



**POLITECHNIKA
RZESZOWSKA**
im. IGNACEGO ŁUKASIEWICZA



**WYDZIAŁ
BUDOWY MASZYN
I LOTNICTWA**
POLITECHNIKI RZESZOWSKIEJ

Mgr inż. Kamil Krystek

**Oddziaływanie warunków procesu lutowania na mikrostrukturę
i właściwości mechaniczne połączeń elementów konstrukcji silników
lotniczych**

ROZPRAWA DOKTORSKA

(przygotowana w ramach II edycji programu „Doktorat wdrożeniowy”)

Promotor: dr hab. inż. Maciej Motyka, prof. PRz

Promotor pomocniczy: dr inż. Irena Dul

Rzeszów 2023

*Składam serdeczne podziękowania
pracownikom Katedry Nauki o Materiałach
na Wydziale Budowy Maszyn i Lotnictwa Politechniki Rzeszowskiej
oraz
pracownikom Wydziału Obróbki Ciepłej i Ciepłno-Chemicznej
oraz Centralnego Laboratorium Materiałowego
Pratt & Whitney Rzeszów
za pomoc w realizacji prac eksperymentalnych.
Szczególnie dziękuję dr inż. Małgorzacie Wierzbińskiej
za nieocenione wsparcie w analizie mikrostruktury metodami SEM/EDS.*

*Szczególne podziękowania za wsparcie, wyrozumiałość oraz
nieprzebrane pokłady cierpliwości pragnę również złożyć mojej żonie.*

Publikacja nie zawiera danych technicznych lub zawiera dane techniczne zgodnie z klasyfikacją:

Zaznacz jeśli dokument

Wpisz klasyfikację eksportową wszystkich slajdów tej prezentacji wypełniając tabelę poniżej.



nie zawiera danych technicznych LUB

<p>Klasyfikacja na podstawie lokalizacji osoby wypełniającej tabelę oznaczeń.</p> <p>Kod klasyfikacyjny musi być zawsze podany w polach U.S. oraz Outside U.S.</p> <p>Podać klasyfikację lokalną kraju, w którym jest zlokalizowana osoba nadająca klasyfikację.</p>	KLASYFIKACJA		
	LOKALIZACJA	REGULACJE U.S.	
		EAR	ITAR
	U.S.		
	OUTSIDE U.S.		
		REGULACJE LOKALNE	
	POLSKA	PL/UE	

SPIS TREŚCI

1. WPROWADZENIE	7
2. STUDIUM LITERATURY	9
2.1. Nadstopy w konstrukcjach lotniczych	9
2.1.1. Ogólna charakterystyka nadstopów niklu	10
2.1.2. Inconel 718	11
2.1.3. Hastelloy X	12
2.2. Lutowanie i konstrukcja złącza lutowanego	13
2.2.1. Podstawowe zjawiska w procesie lutowania – zwilżalność i rozplýwność	15
2.2.2. Rola efektu kapilarnego oraz geometrii złącza i szerokości szczeliny lutowniczej w przebiegu procesu lutowania	17
2.2.3. Materiały lutownicze oraz kryteria ich doboru	21
2.2.4. Charakterystyka stopów lutowniczych na podstawie niklu	23
2.3. Wpływ innych parametrów na przebieg procesu lutowania piecowego	29
2.3.1. Przygotowanie powierzchni materiałów łączonych	29
2.3.2. Atmosfera w piecu	32
2.3.3. Procesy dyfuzyjne w złączu, czas i temperatura wygrzewania	34
2.3.4. Szybkość nagrzewania i chłodzenia wsadu	37
2.4. Ocena jakości złącza lutowanego - erozja, głębokość dyfuzji, wytrzymałość	38
3. STAN ZAGADNIENIA W ŚWIETLE LITERATURY – ZAŁOŻENIA I CEL PRACY	43
4. BADANIA WŁASNE	57
4.1. Materiał do badań	58
4.2. Metodyka badań i preparatyka próbek złączy	60
4.2.1. Przygotowanie powierzchni i montaż elementów złączy	60
4.2.2. Proces lutowania	60
4.2.3. Próba rozplýwności lutu	61
4.2.4. Próba odrywania i badanie wytrzymałości na ścinanie	62
4.2.5. Badania metalograficzne	63
4.2.6. Badania DSC oraz XRD	63
4.3. Metodyka prowadzenia poszczególnych segmentów badań	64
4.3.1. Wpływ przerywania procesu lutowania na mikrostrukturę i wytrzymałość złącza	64
4.3.2. Wpływ czasu wygrzewania na mikrostrukturę i właściwości złącza	66
4.3.3. Wpływ szerokości szczeliny lutowniczej na mikrostrukturę i właściwości złącza	67
5. WYNIKI BADAŃ I ICH ANALIZA	69
5.1. Wpływ przerywania procesu lutowania na mikrostrukturę i wytrzymałość złącza	69
5.1.1. Konfiguracja Hastelloy X/Vitta-Braze 1996	69
5.1.1.1. Kalorymetria DSC	69
5.1.1.2. Makrostruktura	70
5.1.1.3. Mikrostruktura	73
5.1.1.4. Dyfrakcja rentgenowska XRD	82
5.1.1.5. Badania wytrzymałościowe	84
5.1.1.6. Próba odrywania	87
5.1.1.7. Rozplýwność	90
5.1.2. Konfiguracja Inconel 718/Palnicro 36M	94
5.1.2.1. Kalorymetria DSC	94
5.1.2.2. Makrostruktura	95
5.1.2.3. Mikrostruktura	97
5.1.2.4. Dyfrakcja rentgenowska XRD	114
5.1.2.5. Badania wytrzymałościowe	116
5.1.2.6. Próba odrywania	119
5.1.2.7. Rozplýwność	122

5.2. Wpływ czasu wygrzewania na mikrostrukturę i właściwości złącza.....	126
5.2.1. Konfiguracja Hastelloy X/Vitta-Braze 1996	126
5.2.1.1. Mikrostruktura.....	126
5.2.1.2. Badania wytrzymałościowe.....	131
5.2.1.3. Próba odrywania.....	132
5.2.1.4. Rozpływność	134
5.2.2. Konfiguracja Inconel 718/Palnicro 36M	136
5.2.2.1. Mikrostruktura.....	136
5.2.2.2. Badania wytrzymałościowe.....	146
5.2.2.3. Próba odrywania.....	148
5.2.2.4. Rozpływność	150
5.3. Wpływ szerokości szczeliny lutowniczej na mikrostrukturę i właściwości złącza.....	153
5.3.1. Konfiguracja Hastelloy X/Vitta-Braze 1996	153
5.3.1.1. Mikrostruktura.....	153
5.3.1.2. Badania wytrzymałościowe.....	158
5.3.1.3. Próba odrywania.....	159
5.3.2. Konfiguracja Inconel 718/Palnicro 36M	161
5.3.2.1. Mikrostruktura.....	161
5.3.2.2. Badania wytrzymałościowe.....	170
5.3.2.3. Próba odrywania.....	172
6. PODSUMOWANIE	175
7. WNIOSKI	179
8. BIBLIOGRAFIA.....	181
STRESZCZENIE	193
ABSTRACT	195

1. WPROWADZENIE

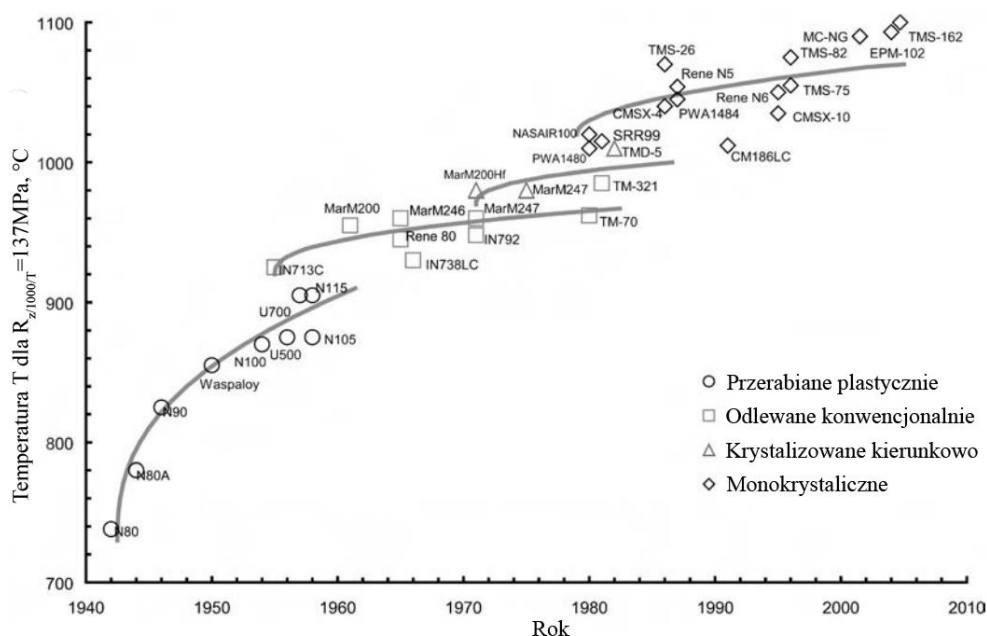
Łączenie elementów konstrukcyjnych stanowi nieodzowny aspekt budowy maszyn i urządzeń, często kluczowym w przypadku produkcji zaawansowanych technologicznie produktów. Jest to szczególnie widoczne we współczesnym przemyśle lotniczym, gdzie konieczne jest zastosowanie zróżnicowanych technik łączenia poszczególnych podzespołów. Wysokotemperaturowe lutowanie piecowe, będące jedną z technik tzw. lutowania twardego, obok spawania jest jedną z najczęściej wykorzystywanych metod nierozłącznego spajania elementów nowoczesnych konstrukcji silników lotniczych. Technikę tą stosuje się w odpowiedzialnych podzespołach, pracujących zarówno w zimnej, jak również gorącej sekcji silnika, takich jak dyfuzory powietrza w sprężarkach, komory spalania, obudowy wirników czy kanały wylotowe turbin. Przeważająca część tych komponentów wykonywana jest z nadstopów niklu. Technologia lutowania należy do grupy tzw. procesów specjalnych, czyli takich, których efektu nie można zweryfikować przy użyciu samej obserwacji ich przebiegu lub narzędzi pomiarowych. Zapewnienie odpowiedniej jakości złączy lutowanych wymaga właściwego doboru parametrów procesu, a następnie ich ciągłej kontroli na każdym etapie, również poprzez odpowiednie badania populacji produkcyjnej lub reprezentatywnych próbek, często niszczące. W praktyce produkcyjnej istnieje wiele czynników mogących zakłócić prawidłowy przebieg procesu lutowania. Są to zarówno czynniki losowe, niemożliwe do uwzględnienia w analizie ryzyka, takie jak np. niekontrolowane przerwanie cyklu obróbki w wyniku awarii pieca, jak również błędy spowodowane czynnikiem ludzkim. Efektem wystąpienia zakłóceń prawidłowego przebiegu procesu lutowania może być wytworzenie złącza niezgodnego z wymogami normatywnymi i jakościowymi. Ocena technologiczna w takich przypadkach często jest niemożliwa na podstawie dostępnych danych i wymaga dodatkowych, skomplikowanych i czasochłonnych badań, umożliwiających pełniejszą analizę potencjalnego wpływu na produkt rozbieżności pomiędzy rzeczywistymi i założonymi parametrami procesu.

W ramach działalności przedsiębiorstwa Pratt & Whitney Rzeszów codziennie wykonuje się od kilku do kilkunastu procesów lutowania elementów z nadstopów niklu. Skala produkcji wiąże się ze znacznym prawdopodobieństwem wystąpienia zdarzeń losowych mogących zakłócić ich prawidłowy przebieg. Dlatego też, w ramach niniejszej pracy dokonano przeglądu danych literaturowych oraz produkcyjnych, na podstawie których wytypowano czynniki najbardziej newralgiczne, takie jak: przerwanie procesu lutowania na różnych etapach nagrzewania, zmiany czasu wygrzewania w temperaturze lutowania oraz zmiany szerokości szczeliny lutowniczej. Jako materiał do badań przyjęto dwa nadstopy niklu – Hastelloy X oraz Inconel 718, lutowane dwoma stopami na osnowie niklu – odpowiednio Vitta-Braze 1996 oraz Palnicro 36M. Prace badawcze podzielono na trzy segmenty, każdy dedykowany jednemu z wymienionych czynników, w których przeprowadzono badania mające na celu analizę wpływu zmian tego czynnika na warunki płynięcia lutu oraz zmiany mikrostruktury i parametrów wytrzymałościowych złącza.

2. STUDIUM LITERATURY

2.1. Nadstopy w konstrukcjach lotniczych

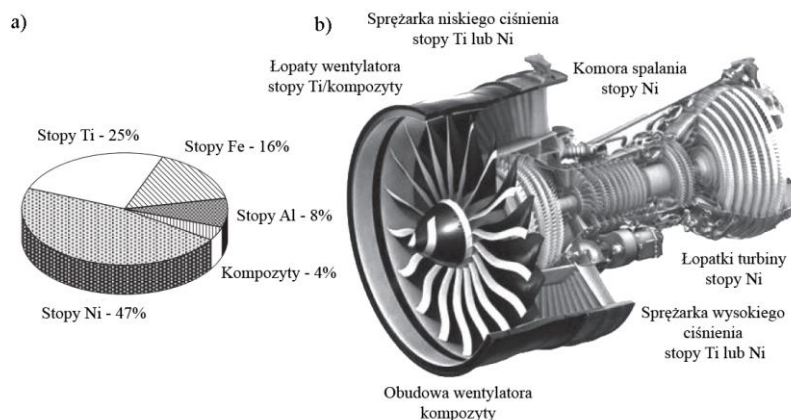
Mianem nadstopów określa się grupę żaroodpornych i żarowytrzymałych stopów o unikatowej kombinacji właściwości mechanicznych oraz odporności na korozję, szeroko stosowanych w nowoczesnych konstrukcjach turbin gazowych, w tym głównie lotniczych [1]. Literatura nie podaje jednej, uniwersalnej definicji nadstopu. Przyjmuje się, że są to stopy na osnowie niklu, żelaza lub kobaltu, o dużej zawartości dodatków stopowych i stabilności cieplnej mikrostruktury, zdolne do przenoszenia obciążeń w wysokiej temperaturze homologicznej ($T_H \approx 0,9$) [1-4]. Genezą powstania tej grupy materiałów było dążenie do zwiększenia wydajności silników odrzutowych w latach 50-tych ubiegłego wieku, determinowanej maksymalną temperaturą pracy elementów konstrukcji ich części gorącej. Dynamiczny rozwój technologii odlewów, szczególnie krystalizacji kierunkowej czy monokryształizacji, pozwolił na dalsze udoskonalanie nadstopów na przestrzeni kolejnych kilkudziesięciu lat (rys. 1), rewolucjonizując przemysł lotniczy i kształtując jego współczesny obraz [4, 5].



