

PACS numbers: 62.20.fq, 66.30.Lw, 68.35.Fx, 68.37.-d, 81.20.Vj, 81.70.-q

Вплив параметрів дифузійного зварювання на структуру з'єднань з порошкового стопу ніхрому

Ю. В. Фальченко, Л. В. Петрушинець, Т. В. Мельніченко,
О. О. Новомлинець*, В. Є. Федорчук

*Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона НАН України,
вул. Казимира Малевича, 11,
03150 Київ, Україна*
**Національний університет «Чернігівська політехніка»,
вул. Шевченка, 95,
14035 Чернігів, Україна*

Представлено дослідження по дифузійному зварюванню в вакуумі порошкового стопу ніхрому Ni–20Cr–(3–4)Fe–(0,40–0,6)Al–(0,25–0,35)Ti–0,5Y (% ваг.). Показано, що безпосереднє зварювання стопу ніхрому в інтервалі температур 800–1100°C в умовах вакууму $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па не забезпечує одержання якісних з'єднань. Встановлено, що в процесі нагрівання стопу ніхрому відбувається окиснення його контактних поверхонь, що ускладнює одержання зварного з'єднання. Досліджено можливість захисту поверхонь стопу від окиснення за рахунок покриття із ніклю. Нанесення методом електронно-променевого випаровування та конденсації в вакуумі прошарку з ніклю у вигляді покриття товщиною 5–7 мкм дає змогу уникнути окиснення контактних поверхонь. Досліджено вплив термічного оброблення у вакуумі на хемічний склад покриття. Показано, що відпал зразків з покриттям при $T = 1100^\circ\text{C}$ протягом $t = 10$ хв. в умовах вакууму $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па сприяє посиленню дифузійних процесів між основним металом та напиленим шаром та забезпечує вирівнювання хемічного

Corresponding author: Viktor Yevhenovych Fedorchuk
E-mail: vicf@ukr.net

*E. O. Paton Electric Welding Institute, N.A.S. of Ukraine,
11 Kazymyr Malevych Str., UA-03150 Kyiv, Ukraine*
**Chernihiv Polytechnic National University,
95 Shevchenko Str., UA-14035 Chernihiv, Ukraine*

Citation: Yu. V. Fal'chenko, L. V. Petrushynets', T. V. Mel'nichenko, O. O. Novomlynets', and V. Ye. Fedorchuk, Influence of Diffusion Welding Parameters on the Structure of Nichrome Powder Alloy Joints, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **44**, No. 8: 1013–1023 (2022) (in Ukrainian). DOI: [10.15407/mfint.44.08.1013](https://doi.org/10.15407/mfint.44.08.1013)

складу в зоні контакту покриття і стопу. Показано, що мікроструктура зразків одержаних на режимі: $T = 1200^{\circ}\text{C}$, $P = 40 \text{ МПа}$, $t = 20 \text{ хв.}$ характеризується відсутністю дефектів у зоні з'єднання. Розподіл хімічних елементів в стику є монотонним. Дифузія елементів з ніхромового стопу в нікелеве покриття забезпечує утворення дифузійної зони, близької за своїм хімічним складом до складу стопу ніхрому. Досліджено мікромеханічні властивості зварних з'єднань. Показано, що застосування проміжного прошарку у вигляді покриття з ніклю при дифузійному зварюванні в вакуумі порошкового стопу ніхрому забезпечує одержання з'єднань з мікротвердістю на рівні вихідного матеріалу після відпалу.

Ключові слова: порошковий стоп, ніхром, дифузійне зварювання, проміжне покриття, окиснення, мікроструктура.

