

复相 Al₂O₃ 基陶瓷/钢大气中直接钎焊 连接界面的微观组织结构

刘军红, 孙康宁, 龚红宇, 谭训彦
(山东大学 材料科学与工程学院, 济南 250061)



刘军红

摘 要: 在大气中对复相 Al₂O₃ 基陶瓷与钢进行了直接钎焊连接。采用扫描电镜、能谱分析和 X 射线衍射等测试手段, 对接头的微观组织形貌、特征点的成分和界面反应产物等进行了分析研究。结果表明, 在一定的工艺条件下, 可以实现复相 Al₂O₃ 基陶瓷/钢在大气中的直接钎焊连接。复相 Al₂O₃ 基陶瓷/钢的接合为元素的扩散和界面反应的综合结果, 界面反应产生的新相主要为复合化合物 FeWO₄。
关键词: 陶瓷/钢连接; 大气中钎焊; 界面反应; 微观组织
中图分类号: TG454 文献标识码: A 文章编号: 0253-360X(2003)06-26-03

0 序 言

陶瓷材料的广泛应用是高科技发展的必然趋势,而在实际应用中常需将陶瓷与金属连接起来,以充分发挥它们各自不同的优良性能。由于陶瓷脆性大、韧性低,导致加工成形和焊接困难,因此陶瓷与金属的连接是陶瓷材料得以发展和广泛应用的关键技术。长期以来人们都在探索各种各样的陶瓷与金属的连接方法和工艺。目前,陶瓷与金属的连接多在真空炉及氢、氩气炉中进行,其连接方法仍以固相扩散焊、活性钎焊和间接钎焊等为主^[1~4]。而对于使陶瓷和金属在大气中用普通钎焊方法连接的研究和报道还很少。

为了解决陶瓷大气中钎焊的两大难题——润湿性和热应力,作者做了大量试验和采取了相应的措施。由于在大气中钎焊时钎料在陶瓷表面只结成球珠不润湿,所以首先在陶瓷材料设计上增加了润湿性强的添加相,这样使陶瓷材料既保持高硬度和好的抗弯强度(见下表),又使它的润湿性得到改善。其次在焊接工艺方案上,为防止陶瓷被急冷急热,减小焊接应力和进一步使钎料易铺展,采用了较高的预热温度等措施,终于实现了所研陶瓷与钢在大气中用普通火焰钎焊直接接合。用扫描电镜、能谱分析和 X 射线衍射等测试手段对钎焊接头的微观组织形貌、特征点的化学成分和界面反应产物进行了观察和分析。

1 试验方法

1.1 试验材料

试验用材料为热压烧结复相 Al₂O₃ 基陶瓷,其主要组成见表 1,主要性能见表 2,尺寸为 15 mm×15 mm×5 mm。金属材料为 45 钢。钎料为丝状铜锌钎料(铜约 60%,其余为锌)。钎剂成分为硼砂。

表 1 陶瓷材料的主要组成(质量分数,%)

Table 1 Main ingredient of ceramics			
Al ₂ O ₃	(W, Ti)C	Ni	MgO
40~55	40~55	0.5~0.8	0.2~0.5

表 2 陶瓷材料的主要性能

Table 2 Main feature of ceramics				
Bending strength	Hardness	Impact value	Density	Grain size
σ_w /MPa	HRA	$E/(J \cdot cm^{-2})$	$\rho/(g \cdot cm^{-3})$	$d/\mu m$
800~1180	94~95	≥ 1.5	≥ 6.65	≤ 0.5

1.2 钎焊

将所研陶瓷待焊表面在金刚石砂轮上轻磨,使其上有微细磨槽,目的是钎焊时进一步使钎料易流布铺展。

45 钢预热到 200℃左右,将陶瓷放入预热炉中缓慢加热,预热温度为钢预热温度的 4 倍以上。这样陶瓷材料的预热温度较高,既能避免其钎焊时被急热,可减小应力,又有利于钎焊时的润湿。

预热的 45 钢放置在工作台上,用钎焊火焰略环

绕烘烤做好焊接准备,将预热好的陶瓷取出放置在 45 钢上,立刻钎焊,钎焊时间为 120~180 s 焊时多添加钎剂,焊后将焊件放入原预热炉内,炉中温度 800 ℃,随炉缓慢冷却。

1.3 测试

钎焊接头的试样分析面经机械研磨和抛光后,用 3% 的硝酸酒精腐蚀。

用 JXA-840 型扫描电镜(配有能谱仪)对试样进行了微观形貌观察,对其成分进行了定点的能谱分析,用 DMAX-IC 型 X 射线衍射仪对界面反应产物进行了测试分析。

