

NiTiNb 激光焊接接头退火前后的显微组织和力学性能分析

陆巍巍 陈玉华 黄永德 付强

(南昌航空大学轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室, 江西 南昌 330063)

摘要 采用 Nd:YAG 脉冲激光焊机实现了 200 μm 厚的 NiTiNb 形状记忆合金的激光焊接。焊接接头在 850 $^{\circ}\text{C}$ 进行了退火处理。借助于光学显微镜、扫描电镜、精密拉伸机对接头的显微组织和力学性能进行了分析。结果表明, 未热处理焊接接头的显微组织存在分层现象。熔合区的晶粒外延生长, 焊缝中心为细小的等轴晶。焊接接头的抗拉强度为母材的 90%。焊接接头断口韧窝小而浅, 表现为延性断裂。热处理后焊缝的等轴晶消失, 粗晶区和偏析区交替分布。母材和焊接接头都出现了应力诱发马氏体现象, 表现为伪弹性。焊接接头的屈服强度仅为母材屈服强度的 60%, 母材和焊接接头的显微硬度低于热处理前的显微硬度。

关键词 激光技术; 超细等轴晶; 激光微焊接; 伪弹性

中图分类号 TG456.7 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201441.1003001

Microstructure and Mechanical Property Analysis About NiTiNb Laser Welding Joint Around Heat Treatment

Lu Weiwei Chen Yuhua Huang Yongde Fu Qiang

(National Defense Key Disciplines Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology, Nanchang Hangkong University, Nanchang, Jiangxi 330063, China)

Abstract Laser welding of 200 μm thickness NiTiNb shape memory alloy is achieved by Nd:YAG pulse laser. The welding is annealed at 850 $^{\circ}\text{C}$. Microstructure and mechanical properties are analyzed by optical microscope, scanning electron microscope and precision tensile machine. The results indicate that a layered microstructure occurs before heat treatment. Grains in the fusion area are epitaxial growth and the weld center are full of small isometric crystals. The tensile strength of the welding joint reach 90% of the matrix. Small and light dimples are observed on the welding joint fracture, which means it is ductile fracture. All the isometric crystals in the welding joint vanish after heat treatment, and coarse grain region and segregated spot have alternate distribution. Stress induced martensite occurs in both matrix and welding joint, which is called pseudo-elasticity. The yield strength of the welding joint with heat treatment is only 60% of the matrix. The micro-hardness of the matrix and welding joint with heat treatment is lower than those of the unheated ones.

Key words laser technique; super fine isometric crystal; micro-laser welding; pseudo-elasticity

OCIS codes 140.3390; 140.3538; 140.3530

1 引言

$\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ (NiTiNb) 是一种宽滞后的形状记忆合金^[1]。用这种材料制作的零件可以在室温储存和运输。已经开发出来的 NiTiNb 形状记忆合金产

品有管接头、密封插头和形状记忆合金驱动器^[2-4]等。

Wu 等^[5]研究了 NiTiNb 的钨极氩弧焊。对于未退火的焊接接头而言, 拉伸过程中焊接接头的裂

收稿日期: 2014-02-21; 收到修改稿日期: 2014-04-29

基金项目: 上海航天科技创新基金 (SAST201209)、江西省科技计划 (20133BBE50021)、江西省自然科学基金 (2007GQC1513)、南昌航空大学卧龙之星培养计划 (201302)、江西省高等学校科技落地计划 (KJLD14055)

作者简介: 陆巍巍 (1984—), 男, 硕士研究生, 主要从事激光焊接形状记忆合金方面的研究。E-mail: 258227761@qq.com

导师简介: 陈玉华 (1979—), 男, 博士, 教授, 主要从事特种焊接技术和异种材料等方面的研究。

E-mail: ch.yu.hu@163.com

纹产生于熔合区,观察到了明显的解理台阶,表明焊接接头属于脆性断裂。热处理后焊缝变为韧性断裂,在韧窝内观察到了 $(\text{Ti}, \text{Nb})_2\text{Ni}$ 颗粒。Grummon等^[6]采用了钎焊的方法焊接了NiTiNb。焊接接头的强度、刚度和转变功能都很好。Han等^[7]研究了NiTiNb形状记忆合金丝的脉冲电阻焊。焊接接头性能良好,但是对于焊接结构受到一定的限制。氩弧焊、钎焊和电阻焊都有较大的热输入量,不适用于薄板的焊接。因此需要一种小热输入量的焊接方法来焊接精密零件。

