相比比例升高,焊缝中 γ' 强化相含量增多,且由于 B 元素的快速扩散导致接头在等温凝固阶段所形成的初生 γ -Ni 固溶体数量增多,从而在界面处形成了较宽的等温凝固区。 γ' 强化相的增多将有利于增加接头的蠕变抗力,提高接头的高温力学性能。

当钎焊温度达到 1 290 °C,焊缝与母材形貌接近一致,焊缝中残留化合物尺寸减小且呈弥散分布,如图 1d 所示。接头中存在大量 γ' 强化相。表明钎料中的降熔元素向母材充分扩散,且母材中的 Al, Ta 等 γ' 形成元素已充分溶解进钎料中。接头中只有少量 W, Mo 元素与残留的 B 元素形成小尺寸白色硼化物相。焊缝组织均匀性的提高可进一步增加接头的高温强度。

当钎焊温度升至 1 310 °C,可观察到接头组织与 1 290 °C 时相近,小尺寸白色硼化物进一步减少,焊缝组织更加均匀,如图 1e 所示。钎焊接头形成机制与 1 290 °C 相同。

2.2 焊后高温重熔试验对钎焊接头组织影响

将钎焊温度为 1 230 °C, 1 270 °C 和 1 310 °C 的接头分别在 1 200 °C / 2 h 条件下进行重熔试验,以检验接头耐高温能力,其显微组织如图 2 所示。可见 1 230 °C 钎焊接头重新升温并经过 1 200 °C / 2 h 的热过程后,局部出现较大尺寸不规则形状的凝固缺陷,说明焊缝内低熔点化合物相在此温度下发生部分熔化,并在降温过程中重新凝固时由于补缩不足产生缺陷;而 1 270 °C 和 1 310 °C 的钎焊接头在重熔试验后相组成未发生变化,也未产生新的缺陷,说明原焊缝内不存在使焊缝易

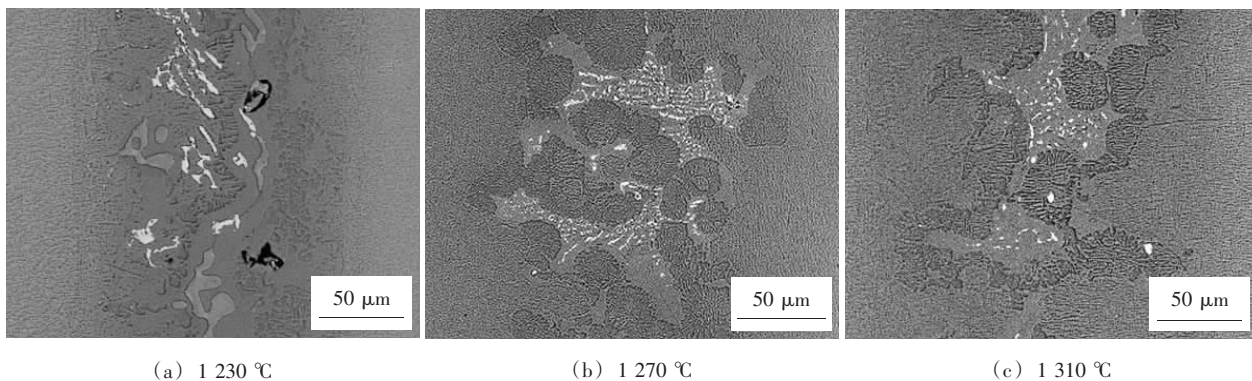


图 2 不同钎焊温度的接头在 1 200 °C 重熔试验后的微观组织

在高温下液化并产生孔洞的低熔点化合物相,这与前期焊缝组织分析结果相吻合,且观察发现重熔试验后的接头组织均匀性稍有提升,这是由于焊缝在经过 1 200 °C / 2 h 的热过程后,元素在浓度梯度的作用下发生互扩散,使接头成分均匀化而产生的现象。故可以得知,随着钎焊温度的升高,接头的重熔温度也随之升高,接头在高温下的组织稳定性得以提高。

