

УДК 536.24:622.233

Мамчур С.И., Цокур Н.И., Ваганов Р.Д., Мамчур И.А.

Днепропетровский национальный университет имени Олеся Гончара

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФАЗООБРАЗОВАНИЯ В ДИФФУЗИОННОЙ ЗОНЕ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ NI-NB

Проведено дослідження процесів, що відбуваються при дифузійному зварюванні у вакуумі нікелю і ніобію. Проаналізовано диффузійну рухливість компонентів і зв'язок фазообразования в перехідній зоні з параметрами зварювання.

Проведено мікроструктурні дослідження, рентгенофазового і мікрорентгеноспектрального аналізу, встановлені розміри інтерметалідних шарів і фазовий склад дифузійної зони.

Ключові слова: *інтерметаліди, дифузійне зварювання, фазовий склад, зварене з'єднання, параметри зварювання.*

Проведено исследование процессов, происходящих при диффузионной сварке в вакууме никеля и ниобия. Проанализирована диффузионная подвижность компонентов и связь фазообразования в переходной зоне с параметрами сварки.

Проведены микроструктурные исследования, рентгенофазовый и микро-рентгеноспектральный анализ, установлены размеры интерметаллидных слоев и фазовый состав диффузионной зоны.

Ключевые слова: *интерметаллиды, диффузионная сварка, фазовый состав, сварное соединение, параметры сварки.*

The investigation of the processes occurring during diffusion welding in vacuum of nickel and niobium is carried out. The diffusion mobility of the components and the relationship of the phase formation in the transition zone with the welding parameters are analyzed.

Microstructural studies, X-ray and micro-X-ray spectroscopy were carried out, the dimensions of the intermetallic layers and the phase composition of the diffusion zone were determined.

Keywords: *intermetallics, diffusion welding, phase composition, welded joint, welding parameters.*

Актуальность проблемы. Получение сварных соединений из разнородных материалов, имеющих различные физико-химические и механические свойства является важной задачей для изделий ракетно-космической техники. Соединение никель-ниобий применяется при производстве жидкостных ракетных двигателей.

Практический интерес представляют исследования свариваемости разнородных соединений, выявления микроструктуры в сварных соединениях и установления протяженности фазовых полей для определения связи с параметрами и качеством соединения.

Для решения поставленных задач изготавливались специальные образцы соединений Ni-Nb.

На рис. 1 представлена микроструктура диффузионной зоны сварного соединения Ni-Nb. Трудность выявления микроструктуры диффузионного слоя сварных соединений состоит в подборе травителя одновременно протравливающего с достаточной четкостью все слои зоны диффузионного взаимодействия. Как правило, один или несколько слоев сильно затравливаются, что мешает исследованию микроструктуры и определению протяженности слоев.

Как видно, на представленной микроструктуре сварного соединения Ni-Nb происходит достаточно большое растравливание диффузионной зоны, поэтому выявить фазовые подслои и определить ширину диффузионной зоны можно только приблизительно.

Получение сварного соединения из разнородных материалов диффузионной сваркой в вакууме предполагает связь фазообразования в переходной зоне с параметрами сварки. Выяснение этой связи возможно через измерение зон фазовых полей.

Микроструктура переходной зоны соединения никеля с ниобием в зависимости от температуры нагрева и времени выдержки.

Формирование свойств сварного соединения Ni-Nb определяется, в конечном счете, состоянием и размером интерметаллидных слоев. Микроструктурный метод используется как дополняющий другие методы исследования, дающий информацию о расположении диффузионной зоны и её микроструктурном строении. При наличии этих данных появляется возможность наметить маршрут снятия слоев для послойного рентгенофазного анализа или выбрать направление сканирования электронным зондом при использовании микрорентгеноспектрального анализа.

В связи с недостаточной информацией о фазовом строении переходных слоев применялся рентгенофазовый анализ сварных соединений.

Методика рентгенофазного исследования заключалась в следующем.

Для определения наличия фаз, возникающих в результате диффузионных процессов, съемка проводилась с поверхности микрошлифов сварных соединений в районе диффузионной зоны. На дифрактограммах по рефлексам интенсивности идентифицировались фазы, имеющие место в конкретной системе согласно её диаграмме состояния.

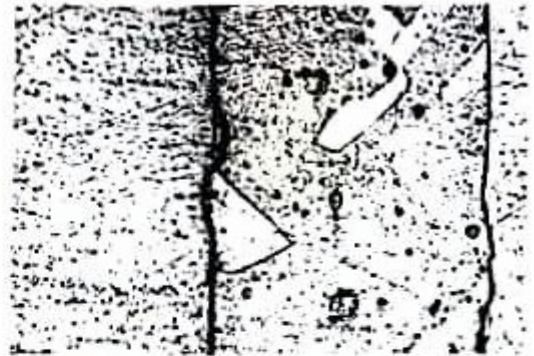
Для систем Ni-Nb определялось наличие интерметаллидов NbNi и NbNi₃, а также твердые растворы.