Investigations on vacuum diffusion welding of nichrome powder alloy Ni-20Cr-(3-4)Fe-(0.40-0.6)Al-(0.25-0.35)Ti-0.5Y (% wt.), are presented. As shown, welding nichrome alloy directly in the temperature range of $800-1100^{\circ}\text{C}$ under vacuum of $1.33 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$ does not provide sound joints. As found, during nichrome alloy heating, oxidation of its contact surfaces takes place, which makes it more complicated to produce the welded joint. The possibility of protection of the alloy surfaces from oxidation by coating them with nickel is studied. Deposition of a nickel interlayer by EBPVD method in the form of $5-7 \mu\text{m}$ thick coating allows avoiding oxidation of the contact surfaces. The influence of heat treatment in vacuum on the coating chemical composition is investigated. As shown, annealing of the coated samples at $T = 1100^{\circ}\text{C}$ for 10 min. under vacuum of $1.33 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$ promotes enhancement of the diffusion processes between the base metal and deposited nickel layer and ensures equalizing of the chemical composition in the zone of contact of the coating and the alloy. As shown, the microstructure of the samples, produced in the following mode: $T = 1200^{\circ}\text{C}$, $P = 40 \text{ МПа}$, $t = 20 \text{ min}$ is characterized by absence of defects in the joint zone. Distribution of chemical elements in the welded joint is monotonic. Diffusion of elements from nichrome alloy into the nickel coating ensures formation of the diffusion zone, is similar, in its chemical composition to nichrome alloy. Mechanical properties of the welded joints are studied. As demonstrated, application of an intermediate nickel layer at vacuum diffusion welding of a nichrome powder alloy enables producing joints with the microhardness on the level of that of the base metal after annealing.

Key words: powder alloy, nichrome, diffusion welding, intermediate layer, oxidation, microstructure.

(Отримано 3 травня 2022 р.; остаточн. варіант — 28 червня 2022 р.)

1. ВСТУП

Нікелеві стопи з високим вмістом Хрому, а саме ніхром (NiCr), що характеризуються високими жароміцністю та жаростійкістю, можуть використовуватися для виготовлення елементів гарячого тракту авіадвигунів та електроенергетичних турбін [1]. Відомо, що ні-

хроми при зварюванні топленням схильні до гарячого розтріскування та деградації мікроструктури шва [2]. Дифузійне зварювання у вакуумі є перспективною методою з'єднання стопів NiCr, оскільки воно дає змогу уникнути проблем, що виникають при зварюванні топленням. Однак, складність одержання з'єднань ніхрому методом дифузійного зварювання у вакуумі полягає в наявності на його поверхні термічно стійкого шару оксидів та низької пластичності даної групи матеріалів [3]. Руйнування термічно стійкої оксидної плівки на поверхні жароміцних ніклевих стопів потребує при зварюванні застосування високих тисків і температур [4–7] та довготривалого термооброблення після зварювання [6]. Однак, такий технологічний підхід малоефективний при зварюванні тонколистових матеріалів. Відомо, що знизити рівень термомеханічного навантаження на матеріали, що з'єднуються методом дифузійного зварювання, уможлиблює використання проміжних пластичних прошарків [7]. З іншого боку, використання таких прошарків у вигляді покриття на поверхнях, що з'єднуються, може забезпечити бар'єрний ефект щодо формування оксидної плівки. Так, авторами [8] показано, що електролітичне плакування поверхні зразків стопу Udimet 700 тонким шаром ніклю або нікель–кобальт запобігає формуванню крихких карбідних та оксидних фаз в з'єднанні при дифузійному зварюванні. Можна припустити, що плакування поверхонь ніхрому тонким шаром ніклю методом електронно-променевого осадження в вакуумі, захищатиме поверхні стопу від окиснення та полегшуватиме встановлення фізичного контакту між ними за рахунок пластичної деформації покриття.

2. МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ

В роботі на стопі ніхрому (Ni–20Cr–(3–4)Fe–(0,40–0,6)Al–(0,25–0,35)Ti–0,5Y, % ваг.) у вигляді фольги товщиною 0,03–0,05 мм, виготовленої з порошкового матеріалу проводили дослідження по дифузійному зварюванню в вакуумі. Для проведення експериментів з фольги вирізали зразки розміром 15×5 мм. Поверхні фольги зачищали на наждачному папері до металевого блиску та знежирювали в ацетоні. Зварювання зразків проводили в оснащенні (матриця і пуансон) виготовленому з легованої криці, яке має пласкі паралельні поверхні. Параметри процесу зварювання були наступні: температура зварювання $T_{зв} = 800–1100^{\circ}\text{C}$, зварювальний тиск $P_{зв} = 40 \text{ МПа}$, тривалість зварювання $t_{зв} = 20 \text{ хв.}$, вакуум в робочій камері підтримували на рівні $1,33 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$.

На поверхню фольги наносили покриття ніклю товщиною у 5–7 мкм методом електронно-променевого випаровування та конденсації в вакуумі.

Аналізу мікроструктури зварних з'єднань проводили з викорис-

танням сканувального мікроскопу CAMSCAN 4, оснащеного системою енергодисперсійної аналізи OxfordIncaEnergy 200.