Rys. 1. Zwiększenie wytrzymałości na pełzanie nadstopów niklu stosowanych na łopatki turbin silników lotniczych na przełomie XX i XXI wieku [4]

Jakkolwiek różne gatunki nadstopów znajdują zastosowanie w inżynierii lotniczej, szczególnie istotną rolę pełnią nadstopy niklu. Stanowią główny materiał do wytwarzania elementów konstrukcji sekcji gorącej silnika (rys. 2), pracujących w warunkach dużych naprężeń mechanicznych i cieplnych oraz niezwykle agresywnego środowiska gazów spalinowych. Za najważniejsze kryteria doboru materiałów stosowanych w tej części silnika uznaje się [2]:

- duże wartości granicy plastyczności i wytrzymałość na rozciąganie,
- wysoką wytrzymałość zmęczeniową,
- dużą odporność na pełzanie,
- małą wartość współczynnika rozszerzalności cieplnej, pozwalającą na utrzymanie wąskich tolerancji wymiarowych współpracujących elementów konstrukcji,
- dużą odporność na korozję wysokotemperaturową.



Rys. 2. Udział (a) oraz zastosowanie (b) materiałów konstrukcyjnych w nowoczesnych silnikach lotniczych na przykładzie silnika General Electric CF6 [2]

Udział masowy nadstopów niklu w konstrukcjach nowoczesnych silników lotniczych sięga 50%. Znajdują zastosowanie przede wszystkim na łopatkach sprężarki wysokiego ciśnienia oraz turbiny. W zależności od warunków pracy w poszczególnych częściach silnika, stosuje się odlewy łopatek krystalizowane kierunkowo: o ziarnach kolumnowych lub monokrystaliczne. Ponadto nadstopy na osnowie niklu są podstawowym materiałem konstrukcyjnym komory spalania i wylotu turbiny [4, 6].

2.1.1. Ogólna charakterystyka nadstopów niklu

Nikiel jest pierwiastkiem z grupy metali przejściowych, krystalizującym w układzie regularnym o sieci ściennie centrowanej. Osnowę nadstopów niklu stanowi austenityczna faza γ o tej samej strukturze. Zdecydowaną większość nadstopów niklu cechuje złożony skład chemiczny. Przyjęto wyszczególniać trzy zasadnicze grupy dodatków stopowych, w zależności od funkcji jaką spełniają. Pierwsza to pierwiastki tworzące z niklem roztwór stały, takie jak kobalt, żelazo, chrom, ruten, ren, molibden i wolfram. Ich głównym zadaniem jest stabilizacja i umocnienie roztworowe osnowy. Kolejną grupę stanowią pierwiastki odpowiedzialne za mechanizm umacniania wydzieleniowego. Są to głównie aluminium, tytan, niob oraz tantal. Inne dodatki, takie jak bor, węgiel i cyrkon umożliwiają tworzenie węglików i borków. Przedstawiona klasyfikacja jest uproszczona, w przypadku tak zaawansowanych stopów oddziaływanie poszczególnych pierwiastków jest złożone, uzależnione od wielu czynników, takich jak ich zawartość, mikrostruktura i morfologia składników fazowych, czy metoda wytwarzania [4, 7].

Mikrostrukturę nadstopów niklu stanowią [4, 8]:

- faza γ – osnowa, roztwór stały na osnowie niklu o strukturze regularnej i sieci ściennie centrowanej (Fm3m),
- faza γ' – główna faza umacniająca, międzymetaliczna, o strukturze regularnej i sieci prymitywnej (Pm3m), najczęściej koherentna z osnową. Tworzą ją atomy niklu i pierwiastków takich jak Al, Ti i Ta;
- faza γ'' – metastabilna, częściowo koherentna z osnową faza o strukturze tetragonalnej i sieci przestrzennie centrowanej, tworząca się głównie przy udziale atomów tytanu i niobu. Na skutek długiej ekspozycji w wysokiej temperaturze może ulegać przemianie w stabilną termodynamicznie fazę δ o strukturze rombowej. Prowadzi to do utraty koherencji z osnową, a w efekcie zmniejszenia wytrzymałości nadstopu. Z tego względu faza δ jest składnikiem mikrostruktury uznawanym w większości przypadków za

szkodliwy, a jej obecność wynika najczęściej z długotrwałej eksploatacji lub błędnie przeprowadzonej obróbki cieplnej;

- węgliki pierwotne typu MC, powstające w trakcie krystalizacji stopu w wyniku przemiany eutektycznej, oraz wtórne typu M_3C , M_7C_3 , $M_{23}C_6$, wydzielające się podczas późniejszej obróbki cieplnej. Wykazują tendencję do segregacji na granicach ziarn, utrudniając mechanizm poślizgu, jak również migrację granic, co powoduje znaczne zwiększenie odporności na pełzanie;
- borki M_3B_2 i węglkoborki $M_{23}(C,B)_6$, podobnie jak węgliki, przy zachowaniu odpowiedniej morfologii wydzieleni, zwiększają wytrzymałość nadstopu,
- fazy międzymetaliczne topologicznie zwarcie wypełnione (*TCP – Topologically Closed Packed*), takie jak fazy η , σ , μ , czy fazy Lavesa. Cechuje je gęste upakowanie atomów, udział niemetalicznego, kierunkowego wiązania atomowego oraz złożona struktura krystaliczna. Opisuje się je wzorem chemicznym A_xB_y , gdzie zarówno A i B to metale przejściowe [4].

2.1.2. Inconel 718

Inconel 718 (tab. 1) jest umacnianym wydzieleniowo nadstopem niklu opracowanym na przełomie lat 50-tych i 60-tych XX w., podczas prac nad innym żarowytrzymałym stopem niklu – Inconel 625 [9]. Stop charakteryzuje się dużą odpornością na korozję w różnych rodzajach środowiska, bardzo dobrą wytrzymałością oraz dobrą spawalnością, przy jednoczesnej podatności na przeróbkę plastyczną, przez co jest dostępny w postaci odkuwek, blach czy prętów. Optymalna obróbka cieplna, pozwalająca osiągnąć jego najlepszą wytrzymałość, obejmuje przesycanie z temperatury w zakresie 927-1010°C, a następnie dwuetapowe starzenie – pierwsze w temperaturze 718°C przez 8 h, kolejne w temperaturze 621°C przez 10 h. Inny wariant obróbki cieplnej przewiduje przesycanie z wyższej temperatury (1038-1066°C) oraz starzenie - 760°C/10 h oraz 649°C/10 h [10].

Tabela 1. Skład chemiczny stopu Inconel 718 [10]

Zawartość pierwiastka, % mas.															
Ni+Co	Cr	Fe	Nb+Ta	Mo	Ti	Al	Co	C	Mn	Si	P	S	B	Cu	
50-55	17-21	reszta	4,75-5,50	2,8-3,3	0,65-1,15	0,2-0,8	1 max.	0,08 max.	0,35 max.	0,35 max.	0,015 max.	0,015 max.	0,006 max.	0,30 max.	

Z uwagi na wieloletnie zastosowanie stopu Inconel 718, charakterystyka procesów wydzieleniowych zachodzących w jego mikrostrukturze, jak również właściwości mechanicznych i technologicznych, są dobrze udokumentowane w literaturze [11-14]. Główną fazą umacniającą jest γ'' Ni_3Nb , krystalizująca w formie podłużnych dysków rozmieszczonych równolegle do rodziny płaszczyzn $\{100\}$ osnowy. W mikrostrukturze nadstopu są również obecne wydzielenia koherentnej z osnową fazy γ' $Ni_3(Al,Ti)$ w postaci drobnych, quasi-sferycznych cząstek, jednak ich objętość względna jest znacznie mniejsza w porównaniu do fazy γ'' . Stop Inconel 718 wykazuje tendencję do przemiany $\gamma'' \rightarrow \delta$ powyżej temperatury 650°C. Jej zajście powoduje pogorszenie charakterystyki wytrzymałościowej, dlatego za kluczowy w kształtowaniu mikrostruktury i właściwości elementów konstrukcyjnych wykonanych z tego materiału uważa się odpowiedni dobór warunków procesów wytwarzania i przetwarzania [12, 15]. Inconel 718 należy do najszerszej stosowanych nadstopów niklu w konstrukcji silników lotniczych, gdzie znajduje zastosowanie zarówno na elementy wirujące, takie jak łopatki, wały,

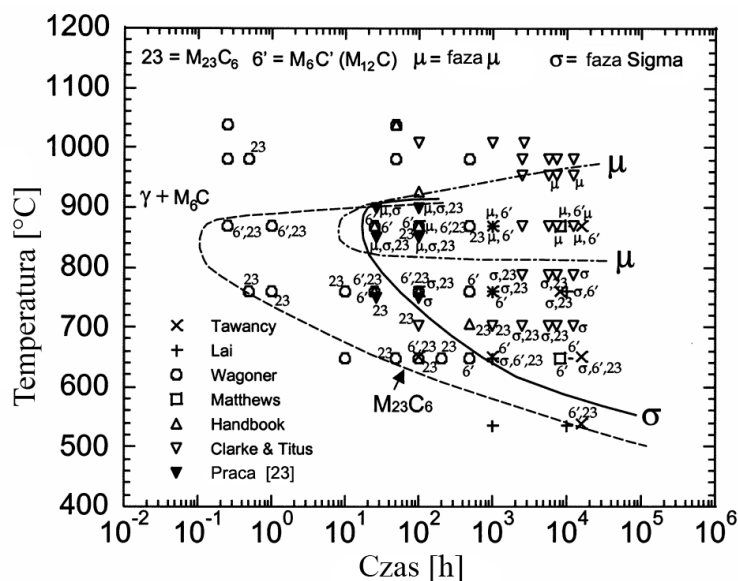
dyski czy uszczelnienia, jak również statyczne – wyloty spalin i obudowy. Zgodnie z danymi udostępnionymi przez największych producentów silników lotniczych, Inconel 718 stanowi 57% całkowitej masy stopów niklu użytych do budowy silnika PW4000 firmy Pratt & Whitney [16] oraz 34% całkowitej masy silnika w konstrukcji modelu CF6 firmy General Electric [17].

2.1.3. Hastelloy X

Hastelloy X jest stopem umacnianym roztworowo. Jego głównymi dodatkami stopowymi są chrom, żelazo i molibden (tab. 2) [18]. Mikrostruktura stopu po przesycaaniu z temperatury 1175°C składa się głównie z równoosiowych ziarn osnowy γ oraz węglików pierwotnych typu M_6C , $M_{23}C_6$, bogatych w molibden i chrom [19]. Hastelloy X jest jednym z nielicznych nadstopów niklu, w którego mikrostrukturze nie obserwuje się wydzieleni fazy γ' . Zachodzą w niej procesy wydzieleniowe, jednakże ich produktem są głównie węgliki wtórne oraz fazy międzymetaliczne σ i μ [20, 21]. Z tego względu, w praktyce produkcyjnej stop stosowany jest najczęściej w stanie przesyconym, natomiast mechanizm i morfologia wydzieleni rozpatrywane są przede wszystkim w kontekście ich wpływu na właściwości wytrzymałościowe w trakcie długotrwałej eksploatacji (rys. 3) [22, 23].

Tabela 2. Skład chemiczny stopu Hastelloy X [18]

Zawartość pierwiastka, % mas.									
Ni	Cr	Fe	Mo	Co	W	C	Mn	Si	B
47	22	18	9	1,5	0,6	0,1	max. 1	max. 1	max. 0,008



Rys. 3. Mapa procesów wydzieleniowych zachodzących w nadstopie Hastelloy X w funkcji temperatury i czasu [23]

Cechą charakterystyczną stopu Hastelloy X, determinującą jego główny obszar zastosowań, jest bardzo dobra odporność na utlenianie i korozję wysokotemperaturową. Jego żaroodporność wynika z tworzenia się na powierzchni ochronnej warstwy tlenku chromu Cr_2O_3 w atmosferze utleniającej [24]. Właściwości te sprawiają, że stop jest szeroko stosowany w konstrukcji komór spalania oraz wylotów spalin silników turbinowych pracujących w temperaturze do 1200°C [25]. Ponadto Hastelloy X jest jednym z głównych materiałów konstrukcyjnych na tzw. uszczelnienia ulowe – rodzaj ścieralnych uszczelnień labiryntowych stosowanych w ścieżkach gazowych nowoczesnych silników turbinowych [26].

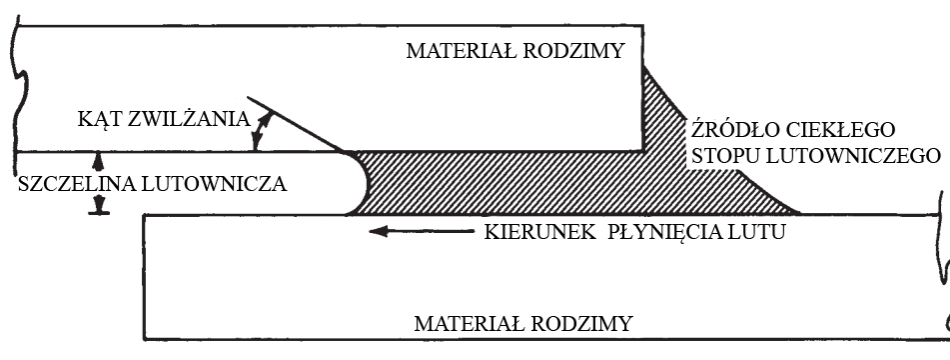
2.2. Lutowanie i konstrukcja złącza lutowanego

Lutowanie to proces nierozłącznego spajania metali oraz ich stopów, a także tworzyw ceramicznych i kompozytowych, przy pomocy metalicznego spoiwa o temperaturze topnienia niższej niż materiałów łączonych – lutu. Należy do najstarszych nierozłącznych metod łączenia metali. Najstarsze lutowane znaleziska archeologiczne pochodzą z Egiptu i Mezopotamii z okresu szacowanego na 3000 lat p. n. e. W zależności od temperatury topnienia lutu wyróżnia się [27, 28]:

- lutowanie miękkie (*ang. soldering*) – temperatura likwidus $\leq 450^{\circ}\text{C}$,
- lutowanie twarde (*ang. brazing*) – temperatura likwidus $> 450^{\circ}\text{C}$.

Genezą takiego podziału jest różnica temperatury topnienia pierwszych materiałów stosowanych do lutowania miękkiego i twardego – cyny oraz miedzi. Obecnie przyjęte rozgraniczenie pomiędzy tymi procesami wynika z rozrzutu wartości temperatury topnienia stosowanych komercyjnie stopów do lutowania w poszczególnych procesach. W przypadku lutowania miękkiego najwyższą temperaturą topnienia cechują się luty na osnowie złota – ok. 360°C , natomiast za spoiwa do lutowania twardego o najniższej temperaturze topnienia, w zależności od klasyfikacji, uważa się stopy na osnowie aluminium (577°C) lub srebra (600°C) [27, 29]. W konstrukcji silników lotniczych zastosowanie znajduje wyłącznie lutowanie twarde, dlatego w dalszej analizie nie uwzględniono charakterystyki lutowania miękkiego.