2.3 钎焊温度对接头力学性能的影响

图 3 为不同钎焊温度下保温 30 min 的接头在 980 °C / 100 MPa 条件下的持久寿命。可见随着钎焊温度升高,接头的持久寿命随之提高,钎焊温度在 1 270 °C 及以上的接头持久性能接近 TLP 扩散焊接头^[11]。当钎焊温度达到 1 290 °C 后,再升高钎焊温度,接头持久寿命趋于稳定。结合显微组织分析结果可知,随着钎焊温度的提高,接头的组织均匀性提高,接头中化合物相减少, γ' 强化相增多,因此接头的高温性能随之提高。

图 4 为不同钎焊温度的持久断口形貌图,对比各接头的断口形貌发现,接头的断裂模式相同,均为以脆

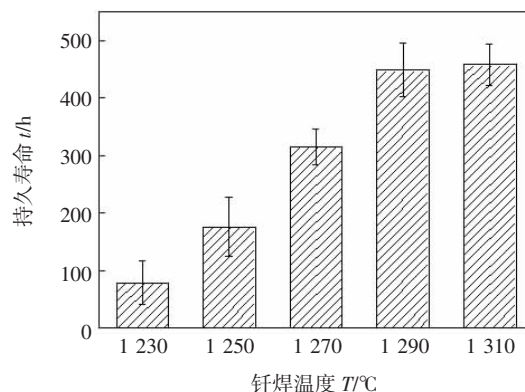


图 3 不同钎焊温度的 CMSX-4 单晶高温合金接头在 980 °C / 100 MPa 条件下的持久寿命

性断裂为主的混合断裂。接头的断裂位置在焊缝处,无颈缩,断口呈现准解理断裂特征。断口表面均较为平坦,可见明显河流花样,但局部亦可观察到微小韧窝与撕裂棱,接头在蠕变过程中,裂纹起源于焊缝内的化合物处和焊接缺陷处,并沿着垂直于应力轴方向扩展,最终断裂。

