

Charakterystyka złączy ze stopów tytanu wytworzonych przy użyciu wielowarstwowych folii Ni/Al i Ti/Al.

Characterization of joints of titanium alloys manufactured with the use of Ni/Al and Ti/Al multilayers.

Lukasz Maj

Streszczenie

Głównym celem niniejszej rozprawy doktorskiej jest wytworzenie i charakterystyka złączy ze stopów tytanu uzyskanych przy użyciu wielowarstwowych folii z układów warstw Ni/Al oraz Ti/Al metodą spajania rezystancyjnego.

Reaktywne folie wielowarstwowe o okresie nanometrycznym wzbudziły znaczne zainteresowanie ze względu na duże ilości ciepła wytwarzanego w czasie reakcji egzotermicznych. Jest to związane z wysoką ujemną entalpią tworzenia faz międzymetalicznych oraz krótką drogą dyfuzji między substratami reakcji, co pozwala na inicjację tzw. samo-podtrzymującej wysokotemperaturowej syntezy (SHS) propagującej w takim cienkowarstwowym materiale w formie płaskiego frontu. Temperatura adiabatyczna reakcji w układzie wielowarstwowym może przekraczać 1000 °C i silnie zależy od jego wymiarów geometrycznych. Duże ilości ciepła generowane w krótkim czasie pozwalają na dostarczenie energii bezpośrednio w obszar złącza, co otwiera nową drogę w zakresie łączenia takich materiałów jak stopy tytanu. Eksperymenty wykazały jednak, iż ciepło uzyskane z folii o grubości kilkudziesięciu mikrometrów nie jest wystarczające do wytworzenia trwałego połączenia.

Dlatego, w ramach niniejszej rozprawy doktorskiej zaprezentowano nowy sposób łączenia z

wykorzystaniem ciepła generowanego podczas gwałtownych reakcji egzotermicznych wielowarstw wspomaganego dodatkowym grzaniem rezystancyjnym. W tym celu w programie COMSOL® Multiphysics przeprowadzono symulacje rozkładu temperatury w obszarze złącza podczas procesu łączenia. Równocześnie, otrzymane materiały charakteryzowano pod kątem ewolucji mikrostruktury przy zwiększaniu czasu trwania procesu łączenia metodami skaningowej oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej (SEM/TEM). Profile zmian składu chemicznego na granicy materiał bazowy/folia wielowarstwowa wyznaczono metodą spektroskopii promieniowania rentgenowskiego z dyspersją energii (EDS). Pomiary właściwości mechanicznych złączy badane były drogą testów twardości i wytrzymałości na ścinanie.

Otrzymane wyniki wskazują, że wykorzystanie ciepła generowanego podczas propagacji frontu reakcji egzotermicznej w folii wielowarstwowej Ni/Al lub Ti/Al wspomaganą dodatkowym grzaniem rezystancyjnym pozwala na uzyskanie trwałego złącza pomiędzy elementami wykonanymi ze stopu Ti-6Al-4V. Sumaryczny wkład ciepła egzotermicznej reakcji wielowarstwowej folii oraz grzania rezystancyjnego umożliwia szybkie dojście i utrzymanie temperatury w strefie złącza na poziomie $\sim 800^{\circ}\text{C}$, tj. wszystkie reakcje w granicach pomiędzy przereagowaną folią wielowarstwową a stopem Ti-6Al-4V mają cechy przemian w stanie stałym. Co więcej, występuje korzystny gradient temperatury na granicy złącza przyspieszający lokalne procesy dyfuzji. Otrzymane złącza charakteryzują się znaczną wytrzymałością na ścinanie dochodzącą do 450 MPa. Jednocześnie jej stopniowy wzrost wraz z wydłużaniem czasu procesu łączenia wskazuje, że zachodzący wtedy powolny wzrost temperatury przy równoczesnym docisku prasy hydraulicznej stopniowo eliminuje porowatość z granic łączonych elementów i zwiększa zakres przereagowanych powierzchni.

Podsumowując, rezultaty niniejszej pracy potwierdzają relatywnie wysokie właściwości wytrzymałościowe wytworzonych złączy, znacznie przekraczające te, uzyskane przy pomocy takich metod jak lutowanie reaktywne czy też spajanie dyfuzyjne, przy zachowaniu wyjściowej twardości materiału bazowego. Dlatego też zaprezentowany proces, oparty o wykorzystanie reakcji wielowarstw wspomaganą grzaniem rezystancyjnym, posiada dużą przewagę w skali temperaturowo-czasowej nad metodami takimi jak lutowanie reaktywne czy spajanie dyfuzyjne.

Abstract

The main aim of the present work was to fabricate and characterize the joints between parts of titanium alloy obtained with the use of Ni/Al and Ti/Al multilayer foils applying resistive joining method.

Reactive metallic multilayer foils, characterized by a nanometric period, attracted considerable attention due to large amount of heat generated during their exothermic reactions. Such a fact is connected with a large negative enthalpy of formation of intermetallic phases and short diffusion path between reagents, what allows to initiate so-called self-sustaining high-temperature synthesis (SHS) that propagates in such a system in the form of planar reaction front. Adiabatic temperature of multilayer reaction may exceed 1000°C and strongly depends on its dimensions. Large amount of heat released in a very short time allows to provide an energy directly into the joint area, what may open a brand new way in joining of titanium alloys. However, the results of up-till-now performed experiments revealed that the amount of heat generated during reaction of a foil with a thickness of tens of micrometers is not sufficient to obtain a firm connection.

Therefore, the present work presents a new method of joining of titanium alloys which takes advantage of heat released during rapid exothermic reactions of metallic multilayer foils supported by subsequent resistive heating. The above aim was achieved through simulations of temperature distribution in the joint area during joining process performed using COMSOL software. Simultaneously, the microstructure observations of obtained joints, performed with the use of scanning and transmission electron microscopy (SEM/TEM) techniques, were aimed at characterization of microstructure evolution during extended resistive heating. The analysis of chemical composition changes across the interface between base material and multilayer foil was performed by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) method. Mechanical properties of obtained joints were evaluated through hardness and shear strength tests.

The results of present experiments suggest that supporting the heat generated during propagation of exothermic reaction front along the Ni/Al or Ti/Al multilayer foil by additional resistive heating allows to obtain a firm joint between parts made of Ti-6Al-4V alloy. A total input of heat being a sum of the one released during rapid exothermic reaction and this related to resistive heating allows for a fast temperature raise up to ~800°C. All the reactions, taking place at the interface between multilayer foil and Ti-6Al-4V alloy, were controlled by a solid state diffusion, accelerated by the temperature gradient in the joint area. Obtained joints were characterized by the shear strength approaching 450 MPa. Simultaneously, a gradual increase of strength with joining process time indicates the elimination of nanoporosity at the interface between joined elements being a result of a slow increase of temperature and a load of mechanical press.

Summarizing, the results obtained in present experiments confirmed relatively high mechanical strength of fabricated joints, significantly exceeding those acquired with the help of the methods, such as reactive soldering or diffusion bonding, with simultaneous preserving the initial hardness of base material. Therefore, presented joining method, based on heat released during reaction of metallic multilayers supported by resistive heating, has the advantage in the time-temperature scale over the currently applied methods of joining of metallic materials.

[Recenzja - Prof. T. Moskalewicz](#)

[Recenzja - Prof. H. Garbacz](#)