З зразків зварних з'єднань за стандартною методикою з використанням шліфувально-полірувального обладнання фірми Struers виготовляли шліфи поперечного перерізу. Оцінку мікротвердості зварних з'єднань проводили методом автоматичного індентування із застосуванням приладу «Мікрон-гамма» [9].

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

Проводили дослідження з визначення впливу температури зварю-

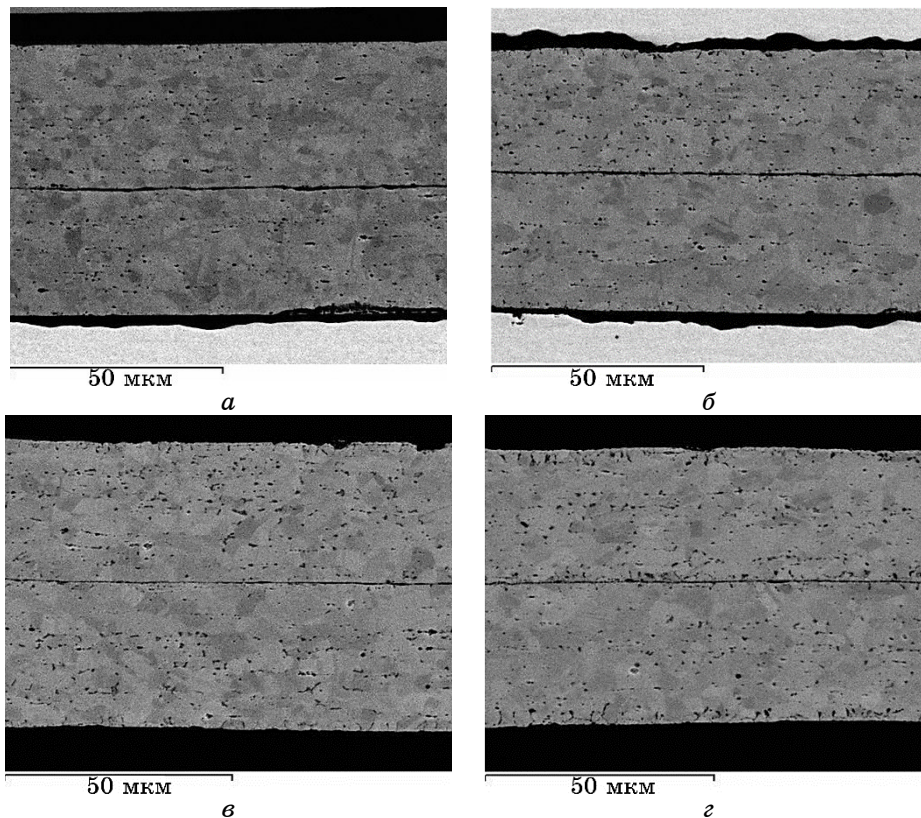


Рис. 1. Мікроструктура з'єднань стопу Ni–Cr, одержаних методом дифузійного зварювання у вакуумі при температурах: $T_{зв} = 800^{\circ}\text{C}$ (а), $T_{зв} = 900^{\circ}\text{C}$ (б), $T_{зв} = 1000^{\circ}\text{C}$ (в), $T_{зв} = 1100^{\circ}\text{C}$ (г).

Fig. 1. Microstructure of welded joints alloy Ni–Cr produced by diffusion welding in vacuum at temperature: $T_w = 800^{\circ}\text{C}$ (а), $T_w = 900^{\circ}\text{C}$ (б), $T_w = 1000^{\circ}\text{C}$ (в), $T_w = 1100^{\circ}\text{C}$ (г).

вання на структуру зварних з'єднань. Температура зварювання становила: $T_{зв} = 800\text{--}1100^\circ\text{C}$, тиск $P_{зв} = 40\text{ МПа}$, час зварювання $t_{зв} = 20\text{ хв}$. Мікроструктури одержаних з'єднань наведено на рис. 1.

Аналіза мікроструктури зварних з'єднань показала, що в зразках, одержаних в інтервалі температур $800\text{--}1100^\circ\text{C}$, в стику спостерігається безперервний дефектний шар, що складається з оксидної плівки, який свідчить про те, що повноцінного зварювання не відбулося.