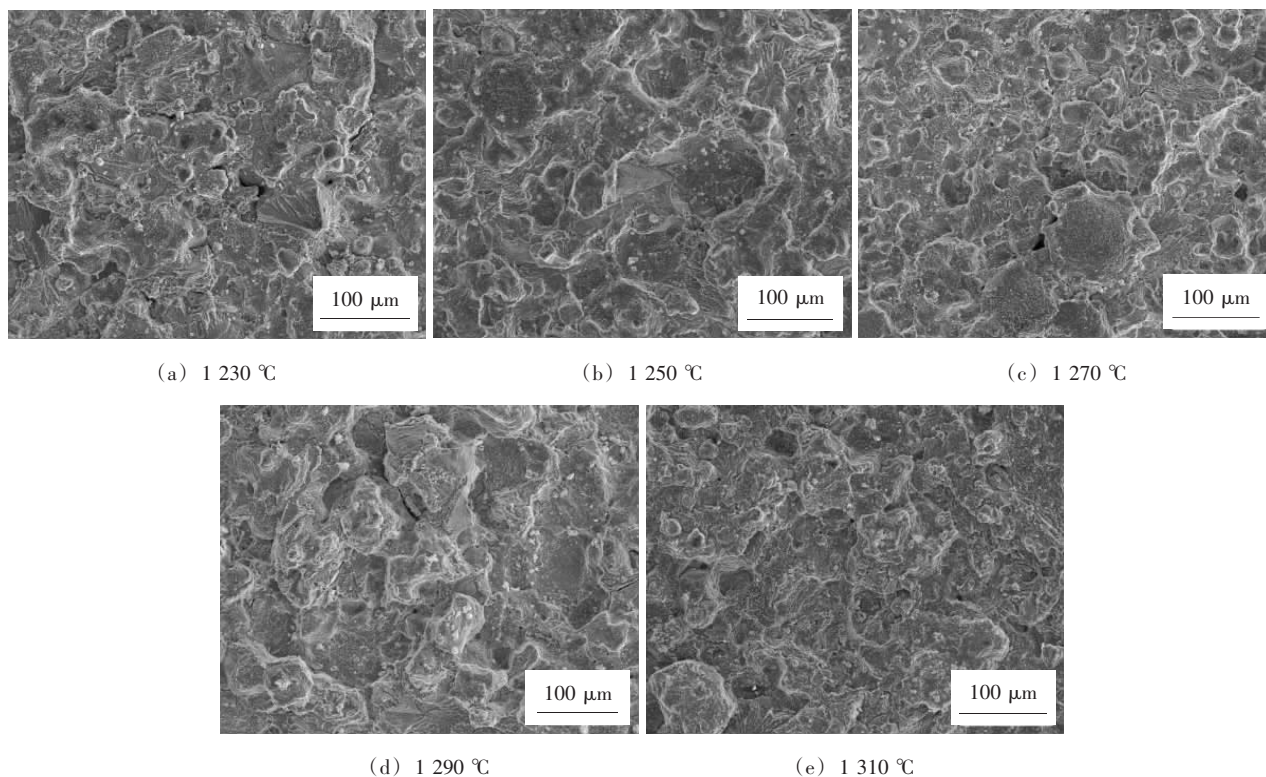


图 4 不同钎焊温度的 CMSX-4 单晶高温合金接头断口形貌图

3 结论

(1) 采用一种自主研发的 JSSNi60 镍基钎料,在不同钎焊温度下钎焊 CMSX-4 单晶高温合金,在 30 min

的保温时间下,钎料可以在广泛的钎焊温度区间内与母材形成可靠连接,随着钎焊温度的增加,焊缝中小尺寸凝固缺陷消失,低熔点化合物相逐渐减少并消失,白色硼化物比例先升高后降低, γ' 沉淀相增多,当钎焊温

度升至 1 290 °C 后,接头组织不再有明显变化,焊缝中存在大量 γ 强化相和少量硼化物。

(2) 对接头进行重熔试验,可知钎焊温度在 1 270 °C 及以上的接头高温组织稳定性良好,接头未产生重熔和相变。

(3) 随着钎焊温度升高,接头的持久寿命显著增加,当钎焊温度达到 1 290 °C 时, CMSX-4 单晶高温合金接头在 980 °C /100 MPa 条件下的持久寿命可达到 400 h 以上,而当钎焊温度继续增加到 1 310 °C,接头持久寿命提升不明显。

