## ПОЛУЧЕНИЕ НЕРАЗЪЕМНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ γ-TIAl С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАНОСЛОЙНОЙ ПРОСЛОЙКИ TI/Al СПОСОБОМ ДИФФУЗИОННОЙ СВАРКИ В ВАКУУМЕ

А. И. УСТИНОВ, д-р физ.-мат. наук, Ю. В. ФАЛЬЧЕНКО, канд. техн. наук, чл.-кор. НАН Украины А. Я. ИЩЕНКО, Г. К. ХАРЧЕНКО, д-р техн. наук, Т. В. МЕЛЬНИЧЕНКО, канд. техн. наук, А. Н. МУРАВЕЙНИК, инж. (Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украині)

Изучена возможность получения сварных соединений сплава на основе γ-TiAl с помощью нанослойной прослойки Ti/Al. Показано, что применение нанослойной промежуточной прослойки при диффузионной сварке в вакууме позволяет формировать качественные соединения. Изучены особенности структуры зоны соединения.

Ключевые слова: диффузионная сварка в вакууме, алюминид титана, структура, зона соединения, нанослойная прослойка

Сплавы на основе γ-TiAl рассматриваются как перспективные материалы для изготовления конструкционных элементов узлов авиакосмической техники, работающих при повышенной температуре. Преимуществами таких сплавов по сравнению с другими жаропрочными материалами являются главным образом их низкая (3,8...4,0 г/см<sup>3</sup>) плотность и высокая жаростойкость [1].

Перспектива использования сплавов γ-TiAl при создании конструкционных элементов стимулировала исследования и разработки в области развития технологии получения неразъемных соединений этих сплавов. Была рассмотрена возможность получения неразъемных соединений плавлением [2] и диффузионной сваркой [3–7].

Применение традиционных способов сварки, основанных на локальном плавлении материала в зоне соединения, показало, что качество полученного сварного соединения существенно зависит от фазовых превращений в зоне термического влияния (ЗТВ). При отклонении режима сварки от оптимального в зоне соединения происходят фазовые превращения, сопровождающиеся объемными эффектами, что приводит к возникновению напряжений в ЗТВ и, как результат, вблизи нее образуются трещины [2]. Во избежание этого сварку необходимо выполнять на строго регламентированных режимах.

Перспективным представляется использование диффузионной сварки в вакууме. Возможные технологические варианты этого способа сварки применительно к сварке алюминидов титана рассмотрены в [3-7]. В работе [3] представлены результаты диффузионной сварки в вакууме сплава у-TiAl (49 % Ti, 47 % Al и по 4 % Cr, Mn, Nb, Si, B), полученного способом прецизионного литья и горячего прессования с последующим гомогенизирующим отжигом на следующем режиме: температура сварки T = 950...1100 °C, время сварки  $\tau = 1...3$  ч, давление P = 20...40 МПа, термообработка при 1400 °С, 30 мин. Авторы определили оптимальный режим сварки: T = 1000...1100 °C,  $\tau = 3$  ч, P = 20...40 MIIa; термообработка обеспечивает формирование ламельной структуры в области сварного шва. В работе [4] исследована возможность сварки давлением сплава Ti-Al-Nb на основе  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al (T = = 900, 1000 и 1100 °C, т = 4...5 мин, P = = 200...300 МПа). Соединения, полученные при T = 1000...1100 °C, равноценны по прочности с основным металлом ( $\sigma_{\rm B} = 800...820$  МПа).

Известно, что дополнительную активацию свариваемых поверхностей можно осуществить при использовании прослоек пластичных либо состоящих из двух фольг на основе различных элементов, в которых при повышении температуры развиваются процессы контактного плавления. Так, в работе [5] изучена возможность использования при сварке давлением сплава γ-TiAl (60,947 % Ti, 31,152 % Al, 4,65 % Nb, 2,73 % Mn, 0,31 % В) прослоек алюминия и титана толщиной соответственно 0,15 и 0,20 мм. Сварку выполняли на режиме 750...850 °C,  $\tau = 10...20$  мин, P = 100и 300 МПа с последующим стабилизирующим отжигом при 1000 °C, 50 ч. Авторы отмечают, что использование алюминиевых прослоек приводит к образованию в зоне соединения дефектов -

ADDREAD

<sup>©</sup> А. И. Устинов, Ю. В. Фальченко, А. Я. Ищенко, Г. К. Харченко, Т. В. Мельниченко, А. Н. Муравейник, 2009

## НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ РАЗДЕЛ

микропустот и трещин. В случае использования титановых прослоек формируется зона соединения, отличающаяся высокой прочностью, в ней имеет место значительная химическая и фазовая неоднородность.