Можна відмітити, що при всіх температурах зварювання в матеріалі зразків відбулася рекристалізація стопу. Крім того, при тем-

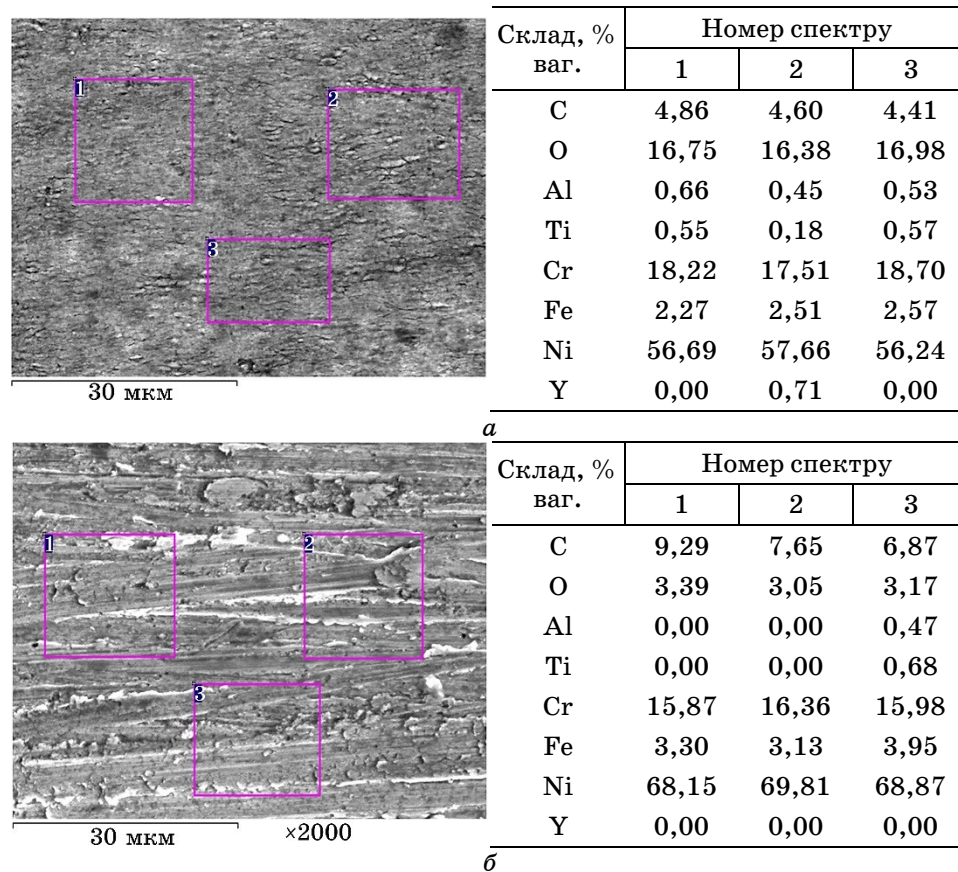
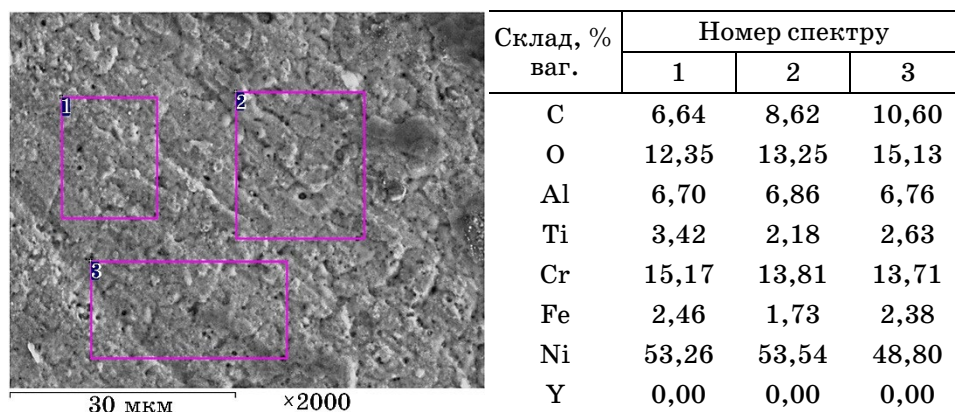


Рис. 2. Мікроструктура і елементний склад поверхні фольги Ni-Cr у вихідному стані після прокатки (а), після зачищення на наждачному папері (б) і після зачищення та відпалу у вакуумі (в).

