



УДК 621.791.3

СТРУКТУРА СОЕДИНЕНИЙ ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ИНКОНЕЛЬ-718, ПОЛУЧЕННЫХ СПОСОБОМ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ВАКУУМНОЙ ПАЙКИ

С. В. Максимова, В. Ф. Хорунов

Представлены особенности структурообразования паяных соединений жаропрочного никелевого дисперсионно-твердеющего сплава инконель 718, полученных с помощью высокотемпературной вакуумной пайки и припоев на базе систем Pd–Ni–Cr–(Si, Co, B, Ge). Показано, что термическая обработка, состоящая из гомогенизации и последующего двухступенчатого старения, повышает твердость не только матрицы основного материала, но и паяного шва.

The peculiar features of structure formation of brazed joints of heat-resistant nickel dispersion-hardening alloy Inconel 718, made by high-temperature vacuum brazing and brazing alloys on base of systems Pd–Ni–Cr–(Si, Co, B, Ge) are presented. It is shown that the heat treatment, consisting of homogenization and next two-step ageing, increases the hardness of not only the matrix of parent metal, but also of a brazed weld.

Ключевые слова: жаропрочный никелевый дисперсионно-твердеющий сплав инконель-718; пайка; припой; никель; палладий; кратковременная и длительная прочность, структура

Эффективным способом соединения аустенитных суперсплавов на базе никеля типа инконель 718 (IN-718) является высокотемпературная вакуумная пайка с помощью припоев на основе никеля или благородных металлов. Никелевые припои широко применяют для пайки коррозионностойких, жаропрочных сталей и сплавов. Они обеспечивают паяным соединениям высокую прочность как при комнатной, так и при повышенной температуре, а также коррозионную стойкость.

Наиболее распространенными являются припои на базе системы Ni–Cr, содержащие в качестве депрессантов бор и кремний [1], обеспечивающие хорошее смачивание паяемого материала и одновременно усложняющие структурное состояние паяных швов и основного металла.

В процессе пайки жаропрочного никелевого сплава IN-718 происходит активное взаимодействие между припоем и основным металлом. В жидком состоянии бор и никель неограниченно растворимы друг в друге [2]. При пайке бор активно диффундирует в паяемый материал (на расстояние до 200 мкм).

Поскольку в твердом состоянии взаимная растворимость отсутствует, то при кристаллизации образуются бориды хрома и никеля, выделяющиеся по границам зерен основного металла, прилегающего ко шву (рис. 1), в виде боридной сетки и дисперсных включений [3].

Микроструктура прилегающей части основного металла состоит из двух зон. Первая шириной до 35 мкм, примыкающая ко шву, содержит дисперсные пластинки боридов хрома, формирующиеся внутри зерен твердого раствора. Вторая (шириной до 200 мкм) представляет собой боридную сетку, которая выделяется по границам зерен основного металла. Начиная с расстояния более 200 мкм основной материал не подвержен диффузионным процессам и выделение боридов по границам зерен твердого раствора не зафиксировано.

Что касается второго депрессанта (кремния), то исходя из диаграммы состояния Ni–Si максимальная его растворимость в никеле составляет 15,8 ат. % при температуре 1143 °С [4]. С понижением температуры растворимость уменьшается, но в паяных швах (в центральных участках), полученных с помощью припоя BNi-2 (Ni–7Cr–4,5Si–3,1B–3Fe), обнаружены значительные количества кремния, которые могут образовывать силициды никеля [4].

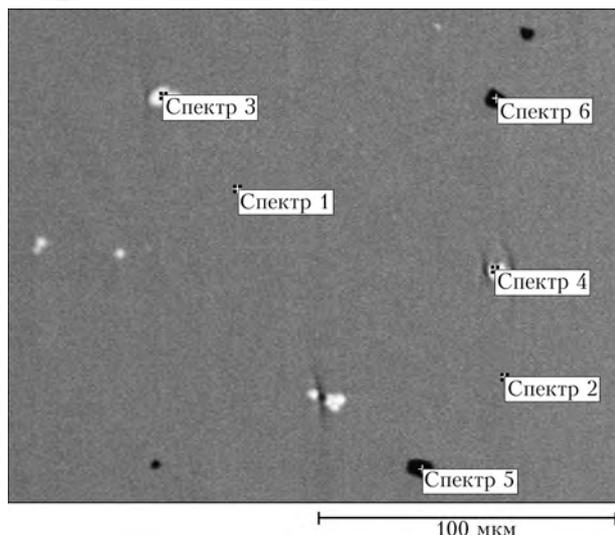


Рис. 1. Микроструктура сплава IN-718 в состоянии поставки и участки рентгеноспектрального микроанализа отдельных вторичных фаз