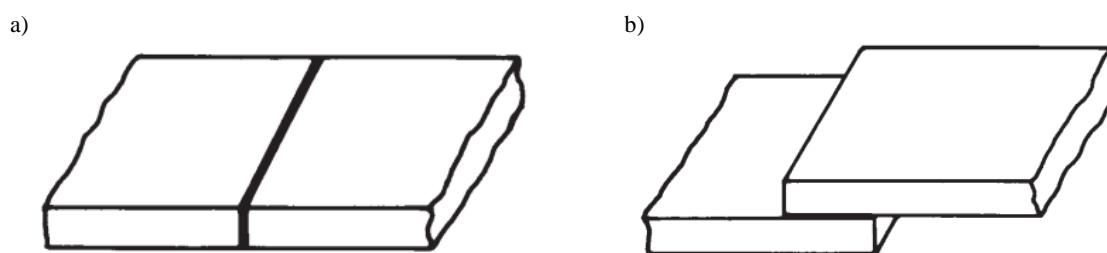
W ogólnym ujęciu, proces lutowania polega na nagraniu odpowiednio przygotowanego zespołu elementów spajanych i lutowia do temperatury wyższej od temperatury likwidusu lutu, ale niższej od temperatury topnienia któregośkolwiek z materiałów łączonych i następnym wygrzewaniu w tej temperaturze w czasie zapewniającym utworzenie dobrego jakościowo złącza (rys. 4).



Rys. 4. Schemat złącza lutowanego [29]

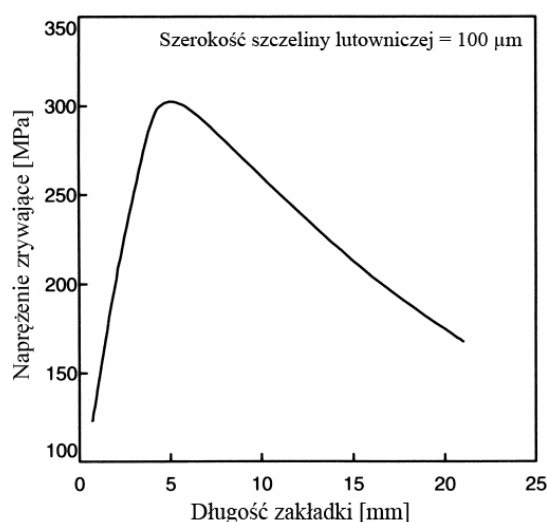
Termin lutowanie twarde lub lutowanie wysokotemperaturowe odnosi się do wszystkich procesów lutowania realizowanych w temperaturze powyżej 450°C . Kryteriami klasyfikacji lutowania twardego są zwykle źródło ciepła (piec, palnik gazowy, wzbudnik indukcyjny) oraz atmosfera w jakiej zachodzi proces (powietrze, próżnia, gaz obojętny). Dobór metody lutowania determinują w głównej mierze wymagania konstrukcyjne złącza, ale również wolumen produkcyjny i aspekty ekonomiczne. Jest to, poza wspomnianą możliwością łączenia różnych materiałów, kolejna bardzo istotna zaleta lutowania, pozwalająca na zastosowanie w wielu zróżnicowanych procesach przemysłowych.

Wyróżnia się dwa podstawowe rodzaje złączy lutowanych: zakładkowe oraz doczołowe (rys. 5). Pozostałe typy złączy stosowane w budowie maszyn są albo ich wariacją, albo złożeniem. W przeważającej części konstrukcji znajdują zastosowanie złącza zakładkowe, ze względu na łatwiejszy proces montażu oraz większe możliwości sterowania ich wytrzymałością.



Rys. 5. Podstawowe rodzaje złączy lutowanych: a) doczołowe, b) zakładkowe [29]

Dobór typu złącza jest podyktowany wieloma czynnikami, przy czym za najważniejsze uważa się warunki eksploatacji lutowanego zespołu. Złącza doczołowe przenoszą przede wszystkim naprężenia rozciągające, a ich wytrzymałość jest uzależniona w głównej mierze od wytrzymałości samego lutowia. Złącza zakładkowe natomiast obciążone są głównie naprężeniami ścinającymi. Na wytrzymałość tego rodzaju złącza wpływa m. in. długość zakładki. Powyżej wartości $3T$, gdzie T oznacza grubość cieńszego z łączonych elementów, w niemal 100% przypadków przełom zlokalizowany będzie poza złączem. Co więcej, powyżej pewnej krytycznej długości zakładki, centralna część złącza będzie przenosić jedynie minimalną część obciążenia lub nie będzie przenosić go w ogóle, a koncentracja naprężeń nastąpi na obydwu końcach złącza. Jest to krytyczna informacja w kontekście projektowania złącza. Podobnie jak szczelina lutownicza, długość zakładki powinna zawierać się w pewnym optymalnym zakresie – zbyt długie złącze jest nieuzasadnione, zarówno ze względów technologicznych, jak również ekonomicznych (rys. 6).



Rys. 6. Wpływ długości zakładki na naprężenie zrywające w próbie wytrzymałości na ścinanie pojedynczych złączy zakładkowych pomiędzy komponentami stalowymi łączonymi lutowiem na bazie srebra [27]

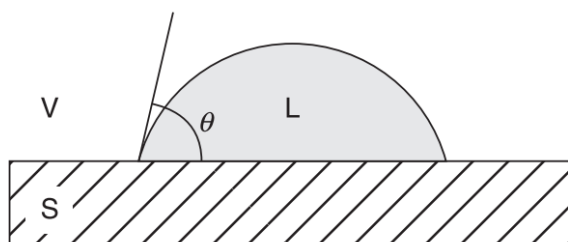
Istotną cechą takiego złącza, poza rozmiarem zakładki, jest również geometria menisku lutowia tworzącego się na obydwu jej końcach. Kształt menisku zawsze powinien być wklęsły, co stanowi wskaźnik dobrej zwilżalności i jest jednym z kryteriów kontroli wizualnej poprawności przeprowadzonego procesu lutowania. Charakterystyka wytrzymałościowa złącza jest

uzależniona w głównej mierze od jego właściwości mechanicznych na długości zakładki, jednak obecność menisku może wpływać korzystnie na rozkład naprężeń na końcach złącza. W zależności od geometrii oraz rozmiaru menisku, jego udział w wytrzymałości złącza może stanowić kilkadziesiąt procent lub być pomijalnie mały [27-30].

W przypadku przemysłu lotniczego, proces lutowania prowadzi się najczęściej w piecu próżniowym. Metoda ta umożliwia otrzymanie złączy o wysokiej wytrzymałości i odporności na korozję, a dzięki zastosowaniu atmosfery próżni bądź gazu obojętnego nie wymaga zastosowania topników. Ponadto, proces odznacza się wysoką powtarzalnością wyników oraz możliwością szczegółowej kontroli parametrów na każdym jego etapie. Pomimo pozornie nieskomplikowanej metodyki, w trakcie procesu lutowania zachodzi wiele złożonych zjawisk fizycznych i chemicznych, których przebieg jest kluczowy dla osiągnięcia finalnych, zamierzonych właściwości użytkowych złącza [27, 29].

2.2.1. Podstawowe zjawiska w procesie lutowania - zwilżalność i rozplýwność

Zjawisko zwilżania polega na pokrywaniu powierzchni ciała stałego cienką, ciągłą warstwą cieczy. Warunkiem jego wystąpienia jest większa wartość siły oddziaływania pomiędzy fazą ciekłą i stałą, niż siły kohezji cząstek cieczy. Jako praktyczny wskaźnik zwilżalności przyjmuje się kąt zwilżania θ (rys. 7). Konsekwencją zwilżania jest zjawisko rozplýwności, czyli rozprzestrzenianie się cieczy zwilżającej po powierzchni podłoża we wszystkich kierunkach [27, 28].



Rys. 7. Definicja kąta zwilżania (θ) w układzie ciało stałe (S)-ciecz (L)-gaz (V) [31]

W układzie niereaktywnym wartość kąta θ wynika z równowagi pomiędzy energiami powierzchniowymi granicy faz: ciało stałe-gaz (γ_{SV}), ciało stałe-ciecz (γ_{SL}) oraz ciecz-gaz (γ_{LV}) i określana jest za pomocą klasycznych równań Younga (2.1) i Younga-Dupré (2.2) [30]:

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (2.1)$$

$$\cos\theta = \frac{W_a}{\gamma_{LV}} - 1 \quad (2.2)$$

gdzie:

θ – kąt zwilżania, °;

γ_{SV} – napięcie powierzchniowe faza stała – faza gazowa, $\frac{J}{m^2}$;

γ_{SL} – napięcie powierzchniowe faza stała – faza ciekła, $\frac{J}{m^2}$;

γ_{LV} – napięcie powierzchniowe faza ciekła – faza gazowa, $\frac{J}{m^2}$;

W_a – praca adhezji cieczy zwilżającej ciało stałe, $\frac{J}{m^2}$.

Za graniczną wartość kąta θ , do której zachodzi zjawisko zwilżania, przyjmuje się 90° . Jeżeli $\theta < 90^\circ$ to faza ciekła zwilża fazę stałą, przy czym efektywność tego procesu jest tym większa, im mniejszy jest kąt zwilżania. W zakresie $90^\circ < \theta < 180^\circ$ zwilżanie zachodzi w bardzo ograniczonym stopniu, natomiast dla wartości $\theta \geq 180^\circ$ zjawisko to nie występuje. Za warunki optymalne dla procesu lutowania, w większości przypadków przyjmuje się takie, w których $\theta = 10-45^\circ$ [27, 29]. Jak wynika z równania 2.1, mniejszy kąt zwilżania można osiągnąć poprzez maksymalizację wartości γ_{SV} , lub minimalizację wartości γ_{SL} oraz γ_{LV} . Głównym czynnikiem wpływającym na zwiększenie energii powierzchniowej na granicy międzyfazowej ciało stałe-gaz (γ_{SV}) jest czystość lutowanych powierzchni. Wszelkie zanieczyszczenia w postaci pyłów czy niemetalicznych filmów powodują znaczące zmniejszenie wartości napięcia powierzchniowego, przyczyniając się tym samym do zwiększenia kąta zwilżania. Dlatego też kluczowe dla procesu lutowania jest odpowiednie przygotowanie powierzchni elementów łączonych. Napięcie powierzchniowe γ_{SL} zależy w głównej mierze od składu chemicznego łączonych materiałów i od temperatury lutowania, natomiast γ_{LV} od atmosfery zastosowanej w procesie. Poza wymienionymi czynnikami, tj. czystością powierzchni, rodzajem łączonych materiałów, temperaturą i atmosferą procesu, znaczący wpływ na wartość kąta zwilżania ma również stan metalurgiczny powierzchni (mikrostruktura, skład fazowy, stopień utlenienia) oraz jej chropowatość [27].

Metale w stanie ciekłym cechuje wysoka energia powierzchniowa. Wartość γ_{SL} zawiera się zazwyczaj w przedziale od 0,5 do $2 \frac{J}{m^2}$, w zależności od temperatury topnienia. Jest o rzędy wielkości większa w porównaniu z napięciem powierzchniowym związków będących cieczami w temperaturze pokojowej – np. dla wody parametr ten wynosi $0,073 \frac{J}{m^2}$. Zgodnie z równaniem 2.2, w przypadku ciekłych metali na podłożu ciała stałego, mały kąt zwilżania można zaobserwować kiedy W_a jest zbliżona do γ_{LV} , co ma miejsce tylko w przypadku silnych oddziaływań międzyfazowych, takich jak np. wiązanie chemiczne (w tym metaliczne). Warunek ten jest spełniony dla wszystkich metali, niektórych półprzewodników oraz niektórych materiałów ceramicznych z częściowym udziałem wiązania metalicznego, takich jak węgliki, azotki oraz borki metali przejściowych. Przykładami materiałów niezwilżanych przez ciekłe metale są m.in. niektóre formy węgla oraz związki ceramiczne o mieszanym, jonowo-kowalencyjnym charakterze wiązania, gdzie siły adhezji pomiędzy fazą stałą i ciekłą są generowane przez słabe oddziaływania van der Waalsa (tab. 3) [31]. W znacznej większości przypadków w układach metal/metal obserwuje się dobrą zwilżalność, którą przy założeniu pewnych uproszczeń, można opisać przy pomocy równania Younga-Dupre [32].

Tabela 3. Zwilżalność wybranych ciał stałych przez niereaktywne ciekłe metale [31]

Typ podłoża	Θ	Przykłady kąta zwilżania
Metale w stanie stałym	$\ll 90^\circ$	40° - Pb/Fe
Półprzewodniki	$\ll 90^\circ$	40° - Sn/Ge $30-45^\circ$ - CuSi/SiC
Materiały ceramiczne z udziałem wiązania metalicznego	$\ll 90^\circ$	10° - AgCu/Ti ₃ SiC ₂ 25° - Au/ZrB ₂
Węgiel	$\gg 90^\circ$	$119-135^\circ$ - Au/C
Ceramika z wiązaniem jonowo-kowalencyjnym	$\gg 90^\circ$	$120-140^\circ$ - Cu/Al ₂ O ₃ , Cu/SiO ₂ $135-150^\circ$ - Au/BN

Odrębnym zagadnieniem jest zjawisko zwilżania w układzie reaktywnym, w którym dochodzi do reakcji chemicznej pomiędzy powierzchnią zwilżanego ciała stałego, a ciekłym lutem. Proces taki charakteryzuje się powstawaniem nowego związku chemicznego na granicy międzyfazowej, najczęściej w postaci fazy międzymetalicznej, lub rozpuszczaniem materiału zwilżanego podłoża przez ciekły lut. Zjawiska te mogą zachodzić równocześnie lub następować bezpośrednio po sobie. Przebieg procesu w układach reaktywnych odznacza się dużą złożonością, a zwilżalność jest zmienna w czasie i zależy od przebiegu reakcji oraz jej produktów [33, 34]. W pracy [35] przebieg procesu zwilżania w reaktywnych układach metal-metal podzielono na cztery etapy:

- 1) (bardzo wczesny) rozplątnięcia się lutu na powierzchni ciała stałego bez zauważalnych zmian w morfologii granicy międzyfazowej,
- 2) wysoko reaktywny, w trakcie którego zachodzą główne reakcje i zmiany składu chemicznego oraz zmiany w morfologii granicy ciecz-ciało stałe,
- 3) zwiększenia chropowatości powierzchni kontaktu (*ang. kinetic roughening*), charakteryzujący się tworzeniem nowych faz w stanie stałym na granicy ciało stałe-lut,
- 4) dyfuzji w ciele stałym.