Fig. 2. Microstructure and elemental composition of the surface of Ni-Cr foil in the initial state after rolling (a), after stripping on sandpaper (б), and after stripping and annealing in vacuum (в).



б

*Продовження рис. 2.**Continuation of Fig. 2.*

пературі 1000°C і вище помітна міграція пор з внутрішнього об'єму в зону з'єднання та до поверхні зварюваних зразків.

Для з'ясування причин низької якості зварних з'єднань були проведені дослідження поверхонь металу у вихідному стані. Аналіз за стопу Ni–Cr показала, що на поверхні фольги знаходиться щільний шар оксидної плівки темно-сірого кольору з вмістом Оксигену на рівні 16,38–16,98% ваг. (рис. 2, а).

Як вказують автори [1] оксиди на поверхні ніхрому переважно складаються з Cr_2O_3 і NiO . Оксидна плівка має пористу структуру, наявність якої можна пояснити вакансійним переміщенням атомів Ніклю назовні в окалину по мірі росту шару NiO [9]. Після зачищення фольги із стопу ніхрому до металевому блиску на наждачному папері Р400 на її поверхні спостерігаються характерний для даного виду оброблення рельєф у вигляді смуг (рис. 2, б). Ефективність даної методи очищення підтверджується тим, що вміст Оксигену падає більш ніж в п'ять разів з 16,38–16,98% ваг. до 3,05–3,39% ваг. Після нагрівання очищених зразків в умовах вакууму до 1100°C з витримкою протягом 10 хв. відбувається стрімке окиснення поверхні фольги (рис. 2, в). Вміст Оксигену майже досягає значень, притаманних стопу в вихідному стані (12,35–15,13% ваг.). При цьому звертає на себе увагу збільшення концентрації Ti та Al в поверхневому шарі, що може вказувати на участь цих елементів в утворенні оксидної плівки.

Одержані результати вказують на необхідність застосування при зварюванні стопу Ni–Cr додаткових технологічних заходів спрямованих на захист поверхні стопу від окиснення в процесі нагрівання перед зварювання.

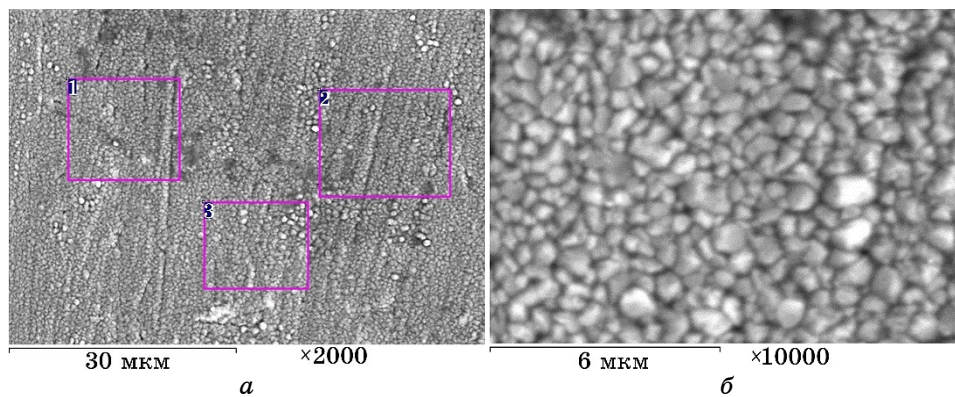


Рис. 3. Вигляд поверхні фольги зі ступу Ni–Cr з покриттям з ніклю в вихідному стані.

Fig. 3. View of the surface of the foil of Ni–Cr alloy coated with nickel in the original state.

Однією із ефективних метод боротьби з утворенням оксидів Хрому на поверхні стопів ніхромів є нанесення на поверхню зразків покриття із ніклю [8]. До того ж відомо, що прошарки з ніклю широко використовуються при зварюванні жароміцних стопів [10] та сприяють локалізації пластичної деформації на приконтактних поверхнях зразків.