2 试验结果及分析

2.1 陶瓷/钢普通钎焊接头的微观组织形貌

图 1 是所研陶瓷/钢普通钎焊接头的 SEM 像,图中左侧为所研陶瓷,右侧为钢,整个接头从左至右

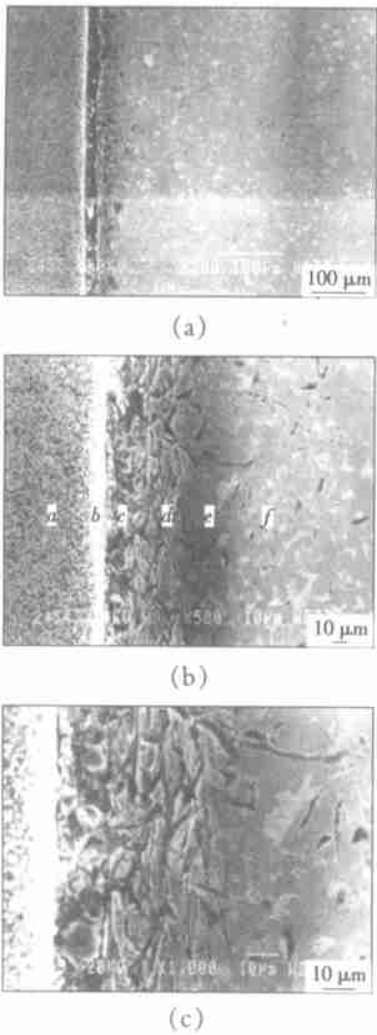


图 1 陶瓷/钢普通钎焊接头的 SEM 像

Fig. 1 SEM micrograph of Al₂O₃ base ceramic composite/ steel brazed joint

可分为 *a*、*b*、*c*、*d*、*e*、*f* 6 个特征区。*a* 区为所研陶瓷。*b* 区图中为一白亮带,分析认为这是陶瓷侧边缘,在试样磨平时,由于两侧材料硬度不同,所导致的软硬材料在连接处的凸凹现象在电镜光线反射下形成的。中间的 *c* 区和 *d* 区,其显微组织与陶瓷和钢都明显不同,为针叶网状组织。*e* 区是中间区与钢的连接区,由图中可见该区针叶状组织明显变稀少,与右侧母材钢均匀接合。*f* 区为钢。

2.2 陶瓷/钢普通钎焊接头特征点的成分

表 3 列出 *a*、*b*、*c*、*d*、*e*、*f* 6 个点的能谱分析化学成分。

表 3 钎焊界面特征点的成分(质量分数, %)

Table 3 Chemical composition of characteristic points of brazing interface

Position	Al	Ti	W	Cu	Zn	Cr	Si	Fe
<i>a</i>	26.52	18.67	50.85	—	—	0.97	—	2.99
<i>b</i>	15.85	16.81	31.19	—	—	0.85	—	35.90
<i>c</i>	5.21	2.55	29.04	3.16	2.29	—	—	57.74
<i>d</i>	2.36	0.16	60.66	0.94	0.14	0.33	—	35.42
<i>e</i>	0.45	0.05	1.96	0.18	0.01	0.24	3.69	93.52
<i>f</i>	—	—	0.19	0.18	0.05	0.54	0.21	98.83

在表内钢中的 Fe 元素和陶瓷成分中的 W 元素的质量分数梯度分布特别引人注目,可以看出 Fe 元素部分地扩散到陶瓷内(陶瓷成分中原来不含有 Fe 元素),而 W 元素也明显地扩散到钢中。并且在中间反应区(*c* 区、*d* 区和 *e* 区)内,除钎料中的 Cu、Zn 和钢中的 Fe 元素外,尤其是陶瓷中的 W、Al、Ti 元素,均从左侧陶瓷中向右扩散开来。其中 Fe 元素和 W 元素二者的相互扩散和反应非常明显,在整个接头内,Fe 元素从钢到陶瓷, W 元素从陶瓷到钢,分别呈梯度分布,且在中间部分(*c* 区和 *d* 区)有两个峰值,结合接头的 SEM 像,分析认为其反应可能生成针叶状组织。

2.3 陶瓷/钢普通钎焊接头界面的反应产物

图 2、图 3 和图 4 分别为所研陶瓷、钎料和钢的 X 射线衍射图,图 5 为接头试样横断面的 X 射线衍射图。从图 5 中排除图 2~图 4 中的已知衍射峰之外,还可见一明显未知衍射峰,峰值为 3.047。分析认为在所研陶瓷/钢接头发生了界面反应,界面有新相产生。经分析认为是 WC 的氧化物与钢中的 Fe 和钎料中的 Zn 反应生成的复杂化合物 FeWO₄ 和 ZnWO₄,其中以 FeWO₄ 为主,这一结果与能谱分析测得中间层(*c* 区、*d* 区、*e* 区)内 Fe 元素和 W 元素出现峰值及两者的质量分数占 86%~96%相吻合。