2.2.2. Rola efektu kapilarnego oraz geometrii złącza i szerokości szczeliny lutowniczej na przebieg procesu lutowania

Zagadnienie zwilżalności rozpatruje się najczęściej w przypadku kontaktu ciekłego lutu z jedną powierzchnią podłoża. W procesie lutowania, w którym łączone są dwie powierzchnie, zjawiskiem odpowiedzialnym za wypełnienie szczeliny pomiędzy tymi elementami jest kapilarność. Jeżeli powierzchnie obydwu łączonych elementów są zwilżane przez ciekły lut ($\theta < 90^\circ$), w wyniku oddziaływanie energii powierzchniowych wygenerowana zostaje dodatnia siła kapilarna zapewniająca ciągłe i szczelne wypełnienie szczeliny. Dla pary płaskich, pionowych powierzchni, oddalonych od siebie o odległość D i częściowo zanurzonych w ciekłym lucie, wartość tej siły wynosi $2\gamma_{LV}\cos\theta$. W następstwie jej działania dojdzie do wznoszenia cieczy na wysokość h , na której osiągnięty zostaje stan równowagi z siłą hydrostatyczną (rys. 8), co wyrażone jest równaniem [27]:

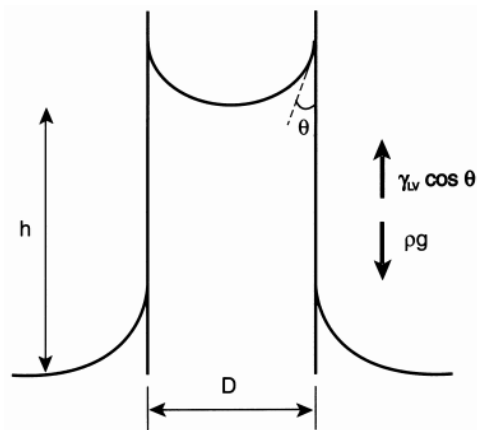
$$h = \frac{2\gamma_{LV}\cos\theta}{\rho g D} \quad (2.3)$$

gdzie:

ρ – gęstość ciekłego lutu,

g – przyspieszenie ziemskie,

D – szczelina pomiędzy łączonymi elementami.



Rys. 8. Zjawisko kapilarne zachodzące pomiędzy dwoma pionowymi powierzchniami [27]

W praktyce obserwuje się odstępstwa od teoretycznych wartości rozpiętości i wznoszenia kapilarnego wynikających z przedstawionych równań, często określanych jako klasyczny model zwilżalności. W sprzeczności z tym modelem stoją również obserwowalne w rzeczywistości nieodwracalny charakter procesu zwilżania oraz zależność kąta zwilżania od czasu. Rozbieżności te wynikają z reakcji zachodzącej pomiędzy płynnym lutem i podłożem, prowadzącej do częściowego rozpuszczania powierzchni lutowanych elementów, a tym samym zmiany składu chemicznego i powstania nowych faz. Zjawiska te wynikają z dążenia układu do stanu bardziej korzystnego energetycznie, co opisuje funkcja termodynamiczna zwana energią swobodną Gibbsa. Wartość tej energii może być o rzędy wielkości większa od energii wynikającej z dysproporcji napięć powierzchniowych na styku ciekłego lutu i powierzchni podłoża. Pozwala to stwierdzić, iż w przypadku lutowania w układzie reaktywnym to energia swobodna jest główną siłą napędową procesu zwilżania. Z uwagi na znaczenie tej wielkości fizycznej w procesie lutowania, podejmowane są próby ulepszenia matematycznego opisu zjawiska zwilżania poprzez jej uwzględnienie w równaniach, jak w poniższym [27]:

$$\cos\theta = \cos\theta^0 + \frac{\gamma_{SL} + \gamma_{SL}^0}{\gamma_{LV}} - \frac{\Delta G_r}{\gamma_{LV}} \quad (2.4)$$

gdzie:

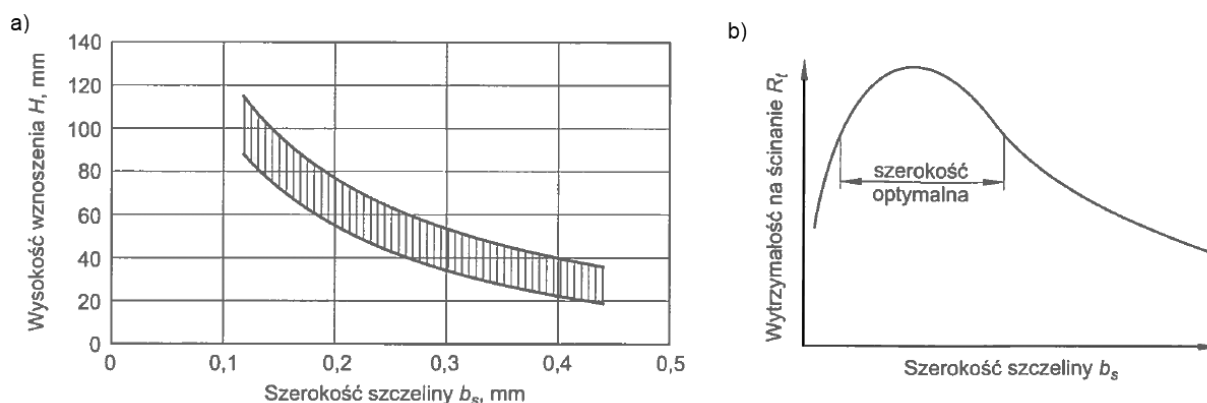
γ_{SL} – napięcie powierzchniowe ciało stałe-ciecz po reakcji,

γ_{SL}^0 – napięcie powierzchniowe ciało stałe-ciecz przed reakcją,

θ^0 – kąt zwilżania przed reakcją,

ΔG_r – energia swobodna Gibbsa reakcji.

Jak wynika z równania (2.3), poza zmiennymi zależnymi wprost od łączonych materiałów oraz zastosowanego stopu lutowniczego, efektywność zjawiska kapilarnego w znacznym stopniu zależy od odległości pomiędzy łączonymi elementami. Przy założeniu eliminacji czynników materiałowych, wysokość wznoszenia kapilarnego jest tym większa, im mniejsza jest szerokość szczeliny lutowniczej (rys. 9a). Rozmiar szczeliny ma również znaczący wpływ na właściwości wytrzymałościowe złącza (rys. 9b), szczególnie w przypadku wieloskładnikowych stopów lutowniczych z dodatkiem pierwiastków obniżających temperaturę topnienia [27, 28].



Rys. 9. Zależność wysokości wznoszenia kapilarnego (a) oraz wytrzymałości na ścinanie (b) od szerokości szczeliny [28]

Prawidłowo dobrana szerokość szczeliny musi nie tylko umożliwić działanie efektu kapilarnego, ale również zapewnić możliwość swobodnego wydostawania się gazów powstających w trakcie procesu. Za wartość optymalną, umożliwiającą otrzymanie zadowalających efektów lutowania, w zdecydowanej większości przypadków uznaje się szerokość rzędu kilkudziesięciu mikrometrów. Niektóre luty, jak np. czysta miedź, wykazują znacznie lepsze właściwości penetracyjne i umożliwiają otrzymanie złączy nawet w przypadku bardzo małych szczelin rzędu kilku mikrometrów, natomiast za maksymalną wartość zalecaną w przypadku konwencjonalnych procesów lutowania kapilarnego najczęściej przyjmuje się 0,25 mm (tab. 4) [27, 29].

Tabela 4. Zalecany rozmiar szczeliny lutowniczej w temperaturze lutowania [29]

Grupa lutów zgodnie z klasyfikacją AWS	Zalecana szerokość szczeliny		Warunki procesu
	[cal]	[mm]	
BAISi	0,000 - 0,002	0,000 - 0,051	Lutowanie piecowe w próżni oraz lutowanie platerowanych blach w kąpielach solnych
	0,002 - 0,008	0,051 - 0,20	W przypadku zakładki < 0,25 cala (6,35 mm)
	0,008 - 0,010	0,20 - 0,25	W przypadku zakładki > 0,25 cala (6,35 mm)
BCuP	0,001 - 0,005	0,025 - 0,127	Bez topników i z użyciem topników dla złączy o długości poniżej 1 cala (25,4 mm)
	0,007 - 0,015	0,178 - 0,38	Bez topników i z użyciem topników dla złączy o długości powyżej 1 cala (25,4 mm)
BAg	0,002 - 0,005	0,051 - 0,127	Lutowanie z użyciem topników
	0,000 - 0,002	0,000 - 0,051	Lutowanie w atmosferze ochronnej.
BAu	0,002 - 0,005	0,051 - 0,127	Lutowanie z użyciem topników
BCu	0,000 - 0,002	0,000 - 0,051	Lutowanie w atmosferze ochronnej.
BCuZn	0,002 - 0,005	0,051 - 0,127	Lutowanie z użyciem topników
BMg	0,004 - 0,010	0,102 - 0,254	Lutowanie z użyciem topników
BNi	0,002 - 0,005	0,051 - 0,127	Ogólne zastosowanie (z użyciem topników/w atmosferze ochronnej)
	0,000 - 0,002	0,000 - 0,051	Lutowanie stopami łatwo płynącymi lub w atmosferze ochronnej.

Poza rodzajem lutu, za najważniejsze kryteria przy doborze rozmiaru szczeliny lutowniczej przyjmuje się [29]:

- rodzaj łączonych materiałów – w zależności od składu chemicznego, w szczególności zawartości niektórych pierwiastków, takich jak np. aluminium, powierzchnie materiałów metalicznych ulegają w różnym stopniu pasywacji. Szczelina musi być dobrana z uwzględnieniem zastosowanej atmosfery lub topnika, tak aby nie stanowił przeszkody w procesie dysocjacji tlenków z powierzchni;

- wzajemną rozpuszczalność pomiędzy łączonymi materiałami - w przypadku dużej rozpuszczalności może dochodzić do intensywnego roztwarzania powierzchni podłoża, skutkującej znacznymi zmianami składu chemicznego lutu, a w konsekwencji zwiększeniem jego temperatury topnienia. W takich warunkach lut może skryształizować przedwcześnie, zanim nastąpi całkowite wypełnienie szczeliny;
- wartość współczynnika rozszerzalności cieplnej materiałów łączonych – ma szczególnie istotne znaczenie w przypadku złączy różnoimiennych, zwłaszcza w procesie łączenia rur. W projektowaniu takiego złącza należy uwzględnić zmianę wymiarów łączonych elementów, w celu zapewnienia wymaganej szczeliny w temperaturze procesu lutowania;
- długość i geometrię złącza – wraz ze zwiększeniem długości złącza należy stosować szersze szczeliny, szczególnie w przypadku znacznego oddziaływania pomiędzy lutowiem i łączonymi elementami;
- jakość powierzchni łączonych elementów – chropowatość powierzchni w znacznym stopniu oddziałuje na warunki płynięcia ciekłego lutu i na finalną jakość połączenia. Zbyt duża chropowatość może skutkować powstawaniem licznych nieciągłości wewnątrz złącza zlokalizowanych w najniższych punktach powierzchni, gdzie doszło do lokalnego zwiększenia szczeliny. Powierzchnia o bardzo małej chropowatości może natomiast skutkować efektem odwrotnym, czyli utworzeniem zbyt wąskiej szczeliny lub w skrajnym wypadku pasowania na wcisk, co również może uniemożliwić płynięcie lutu. Kluczowe znaczenie ma zatem sposób przygotowania powierzchni;
- rodzaj atmosfery ochronnej – zastosowanie atmosfery o lepszych właściwościach ochronnych, a tym samym pozwalającej na otrzymanie złączy o lepszej jakości, wiąże się z koniecznością zastosowania mniejszych szczelin.

Reguły optymalnego doboru szerokości szczeliny oraz jej ścisłej kontroli w procesie montażu nie mają zastosowania w lutowaniu złączy szerokoszczelinowych (*ang. wide gap brazing – WGB*). Jest to odrębna dziedzina technologii lutowania umożliwiająca otrzymanie poprawnych jakościowo złączy z bardzo szerokimi szczelinami, przekraczającymi 0,5 mm. W metodzie tej stosuje się specjalne stopy lutownicze w stanie półciekłym, o znacznie większej lepkości w porównaniu z tradycyjnymi lutami. Efekt ten osiąga się zasadniczo na dwa sposoby [27]:

- zastosowanie stopu lutowniczego o szerokim zakresie temperatury solidus-likwidus, a następnie przeprowadzenie procesu lutowania poniżej temperatury likwidusu lutu,
- zastosowanie specjalnej mieszaniny konwencjonalnego stopu lutowniczego w formie pasty lub proszku z domieszką materiału wysokotopliwego.

W drugim z opisanych wariantów jako domieszkę bardzo często stosuje się materiał rodzimy w postaci proszku. Technologia lutowania złączy szerokoszczelinowych, ze względu na swoje zalety, znalazła zastosowanie do napraw komponentów silników turbinowych wykonanych z nadstopów niklu oraz kobaltu [36] i może być z powodzeniem użyta do wypełniania nawet bardzo szerokich szczelin rzędu 20 mm [37].

Wpływ szerokości szczeliny na przebieg procesu lutowania implikuje konieczność jej ścisłej kontroli. Jest to niezbędne w celu zapewnienia odpowiedniego wypełnienia złącza przez lut, szczególnie w warunkach przemysłowych, gdzie łączone są zespoły o złożonej geometrii, których elementy składowe często różnią się rodzajem materiału, formą, przekrojem, stanem dostawy czy sposobem przygotowania powierzchni.

2.2.3. Materiały lutownicze oraz kryteria ich doboru

Dobór materiału lutu wraz z odpowiednią metodyką montażu i przygotowania zespołu lutowniczego, decyduje o poprawnym przebiegu lutowania oraz finalnych właściwościach złącza. Funkcję lutu mogą pełnić zarówno czyste metale, jak i stopy. Podstawowym kryterium doboru jest temperatura topnienia lutu, która musi być znacząco niższa od temperatury topnienia materiałów łączonych, tak aby proces lutowania nie wpływał negatywnie na ich mikrostrukturę i właściwości. Zmniejszenie temperatury topnienia jest korzystne również z technologicznego punktu widzenia, stąd luty są często mieszaninami o składzie eutektycznym. Drugą grupę stanowią stopy lutownicze o budowie roztworu stałego. W przypadku stopów na osnowie pierwiastków wysokotopliwych stosowane są specjalne dodatki stopowe obniżające temperaturę topnienia. Kolejnym zasadniczym wymogiem w doborze lutu jest kompatybilność z materiałami łączonymi. Lut nie może powodować nadmiernej erozji powierzchni ani prowadzić do tworzenia faz osłabiających wytrzymałość lub integralność złącza. Nie może również tworzyć z materiałem rodzimym ogniwa galwanicznego. Kluczowe są także warunki eksploatacji złączy, na które składa się temperatura i środowisko pracy oraz rodzaj i poziom obciążeń, jakim są poddawane. W procesie projektowania złącza, w zależności od przeznaczenia gotowego produktu, należy uwzględnić również aspekty BHP, ochrony środowiska, czy potencjalnej toksyczności składników lutu [38, 39].

Tabela 5. Oznaczenia grup materiałów lutowniczych zgodnie z klasyfikacją AWS [40]

Oznaczenie wg AWS A5.8	Grupa materiałów
B _{Ag}	Stopy na osnowie srebra
B _{Au}	Stopy na osnowie złota
B _{AlSi}	Stopy na osnowie aluminium z dodatkiem krzemu
B _{Mg}	Stopy na osnowie magnezu
B _{Cu}	Miedź i stopy na osnowie miedzi
B _{Ni}	Stopy na osnowie niklu
B _{Co}	Stopy na osnowie kobaltu
B _V	Stopy specjalne dedykowane do procesów próżniowych.