Объяснить отмеченное явление можно следующими особенностями кристаллизации металла паяных швов. В процессе охлаждения паяного соединения в виде первичных зерен кристаллизуется твердый раствор на основе никеля (γ -фаза), имеющий более высокую температуру плавления. Оставшийся расплав жидкого металла обогащается бором, кремнием, хромом и вытесняется в центральную часть паяного шва, где при дальнейшем охлаждении происходит кристаллизация легкоплавких хрупких эвтектических фаз, состоящих из твердого раствора и силицидов (боридов) [3, 5].

Такие особенности формирования паяных соединений жаропрочного никелевого сплава IN-718 характерны и для других борсодержащих никелевых припоев, например MBF-20: Ni-7Cr-4,5Si-3Fe-3,2B [6]. Получение прочности на растяжение выше (784,2 \pm 10,4) МПа из-за наличия кремния и бора в металле шва невозможно. Применение давления при пайке приводит к частичному вытеснению из шва хрупких фаз, содержащих депрессанты, и увеличению прочности на растяжение до (868,4 \pm 12,8) МПа, но при этом существует опасность потери геометрических размеров паяных соединений [6].

При использовании припоя BNi-5 (Ni-19Cr-10,1Si), в котором бор отсутствует, формируется паяный шов, содержащий, как минимум, четыре микроструктурных составляющих, в том числе зерна твердого раствора на основе никеля, интерметаллиды, отличающиеся высокой твердостью и хрупкостью, бинарные и тройные эвтектики, снижающие прочность паяного соединения [7].

Для предупреждения образования интерметаллических фаз предлагалось увеличить время и температуру пайки, уменьшить ширину паяльного зазора. Эти три параметра процесса пайки оказывают

Таблица 1. Припой и температура пайки

№ припоя	Базовая система легирования	Рекомендуемая температура пайки, °C
1	Ni-Cr-Pd-Si	1250 [8]
2	Ni-Cr-Pd-Co-Si	1230
3	Ni-Cr-Pd-X(Ge)	1230
4	Ni-Cr-Pd-B	1080

определяющее влияние на структурообразование паяных швов.

Кристаллизацию паяных швов можно оценивать по квазичетверной диаграмме [7]. При увеличении времени пайки хрупкие составляющие паяных швов частично рассасываются или уменьшаются их размеры, но полностью избавиться от них не удается даже при очень длительных выдержках. Диффузия припоя по границам зерен основного металла негативно влияет на прочностные свойства паяных соединений.

Исключить образование хрупких составляющих в паяных швах и обеспечить высокий уровень механических свойств соединений при пайке никелевых суперсплавов можно путем применения в качестве припоев сплавов, имеющих структуру твердых растворов в исходном состоянии.

В данной работе представлены результаты исследований структурообразования паяных соединений жаропрочного никелевого сплава IN-718, полученных с помощью промышленного припоя ПЖК 1000 и опытных припоев на базе системы Pd-Ni-Cr-(X).

Для проведения металлографических исследований использовали жаропрочный деформируемый дисперсионно-твердеющий сплав IN-718 (50... 55)Ni-(17... 21)Cr-18Fe-(4,75... 5,5)Nb + Ta-(2,8... 3,3)Mo-(0,65... 1,15)Ti-(0,2... 0,8)Al- \leq 1Co... 0,06C) и припой на базе системы Pd-Ni-Cr-(X) (табл. 1). Припой получали способом аргоно-дуговой плавки с нерасходуемым вольфрамовым электродом. В качестве шихтовых материалов использовали 99,99 % Pd, 99,99 % Ni (двукратный электронно-лучевой переплав), 99,9 % Cr (вакуумно-дистиллированный), 99,99 % Si (монокристаллический), Co-K(0,99,8 %), 99,99 % Ge (монокристаллический), 99,9 % В (порошковый).