В работах [6, 7] показано, что осаждение тонких нанослойных покрытий Ti/Al на соединяемые поверхности образцов из сплава  $\gamma$ -TiAl обеспечивает при диффузионной сварке в вакууме (T == 1100 °C) получение в зоне соединения однородной структуры. Авторы пришли к заключению, что формирование прочного сварного соединения при 700...1100 °C связано с динамической рекристаллизацией сплава  $\gamma$ -TiAl, что способствует измельчению его структуры и прохождению пластической деформации.

Вместе с тем процесс осаждения таких покрытий на соединяемые поверхности деталей в ряде случаев имеет определенные технологические трудности. Технология получения неразъемных соединений упрощается при использовании нанослойных материалов в виде фольги. Такой подход, например, реализован нами при сварке композитных материалов на основе Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с помощью нанослойной фольги Ni/Al [8]. Метод электронно-лучевого осаждения позволяет получать нанослойную фольгу за достаточно короткий период времени благодаря высокой (до 100 нм/с) скорости процесса осаждения. Проведены исследования условий формирования неразъемных соединений с помощью нанослойных фольг Ti/Al, используемых в качестве промежуточных прослоек.

Нанослойную фольгу Ti/Al получали путем послойного электронно-лучевого осаждения элементов на горизонтально вращающуюся подложку по методике, описанной в ряде работ (см., например, [9]). Схема процесса формирования фольги представлена в работе [10]. Для осуществления послойного осаждения элементов вакуумную ка-



Рис. 1. Схема установки для диффузионной сварки в вакууме: *I* — нанослойная прослойка; *2* — вакуумная камера; *3* — прижимной шток; *4* — свариваемые образцы; *5* — электронно-лучевая пушка

A DURANTERIERARI

меру разделяли вертикально расположенным сплошным экраном на две равные части, в каждой из которых были установлены медные водоохлаждаемые тигли, в одном находился слиток титана, в другом — алюминия. Подложку закрепляли на вертикальном валу, размещенном над разделительным экраном. Электронно-лучевой пушкой осуществляли нагрев подложки до заданной температуры, которую контролировали в процессе осаждения с помощью термопары. Предварительно на подложку был нанесен слой CaF<sub>2</sub>, что способствовало отделению прослойки от подложки. Затем с помощью электронно-лучевых пушек на поверхностях слитков создавали расплавленную ванну, из которой происходило испарение элементов. Вращение подложки и наличие разделительного экрана позволяли осуществлять последовательное осаждение слоев металла. Соотношение толщины этих слоев определялось соотношением интенсивности испарения слитков, а их суммарная толщина варьировалась в зависимости от скорости вращения подложки. Общая толщина прослойки при заданной интенсивности испарения элементов зависела от длительности процесса осаждения.

Объектом исследований был выбран сплав Ti– 48 ат. % Al с добавками ниобия и марганца. Этот сплав относится к группе титановых интерметаллидов, имеющих двухфазное состояние ( $\alpha_2 + \gamma$ ), где  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al и  $\gamma$ -TiAl (далее TiAl).

Сварку TiAl выполняли в вакуумной камере, снабженной системой статического нагружения образцов и их нагрева (рис. 1). В качестве источника нагрева использовали электронно-лучевую пушку. Параметры процесса сварки варьировали в следующих пределах: T = 900...1200 °C,  $\tau = 5...25$  мин, P = 10...70 МПа. Давление в рабочей камере поддерживали на уровне  $1,33\cdot10^{-3}$  МПа.

Поверхности образцов перед сваркой шлифовали на алмазном круге, а затем обезжиривали. Подготовленные образцы размером 10×10×4 мм вместе с промежуточной прослойкой помещали в вакуумную камеру. Равномерный нагрев обеспечивали благодаря электронно-лучевой пушке кольцевой формы, установленной на уровне стыка, корректировку нагрева в процессе сварки осуществляли путем перемещения нагревателя вдоль сборки свариваемых образцов. Температуру сварки контролировали с помощью термопары.

Для проведения металлографического анализа образцы сварных соединений готовили по стандартной методике на шлифовально-полировальном станке «Abramin» (фирма «Struers»). Структуру и химический состав конденсатов анализировали с помощью оптического микроскопа «Neophot» и сканирующего микроскопа «CamScan», оснащенного энергодисперсионной системой ло-



Рис. 2. Микроструктура зоны соединения TiAl, полученного диффузионной сваркой в вакууме без прослойки: *а-в* — см. в тексте

кального анализа «Energy 200». Для выявления структуры металла сварного шва проводили химическое травление образцов. Измерения микротвердости конденсатов осуществляли микротвердомерной приставкой к оптическому микроскопу «Polyvar-Met» при нагрузке 0,098...0,196 Н по методу Виккерса. Структуру нанослойной фольги на поперечных срезах анализировали с помощью просвечивающего электронного микроскопа «Ніtachi H-800» при ускоряющем напряжении 200 кВ. Поперечное сечение тонкой фольги сначала подготавливали способом механического утонения, а затем полировали на установке «Gatan 656» с последующим утонением и бомбардировкой поверхности под углом 3° ионами аргона с энергией 5 кэВ при токе ионной пушки 20 мкА на установке PIPS 691.