System oznaczania materiałów lutowniczych jest najczęściej regulowany przez odpowiednie dokumenty normatywne o zasięgu krajowym lub międzynarodowym. Najszerzej i najczęściej stosowanym standardem identyfikacji jest klasyfikacja *American Welding Society* opisana w normie AWS A5.8 (tab. 5) [40], często stosowana zamiennie lub równolegle z odpowiadającym danemu stopowi oznaczeniem wg normy AMS (*Aerospace Materials Specifications*). W przypadku stopów lutowniczych stosowanych w przemyśle lotniczym, najwięksi producenci silników lotniczych stosują również własne oznaczenia zgodnie z wewnętrznym systemem standaryzacji. Ponadto wiele stopów jest dostępnych na rynku pod nazwami handlowymi, jak np. Nicrobraz[®] lub Palnico[®].

Tabela 6. Rekomendowane konfiguracje wybranych materiałów i lutów wg klasyfikacji AWS, gdzie: X – połączenie niezalecane, Y – brak możliwości uogólnienia na całą grupę materiałów [29]

Materiały łączone	Al i stopy Al	Mg i stopy Mg	Cu i stopy Cu	Stal węglowa i niskostopowa	Żeliwo	Stal nierdzewna	Ni i stopy Ni	Ti i stopy Ti	Metale reaktywne (Be, Zr, V) i ich stopy	Metale trudnotopliwe (W, Mo, Ta, Nb) i ich stopy	Stal narzędziowa
Al i stopy Al	BAI-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Mg i stopy Mg	X	BMg	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Cu i stopy Cu	X	X	B _{Ag} , B _{Au} , B _{CuP} , B _{Ni} , R _B CuZn	-	-	-	-	-	-	-	-
Stale węglowe i niskostopowe	X	X	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Ni} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Cu} , B _{Ni} , R _B CuZn	-	-	-	-	-	-	-
Żeliwo	X	X	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Ni} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Ni} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Ni} , R _B CuZn	-	-	-	-	-	-
Stal nierdzewna	BAI-Si	X	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Ni} ,	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Cu} , B _{Ni} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Cu} , B _{Ni} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Cu} , B _{Ni}	-	-	-	-	-
Ni i stopy Ni	BAI-Si	X	B _{Ag} , B _{Au} , R _B CuZn, B _{Ni}	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Cu} , B _{Ni} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Cu} , B _{Ni} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Cu} , B _{Ni}	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Cu} , B _{Ni}	-	-	-	-
Ti i stopy Ti	BAI-Si	X	B _{Ag}	B _{Ag}	B _{Ag}	B _{Ag}	B _{Ag}	B _{Ag} , BAI-Si	-	-	-
Metale reaktywne (Be, Zr, V) i ich stopy	Y	X	B _{Ag}	B _{Ag}	B _{Ag}	B _{Ag}	B _{Ag}	Y	Y	-	-
Metale trudnotopliwe (W, Mo, Ta, Nb) i ich stopy	X	X	B _{Ag}	B _{Ag} , B _{Cu} , B _{Ni} , B _{Au}	B _{Ag} , B _{Cu} , B _{Ni} , B _{Au}	B _{Ag} , B _{Cu} , B _{Ni} , B _{Au}	B _{Ag} , B _{Cu} , B _{Ni} , B _{Au}	Y	Y	B _{Ag} , B _{Cu} , B _{Ni} , B _{Au}	-
Stal narzędziowa	X	X	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Ni} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Ni} , B _{Au} , B _{Cu} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Au} , R _B CuZn, B _{Ni} , B _{Cu}	B _{Cu} , B _{Ni} , B _{Ag} , B _{Au} , R _B CuZn	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Cu} , B _{Ni} , R _B CuZn	X	X	B _{Cu} , B _{Ag} , B _{Ni} , B _{Au}	B _{Ag} , B _{Au} , B _{Cu} , B _{Ni} , R _B CuZn

Kolejną ważną grupą lutów, które nie są wyszczególnione jako osobna kategoria w normie AWS A5.8, są stopy na osnowie palladu. Pallad, stosowany jest również jako dodatek stopowy w innych stopach lutowniczych, znacznie poprawiając ich właściwości technologiczne i wytrzymałościowe. W procedurze doboru stopu lutowniczego do konkretnego zastosowania należy uwzględnić wszystkie wymogi konstrukcyjne. W wielu przypadkach możliwe jest zastosowanie lutu z różnych grup materiałowych (tab. 6) [29]. Poza samym gatunkiem lutu, należy odpowiednio dobrać również jego postać. Materiały lutownicze dostępne są w postaci proszku, pasty, drutu, folii oraz taśmy, a także prefabrykatów o różnych kształtach, takich jak np. pierścienie. Umożliwia to zarówno umieszczenie lutu bezpośrednio pomiędzy łączonymi materiałami na etapie montażu zespołu, jak również aplikacje, najczęściej w postaci pasty, na jednym z końców złącza, w zależności od potrzeb i rodzaju konstrukcji. Obydwie metody mogą być również zastosowane równocześnie, tak aby osiągnąć jak najlepsze efekty i powtarzalność procesu.

W łączeniu komponentów sekcji gorącej turbinowych silników lotniczych, wykonanych z nadstopów niklu i kobaltu, ze względu na wysoką temperaturę oraz agresywne środowisko pracy, zastosowanie znajduje głównie lutowanie wysokotemperaturowe z użyciem stopów lutowniczych na osnowie niklu, kobaltu, złota lub palladu. Cechuje je przede wszystkim bardzo dobra żaroodporność i odporność na korozję wysokotemperaturową oraz dobra charakterystyka wytrzymałościowa. W przypadku podzespołów pracujących w niższej temperaturze zastosowanie znajdują również stopy na osnowie srebra oraz miedzi, natomiast podzespoły wykonane ze stopów tytanu mogą być łączone za pomocą lutów tytanowych, srebrnych lub aluminiowych [38, 41, 42].

2.2.4. Charakterystyka stopów lutowniczych na osnowie niklu

Luty na osnowie niklu stanowią jedną z najważniejszych grup spoiw o znaczeniu przemysłowym, głównie ze względu na swój zakres temperatury pracy – znajdują zastosowanie zarówno w aplikacjach kriogenicznych, jak również w temperaturze powyżej 1100°C. W połączeniu z bardzo dobrą odpornością na korozję, wynikającą w dużej mierze z właściwości samego niklu, oraz relatywnie niskim kosztem w porównaniu ze stopami opartymi na metalach szlachetnych, lutowia te znalazły bardzo szerokie zastosowanie w przemyśle lotniczym. W większości przypadków, wysoka temperatura topnienia niklu (1455°C) stanowi przeszkodę do stosowania go jako lutu w czystej postaci. Z tego względu, w wieloskładnikowych lutach na osnowie niklu stosuje się dodatki obniżające temperaturę topnienia (*ang. Melting Point Depressants – MPD*), głównie bor, krzem lub fosfor (tab. 7).

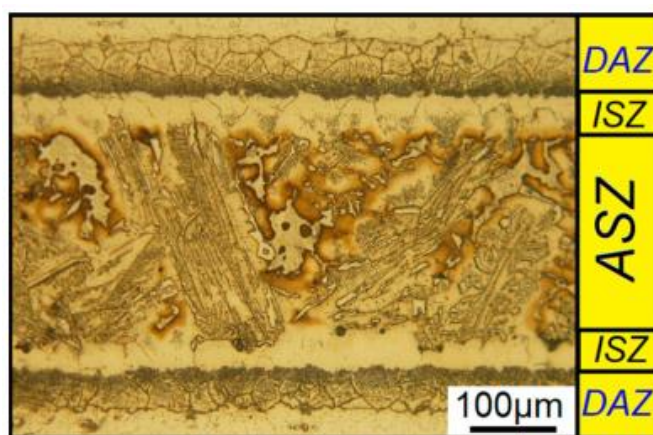
Obecność MPD znacząco wpływa na właściwości fizyczne i chemiczne lutu, niosąc ze sobą wiele konsekwencji, które z punktu widzenia przebiegu procesu lutowania i właściwości złącza mogą być zarówno korzystne, jak i negatywne. W trakcie lutowania atomy tych pierwiastków dyfundują w głąb materiału rodzimego, co prowadzi do zmniejszenia ich stężenia w lucie, a tym samym zmiany warunków jego krystalizacji (w efekcie umożliwiając krystalizację izotermiczną) i temperatury topnienia. W praktyce oznacza to, iż lut nie ulegnie ponownemu stopieniu w temperaturze zastosowanej w procesie łączenia. Zjawisko to wykorzystywane jest np. w produkcji podzespołów turbin, umożliwiając ich eksploatację w temperaturze wyższej od temperatury lutowania [27, 41, 42]. Z drugiej strony dyfuzja boru, krzemu, czy fosforu w materiał rodzimy może umożliwiać w strefie dyfuzyjnej tworzenie się kruchych i twardych

faz, a przypadku bardzo niskiej wzajemnej rozpuszczalności segregację tych pierwiastków na granicach ziarn, zwiększając podatność materiału na kruche pękanie. Ponadto bor znacząco zmniejsza napięcie powierzchniowe ciekłego stopu, tym samym poprawiając zwilżalność i ułatwiając płynięcie lutu. Dodatek boru umożliwia również wytwarzanie lutu w postaci folii, w tym amorficznej – w procesie szybkiego krzepnięcia, gdy zawartość boru wynosi min. 1,4% wag. [42].

Tabela 7. Skład chemiczny wybranych stopów lutowniczych z grupy BNi [41]

Oznaczenie wg AWS	Zawartość pierwiastka, % mas.													
	Cr	B	Si	Fe	C	P	S	Al	Ti	Mn	Cu	Zr	Ni	Inne
BNi-1	13-15	2,75-3,50	4-5	4-5	0,6-0,9	0,02	0,02	0,05	0,05	-	-	0,05	reszta	0,05
BNi-1a	13-15	2,75-3,50	4-5	4-5	0,06	0,02	0,02	0,05	0,05	-	-	0,05	reszta	0,05
BNi-2	6-8	2,75-3,50	4-5	2,5-3,5	0,06	0,02	0,02	0,05	0,05	-	-	0,05	reszta	0,05
BNi-3	-	2,75-3,50	4-5	0,5	0,06	0,02	0,02	0,05	0,05	-	-	0,05	reszta	0,05
BNi-4	-	1,5-2,2	3-4	1,5	0,06	0,02	0,02	0,05	0,05	-	-	0,05	reszta	0,05
BNi-5	18,5-19,5	0,03	9,75-10,5	-	0,1	0,02	0,02	0,05	0,05	-	-	0,05	reszta	0,05
BNi-6	-	-	-	0	0,1	0-12	0,02	0,05	0,05	-	-	0,05	reszta	0,05
BNi-7	13-15	0,01	0,1	0,2	0,08	9,7-10,5	0,02	0,05	0,05	0,04	-	0,05	reszta	0,05
BNi-8	-	-	6-8	-	0,1	0,02	0,02	0,05	0,05	21,5-24,5	4,5-5	0,05	reszta	0,05
BNi-9	13,5-16,5	3,25-4	-	1,5	0,06	0,02	0,02	0,05	0,05	-	-	0,05	reszta	0,05
BNi-10	12	2,5	3,5	3,5	0,5	-	-	-	-	-	-	-	reszta	16W
BNi-11	10	2,5	3,5	3,5	0,4	-	-	-	-	-	-	-	reszta	12W

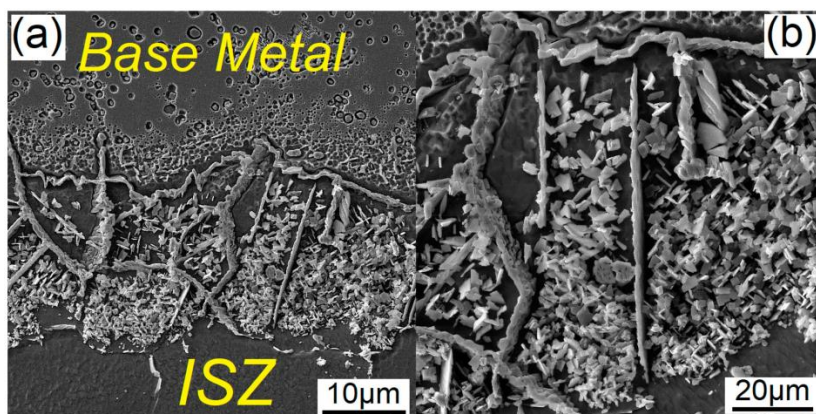
Specyficzny i złożony przebieg procesu krzepnięcia lutów niklowych zawierających MPD determinuje charakterystyczną, pasmową mikrostrukturę złączy. Można wyróżnić w niej kilka specyficznych obszarów (rys. 10): materiał rodzimy, strefę dyfuzyjną (*Diffusion Affected Zone* – DAZ), strefę krystalizacji izotermicznej (*Isothermal Solidification Zone* – ISZ) oraz strefę krystalizacji atermicznej (*Athermal Solidification Zone* – ASZ) [43].



Rys. 10. Mikrostruktura pasmowa złącza lutowanego Hastelloy X/Ni-13Cr-4,5Si-4,2B/Hastelloy X, DAZ – strefa dyfuzyjna, ISZ – strefa krystalizacji izotermicznej, ASZ – strefa krystalizacji atermicznej [43]

Za powstawanie takiej mikrostruktury odpowiedzialny jest kierunkowy mechanizm krystalizacji. Pierwszym etapem jest izotermiczna krystalizacja roztworu stałego w strefie przyległej do powierzchni łączonych materiałów (ISZ). W przypadku lutów niklowych strefę tę tworzy austenityczna faza γ . Proces krystalizacji zachodzi w następstwie zmniejszenia stężenia pierwiastków obniżających temperaturę topnienia w strefie kontaktu z powierzchnią materiałów łączonych w wyniku erozyjnego działania ciekłego lutu, a następnie dyfuzji w stanie stałym. W konsekwencji dochodzi do wzbogacenia pozostałego, ciekłego lutu w bor, krzem oraz inne dodatki stopowe, obecne w jego składzie chemicznym, takie jak np. chrom i żelazo, a także pierwiastki z materiału podłoża. Powstała w ten sposób ciekła frakcja lutu jest „spychana” w centralny obszar złącza. Jeżeli czas wygrzewania w temperaturze lutowania nie jest wystarczający, żeby krystalizacja izotermiczna nastąpiła w objętości całego złącza w wyniku procesów dyfuzyjnych, krzepnięcie tej strefy zachodzi dopiero podczas chłodzenia, tworząc strefę krystalizacji atermicznej (ASZ). Finalny skład fazowy tej strefy zależy w głównej mierze od składu chemicznego lutu. W ogólnym ujęciu, w skład ASZ wchodzi mieszaniny dwu- lub kilkuskładnikowych eutektyk ze związkami międzymetalicznymi, takimi jak np. borki i krzemki. Jeżeli lut zawiera jedynie krzem jako MPD, pozostała ciekła frakcja skryształizuje głównie w postaci mieszaniny eutektycznej austenitu γ oraz krzemku niklu. W przypadku stopów zawierających zarówno krzem i bor, w pierwszej kolejności najczęściej dochodzi do utworzenia eutektyki złożonej z fazy γ -Ni i borku niklu, następnie mieszaniny fazy γ z borkiem chromu, a na końcu trójskładnikowej eutektyki zawierającej fazę γ , borek niklu i krzemek niklu [43, 44]. Ten sam mechanizm obserwowany jest w lutach niklowych zawierających fosfor, gdzie w centralnej części złącza dochodzi do tworzenia się mieszaniny γ -Ni z różnymi fosforkami niklu (Ni_2P , Ni_{12}P_5) oraz chromu (Cr_2P , Cr_3P) [45].