Chen等^[8]使用Nd:YAG激光焊接了1 mm厚的NiTiNb薄板。激光焊接接头的显微组织由TiNi相和 $\beta\text{-Nb}$ 相组成, $\beta\text{-Nb}$ 在接头中分布不均匀。室温时焊接接头的显微硬度和抗拉强度高于母材。然而最优焊接工艺参数和焊接后热处理还需要进一步的研究。Gugel等^[9]采用Nd:YAG激光焊接了100 μm 厚的NiTi合金,抗拉强度达到了纯NiTi丝的75%。Gong等^[10]采用脉冲激光焊接了200 μm 厚的TiNi形状记忆合金,焊接接头的强度能达到轧制母材的97%,延伸率和基体相当。由此可见激光焊适合焊接形状记忆合金薄板。但是形状记忆合金的形状记忆性能需要经过热处理才能获得,并且对于B2结构的记忆合金,要想具有较好的超弹性,其晶粒尺寸要求不大于1 mm,因此需要对激光焊缝进行合适的热处理。

Mahmud等^[11]研究了Ti-50.2%Ni(质量分数)合金冷作硬化后退火温度对马氏体稳定化的影响。发现在低于再结晶温度范围减小退火温度会导致应力诱发马氏体转变和马氏体回复的临界应力增加。Yan等^[12]发现热轧母材的临界应力随着850 $^{\circ}\text{C}$ 时冷却速率的增加而减小,850 $^{\circ}\text{C}$ 退火的板材变形量在7.0%~7.4%时,织构对回复应变没有明显的影响。然而激光焊接接头及其热处理后的显微组织与力学性能并不清楚。因此本文希望通过比较分析热处理前和热处理后激光焊接接头的显微组织和力学性能,为形状记忆合金的开发利用提供一定的理论指导。

2 试验方法

试验材料为0.3 mm厚带氧化皮的热轧态 $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ 薄板。采用线切割加工成20 mm \times 25 mm的焊接试样。按照文献^[13]的要求,采用丙酮溶液清洗表面油污后,放入质量比为 $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}=1:3:5$ 的混合溶液中浸泡,然后用清水冲洗并吹干。用螺旋测微器测量厚度,厚度控制在 $(0.2 \pm$

0.01 mm)以内。试验设备是Sisma公司生产的SL80型Nd:YAG激光焊接系统,激光波长为1.06 μm ,激光功率为500 W。工艺参数为正交优化后的参数。平均功率半分为21,脉宽为4.5 ms,频率为4.5 Hz,光斑直径选取 $\Phi=0.2$ mm。焊接速度为0.3 mm/s。玻璃保护箱整体氩气保护焊接时,将玻璃保护箱扣于工装上面。保护气流量为10 L/min。接头形式为I形对接,焊缝垂直于轧制纤维方向。焊前将试样对齐并且将两端用激光点焊定位。热处理采用GSL-1600X真空管式高温烧结炉,在850 $^{\circ}\text{C}$ 保温1 h后随炉冷却。

拉伸标准参照文献^[14]使用INSTRON5540型电子精密拉伸试验机进行拉伸试验,拉伸试验时室温为10 $^{\circ}\text{C}$ 。每个参数加工三个拉伸试样,取拉伸平均值。使用401MVD数字显微硬度计测量焊接接头的显微硬度分布。测量点间距为0.05 mm,加载载荷为300 g,加载时间为10 s。使用MR5000倒置显微镜观察金相组织,使用Nova Nano SEM450型场发射扫描电镜进行显微组织观察,二次电子图像分辨率为1.0 nm。