Для усреднения химического состава полученные слитки переплавляли до пяти раз, затем подвергали прокатке с целью получения пластичных лент толщиной 0,15... 0,05 мм. Припой № 4 (табл. 1) не удалось получить в виде тонкой фольги путем прокатки, для его изготовления использовали сверхбыструю закалку. Образцы паяли в вакуумной печи с использованием радиационного нагрева.

Микроструктуру паяных соединений исследовали с применением оптической и сканирующей электронной микроскопии после пайки и термической обработки. Твердость *HV* определяли с помощью

Таблица 2. Химический состав отдельных структурных составляющих сплава IN-718 в состоянии поставки, мас. %

№ исследуемого участка	C	N	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Nb	Mo
1	–	–	0,72	0,95	19,58	17,07	0,22	51,78	5,81	3,87
2	–	–	0,42	0,86	19,59	17,37	0,13	51,95	5,94	3,75
3	8,90	–	–	3,25	0,41	0,48	0,06	0,95	84,67	1,29
4	9,52	–	0,10	4,60	0,76	0,45	0,01	1,92	81,32	1,31
5	–	22,60	–	66,30	0,87	0,46	–	1,01	8,42	0,34
6	–	18,55	–	68,09	0,58	0,21	0,10	0,97	11,27	0,12

твердомера М-400 фирмы «LECO» при нагрузке 0,5 Н и времени нагружения 5 с.

Микроструктура сплава IN-718 в состоянии поставки (послековки и гомогенизации при температуре 1050 °С в течение 1,5 ч, без травления) представлена на рис. 1. На фоне матрицы твердого раствора обнаружены единичные выделения основных вторичных фаз: сложных карбидов ниобия (спектры 3, 4, рис. 1, табл. 2) в виде светлых включений неправильной формы и нитридов титана в виде темных частиц правильной формы (спектры 5, 6, рис. 1, табл. 2).

В сплаве IN-718 образуются сложные карбидные соединения, содержащие кроме ниобия, другие легирующие элементы жаропрочного никелевого сплава: титан, молибден, хром, железо, никель (в незначительных количествах).

Атомы титана и ниобия могут замещать друг друга в соединениях (Ti, Nb)C. Массовая доля углерода в карбидах NbC может составлять 8,6... 1,5 % в соответствии с указанной областью гомогенности [9].

Карбиды не разрушаются при ковке, термической обработке, чрезвычайно стойки при высокой температуре и не растворяются при повышении температуры до 1230 °С, благоприятно влияют на длительную прочность при высокой температуре [10].

Нитриды титана содержат составляющие элементы сплава IN-718 (ниобий, молибден, хром, железо, никель), а также элементы внедрения. Зафиксированы единичные выделения карбонитридов.

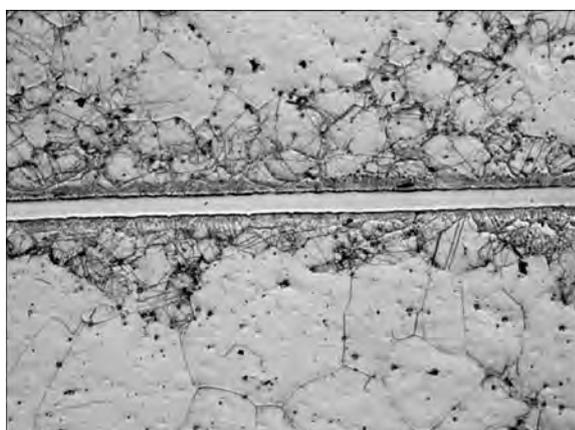


Рис. 2. Микроструктура паяных соединений IN-718 (после травления), полученных с использованием опытного припоя № 4 (Pd-Ni-Cr-B), оптический микроскоп, X100

Жаропрочный сплав IN-718 принадлежит к группе сплавов на никель-железной основе, в которых основное упрочнение обеспечивается не γ' -фазой $Ni_3(Al, Ti)$ с гранцентрированной решеткой, а γ'' -фазой Ni_3Nb с объемноцентрированной тетрагональной решеткой. Присутствие ниобия способствует повышению ее температуры растворения до 915°С и сохранению эффекта упрочнения до более высоких температур [11].