Соединения TiAl получены диффузионной сваркой в вакууме без прослойки при T = 1200 °C и P = 70 МПа с последующей выдержкой в течение 20 мин. Микроструктура зоны соединения представлена на рис. 2. На рисунке видно, что в указанной зоне выявлена граница раздела (рис. 2, а), при этом поры в соединении отсутствуют (рис. 2, б). При анализе структуры в режиме фазового контраста обнаружено, что граница раздела представляет собой прослойку интерметаллида, состав которого, по данным локального химического анализа, близок к составу интерметаллида Ti<sub>2</sub>Al. Наличие хрупкой интерметаллидной прослойки снижает прочность сварного соединения, что приводит к деградации его эксплуатационных характеристик.

Для диффузионной сварки образцов интерметаллида TiAl в работе использовали нанослойную фольгу Ti-52 ат. % Al толщиной 20 мкм с периодом чередования слоев (титана и алюминия) 50 нм. На микроструктуре ее поперечного сечения (рис. 3) видно, что она разбита на отдельные зерна. В пределах одного зерна наблюдается полосчатый контраст, который соответствует чередованию слоев титана и алюминия. Для определения характеристик слоистой структуры зерен проведены электронно-микроскопические исследования на просвет. На рис. 4 представлены микроструктура и микродифракционная картина поперечного сечения нанослойной фольги Ti/Al. Об отсутствии перемешивания элементов свидетельствует микродифракция электронов исследуемого участка (рис. 4,  $\delta$ ). Между слоями имеют место определенные ориентационные соотношения, характерные для слоистых материалов. Из светлопольных изображений (рис. 4, *a*) видно, что период чередования слоев титана и алюминия составляет 50 нм.

Закономерности диффузионных процессов, проходящих в нанослойной фольге при ее нагреве, проанализированы в работе [9]. Установлено, что нагрев способствует их интенсивному развитию, что приводит к формированию гетерофазной структуры, состоящей из смеси интерметаллидов TiAl и  $Ti_3Al$ . На этом основании предположили, что в процессе диффузионной сварки титановых интерметаллидов в фольге будут проходить фазовые превращения, которые обеспечат формирование в зоне соединения структуры, подобной основному металлу.



Рис. 3. Микроструктура поперечного сечения нанослойной фольги в исходном состоянии: светлые слои соответствуют титану, темные — алюминию; стрелками указаны границы зерен

A DIROCOULTERINGSOUT



## НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ РАЗДЕЛ



Рис. 4. Микроструктура (а) и микродифракционная картина (б) поперечного сечения нанослойной прослойки



Рис. 5. Микроструктура зоны соединения образцов интерметаллида TiAl, полученного диффузионной сваркой в вакууме с использованием нанослойной фольги Ti/Al: *a–в* — см. в тексте; стрелками указано место сварки; цифрами — точки, в которых проведены исследования локального химического состава и микротвердости; результаты этих измерений представлены в таблице

A DURANTERIERARI

Для определения условий формирования соединений с использованием нанослойных фольг проведены исследования влияния параметров режима диффузионной сварки (давления, температуры нагрева и времени выдержки) на качество сварных соединений. Выявлено, что при уменьшении температуры сварки (менее 1000 °C) в зоне соединения возникают несплошности, которые значительно снижают его механическую прочность. Микроструктура зоны сварного соединения, полученного на оптимальном режиме сварки (T = 1200 °C,  $\tau = 20$  мин, P = 10 МПа), представлена на рис. 5. На рис. 5, а видно, что в зоне соединения присутствует слаборазличимая прослойка, состав которой (49,4 Al; 49,8 Ti; 0,8 Mn), по данным локального химического анализа, близок к исходному интерметаллиду.