3 试验结果

3.1 热处理前接头显微组织

从图中1(a)中可以看出焊缝表面和背面平整。正反面都无余高和凹陷。从截面观察未见明显的裂纹、气孔等缺陷。焊缝上部较宽,下部较窄。熔池的重力、表面张力和金属蒸汽的反作用力形成一个平衡体系。从焊缝水平面观察到收弧处存在一个较大的凝固缩孔,属于典型的匙孔焊缝形貌。熔化的金属在重力、表面张力和金属蒸汽的作用下使熔池发生剧烈搅动。材料吸收激光之后,温度迅速升高使焊缝处金属熔化。接头经过重熔和再结晶后组织发生了明显变化。母材为NiTi基体和 $\beta\text{-Nb}$ 共晶组织。NiTi中固溶有一定含量的Nb。图中箭头所示黑色部分是 $(\text{Ti}, \text{Nb})_2\text{Ni}$ 相。 $(\text{Ti}, \text{Nb})_2\text{Ni}$ 为硬质颗粒,弥散分布在热轧后的织构中。在热影响区仍然可以看到这种颗粒,而在焊缝中 $(\text{Ti}, \text{Nb})_2\text{Ni}$ 颗粒完全消失。从宏观图上可以发现焊缝出现了明显的分层结构,这可能和激光的脉冲作用和熔池的温度梯度有关,分层带即为熔池的等温面,晶粒的生长垂直于等温面。从图1(c)中可以看出带状区域是树枝晶的枝桠处,后续树枝晶在此区域进行分岔后竞争生长。这一区域的形成是因为脉冲激光作用导致局部过冷度较大,凝固前沿晶粒迅速长大。这种分层结构实际

上是带状粗大树枝晶和细小的等轴晶交替分布。

图 1(b)中有基底材料(BM)、热影响区(HAZ)和焊缝(WB)三个区域,可以看出激光焊接接头熔合区范围很窄,仅为一至两个晶粒宽的平面晶且微观行为较为复杂。化学成分和组织性能极不均匀,对接头的强度和韧性有很大影响。熔化边界处的母材是熔合区晶粒形核的基底。熔池中的液态金属与基底直接接触并且润湿良好,晶胞很容易在基体晶粒上形核。从图中可以看出熔合区的晶粒生长具有明显的外延生长特征。从各个晶粒生长出来的枝晶都指向同一方向。熔合区与焊缝交界处为竞争生长。由于垂直

于熔池的方向温度梯度最大,散热最快,所以晶粒垂直于熔池边界的方向生长。与熔池边界垂直的晶粒抑制了取向不利的晶粒的生长。从图 1(c)中可以发现该区域为细小的树枝晶。垂直于等温面成一定角度生长。带状组织同样具有外延生长基底的特征,宏观图上的光亮带是较为粗大的树枝晶。图 1(c)表明焊缝中心区域的组织为 $1\ \mu\text{m}$ 左右的超细等轴晶。焊缝由 NiTi 基体相和富含 Nb 的晶界共晶化合物组成。Nb 在晶界富集形成了网状的晶界沟槽。在晶粒内部也可以发现过饱和的 Nb 元素析出。

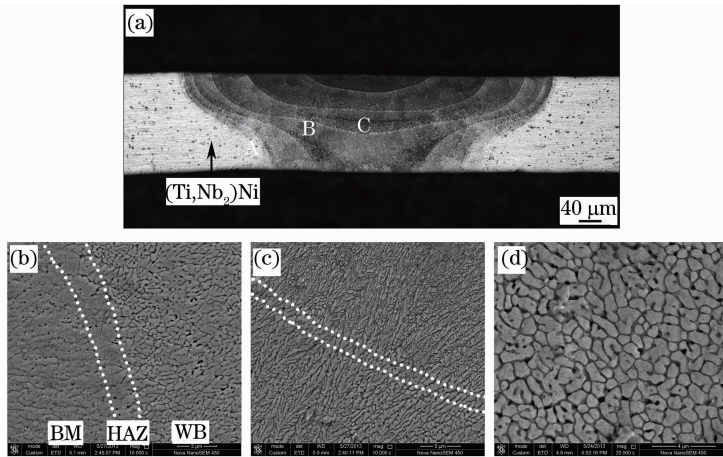


图 1 未热处理焊接接头显微组织。(a) 未热处理焊接接头宏观形貌；(b) 熔合区 A 显微组织；(c) 带状部位 B 显微组织；(d) 焊缝中心 C 显微组织

Fig. 1 Microstructure of unheated welding joint. (a) Macroprofile of unheated welding joint; (b) microstructure of fusion zone A; (c) microstructure of banding position B; (d) microstructure of welding joint centre C