Образуется данная фаза после проведения термической обработки, рекомендованной разработчиком сплава, состоящей из гомогенизации при температуре 1050 °С в течение 1,5 ч, охлаждения на воздухе и последующего ступенчатого старения при 760 °С в течение 10,5 ч, охлаждения с печью до 650 °С, выдержки при этой температуре в течение 8,5 ч и охлаждения на воздухе. Старение обеспечивает оптимальный размер и распределение ультрадисперсных выделений γ'' -фазы, способствует повышению максимальной твердости и прочности сплава.

Микроструктура сплава IN-718 после пайки при высоких температурах претерпевает изменения. Так, после пайки промышленным припоем Ni-Cr-Pd-Si при температуре 1250 °С в течение 15 мин обнаружены утолщение границ зерен и образование

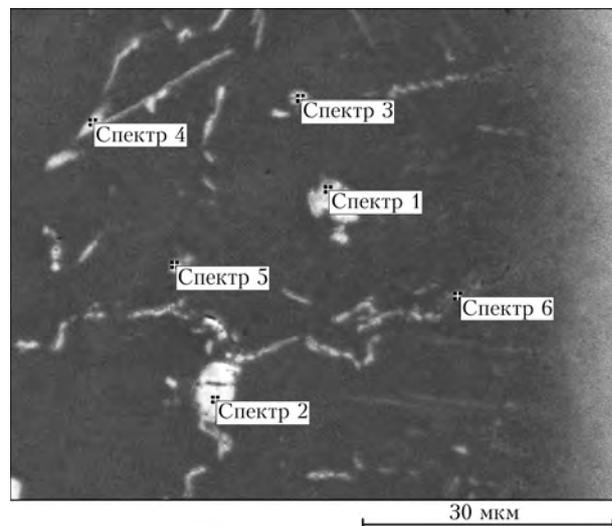


Рис. 3. Микроструктура приграничной зоны основного металла при пайке припоем Ni-Cr-Pd-B при температуре 1080 °С (электронный микроскоп)

Таблица 3. Химический состав диффузионной зоны основного металла при пайке борсодержащим припоем, мас. %*

№ спектра	B	C	O	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo
1	3,67	6,83	–	–	7,56	0,75	0,45	1,39	79,35	–
2	4,09	5,89	–	–	4,93	0,34	–	0,99	83,76	–
3	–	6,60	1,15	0,21	0,78	16,60	10,26	28,20	29,50	6,70
4	5,75	0,01	–	–	0,85	19,19	16,84	30,48	23,14	3,74
5	5,58	0,21	–	–	0,87	19,77	17,23	47,38	5,14	3,82
6	1,84	–	–	0,42	0,78	19,07	17,38	51,24	5,48	3,79

* Состав определен после травления.