Виходячи з цього на поверхню фольги із ніхромів методом електронно-променевого випаровування та конденсації в вакуумі було

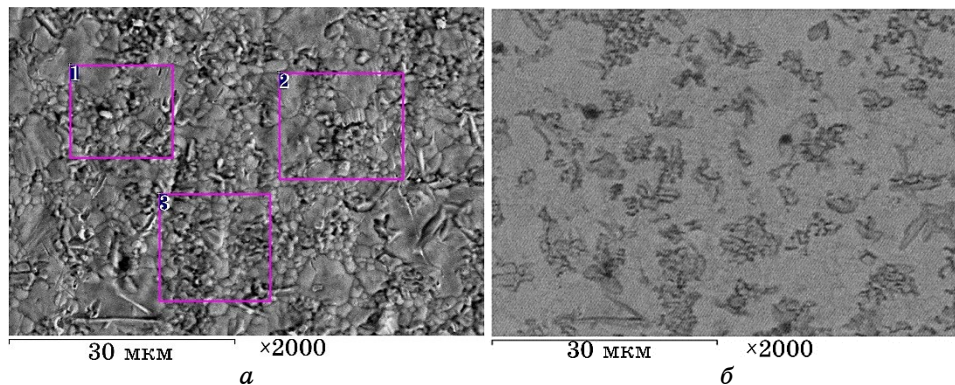


Рис. 4. Вигляд поверхні фольги з ступу Ni–Cr з покриттям з ніклю після відпалу.

Fig. 4. View of the surface of the foil of Ni–Cr alloy coated with nickel after annealing.

нанесено покриття з ніклю товщиною 5–7 мкм (рис. 3).

Захисне покриття складається з сферичних часток розміром 0,3–1 мкм (рис. 3, б). Покриття має наступний хемічний склад: Ніклю 92,00–93,92%, Хрому 0,57–0,70%, Оксигену 0,86–1,68%.

Відпал зразків з покриттям при $T_{\text{відп}} = 1100^\circ\text{C}$ протягом $t_{\text{відп}} = 10$ хв. в умовах вакууму $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па змінює вигляд поверхні (рис. 4). Під час відпалу покриття перетворюється із пористого, яке складалось із сферичних частинок, в однорідне.

Відпал сприяє посиленню дифузійних процесів між основним металом та напиленим шаром, в результаті чого спостерігається зміна хемічного складу на поверхні фольги. Після відпалу хемічний склад поверхні становить: Ni–(9,95–11,26)Cr–(2,17–3,28)Ti–(1,68–2,48)Al–(1,45–1,58)Fe–(4,40–6,94)O, % ваг.

Досліджували вплив термічного оброблення у вакуумі на хемічний склад покриття з ніклю. Типова мікроструктура поверхні розділу покриття/фольга приведена на рис. 5, а. На рисунку 5, б показано вміст Хрому в різних ділянках покриття та у фользі зі стопу Ni–Cr в залежності від температури відпалу. Як видно з рис. 5, б, при підвищенні температури відпалу вміст Хрому в покритті з ніклю (ділянка 1) збільшується на його поверхні (з 1,35% ваг. при 800°C до 11,34% ваг. при 1100°C) і поступово вирівнюється по поперечному перерізу покриття (ділянка 2) до (11,34–11,66% ваг.). У приповерхневому шарі фольги зі стопу Ni–Cr (ділянка 3) спостерігається поступове пониження вмісту Хрому при підвищенні температури відпалу з 21,12% у початковому стані до 12,99% при температурі відпалу 1100°C .

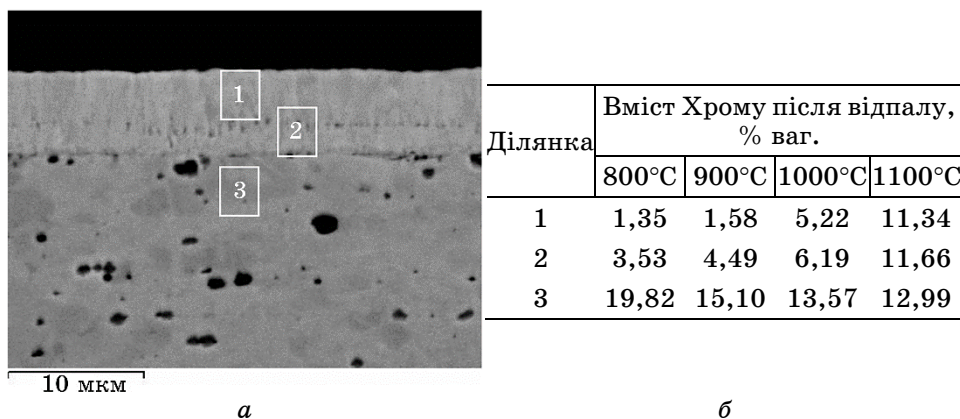


Рис. 5. Мікроструктура стопу Ni–Cr з покриттям з ніклю у вихідному стані (а) та вплив температури відпалу на вміст Хрому (б).