3.2 热处理后接头显微组织

850 °C 退火后的宏观形貌如图 2(a) 所示。从图中可以发现热处理后的组织和热处理前的组织发生了较大的变化。热处理之后焊缝上表面和下表面均出现内凹,必然对焊缝强度有一定影响。母材中的硬质 $(\text{Ti}, \text{Nb})_2\text{Ni}$ 仍然存在。焊缝呈“菊花”分层形貌,但和母材有所不同。焊缝中的带状组织消失, NiTi 基体晶粒明显变粗。部分区域析出物较多,难以分辨出明显的晶界,可能为富 Nb 相聚集。粗晶区域和析出物区域交替分布。粗晶区域在焊缝上部较宽,而颗粒状物质在焊缝下部较宽。焊缝中心区域上部全部为粗晶区,而粗晶区外边包围着一层析出物区域。

图 2(a)中可以看出热处理后接头的热影响区和熔合区完全消失,在母材和焊缝交界处形成了外延生长的平面晶。由于热处理使焊缝中的金属元素发生了扩散,形成了宏观偏析。在图中箭头所示区域出现了颗粒较大的链状第二相。图 2(b)中可以

看出焊缝中的树枝晶消失,粗晶区和析出物区域没有明显的界限。弥散分布的析出相呈弧形分布将两个粗晶区分开。交界处晶界不完整,部分与析出物相交的区域晶界消失。焊缝的超细晶粒相互吞并长大成粗晶。图 1(c)可以看出焊缝正中间细小的等轴晶消失,焊缝上面形成了一个粗晶区,下面形成了一个析出物弥散分布的区域。和析出物较近区域的晶粒较小,而远离交界处晶粒有长大的趋势。

晶粒中的析出物区域是由于焊接时冷却速度较快, Nb 元素固溶于 NiTi 基体中形成过饱和的固溶体。退火时由于冷却速度较慢,过饱和的 Nb 元素在基体中析出。析出物区域细小晶粒相对于焊缝原始晶粒有所长大,部分晶界消失,但还是能看到一些不完整的晶界。一般认为,发生异常晶粒长大的原因是弥散的夹杂物、第二相粒子或织构对晶粒长大过程的阻碍。焊缝中的一些特殊晶粒能脱离夹杂物的束缚,获得优先长大的机会,并逐步吞食掉周围的小晶粒,使晶粒大小越来越悬殊,直到这些大晶粒完

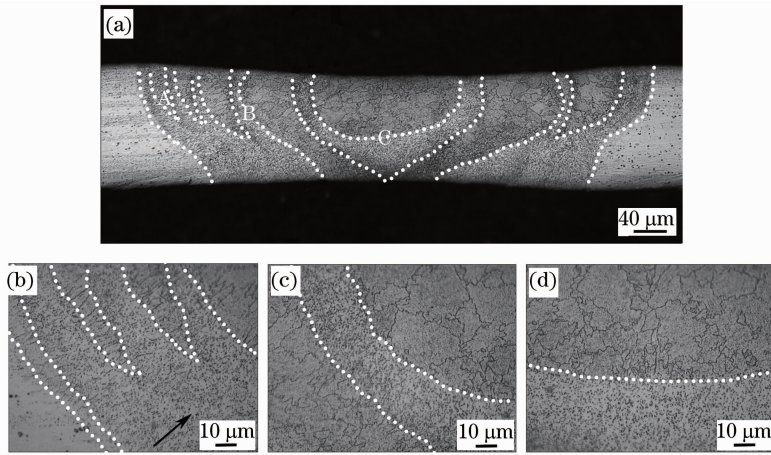


图 2 热处理后焊接接头显微组织。(a) 热处理后焊接接头宏观形貌；(b) 熔合区 A 显微组织；(c) 富 Nb 区 B 显微组织；(d) 焊缝中心 C 显微组织

Fig. 2 Microstructure of welding joint with heat treatment. (a) Macroprofile of welding joint after heat treatment; (b) microstructure of fusion zone A; (c) microstructure at the area rich in Nb B; (d) microstructure of welding joint centre C