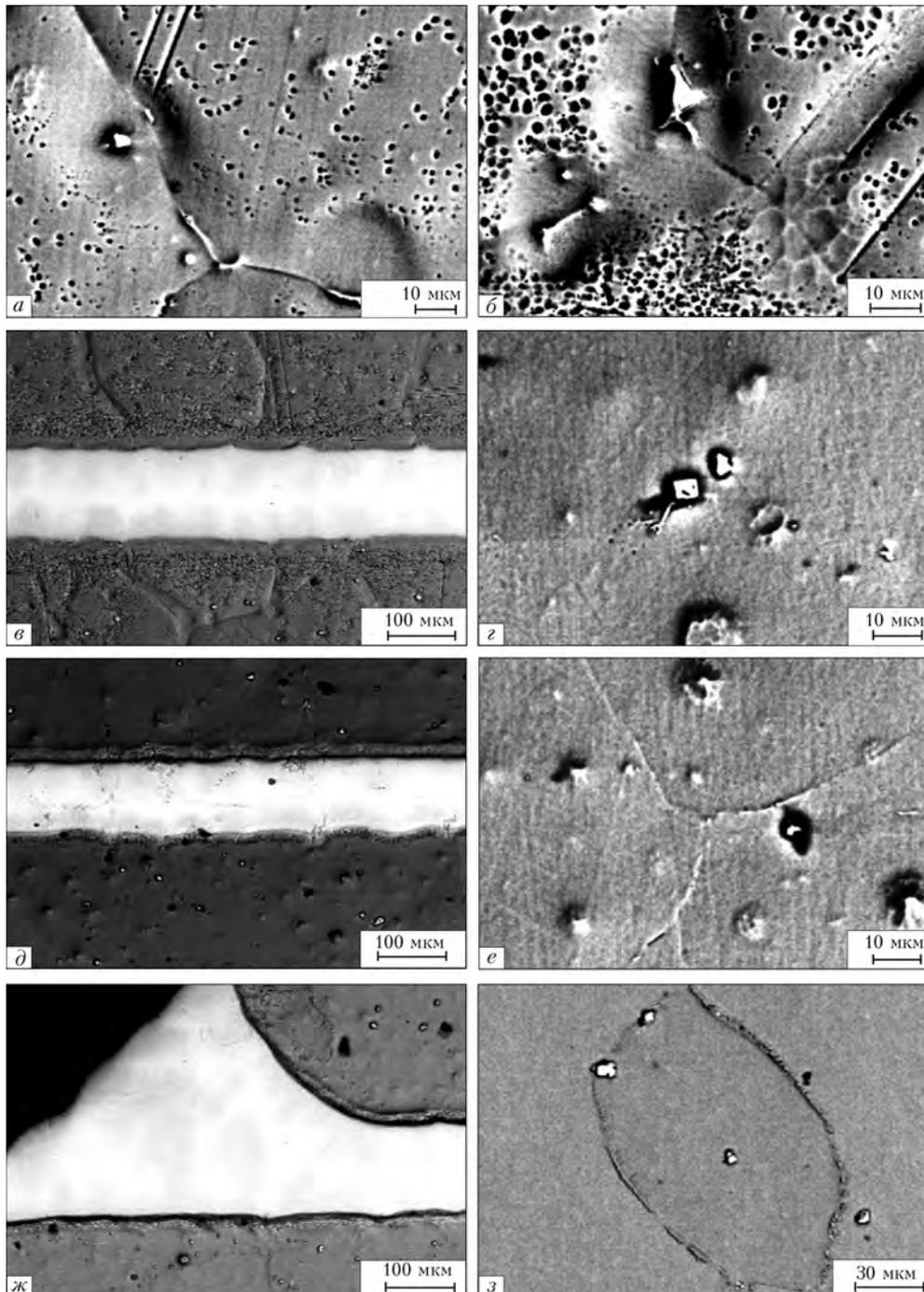


Рис. 4. Микроструктура паяных тавровых соединений, полученных с помощью опытного припоя № 3 в разных состояниях: после пайки (а-в); закалки (г-е); закалки и ступенчатого старения (ж, з)

Таблица 4. Химический состав структурных составляющих основного металла, мас. %

Состояние образца	№ спектра	C	N	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo
После пайки	1	–	–	0,67	0,93	20,23	17,33	51,59	5,44	3,81
	2	–	–	0,54	0,82	19,93	17,36	51,96	5,67	3,12
	3	11,41	–	–	4,58	0,92	0,65	1,28	80,55	0,61
	4	10,35	–	–	6,46	0,96	0,65	1,22	79,31	1,05
	5	–	22,45	–	69,22	0,68	0,43	0,91	6,31	–
	6	9,87	–	–	5,17	0,87	0,82	2,11	80,66	0,50
	7	–	–	0,15	0,88	21,15	17,74	57,75	1,31	1,02
	8	–	–	00,07	0,92	21,29	17,77	54,50	3,04	2,41
После полного цикла обработки	1	–	–	0,44	0,91	19,17	18,02	52,81	5,33	3,23
	2	–	–	0,57	1,04	19,81	17,68	52,31	5,18	3,10
	3	–	–	0,52	0,90	19,82	17,96	52,27	4,93	3,60
	4	9,51	–	0,03	5,56	0,83	0,76	1,89	80,14	1,28
	5	9,19	–	0,09	4,45	1,74	1,53	3,08	78,79	1,13
	6	–	21,80	0,05	66,51	1,12	0,67	1,89	7,84	0,12
	7	–	18,67	0,02	73,56	0,47	0,68	0,23	6,14	0,23
	8	–	–	0,67	0,96	19,97	17,64	52,45	5,34	2,97
	9	–	–	0,59	0,84	19,86	18,71	52,16	4,95	2,89

глобулярных выделений по телу зерна матрицы, рост зерен с 3- до 1-го балла (ГОСТ 5639–82, шкала 3). При снижении температуры пайки до 1230 °С и при такой же выдержке уменьшаются количество и дисперсность глобулярных частиц, границы зерен утончаются, размер зерен увеличивается, но не очень интенсивно (до балла 2, 1).