Рентгенофазовый анализ сварных соединений Ni-Nb в переходной зоне осуществляется на дифрактомере ДРОН-1 в монохроматическом излучении молибденового, медного и железного анодов. Объектом исследования служила поверхность образцов никель-ниобий, расколотых по плоскостям соединений.

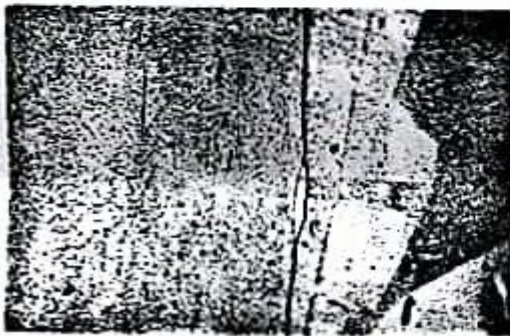
Для полного представления о фазовом строении переходной зоны исследуемая поверхность последовательно сполировывалась с последующей записью на дифрактомере и расшифровкой.



а



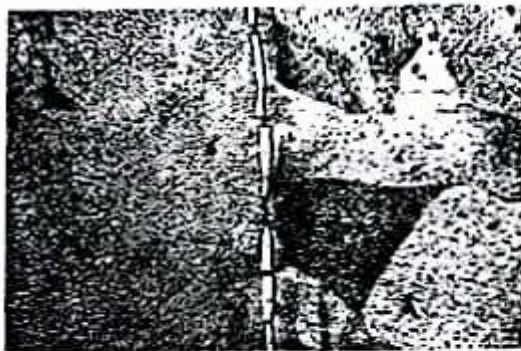
б



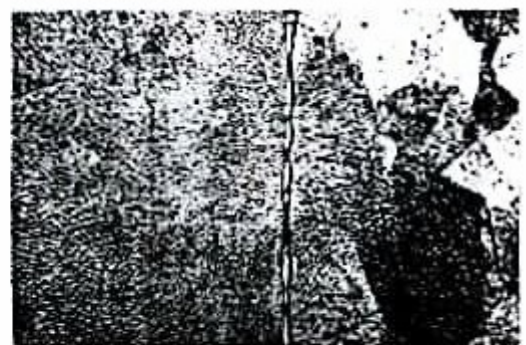
в



г



д



е

Рис.1 Зародки-фазы с последующим их ростом по поверхности с образованием сплошного слоя: $P=10$ МПа-const, $x500$
а) $T=1070$ К, $\tau = 1200$ с; б, в, г) $T=1120$ К, $\tau = 1800$ с;
д, е) $T=1220$ К, $\tau = 1800$ с.

После сравнения полученных дифрактограмм с соответствующими табличными данными и с дифрактограммами исходных образцов устанавливался фазовый состав переходной зоны соединения. В качестве эталона сравнения проводился рентгенофазовый анализ порошков интерметаллида NiNb в камере РКД в отфильтрованных хромовом и медном излучениях.

Микроструктурно было установлено, что в начальный период сварки на поверхности физического контакта возникают зародыши-фазы с последующим их ростом по поверхности с образованием сплошного слоя (рис.1).

По значениям межплоскостных расстояний, первая фаза на поверхности идентифицируется как интерметаллид $NbNi_3$. Дифрактограмма переходной зоны показывает, что вторая фаза, возникшая после завершения роста первого слоя, идентифицируется как интерметаллид NbNi.

В связи с тем, что при сварке разнородных металлов выявление микроструктуры производится, в основном, только за счет травящего полирования, некоторые объемы (слои) зоны могут не обнаружиться и будут установлены только по величине отпечатков микротвердости. Точность определения ширины диффузионной зоны сварного соединения может быть повышена применением микрорентгеноспектрального анализа.

На рис. 2 представлены концентрационные кривые никеля и ниобия в диффузионной зоне. Как видно, они не имеют ярко выраженных рефлексов, обозначающих фазовые образования, и в случае совмещения их с диаграммой состояния Ni-Nb никаких сведений о фазовых полях в диффузионной зоне получить не удастся. После нанесения на кривые концентраций, соответствующих интерметаллидам NbNi и $NbNi_3$ по никелю и ниобию, взятых из диаграммы состояния, на этих участках нет характерных признаков (рефлексов) интерметаллидов, и изменение концентрации происходит плавно. Единственная информация, которую можно судить только о своей ширине диффузионной зоны, измерив протяженность участка с учетом масштаба записи.

Концентрационный участок интерметаллида $NbNi_3$, нанесенный на концентрационные кривые, вообще не имеет признаков фазовых рефлексов. Следовательно, по материалам количественного микрорентгеноспектрального анализа определение расположения фазовых полей, их размеров и очередности в диффузионной зоне не представляется возможным.