全相互靠拢在一起为止。这种二次再结晶导致接头的强度、塑性、韧性降低。

3.3 热处理前后母材与接头力学性能比较

母材的拉伸方向顺着轧制纤维方向，焊接接头的方向垂直于轧制方向。从图 3 中可以看出热轧态的母材抗拉强度为 919 MPa，焊接接头的抗拉强度为 828 MPa，焊接接头的抗拉强度为母材的 90%。母材和焊接接头都没有明显的屈服平台，说明没有发生应力诱发马氏体转变，热轧态的母材和焊缝都没有形状记忆效应。焊接接头断裂时应变达到 12%，母材断裂时的应变为 16%，可以看出母材和焊接接头都具有较好的延展性。焊接接头断裂前与母材的应力-应变曲线接近于重合，杨氏模量基本相当。

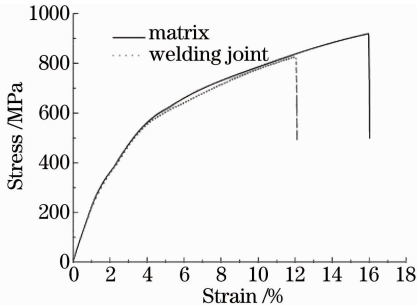


图 3 未热处理母材和焊接接头的应力-应变曲线
Fig. 3 Stress-strain curves of unheated matrix and welding joint

热处理后的母材和焊接接头在应变达到 6% 时缓慢卸载，应力-应变曲线如图 4 所示。母材的上平台应力为 454 MPa，焊接接头的上平台应力为 274 MPa，焊接接头的上平台应力仅为母材的 60%。母材和焊接接头都存在上平台，母材和焊缝的奥氏体

在外加应力作用下诱发马氏体转变，通过马氏体的自协作过程使得母材和焊接接头的平台应力分别保持不变。在卸载之后母材和焊接接头的不稳定马氏体又重新变成奥氏体，表现为伪弹性。从图 4 中可以看出母材的残余应变小于焊接接头的残余应变，母材的伪弹性(PE)比焊接接头的伪弹性好。

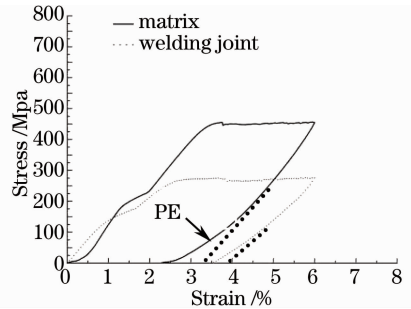


图 4 热处理后母材和焊接接头应变 6% 应力-应变曲线
Fig. 4 Stress-strain curves of matrix and welding joint with strain of 6% after heat treatment

未热处理的焊接接头拉伸断口如图 5 所示。拉伸试样断裂于焊缝中心，试件呈现明显的颈缩和塑性变形，断口颜色灰暗。表面可以看到细小的韧窝。大部分韧窝呈圆形或椭圆形，小而浅，说明韧性较差。韧窝为封闭或者不封闭的撕裂棱包围着的大小不等的凹坑。焊接接头中存在的细小第二相硬质颗粒，能阻碍位错的运动。第二相颗粒内部由于应力集中形成微裂纹，成为拉伸过程的裂纹源。拉伸时，试件缩颈后其中心最小截面处于三向应力状态下，微裂纹在此处启裂形成多个微孔，微孔不断聚合长大形成了宏观裂纹。

热处理前和热处理后的焊接接头显微硬度如

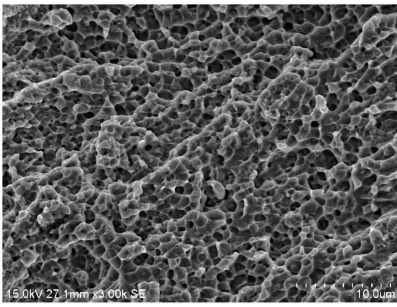


图 5 未热处理焊接接头断口形貌

Fig. 5 Fracture morphology of unheated welding joint

图 6 所示,图中虚线位置表示熔合线。热处理前母材的平均硬度为 285 HV,焊接接头的平均硬度为 375 HV。热处理后母材的平均硬度为 228 HV,焊接接头的平均硬度为 269 HV。热处理后母材和焊缝的硬度低于热处理前的硬度。热处理前焊缝中间存在硬度较大的点,而热处理后焊缝的硬度没有太大的波动。这和热处理后显微组织和化学成分的变化有关。热处理前和热处理后焊缝的显微硬度都大于母材的显微硬度,焊缝未发现明显的软化区。