При изотермической пайке припоем Ni–Cr–Pd–В (1080 °С, 30 мин) толщина границ зерен основного материала вдали от шва (более 200 мкм) не претерпевает заметных изменений, количество глобулярных выделений незначительное. С обеих сторон паяного шва в основном металле за счет диффузионных процессов, протекающих на межфазной границе жидкий припой–твердая подложка, образуется диффузионная зона, в которой зафиксировано вы-

деление фаз по границам зерен (рис. 2, 3), обогащенных бором.

Вследствие диффузионной активности бора и его низкой растворимости основной металл, прилегающий ко шву, быстро пересыщается бором, что способствует выделению боридов в паяемом металле. Результаты микрорентгеноспектрального анализа показали, что по границам зерен формируются сложные фазы, содержащие ниобий, бор, углерод, титан и следы других элементов (табл. 3, рис. 3). При определении массовой доли бора энергодисперсионным способом в образцах, содержащих молибден, существуют определенные сложности, обусловленные совпадением K_{α} -линий бора и M_{γ} -линий молибдена.

Большинство боридов характеризуются некоторым отклонением от стехиометрического состава,

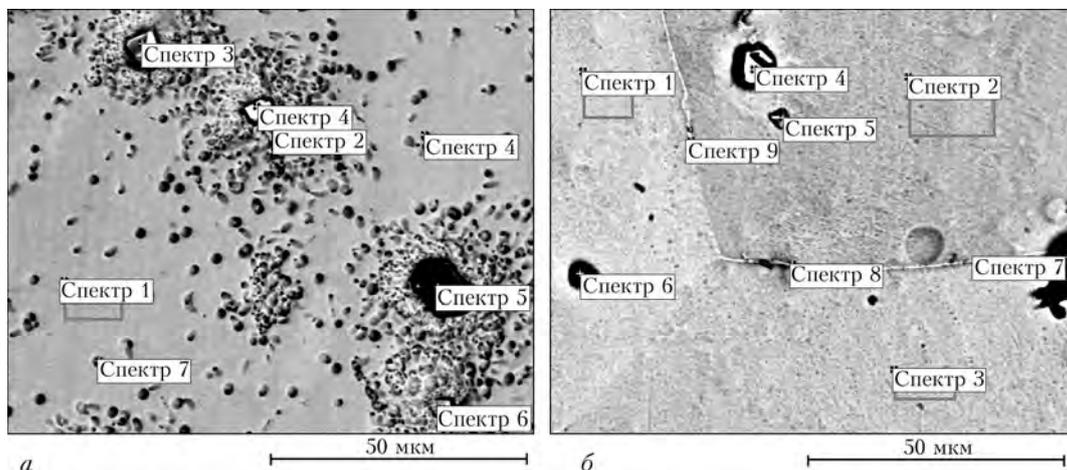


Рис. 5. Исследуемые участки основного металла после пайки (а) и полного цикла термической обработки (б)

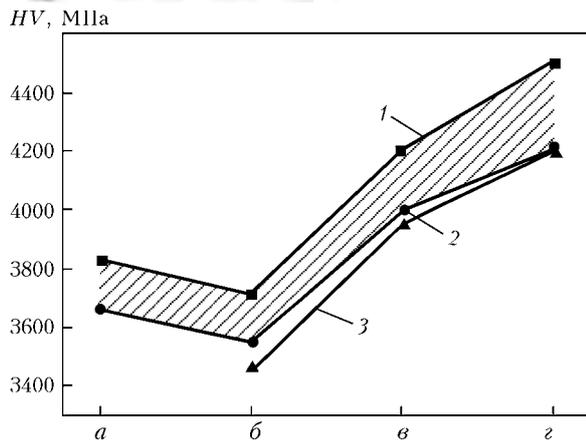


Рис. 6. Микротвердость основного металла в исходном состоянии (а) и после пайки (б); гомогенизации (в); двухступенчатого старения (г)