Fig. 5. Microstructure of Ni–Cr alloy coated with nickel in the initial state (a) and the effect of annealing temperature on chromium content (b).

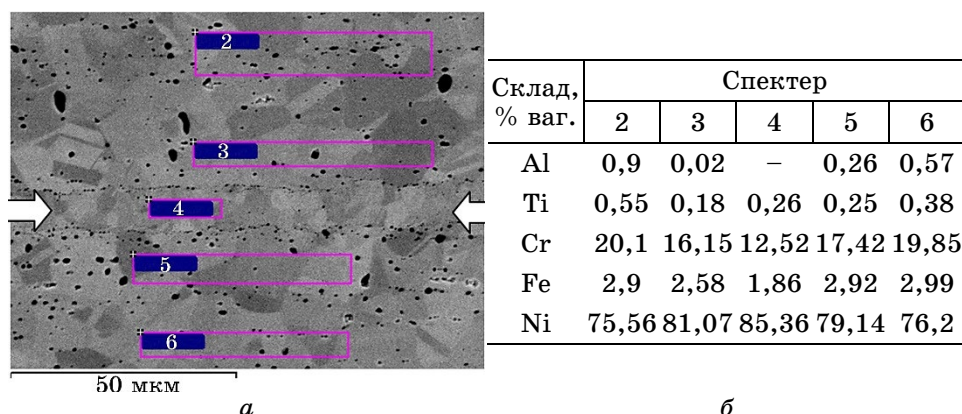


Рис. 6. Мікроструктура (а) та розподіл хімічних елементів (б) у зварному з'єднанні Ni–Cr, одержаному із застосуванням покриття з ніклю на режимі: $T = 1200^{\circ}\text{C}$, $P = 40 \text{ МПа}$, $t = 20 \text{ хв}$.

Fig. 6. Microstructure (a) and distribution of chemical elements (b) in the welded Ni–Cr joint, obtained using nickel coating in the mode: $T = 1200^{\circ}\text{C}$, $P = 40 \text{ МПа}$, $t = 20 \text{ min}$.

Виходячи з одержаних результатів досліджень можна зробити висновок, що підвищення температури відпалу зразків з 800°C до 1100°C сприяє пришвидженню дифузії Хрому з фольги у покриття та забезпечує вирівнювання хімічного складу в зоні контакту покриття фольги. Це сприяє підвищенню адгезії нанесеного покриття. Наявність деяких дефектів у вигляді пор між покриттям та стопом Ni–Cr можна пояснити рельєфом поверхні фольги після видалення оксидної плівки механічним способом.

Проведені роботи по дифузійному зварюванню фольги зі стопу ніхрому з використанням покриття з ніклю показали, що найкращі результати одержані на режимі: $T = 1200^{\circ}\text{C}$, $P = 40 \text{ МПа}$, $t = 20 \text{ хв}$. Мікроструктура зразків характеризується відсутністю дефектів у зоні з'єднання (позначена стрілками на рис. 6, а). Розподіл компонентів в стику є монотонним (рис. 6, б). Дифузія елементів з фольги в ніклеве покриття забезпечує утворення дифузійної зони, близької за своїм хімічним складом до складу стопу ніхрому. Так, вміст Хрому в центральній частині зони з'єднання складає 12,52% мас.

Проведено дослідження по визначенню мікромеханічних властивостей матеріалу стопу в вихідному стані, після відпалу та в зварних з'єднаннях, одержаних без використання прошарку та з покриттям контактних поверхонь ніклем. Встановлено (рис. 7), що, в вихідному стані внаслідок нагартування фольги під час виготовлення її шляхом прокатування, фольга має підвищені значення мікротвердості на рівні 3,8 ГПа.