(4) 通过断口分析发现,断裂均发生在焊缝处,各断口形貌相近,断裂形式为以脆性断裂为主的混合断裂。

参考文献

- [1] 郁峥嵘, 丁贤飞, 曹腊梅, 等. 第二、三代镍基单晶高温合金含 Hf 过渡液相连接 [J]. 金属学报, 2016, 52(5): 549 - 560.
- [2] Zhong M L, Sun H Q, Liu W J, et al. Boundary liquation and interface cracking characterization in laser deposition of Inconel 738 on directionally solidified Ni-based superalloy [J]. Scripta Materialia, 2005, 53(2): 159 - 164.
- [3] 孙鸿卿, 钟敏霖, 刘文今, 等. 定向凝固镍基高温合金上激光熔覆 Inconel 738 的裂纹敏感性研究 [J]. 航空材料学报, 2005, 25(2): 26 - 31.
- [4] 关桥. 发动机叶片与部件修复工程中的焊接技术(上) [J]. 航空工艺技术, 1993(2): 2 - 12.
- [5] Lingenfelter A C. Welding metallurgy of nickel alloys in gas turbine components [C]. Proceedings from Materials Solutions '97 on Joining and Repair of Gas Turbine Components. New York, USA, 1997: 3 - 6.
- [6] Henderson M B, Arrell D, Larsson R, et al. Nickel based superalloy welding practices for industrial gas turbine applications [J]. Science and Technology of Welding and Joining, 2004, 9(1): 13 - 21.
- [7] 孙妍, 张杰, 刘春风. BNi68CrWB 钎焊 K24/GH648 异种高温合金的界面形成机理 [J]. 焊接学报, 2017, 38(6): 61 - 64.
- [8] Neumeier S, Dinkel M, Pyczak F, et al. Nanoindentation and XRD investigations of single crystalline Ni-Ge brazed nickel-base superalloys PWA 1483 and René N5 [J]. Materials Science & Engineering A, 2011, 528(3): 815 - 822.
- [9] 程建平, 张红梅. INCO718 高温合金钎焊工艺研究 [J]. 真空, 2010, 47(3): 31 - 34.
- [10] 孙元, 侯星宇, 金涛, 等. DD5 单晶高温合金钎焊接头的微观组织和力学性能分析 [J]. 焊接学报, 2017, 38(1): 117 - 120.
- [11] 李晓红, 熊华平, 张学军. 先进航空材料焊接技术 [M]. 北京: 国防工业出版社, 2012.
- [12] Nishimoto K, Saida K, Kim D, et al. Homogenization behavior of alloying elements during transient liquid phase bonding: transient liquid phase bonding of Ni-Base single crystal superalloy (Report 4) [J]. Quarterly Journal of the Japan Welding Society, 1997, 15(3): 509 - 514.
- [13] 李晓红, 毛唯, 郭万林, 等. DD6 单晶合金过渡液相扩散焊工艺 [J]. 焊接学报, 2005, 26(4): 51 - 54.
- [14] 柴禄, 侯金保, 张胜. 工艺参数对 IC10 单晶 TLP 接头组织和性能的影响 [J]. 焊接学报, 39(8): 114 - 118.
- [15] Miglietti W, Pennefather R C. The microstructure, mechanical properties and coatibility of diffusion brazed CMSX-4 single crystal [C]. Proceedings from Materials Solutions '97 on Joining and Repair of Gas Turbine Components. Materials Park, Ohio, US, 1996: 61 - 77.
- [16] Broomfield R, Plc R R. Development of brazing techniques for the joining of single crystal components [C]. Fifth International Charles Parsons Turbine Conference, Cambridge, UK, 2000: 741 - 754.
- [17] Maleki V, Omidvar H, Rahimpour M R. Effect of gap size on microstructure of transient liquid phase bonded IN-738LC superalloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2016, 26(2): 437 - 447.
- [18] 关洪魏, 李文, 刘纪德. 工艺参数对一种镍基单晶高温合金 TLP 接头组织的影响 [J]. 沈阳理工大学学报, 2017, 6(5): 84 - 89.
- [19] 孙元, 刘纪德, 侯星宇, 等. DD5 单晶高温合金大间隙钎焊的组织演变与界面形成机制 [J]. 金属学报, 2016, 52(7): 875 - 882.
- [20] Gale W F, Wallach E R. Microstructural development in transient liquid-phase bonding [J]. Metallurgical Transactions A, 1991, 22(10): 2451 - 2457.
- [21] 吴娜, 李亚江, 王娟. Super-Ni/NiCr 叠层材料 Ni-Cr-Si-B 高温钎焊接头的组织特征及抗剪强度 [J]. 焊接学报, 2014, 35(1): 9 - 12.
- [22] 于治水, 石昆, 言智, 等. 钎缝间隙对 316L 不锈钢真空钎焊接头组织的影响 [J]. 材料工程, 2010, 22(10): 77 - 81.
- [23] 潘林, 邢丽, 刘奋成, 等. FGH97 高温合金 TLP 焊接接头组织分析 [J]. 焊接学报, 2013, 34(4): 89 - 92.

第一作者简介: 侯星宇, 1991 年出生, 工程师; 主要从事高温合金焊接工作; 已发表论文 5 篇。

通信作者简介: 孙元, 1980 年出生, 博士, 副研究员; 主要从事高温合金焊接工作; 已发表论文 10 余篇。