кроме того, они зачастую содержат углерод, кислород и другие примеси внедрения, образуют легкоплавкие эвтектики [11]. Присутствие таких выделений по границам зерен ухудшает пластические свойства, в частности значение относительного удлинения снижается до 2...4 %. На фоне матрицы основного металла присутствуют упрочняющие фазы внедрения, характерные для данного сплава (нитриды титана и карбиды ниобия) [12].

Следует отметить, что при исследовании паяных соединений до травления получить полную информацию о структуре основного металла невозможно. Травление паяных соединений позволило расширить информативность проведенных исследований, но при определении химического состава необходимо учитывать некоторую относительность полученных результатов.

На рис. 4, а-в представлены микроструктуры паяных соединений (в травленном состоянии), полученных с помощью опытного припоя № 3 Ni-Cr-Pd-X(Ge) при $T_{п} = 1230$ °С, $\tau = 5$ мин. Паяные швы характеризуются значительной структурной однородностью, отсутствием карбидных, интерметаллидных включений и ликвационных прослоек (рис. 4, в-ж).

После высокотемпературной вакуумной пайки в объеме зерна твердого раствора паяемого металла зафиксировано выделение глобулярных дисперсных выделений (рис. 4, а-з). Их химический состав оказался аналогичен таковому твердого раствора, но количество некоторых элементов больше, чем в твердом растворе (примерно на 1...3 % хрома; 1...2 % железа; 2,5...6,0 % никеля (табл. 4, рис. 5, а). Количество остальных элементов (ниобия и молибдена) уменьшается примерно в 2,5...4,0 раза и составляет 1,31...2,04 и 1,02...1,41 %.

По границам зерен основного металла обнаружены единичные частицы карбидов ниобия неправильной формы (рис. 5, а), содержащие титан (4,58...6,46 %).

Согласно результатам микрорентгеноспектрального анализа, незначительное количество темных выделений правильной огранки можно отнести к карбонитридам титана: они обогащены титаном, азотом и углеродом.

В некоторых участках по границам зерен отмечены единичные пластинчатые формирования в виде прерывистых нитей протяженностью от 2 до 10 мкм (рис. 4, а, б), что нежелательно с позиции прочности. Балл зерна после пайки (ГОСТ 5639-82, шкала 3) возрастает с 3- до 2-...1-го. Более грубое зерно способствует обеспечению лучших характеристик длительной прочности [10].

Микротвердость HV основного металла после пайки (затрихованная область) незначительно понижается (рис. 6, 1, 2). Поскольку она является механической характеристикой материала, значение которой коррелирует со значениями временного сопротивления, можно предположить, что под влиянием нагрева и медленного охлаждения ухудшаются механические свойства паяемого соединения.

Для повышения механических свойств основного металла проводят комплексную термическую обработку паяных соединений. Гомогенизация ($T = 1050$ °С, $\tau = 1,5$ ч, воздух) паяных соединений, полученных с помощью опытного припоя № 3, приводит к структурным изменениям основного металла, диффузионному перераспределению легирующих компонентов, утонению границ зерен в основном металле (рис. 4, з-е), незначительному повышению микротвердости (рис. 6).

При последующем двухступенчатом старении ($T = 760$ °С, $\tau = 10,5$ ч, охлаждение с печью до 650 °С, $\tau = 8,5$ ч, воздух) глобулярная фаза становится дисперсной, по сравнению с таковой, полученной после пайки.

Пластинчатые выделения по границам зерен отсутствуют, отмечены единичные выделения карбидов ниобия в виде частиц неправильной и глобулярной формы по границам зерен и по объему зерна (рис. 4, ж, з, рис. 5, б, табл. 4), а также единичные выделения карбонитридов титана.

Оксиды и бориды могут образовываться в никельжелезных сплавах, но количество их незначительно, поэтому они не влияют на свойства, не связанные с сегрегацией [10]. Определение химического состава границ зерен и матрицы показало их идентичность.