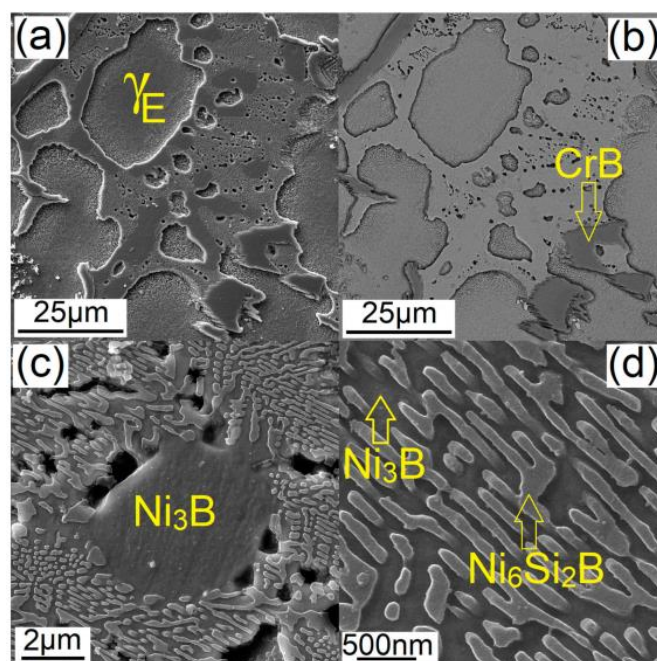
Luty niklowe są często materiałem pierwszego wyboru do łączenia nadstopów na podstawie tego samego pierwiastka. Jako że stopy z tej grupy stosowane są w najbardziej wymagających aplikacjach w lotnictwie i energetyce, lepsze zrozumienie mechanizmu krzepnięcia lutów niklowych stanowi istotne zagadnienie badawcze, co znajduje odzwierciedlenie w literaturze. Ghasemi i Pournvari [43] badali procesy przemian fazowych zachodzących podczas lutowania nadstopu niklu Hastelloy X stopem Ni-13Cr-4,5Si-4,2Fe-2,8B - skład chemiczny zbliżony do lutu BNi-1/BNi-1a (tab. 7). Proces prowadzono w próżni, w temperaturze 1120°C przez 10 min. Badania mikroskopowe ujawniły występowanie czterech charakterystycznych stref mikrostruktury. Stwierdzono, że strefę ISZ stanowi jednofazowy roztwór stały bogaty w Ni, Cr, Fe oraz Si. Analiza stężenia takich pierwiastków jak Mo, Fe oraz Cr potwierdziła zmiany składu chemicznego w tej strefie wynikające z oddziaływania ciekłego lutu na materiał rodzimy. W strefie dyfuzyjnej (DAZ) stwierdzono występowanie bogatych w molibden faz borkowych w postaci wydzieleni na granicach ziarn (rys. 11) o morfologii iglastej lub drobnoglobularnej. Mikrostruktura i skład chemiczny DAZ pozwalają stwierdzić, że procesy wydzieleniowe zachodzą w trakcie wygrzewania w temperaturze lutowania oraz są kontrolowane przez dyfuzję boru. Największą twardość wykazano w centralnej części złącza (ok. 420 HV_{0,05}), podczas gdy w strefie dyfuzyjnej zanotowano wartość rzędu 340 HV_{0,05}, a w materiale rodzimym – 240 HV_{0,05}. Najniższą twardością cechował się obszar roztworu stałego γ -Ni (150 HV_{0,05}).



Rys. 11. Mikrostruktura strefy dyfuzyjnej złącza Hastelloy X/Ni-13Cr-4,5Si-4,2B/Hastelloy X (obraz FE-SEM) [43]

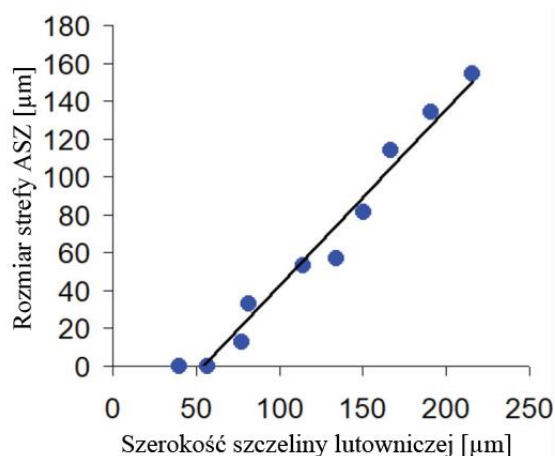
W centralnej części złącza stwierdzono obecność strefy ASZ. W procesie jej powstawania wyszczególniono cztery etapy:

- I. $L \rightarrow \gamma + L$ - krystalizacja fazy γ -Ni w postaci roztworu stałego połączona ze wzbogaceniem pozostałej fazy ciekłej w Cr, Mo, Si i B,
- II. $L \rightarrow \gamma + (Cr, Mo)B$ - utworzenie dwuskładnikowej eutektyki złożonej z roztworu stałego γ oraz borków o wysokiej zawartości chromu i molibdenu,
- III. $L \rightarrow \gamma + (Cr, Mo)B + (Ni, Cr)B$ - krystalizacja trójskładnikowej mieszaniny eutektycznej roztworu stałego γ , borków chromu i molibdenu oraz borków chromu i niklu,
- IV. $L \rightarrow \gamma + (Cr, Mo)B + (Ni, Cr)B + Ni_xSi_xB$ - krystalizacja czteroskładnikowej eutektyki (rys. 12) zawierającej, poza składnikami z etapu III, fazy zbudowane z niklu, boru i krzemu.



Rys. 12. Czteroskładnikowa mieszanina eutektyczna powstała w ostatnim etapie krystalizacji atermicznej, złącze Hastelloy X/Ni-13Cr-4,5Si-4,2B/Hastelloy X [43]

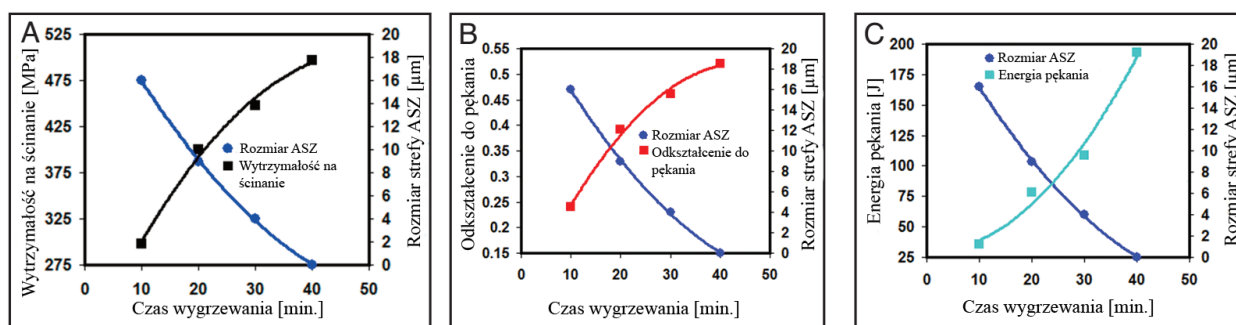
Podobną analizę przeprowadzono dla konfiguracji materiałów Hastelloy X/Ni-4,5Si-3,2B (BNi-3) [46]. Zastosowano lutowie w postaci folii amorficznej oraz zmienną wartość szczeliny lutowniczej, w zakresie 45-220 μm . Proces prowadzono w temperaturze 1100°C przez 30 min. W strefie dyfuzyjnej stwierdzono występowanie borków o takiej samej morfologii jak w przypadku poprzedniego lutowia. Zaobserwowano również bardzo zbliżony schemat przemian fazowych zachodzących w ASZ, prowadzący do powstania dwu- oraz trójskładnikowych eutektyk, złożonych z roztworu stałego γ -Ni oraz związków międzymetalicznych zawierających bor i krzem. Analiza wpływu szerokości szczeliny na mikrostrukturę i skład fazowy złącza pokazała, że dla przyjętych warunków procesu, graniczną wartością pozwalającą na otrzymanie jednorodnego złącza, bez strefy krystalizacji atermicznej, jest 53 μm . W przypadku większych szczelin doszło do utworzenia ASZ, a szerokość tej strefy zwiększała się wraz ze wzrostem odległości pomiędzy łączonymi elementami (rys. 13). Analogicznie jak w [43], wykonano pomiary twardości w poszczególnych strefach złącza. Stwierdzono znaczny wzrost twardości w strefie ASZ (>700 HV_{0,05}), w porównaniu z obszarami strefy dyfuzyjnej (ok. 300 HV_{0,05}) i materiałem rodzimym oraz strefą krystalizacji izotermicznej (ok. 200 HV_{0,05}).



Rys. 13. Wpływ szerokości szczeliny lutowniczej na szerokość strefy krystalizacji atermicznej złącza Hastelloy X/BNi-3, złożonej z produktów przemiany eutektycznej zachodzącej w trakcie chłodzenia [46]

Zbliżone wyniki badań uzyskano również dla pary materiałów Inconel 718/BNi-2 (Ni-7Cr-4,5Si-3,2B-3Fe) lutowanych w temperaturze 1050°C [47]. W strefie ISZ zanotowano obecność pierwiastków stopowych pochodzących z materiału rodzimego, takich jak Mo, Nb, Al i Ti. Stwierdzono występowanie strefy dyfuzyjnej o średniej szerokości 40 μm , zbudowanej z węglików bogatych w Cr, Mo oraz Nb, wydzielających się w postaci mikrostruktury iglastej i globularnej. Zwrócono uwagę na możliwy wpływ wydzielen w strefie dyfuzyjnej na właściwości antykorozyjne materiału rodzimego w tym obszarze, ponieważ chrom i molibden pełnią kluczową funkcję w ochronie stopu przed korozją. W przebiegu tworzenia strefy krystalizacji atermicznej ponownie wyszczególniono kilka etapów, prowadzących do utworzenia mieszaniny dwu- oraz trójskładnikowych eutektyk, charakterystycznych dla lutów niklowych z dodatkiem chromu, krzemu i boru. W pracy potwierdzono również zależność mikrostruktury od czasu wygrzewania w temperaturze lutowania. Analiza złączy lutowanych w czasie od 10 do 40 min pozwala stwierdzić, że wraz ze zwiększeniem czasu wytrzymania zwiększa się udział ISZ w objętości złącza, co powoduje zmniejszenie strefy krystalizacji atermicznej. Najdłuższy czas wygrzewania umożliwił otrzymanie jednorodnego złącza, pozbawionego tej strefy. Zmiany w mikrostrukturze wywierają znaczący wpływ na właściwości mechaniczne złączy – wykazano,

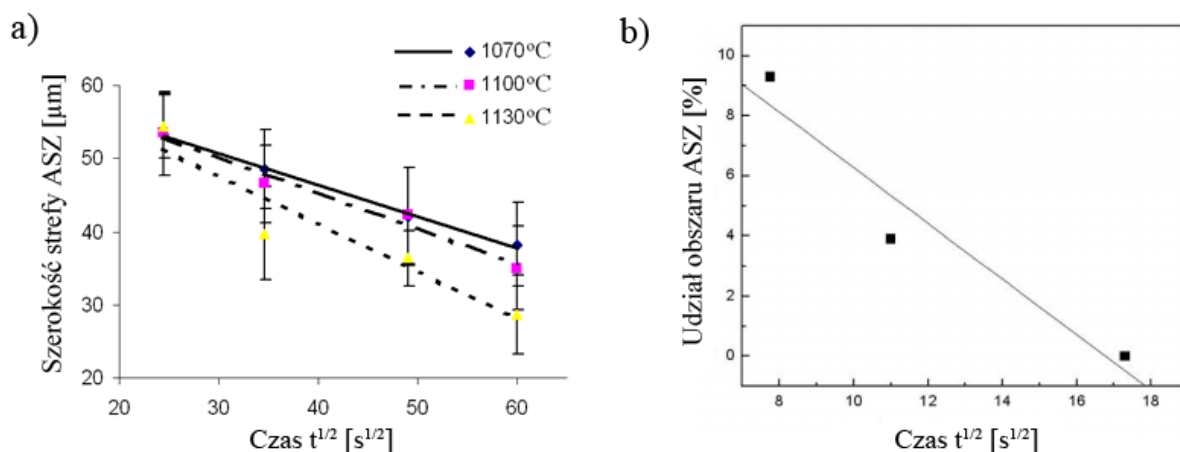
że zmniejszenie ASZ w wyniku zwiększenia czasu wygrzewania w temperaturze lutowania, powoduje wzrost wytrzymałości na ścinanie oraz odkształcenia do zniszczenia i energii pęknięcia (rys. 14).



Rys. 14. Wpływ czasu wygrzewania w temperaturze lutowania na szerokość strefy krystalizacji atermicznej na (A) wytrzymałość na ścinanie, (B) – odkształcenie do zniszczenia i (C) energie pęknięcia złącza Inconel 718/BNi-2/Inconel 718 [47]

Często badanym materiałem w kontekście procesów lutowania jest również umacniany wydzieleniowo stop niklu Inconel 738. Stop ten, ze względu na bardzo dobrą charakterystykę wytrzymałościową w podwyższonej temperaturze oraz doskonałą odporność na korozję wysokotemperaturową, w ostatnich latach znajduje coraz szersze zastosowanie w części gorącej turbin lotniczych i energetycznych. W pracy [48] analizie poddano wpływ rodzaju lutu – Nicrobraz 150 (BNi-9/Ni-3,5B-15Cr) oraz Amdry DF3 (Ni-3B-20Cr-20Co-3Ta-0,05La) – oraz warunków procesu lutowania próżniowego na mikrostrukturę złącza ze stopu Inconel 738. W obydwu przypadkach stwierdzono silną zależność mikrostruktury złącza od parametrów lutowania. Za graniczne wartości szczeliny, umożliwiające otrzymanie jednorodnego złącza uznano ok. 50 μm dla lutowia BNi-9 oraz 25 μm dla lutowia DF3. Po ich przekroczeniu, w centralnej części złącza otrzymanego przy użyciu stopu BNi-9 zaobserwowano charakterystyczne dla większości lutów niklowych produkty typowe dla mieszanin eutektycznych. Mikrostruktura drugiego z analizowanych stopów lutowniczych była natomiast złożona z ziarn roztworu stałego γ , ze skupionymi w centralnej strefie wydzieleniami węglików typu MC, borków chromu oraz faz międzymetalicznych Ni_3Ti . Objętość tego obszaru wzrastała wraz ze zwiększeniem szerokości szczeliny. W obydwu analizowanych przypadkach wykazano szkodliwy wpływ obecności tych wydzieleni na właściwości wytrzymałościowe złącza.