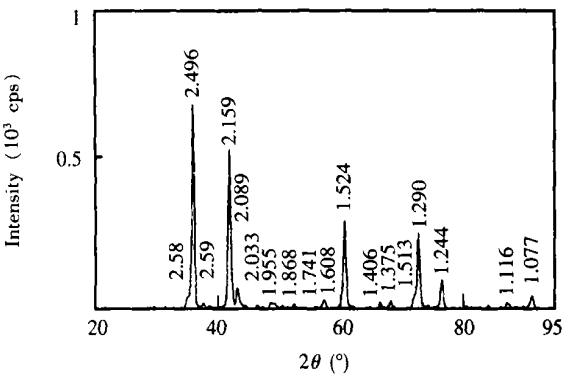


图 2 陶瓷材料的 X 射线衍射图

Fig. 2 XRD spectrum of Al_2O_3 -base ceramic composite

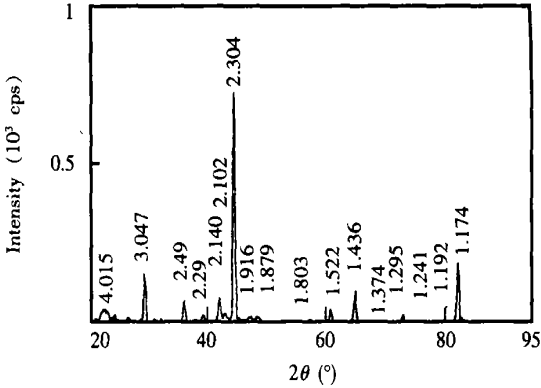


图 5 钎焊接头试样横断面的 X 射线衍射图

Fig. 5 XRD spectrum of cross section of joint of specimen

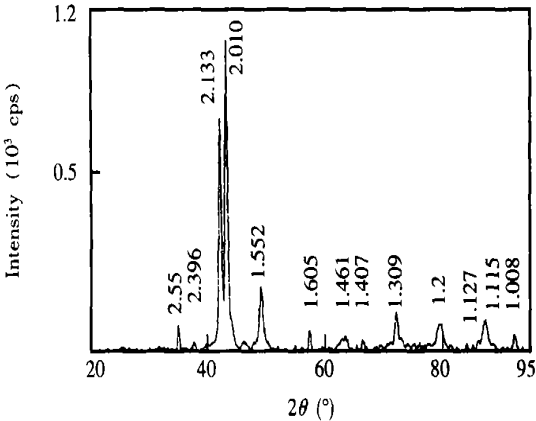


图 3 钎料的 X 射线衍射图

Fig. 3 XRD spectrum of brazing filler metal

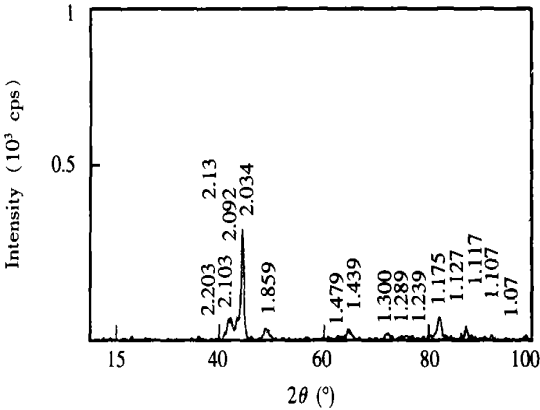


图 4 钢的 X 射线衍射图

Fig. 4 XRD spectrum of steel

3 结 论

(1)在适当的工艺措施条件下,将钢预热 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上,陶瓷预热温度 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$,钎焊时间 150 s 左右,焊后将焊件放入原预热炉(炉内温度 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右)中,随炉缓慢冷却。可以实现复相 Al_2O_3 基陶瓷与钢在大气中的直接钎焊连接。

(2)复相 Al_2O_3 基陶瓷与钢普通钎焊的接合主要是 Fe 元素和 W 元素的扩散以及界面发生反应的综合结果。

(3)界面反应产生的新相主要为 FeWO_4 复合化合物,反应区为针叶网状显微组织。

参考文献:

[1] 刘会杰,冯吉才,钱乙余. SiC/TiAl 扩散连接接头的界面结构及连接强度[J]. 焊接学报, 1999, 20(3): 170~173.
[2] 吴铭方,于治水,蒋成禹,等. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu-Ti-Zr/Nb}$ 钎焊研究[J]. 机械工程学报, 2001, 37(5): 81~84.
[3] 于治水,吴铭方,祁 凯,等. $\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{Ag}_{72}\text{Cu}_{28})_{97}\text{Ti}_3/\text{Ti}-6\text{Al}-4\text{V}$ 界面反应[J]. 机械工程学报, 2002, 38(2): 31~34.
[4] 鲁燕萍,高陇桥. AlN 陶瓷的薄膜金属化及其与金属的焊接研究[J]. 真空科学与技术, 2002, 20(3): 190~193.

作者简介: 刘军红,女,1952 年出生,副教授。主要从事工程材料及制造工艺的教学和新材料的焊接研究。发表论文 20 余篇。

Email: Sun Kangning @sina. com