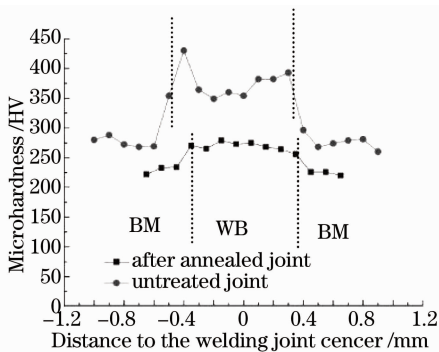


图 6 热处理前后焊接接头显微硬度

Fig. 6 Micro-hardness of welding joint around heat treatment

4 结 论

1) 未热处理焊接接头的显微组织存在分层现象,带状区域为粗大的树枝晶。熔合区的晶粒有外延生长的特征,焊缝中心为细小的等轴晶。

2) 热处理后焊缝的树枝晶和等轴晶消失,出现了粗晶区和偏析区交替分布的微观特征。焊缝上部粗晶区较宽,下部偏析区较宽。

3) 热处理之后母材和焊接接头出现了应力诱发马氏体转变平台和伪弹性,焊接接头的屈服强度

低于母材的屈服强度。热处理后母材和焊接接头的显微硬度都低于热处理前的硬度。

参 考 文 献

- 1 K Otsuka, C M Wayman. Shape Memory Materials [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1999.
- 2 W X Liu, S L Zhou, Z Z Dong. A study of NiTiNb shape memory alloy pipe-joint with improved properties[C]. Materials Science Forum, 2002, 394: 107-110.
- 3 T Wu, M H Wu. NiTiNb plugs for sealing high pressure fuel passages in fuel injector applications [C]. Proceedings of International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST 2000), 2000. 235-240.
- 4 P A Besseling. Recent developments on shape memory applications[J]. Le Journal de Physique IV, 1997, 7(C5): C5-581.
- 5 Y Wu, X L Meng, W Cai. Microstructure and mechanical behaviors of TiNiNb wide hysteresis shape memory alloy wire argon arc welding joint[J]. Mater Sci & Technol, 2005, 13(3): 312-319.
- 6 D Grummon, K B Low, J Foltz, et al.. A new method for brazing nitinol based on the quasibinary TiNi-Nb system[C]. 48th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference. 2007.
- 7 L J Han, X H Zhao, L Zhao, et al.. Analysis of welding parameters of precise pulse resistance butt welding on TiNiNb shape memory alloys[J]. Mater Sci & Technol, 1999, 7: 76-79.
- 8 G Chen, X K Zhao, L Chen, et al.. Microstructure and properties of laser welded joint of TiNiNb wide hysteresis shape memory alloy [J]. Hot Working Technology, 2008, 37(17): 99-101.
- 9 H Gugel, A Schuermann, W Theisen. Laser welding of NiTi wires[J]. Mater Sci & Eng A, 2008, 481-482: 668-671.
- 10 W H Gong, Y H Chen, L M Ke. Microstructure and properties of laser micro welded joint of TiNi shape memory alloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2011, 21(9): 2044-2048.
- 11 A S Mahmud, H Yang, S Tee, et al.. Effect of annealing on deformation-induced martensite stabilisation of NiTi [J]. Intermetallics, 2008, 16(2): 209-214.
- 12 Y Yan, W Jin, T J Zhou. Texture and its influence on tensile and recoverable properties of hot-rolled Ni47Ti44Nb9 shape memory alloy sheet[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(11): 2148-2153.
- 13 Machinery Industry Standard of the People's Republic of China. JB/T 7901-1999 Metals Materials-Uniform Corrosion-Methods of Laboratory Immersion Testing[S]. Beijing: Instrumentation Technology and Economy Institute, 1999.
- 14 China National Institute of Standardization. ASTM F2516-2007e2 Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials[S]. 2007.

栏目编辑:张浩佳