Более существенную информацию дают концентрационные кривые качественного микрорентгеноспектрального анализа по составляющим компонентам через диффузионную зону. Концентрационные кривые распределения никеля и ниобия в диффузионной зоне сварного соединения были получены сканированием электронным зондом. Каждая концентрационная кривая записана со значительным запасом фона 100% и 0% каждого компонента. Такая запись необходима для полной уверенности захвата всей диффузионной зоны.

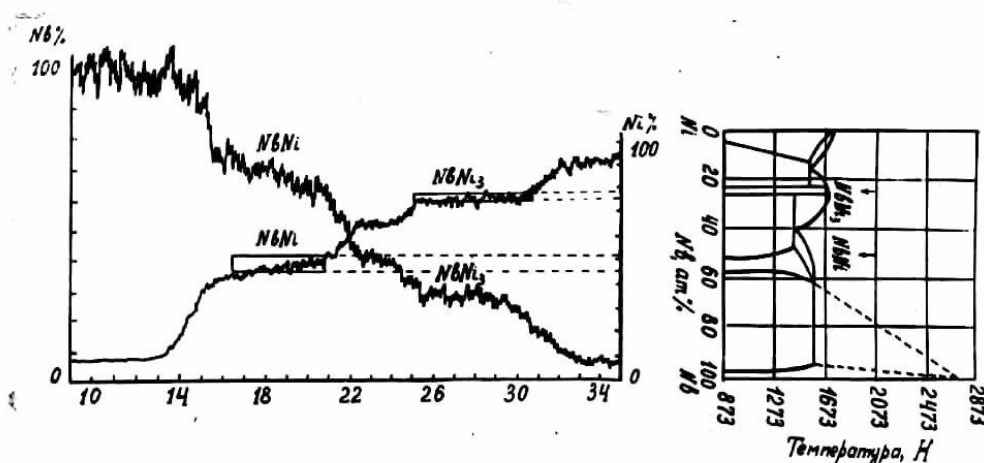


Рис.2 Концентрационные кривые сканирования Ni-Nb, совмещенные с диаграммой состояния : $P=10$ МПа, $T=1370$ К, $\tau = 1800$ с

Точки перегибов обозначающие начало и конец фазового слоя твердого раствора, его смеси с интерметаллидом, а также начало и конец интерметаллида, хорошо различаются для каждого поля на обеих концентрационных кривых, что позволяет определить протяженность фазового поля довольно точно.

Анализируя полученные данные для системы, можно констатировать, что применение микрорентгеноспектрального анализа в сочетании с микроструктурным, а также использование совмещенных диаграмм состояния дают возможность более детально изучать фазовый состав отдельных слоев диффузионной зоны, размеры диффузионных слоев, изменение их протяженности с изменением сварочных параметров и измерять общую протяженность диффузионной зоны.

Выводы: В работе проведены исследования процессов фазообразования. Устанавливаю, что наиболее предпочтительным для изучения диффузионных зон сварных соединений, полученных в твердой фазе, является качественный метод, проводимый сканированием электронным зондом через диффузионную зону, позволяющий фиксировать рефлекс фаз на непрерывных концентрационных кривых и довольно точно измерять их протяженность с изменением сварочных параметров.

Библиографические ссылки

1. Дятлова, С. И. Исследование влияния фазового состава диффузионных зон на надежность катодных устройств, полученных ДСВ / С.И. Дятлова // Диссертационная работа, 1992. – 240 с.
2. Кресанов, В. С. Высокоэффективный эмиттер электронов на основе гексаборида лантана / В. С. Кресанов, Н. П. Малахов. – М.: Энергоиздат, 1987. – 151 с.
3. Морозов, В. В. Анизотропия работы выхода электронов зонноплавленного гексаборида лантана / В. В. Морозов, И. П. Лобода // Тез. доклад. XVIII Всесоюзной конференции по эмиссионной электронике. – М., 1981. – С. – 183 – 185.
4. Нечушкин, В. В. Исследование диффузионных соединений никелевых сплавов с ниобием/ В. В. Нечушкин, А. Г. Фесенко // Тез. доклад VIII Всесоюзной конференции по диффузионной сварке. – М., 1977. – С. 53 - 54.
5. Потехин, Б. А., Измайлов Д. К. Особенности диффузионной сварки в вакууме без приложения внешнего давления // Сварочное производство. – 2008. – №2. – С. 8-13.
6. Способ диффузионной сварки в вакууме без приложения внешнего давления : патент №2548786 RU, МПК В23К20/20/14 Потехин Б. А., Христолюбов А.С., Измайлов Д. К. (RU). – 2013137957/02; Заявл. 13.08.2013; опубл. 27.04.2015.

Надійшла до редколегії 03.08.2017