Stopy na osnowie niklu z dodatkiem MPD stanowią specyficzną grupę materiałów lutowniczych. Pozwalają uzyskać bardzo dobre właściwości eksploatacyjne złączy, jednak wymagają odpowiedniego podejścia procesowego. Z uwagi na fakt, że przebieg krystalizacji lutów z tej grupy kontrolowany jest w głównej mierze przez procesy dyfuzyjne, w przypadku dużych szczelin lutowniczych otrzymanie złącza bez strefy krystalizacji atermicznej jest osiągalne jedynie przy zastosowaniu odpowiednio długiego czasu wytrzymania. Analiza danych przedstawionych w literaturze wskazuje na występowanie zależności liniowej pomiędzy szerokością tej strefy a pierwiastkiem kwadratowym czasu lutowania (rys. 15) [49, 50]. W warunkach produkcyjnych zastosowanie długich cykli obróbki cieplnej może być nierentowne lub nieakceptowalne w aspekcie właściwości materiału łączonego. Widać zatem, że zapewnienie prawidłowego pozycjonowania podzespołów do lutowania oraz rygorystyczna kontrola szczelin lutowniczych jest niezbędna do otrzymania wysokiej jakości złączy o powtarzalnych właściwościach.



Rys. 15. Zależność rozmiaru strefy krystalizacji atermicznej od pierwiastka kwadratowego czasu wytrzymania dla złącza a) Inconel 783/Nicrobraz 150 (BNi-9) [49] oraz b) stal nierdzewna typu duplex/MBF-30 (BNi-3) [50]

2.3. Wpływ innych parametrów na przebieg procesu lutowania piecowego

Poza szerokością szczeliny lutowniczej, uznawanej za podstawowy i krytyczny element konstrukcji złącza lutowanego, istnieją inne parametry warunkujące prawidłowy przebieg łączenia elementów w procesie lutowania. Ze względu na specyfikę tego procesu, wymagającą zapewnienia jak najlepszych warunków zwilżania podzespołów łączonych przez ciekły lut, do kluczowych czynników technologicznych zalicza się również preparatykę powierzchni oraz jej czystość. Nie mniej kluczowym aspektem jest dobór odpowiedniej atmosfery w piecu, dopasowanej do rodzajów łączonych materiałów oraz zastosowanego lutu, a także zapewnienie odpowiedniego ułożenia w piecu, często poprzez dedykowane oprzyrządowanie. Każdy z tych aspektów jest istotną składową procesu technologicznego, wpływającą na prawidłowy przebieg i powtarzalność operacji lutowania.

2.3.1. Przygotowanie powierzchni materiałów łączonych

Zjawisko zwilżania, a w konsekwencji płynięcie ciekłego lutu, uzależnione jest od energii powierzchniowych na styku faz, dlatego stan powierzchni materiałów łączonych będzie miał bezpośredni wpływ na przebieg lutowania. Intensywność oddziaływania poszczególnych czynników powierzchniowych jest różna i może być zarówno pomijalna z punktu widzenia jakości złącza, jak również całkowicie uniemożliwić jego powstanie.

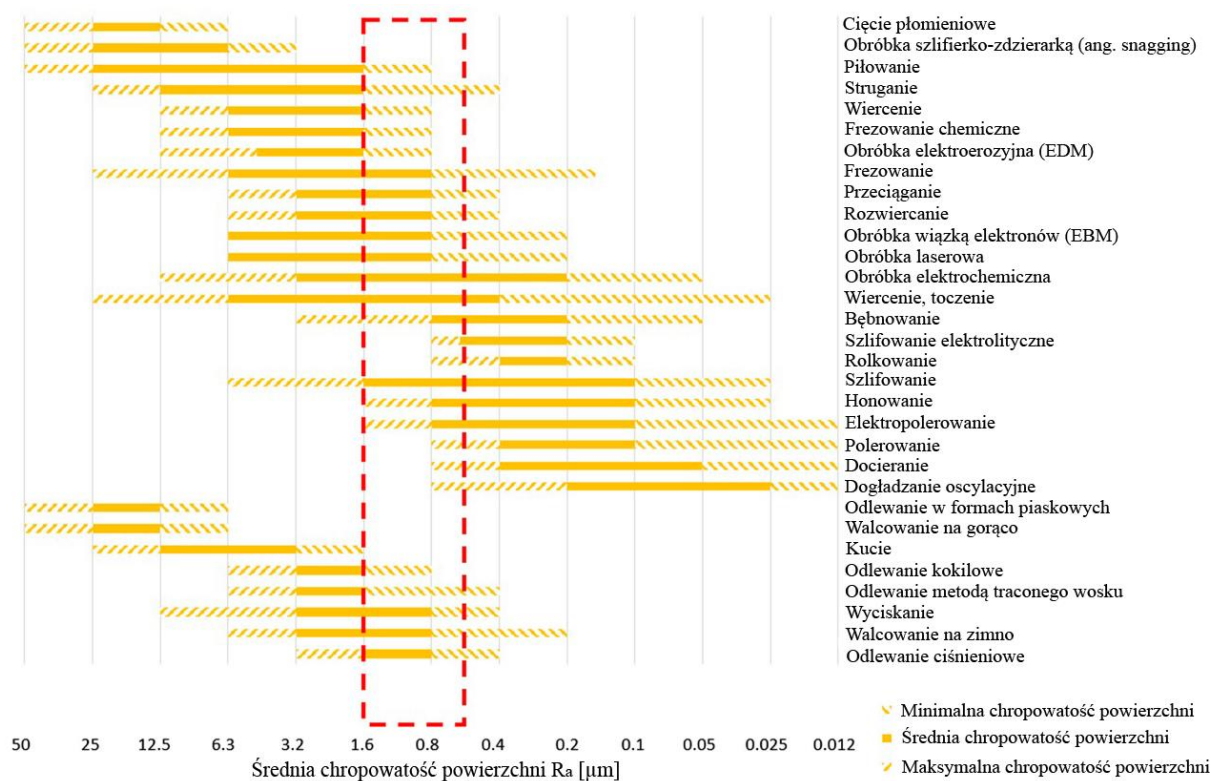
Pierwszym, a jednocześnie jednym z najbardziej istotnych parametrów powierzchni jest jej czystość. Powierzchnie lutowane muszą być pozbawione jakichkolwiek zabrudzeń w postaci środków konserwujących, olejów, smarów, wosku czy pozostałości z poprzednich procesów technologicznych, takich jak np. chłodziwo używane w obróbce mechanicznej, penetrant z kontroli fluorescencyjnej, itp. Niedopuszczalna jest również obecność tlenków oraz wtrąceń materiału obcego. Każde z powyższych zanieczyszczeń może utrudnić lub uniemożliwić wystąpienie zjawiska zwilżania, doprowadzając do powstania pustek i nieciągłości w złączu. W zależności od rodzaju zabrudzeń oraz gatunku lutowanych materiałów, elementy łączone powinny w ramach przygotowania do procesu lutowania zostać poddane odpowiedniej procedurze czyszczenia. Spośród dostępnych możliwości można wyszczególnić metody [29, 51-53]:

- chemiczne – z zachodzeniem reakcji chemicznej zastosowanej substancji z powierzchnią materiału, takie jak czyszczenie za pomocą roztworów wodnych, emulsji, rozpuszczalników, trawienie w kwasach czy odłuszczenie parowe;
- elektrochemiczne – w procesie elektrolizy, umożliwiają usunięcie zarówno organicznych zanieczyszczeń, jak również tlenków. W zależności od polaryzacji czyszczony materiał może być anodą lub katodą. Stosuje się również polaryzację zmienną, wówczas cykl należy zakończyć polaryzacją anodową, aby zapobiec osadzaniu się składników roztworu na powierzchni materiału;
- mechaniczne – wszystkie zabiegi technologiczne polegające na mechanicznej obróbce powierzchni, często połączonej z nadaniem jej wymaganej chropowatości. Grupa ta obejmuje wszystkie formy obróbki z użyciem narzędzi skrawających, obróbkę strumieniowo-ścierną oraz obróbkę wykończeniową, jak np. szrotkowanie lub szlifowanie;
- cieplne – polegają na obróbce cieplnej w próżni lub atmosferze kontrolowanej, w temperaturze zbliżonej do temperatury procesu lutowania, prowadzącej do redukcji tlenków oraz odparowania zanieczyszczeń z powierzchni.

Kolejnym istotnym aspektem dotyczącym przygotowania powierzchni łączonych jest ich chropowatość. Klasyczny model zwilżania opracowano przy założeniu teoretycznej, idealnie płaskiej, chemicznie obojętnej i nierozpuszczalnej powierzchni. W rzeczywistości powierzchnie są chropowate, a ich rozwinięcie wpływa na płynięcie ciekłego lutu. Zwilżalność takiej powierzchni często opisywana jest przy pomocy tzw. efektywnego kąta zwilżania θ^* , wyrażonego równaniem Wenzela (2.5) [27, 54]:

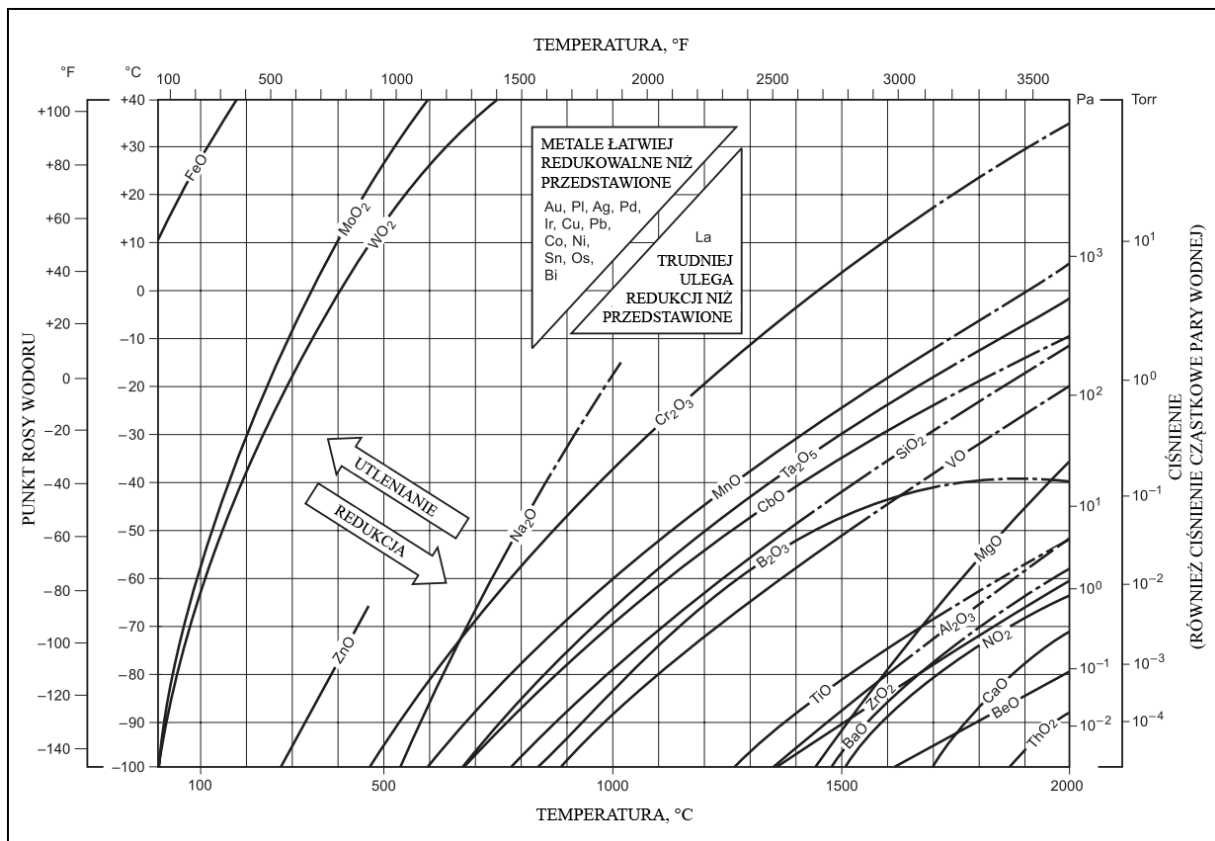
$$\cos\theta^* = r\cos\theta^0 \quad (2.5)$$

gdzie: r – iloraz rzeczywistego pola powierzchni z uwzględnieniem jej chropowatości, do pola odpowiadającej jej powierzchni idealnie płaskiej. Według równania (2.5), wzrost chropowatości powierzchni prowadzi do zwiększenia efektywnego kąta zwilżania. Sam przebieg zwilżania i rozplływania lutowia nie zależy jednak tylko od parametru R_a , czyli średniego arytmetycznego odchylenia od linii średniej. Istotny wpływ ma również kierunkowość profilu powierzchni. Tekstura powierzchni złożona z sieci cienkich rowków zorientowanych równoległe do kierunku płynięcia lutu może zwiększać działanie siły kapilarnej, ułatwiając zwilżanie powierzchni [27,55]. Zbyt dokładne wygładzenie powierzchni, np. poprzez polerowanie, uniemożliwia wystąpienie tego efektu. Dlatego też w większości przypadków najlepsze płynięcie lutu oraz najlepsze parametry wytrzymałościowe złączy obserwuje się przy pośrednich wartościach chropowatości. Jako zakres rekomendowany często przyjmuje się $R_a = 0,6-1,6 \mu\text{m}$ (rys. 16) [38], niemniej metodę przygotowania powierzchni należy każdorazowo rozpatrywać indywidualnie, w zależności od łączonych materiałów i zastosowanego lutu. W pracy [56] badano wpływ chropowatości w zakresie $R_a = 0,113-0,38 \mu\text{m}$ na jakość złączy czystej miedzi lutowanych z użyciem stopu MBF-2005 (Cu-Ni-Sn-P). Największą wytrzymałość na ścinanie złączy oraz najmniejszy udział pustek, otrzymano dla wartości $R_a = 0,20 \mu\text{m}$. Analiza wpływu chropowatości w zakresie $R_a = 0,052-0,63 \mu\text{m}$ na przebieg lutowania materiałów AISI 4145/Cu-37Zn-9Ni/węglík spiekany WC-Co wykazała, iż wartością optymalną dla tej konfiguracji jest $R_a = 0,36 \mu\text{m}$.