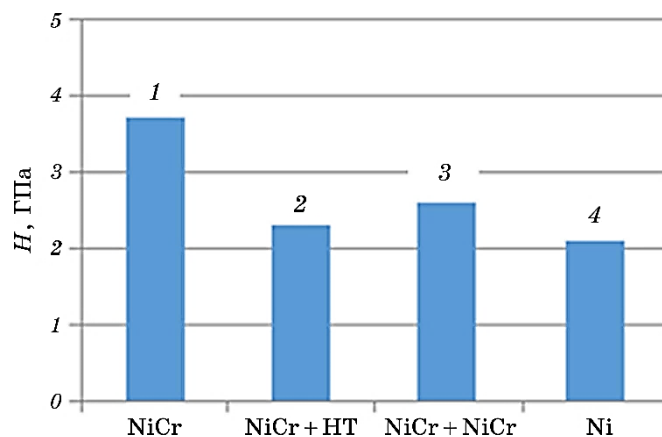


Рис. 7. Значення мікротвердості основного металу та зварних з'єднань: 1 — фольга ніхром у вихідному стані, 2 — після відпалу у вакуумі при 1100°C, 3 — зварне з'єднання без прошарку з ніклю, 4 — зварне з'єднання з прошарком з ніклю.

Fig. 7. Microhardness of the base metal and welded joints: 1—nichrome foil in the initial state, 2—after annealing in vacuum at 1100°C, 3—welded joint without layer of nickel, 4—welded joint with layer of nickel.

Після відпалу у вакуумі при 1100°C, що імітує дифузійне зварювання, мікротвердість фольги знижується до 2,3 ГПа. В зварних зразках мікротвердість в зоні з'єднання становить 2,5 ГПа. В зразках з покриттям з ніклю мікротвердість в зоні контакту близька до мікротвердості зразків зі стопу ніхрома після відпалу і становить 2,1 ГПа.

4. ВИСНОВКИ

1. Встановлено, що нагрівання зразків зі стопу NiCr в умовах вакууму приводить до їх окиснення з вмістом Оксигену на рівні вмісту в стопі у початковому стані.
2. Встановлено, що нанесення методом електронно-променевого випаровування та конденсації в вакуумі прошарку з ніклю у вигляді покриття товщиною 5–7 мкм дає змогу уникнути окиснення контактних поверхонь ніхром у процесі його нагрівання в вакуумі.
3. Досліджено вплив температури відпалу на структуру та хімічний склад зразків зі стопу NiCr з ніклевим покриттям. Показано, що підвищення температури відпалу зразків з 800°C до 1100°C сприяє вирівнюванню хімічного складу як в покритті, так і в зоні з'єднання стопу NiCr/Ni.
4. Показано, що застосування проміжного прошарку у вигляді пок-

риття з ніклю при дифузійному зварюванні в вакуумі ніхрому сприяє утворенню бездефектних з'єднань з однорідним хемічним складом, та з мікротвердістю на рівні вихідного матеріалу після відпалу.

Роботу виконано на стопі, розробленому в Інституті проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України. Фінансова підтримка відбувалася в межах Сьомої рамкової програми Європейського Союзу по проєкту LIGHT-TPS № 607812.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА—REFERENCES

1. *Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power* (Eds. N. S. Stoloff, C. T. Sims, and W. K. Hagel) (Wiley-Interscience: 1987).
2. M. B. Henderson, D. Arrell, and R. Larsson, *Sci. Technol. Weld. Join.*, **9**, Iss. 1: [13](#) (2004).
3. H. V. Atkinson, *Oxid. Met.*, **24**: 177 (1985).
4. Z. R. Li, B. Liu, X. L. Zhang, and J. C. Feng, *Adv. Mater. Res.*, **314–316**: 1180 (2011).
5. H. Esmaili, S. E. Mirshalehi, and A. Farzadi, *Metall. Mater. Trans.*, **48**: 3259 (2007).
6. I. Sah, D. Kim, and H. J. Lee, *Mater. Design*, **47**: 581 (2013).
7. A. I. Ustinov, Iu. V. Falchenko, T. V. Melnychenko, L. V. Petrushynets, K. V. Liapina, and A. E. Shishkin, *J. Mater. Process. Technol.*, **247**: 268 (2017).
8. D. S. Duvall, W. A. Owczarski, and D. F. Paulonis, *Weld. J.*, **51**: 41 (1972).
9. V. F. Gorban, G. K. Kharchenko, Yu. V. Falchenko, and L. V. Petrushynets, *Paton Weld. J.*, No. 12: 7 (2009).
10. Jiangtao Xiong, Lin Yuan, Yuan Zhu, Hao Zhang, and Jinglong Li, *Mater. Sci.*, **54**: 6552 (2019).