Микротвердость матрицы паяемого материала после полного цикла термообработки повысилась и составила 4210...4500 МПа. Аналогичная тенденция характерна и для паяного шва (рис. 6, 3), средние значения микротвердости увеличились от 3250 (после пайки) до 4200 МПа (после термической обработки). Таким образом, благодаря полному циклу термической обработки значения твердости матрицы основного металла и паяного шва примерно выровнялись. Это положительно влияет на ме-



ханические свойства паяных соединений, что подтверждено проведенными ранее исследованиями. Длительная прочность при 550 °С и нагрузке 785 МПа составила 132 ч (без разрушения образца).

Выводы

1. Установлено, что применение припоя системы Ni–Cr–Pd–Si при температуре пайки 1080 °С не оказывает влияния на структуру основного металла, за исключением приграничной зоны, прилегающей к паяному шву, в которой выделяются боридные соединения по границам зерен на глубину около 100...130 мкм, что подтверждено микрорентгено-спектральными исследованиями.

2. Показано, что при вакуумной пайке жаропрочного сплава IN-718 промышленным припоем Ni–Cr–Pd–Si при 1230 °С происходит рост зерна с 3- до 2-... 1-го балла (ГОСТ 5639–82, шкала 3).

3. Пайка жаропрочного сплава IN-718 припоем системы Ni–Cr–Pd–X(Ge) вызывает преимущественную кристаллизацию твердого раствора в паяном шве и снижает микротвердость *HV* матрицы основного металла примерно на 200 МПа. Последующая термическая обработка, состоящая из гомогенизации и двухступенчатого старения, повышает твердость не только матрицы основного материала, но и металла паяного шва соответственно до 4210...4500 и 4200 МПа.

1. *Induction brazing of Inconel 718 to Inconel X750 using Ni–Cr–SiB amorphous foil* / Xiaovei Wu, R. S. Chandel, Hang Li et al. // *J. of materials processing technology*. — 2000. — **104**, № 1-2. — P. 34–43.
2. *Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник в 3 т.* / Под общ. ред. Н. П. Лякишева. — М.: Машиностроение, 1999. — Т.1. — 991 с.
3. *Transient liquid phase bonding of Inconel 718 and Inconel 625 with BNi-2: Modeling and experimental investigations* / M. A. Arafin, M. Medraj, D. P. Turner, P. Bocher // *Materials Science and Engineering A* 447. — 2007. — P. 125–133.
4. *Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник в 3 т.* / Под общ. ред. Н. П. Лякишева. — М.: Машиностроение, 1999. — Т.3, кн. 1. — 872 с.
5. *Thermodynamic modeling and experimental investigation of brazed joints used in aerospace industry* / M. A. Arafin, M. Medraj, D. P. Turner, P. Bocher // *Proc. of the 3rd Intern. Brazing and Soldering conf.* (San Antonio, Texas, USA, April 24–26, 2006). — San Antonio, 2006. — С. 189–196.
6. *Yeh M. S. Chuang T. H. Super plastic forming/brazing process for Inconel 718 superalloy components* // *Welding J.* — 1997. — **76**, № 5. — P. 197–200.
7. *Grushko B., Weiss B. Z. Structure of vacuum brazed BNi-5 joint of Inconel 718* // *Metallurgical and Materials Transactions A.* — 1984. — **15**, № 4. — P. 609–620.
8. *Справочник по пайке* / Под ред. И. Е. Петрунина. 3-е изд., перераб. и доп. — М.: Машиностроение, 2003. — 480 с.
9. *Самсонов Г. В., Винницкий И. М. Тугоплавкие соединения.* Справочник. — М.: Машиностроение, 2003. — 480 с.
10. *Симс Ч., Хагел В. Жаропрочные сплавы.* — М.: Металлургия, 1976. — 568 с.
11. *Суперсплавы 11: Жаропрочные сплавы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок* / Под ред. Ч. Т. Симса, Н. С. Столфора, У. К. Хагеля. В 2 кн. — М.: Металлургия, 1995. — Кн. 2. — 384 с.
12. *Гольдшмидт Х. Дж. Сплавы внедрения* / Под ред. Н. Т. Чеботарева. — М.: Мир, 1971. — Вып. 1. — 423 с.

Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, Киев

Поступила 28.05.2010