Прослойка имеет однородную структуру (рис. 5,  $\delta$ ) и состоит из равноосных зерен размером до 10 мкм (рис. 5,  $\epsilon$ ), в которых различима ламельная структура, характерная для исходного интерметаллида. Отсутствие пор и трещин как в зоне соединения, так и на границе со свариваемыми образцами свидетельствует о высоком качестве полученного сварного соединения. Следует



Рис. 6. Схема сборки образцов *I* и общий вид *II* сварных соединений сплава TiAl таврового (*a*), нахлесточного (*б*) и коробчатого типов (*в*), полученных с использованием нанослойной прослойки Ti/Al

Исследуемые точки зоны соединения (см. рис. 5, б)	Al	Ti	Mn	Nb	<i>НV</i> , ГПа
1	43,9	52,9	1,3	1,9	4,6
2	47,3	50,1	0,9	1,7	4,8
3	49,4	49,8	0,8		4,0
4	47,4	49,9	1,0	1,7	4,3
5	44,1	52,6	1,5	1,8	4,4

Химический состав (ат. %) и микротвердость *HV* различных участков зоны сварного соединения

отметить, что при указанном выше режиме сварки деградация структуры свариваемого интерметаллида не происходит. Распределение элементов в зоне соединения и микротвердость разных участков зоны сварки приведены в таблице. Из рис. 5,  $\delta$  и таблицы видно, что в точке 3 присутствует марганец и отсутствует ниобий. Согласно металлографическому и локальному химическому анализу, частицы ниобия скапливаются на границе прослойка–интерметаллид. Присутствие марганца в прослойке свидетельствует о протекании диффузионных процессов в зоне соединения при прохождении реакции твердофазного синтеза, инициированной в нанослойной прослойке при сварке.

Интенсивное развитие диффузионных процессов в зоне соединения вследствие применения нанослойных прослоек способствует получению качественных сварных соединений. На рис. 6 для примера представлен общий вид образцов сварного соединения таврового, нахлесточного и коробчатого типов.

Таким образом, в процессе диффузионной сварки образцов интерметаллида с использованием нанослойной прослойки Ti/Al в зоне соединения формируется интерметаллид, состав которого соответствуют исходному интерметаллиду TiAl (таблица). Такие изменения состава и структуры металла в зоне соединения свидетельствуют о высокой диффузионной подвижности компонентов и могут быть обусловлены процессами тепловыделения, сопровождающими твердофазные реакции, инициированные в нанослойной фольге нагревом [9].

- Lasalmonie A. Intermetallics: Why is it so difficult to introduce them in gas turbine engines? // Intermetallics. — 2006. — 14. — P. 1123–1129.
- Chaturvedi M. C., Xu Q., Richards N. L. Development of crack-free welds in a TiAl-based alloy // J. Materials of Processing Techn. — 2001. — 118. — P. 174–178.
- Cam G., Bohm K.-H., Kocak M. Diffusionsschweiben feingegossener Titanaluminide // Schweissen und Schneiden. — 1999. — № 8. — S. 470–475.
- Особенности структурных изменений жаропрочного сплава на основе ТізАІ при сварке давлением / В. Н. Замков, Л. И. Маркашова, Л. С. Киреев, И. К. Тяпко // Автомат. сварка. — 1992. — № 9/10. — С. 13–16.
- Сварка давлением интерметаллидного сплава γ-TiAl / А. Н. Юштин, В. Н. Замков, В. К. Сабокарь, П. Н. Чвертко // Там же. — 2001. — № 1. — С. 33–37.
- 6. *Solid-state* diffusion bonding of γ-TiAl alloys using Ti/Al thin films as interlayers / L. I. Duarte, A. S. Ramos, M. F. Vieira et al. // Intermetallics. 2006. № 14. P. 1151–1156.
- Nanometric multilayers: A new approach for joining TiAl / A. S. Ramos, M. F. Vieira, L. I. Duarte et al. // Ibid. — 2006. — № 14. — P. 1157–1162.
- Диффузионная сварка микродисперсного композита АМг5 + 27 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с применением нанослойной фольги Ni/Al / А. Я. Ищенко, Ю. В. Фальченко, А. И. Устинов и др. // Автомат. сварка. — 2007. — № 7. — С. 5–9.
- 9. *Твердофазные* реакции при нагреве многослойных фольг Al/Ti, полученных методом электронно-лучевого осаждения / А. И. Устинов, Л. А. Олиховская, Т. В. Мельниченко, А. Е. Шишкин // Соврем. электрометаллургия. — 2008. — № 2. — С. 21–28.
- Нанотехнологии неразъемного соединения перспективных легких металлических материалов сварных изделий для аэрокосмической техники // Автомат. сварка. — 2008. — № 12. — С. 5–12.

The possibility of producing diffusion bonds on the  $\gamma$ -TiAl-based alloy by using the nanolayered Ti/Al foil has been studied. It is shown that utilisation of the nanolayered foil as an intermediate element allows formation of sound bonds on the Ti/Al-based alloys in heating to a temperature of about 1000...1200 °C and pressure of 10 MPa. Peculiarities of microstructure of the bond zone have been studied.

ENVERTHENCOURT P

Поступила в редакцию 17.06.2008