Rys. 16. Średnia chropowatość (Ra) otrzymana różnymi metodami przygotowania powierzchni. Zakres rekomendowany w literaturze ($Ra = 0,6-1,6 \mu\text{m}$), przyjmowany jako optymalny dla większości zastosowań, zaznaczono czerwoną, przerywaną linią [38]

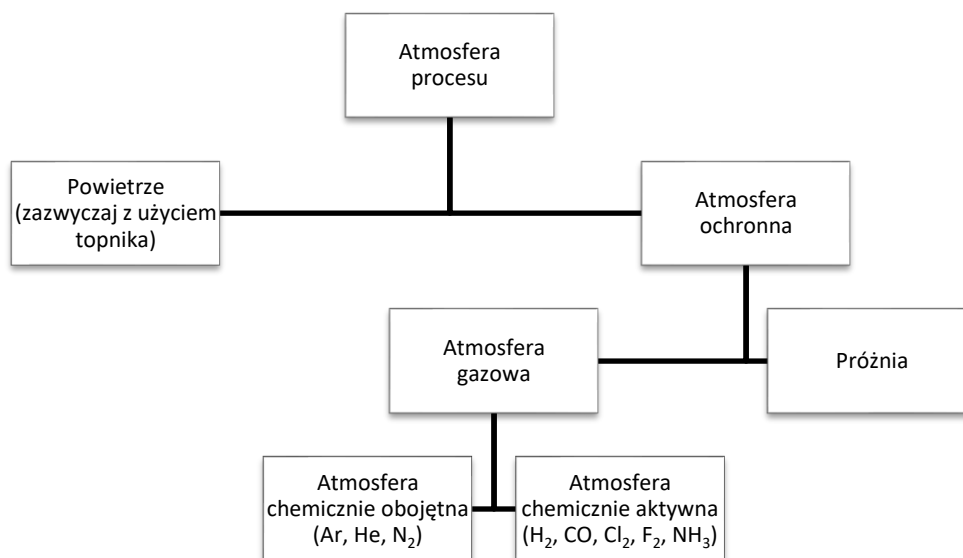
W przypadku stopów zawierających pierwiastki tworzące na powierzchni zwarte, trwałe warstwy tlenków, takie jak tytan, aluminium, czy chrom, lub niemetalicznych materiałów trudnozvilzalnych, wymagane są dodatkowe zabiegi mające na celu poprawę zvilzalności powierzchni, najczęściej poprzez naniesienie powłoki innego materiału, np. metodami natryskiwania cieplnego lub elektrochemicznymi. W przemyśle lotniczym lutowanie stopów żaroodpornych i żarowytrzymałych poprzedza zwykle niklowanie elektrochemiczne. Pokrycie powierzchni niklem zapobiega powstawaniu stabilnych tlenków, takich jak TiO czy Al_2O_3 (rys. 17) i powoduje znaczny wzrost rozplwności lutu. Powłoki niklowe są rekomendowane w lutowaniu stali nierdzewnych oraz nadstopów, w przypadku zawartości tytanu $> 0,7\%$, aluminium $> 0,4\%$, lub łącznej zawartości tych dwóch pierwiastków przekraczającej $0,7\%$ [27]. Według zaleceń norm Aerospace Materials Specification (AMS), grubość powłoki niklowanej w przypadku łącznej zawartości Al+Ti poniżej 4% nie powinna przekraczać $0,015 \text{ mm}$, natomiast jeżeli stężenie tych pierwiastków jest równe lub większe niż 4% , grubość powłoki powinna zawierać się w przedziale $0,02 - 0,03 \text{ mm}$, przy czym wartość ta zależy również od zastosowanej atmosfery [29]. Spośród wszystkich dostępnych metod przygotowania powierzchni do procesu lutowania, w większości przypadków niklowanie gwarantuje najlepsze efekty [58, 59], dlatego też w konstrukcji skomplikowanych, wieloelementowych zespołów lutowaniczych często jest stosowane dla zapewnienia możliwie najlepszych warunków plwnięcia lutu, nawet jeżeli nie ma wymogu normatywnego.



Rys. 17. Wykres Ellinghama ilustrujący stabilność tlenków poszczególnych metali oraz łatwość ich redukcji lub dysocjacji [29]

2.3.2. Atmosfera w piecu

Łączenie materiałów w procesie lutowania twardego wymaga poddania ich działaniu wysokiej temperatury. Podstawowym zadaniem środowiska, w którym prowadzony jest proces, jest zapobieganie degradacji powierzchni lutowanych, uprzednio poddanych zabiegom mającym na celu zapewnienie prawidłowego płynięcia lutu. Dobór atmosfery podyktowany jest głównie rodzajem obrabianych materiałów oraz wymogami, które musi spełnić złącze (rys. 18).



Rys. 18. Rodzaje atmosfer stosowanych w procesach lutowania [27]

Głównym inhibitorem zwilżania powierzchni jest obecność cienkich powłok niemetalicznych, głównie tlenków. Poprzez prawidłowy dobór atmosfery można zarówno przeciwdziałać utlenianiu w trakcie nagrzewania, jak również doprowadzić do dysocjacji bądź redukcji tlenków już obecnych na powierzchni materiału. Dzięki wykorzystaniu topników możliwe jest także prowadzenie procesu w atmosferze powietrza. Topnik może być zarówno materiałem dodatkowym, jak również składnikiem lutu. Jest to wieloskładnikowa mieszanina związków mineralnych lub syntetycznych, której zadaniem jest usunięcie istniejących tlenków, nie dopuszczenie do ponownego utlenienia substratu i ciekłego lutu w trakcie procesu, a także zmniejszenie napięcia powierzchniowego lutu. Zastosowanie topnika nie jest równoznaczne z brakiem konieczności wcześniejszej preparatyki powierzchni lutowanych detali, natomiast pociąga za sobą konieczność dodatkowej operacji oczyszczania złącza po procesie z jego pozostałości. Topniki są istotnym elementem technologii lutowania, jako że umożliwiają wykonanie złączy wysokiej jakości w warunkach, gdzie nie ma możliwości kontrolowania atmosfery procesu [27, 29, 51, 60, 61].

Nowoczesne przemysłowe piece próżniowe wyposażone są w wydajne układy pomp, umożliwiające osiągnięcie bardzo wysokiej próżni i w zdecydowanej większości posiadają doprowadzenie co najmniej jednego gazu technicznego. Główną zaletą lutowania w kontrolowanej atmosferze jest znacznie większa powtarzalność i przewidywalność procesu oraz brak konieczności zastosowania topników i usuwania ich pozostałości po procesie. Ponadto ochronie przeciwko utlenianiu podlega cała powierzchnia nagrzewanych elementów, a nie tylko obszar złącza, toteż metoda ta pozwala na łączenie części finalnie obrobionych mechanicznie oraz blach. Zasadniczym mechanizmem działania wszystkich rodzajów atmosfery ochronnej jest usuwanie z komory roboczej pieca cząsteczek tlenu oraz innych gazów aktywnych, które mogłyby wejść w reakcje z materiałem rodzimym bądź lutem. Po uzyskaniu zadanego ciśnienia komora pieca, w zależności od obrabianej konfiguracji materiałów, może zostać wypełniona gazem aktywnym lub obojętnym o określonym ciśnieniu bądź proces może być kontynuowany w próżni.

Próżnia jest szczególnym rodzajem atmosfery ochronnej. Nie jest możliwe całkowite usunięcie atomów tlenu czy azotu z objętości komory roboczej pieca, dlatego też pod pojęciem próżni rozumie się stan o odpowiednio niskim ciśnieniu, w którym stężenie atomów gazów aktywnych nie oddziałuje negatywnie na obrabiane materiały. Podobnie jak topniki, próżnia pozwala na usunięcie z powierzchni ciał metalicznych warstwy tlenków. Zjawisko to następuje na drodze ich dysocjacji, a jego intensywność zależy od składu chemicznego warstwy wierzchniej. Jak wynika z wykresu Ellinghama (rys. 17), tlenki poszczególnych metali wykazują różną podatność na dysocjację w zależności od ciśnienia i temperatury, przy czym w każdym przypadku obniżenie ciśnienia powoduje zmniejszenie temperatury wymaganej do zajścia procesu dysocjacji. Termodynamicznie opisuje to zmiana energii swobodnej Gibbsa (równanie 2.5), związana z tworzeniem tlenku i potrzebna do jego redukcji:

$$dG = VdP - SdT \quad (2.5)$$

gdzie: V – objętość, P – ciśnienie, T – temperatura.

Wartość energii swobodnej Gibbsa tworzenia tlenków metali zależy od ich rodzaju (tab. 8). Najmniej stabilne są tlenki metali szlachetnych oraz metali z grupy platynowców, dlatego lutowość tych materiałów jest najlepsza. Tlenki metali lekkich (aluminium, tytanu, magnezu)

oraz metali ogniotrwałych cechuje natomiast bardzo wysoka stabilność, przez co należą one do materiałów trudnych do łączenia. Co istotne, warstwa tlenków na powierzchni ciał metalicznych najczęściej nie jest jednofazowa, lecz stanowi mieszaninę różnych tlenków o odmiennym potencjale dysocjacyjnym. Stanowi to dodatkowe utrudnienie w opisie termodynamicznym reakcji zachodzących w procesach lutowania złożonych, wieloskładnikowych stopów metali [27].

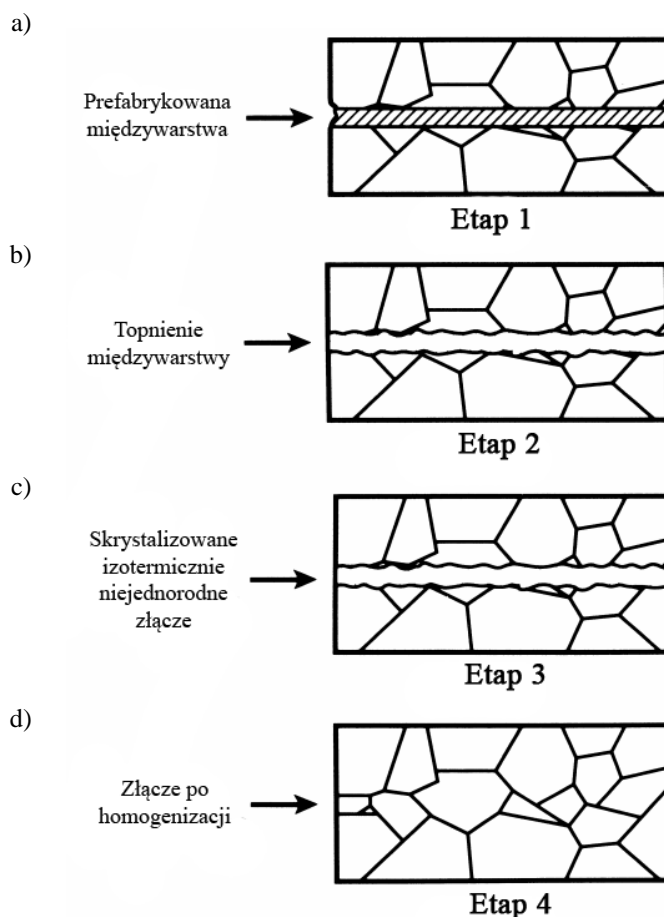
Tabela 8. Energia swobodna tworzenia tlenków wybranych pierwiastków (stabilność tlenku zwiększa się ze zmniejszeniem energii) [27]

Pierwiastek	Tlenek	Energia swobodna tworzenia w 25°C, kJ/mol (wartości zaokrąglone)
Au	Au ₂ O ₃	+50
Ag	Ag ₂ O	-10
Cu	CuO	-250
	Cu ₂ O	-300
Ni	NiO	-430
	FeO	-490
Fe	Fe ₂ O ₃	-500
	Fe ₃ O ₄	-510
Sn	SnO	-510
	SnO ₂	-515
Zn	ZnO	-625
Cr	Cr ₂ O ₃	-700
Si	SiO ₂	-860
Ti	TiO ₂	-900
Al	Al ₂ O ₃	-1050
Mg	MgO	-1140

2.3.3. Procesy dyfuzyjne w złączu, czas i temperatura wygrzewania

Dyfuzja jest nieodłącznym zjawiskiem procesu lutowania twardego. W pierwszej jego fazie kluczowe są czynniki odpowiedzialne za rozplątliwość lutowia i zwilżanie powierzchni elementów łączonych. Jednakże sam proces płynięcia ciekłego lutu następuje natychmiast po jego roztopieniu i trwa nie więcej niż kilka sekund. Po zakończeniu dystrybucji stopu lutowniczego w obszarze złącza, dominującą rolę przejmuje zjawisko dyfuzji. W technologii lutowania, jako oddzielną grupę procesów, rozróżnia się również metody, w których ograniczony lub całkowicie wyeliminowany jest etap płynięcia lutu. Zamiast tego, lutowie dostarczane jest bezpośrednio w obszar złącza jako międzywarstwa w postaci odpowiedniego prefabrykatu (np. folii) lub powłoki galwanicznej. Mówi się wówczas o procesie lutowania dyfuzyjnego (*ang. diffusion brazing*) [62] lub lutowania z przejściową fazą ciekła (*ang. Transient Liquid Phase Bonding – TLPB*) [63, 64]. Przemiana międzywarstwy w stan ciekły następuje ze względu na niższą niż materiały łączone temperaturę topnienia lub na skutek procesów dyfuzyjnych pomiędzy lutem i podłożem. Metoda ta wywodzi się z pogranicza piecowego lutowania twardego oraz procesu zgrzewania dyfuzyjnego w stanie stałym. Podobnie jak proces zgrzewania dyfuzyjnego często realizowana jest z użyciem dodatkowego obciążenia, przy czym obecność ciekłej międzywarstwy pozwala na zastosowanie znacznie mniejszego docisku. W przypadku konwencjonalnego lutowania twardego, ze względu na relatywnie krótki czas wytrzymania w temperaturze procesu, część lutu może krystalizować dopiero na etapie chłodzenia, prowadząc do powstania charakterystycznej, pasmowej mikrostruktury (rys. 10).

Ideą lutowania dyfuzyjnego jest wytrzymanie łączonego zespołu w temperaturze procesu przez znacznie dłuższy czas, co pozwala nie tylko na izotermiczną krystalizację całej objętości złącza, ale również dyfuzyjną homogenizację mikrostruktury (rys. 19). Różnica pomiędzy lutowaniem dyfuzyjnym, a konwencjonalnym lutowaniem twardym wynika zatem głównie z odmiennej metodyki dostarczania lutu w obszar złącza i parametrów procesu oraz wynikającymi z tego właściwościami złącza, natomiast specyfika i przebieg procesów dyfuzyjnych w obydwu przypadkach jest analogiczny i uzależniony jest głównie od składu chemicznego łączonych materiałów oraz czasu i temperatury wygrzewania.



Rys. 19. Etapy procesu lutowania dyfuzyjnego: a) przygotowanie zespołu do lutowania, b) nagrzewanie do temperatury topnienia międzywarstwy, c) krystalizacja izotermiczna, d) homogenizacja złącza [27]

Dyfuzja jest zjawiskiem zależnym od czasu i temperatury, dlatego te parametry lutowania determinują przebieg i wynik całego procesu. Po stopieniu lutu w pierwszej kolejności dochodzi do częściowego rozpuszczania powierzchni materiałów łączonych, co prowadzi do transportu masy, a następnie na granicy faz rozpoczynają się procesy dyfuzyjne. Ich kinetyka kontrolowana będzie przez pierwiastki najszybciej dyfundujące w sieci krystalicznej materiałów rodzimych. Właściwość ta cechuje dodatki stopowe pełniące rolę MPD. Bor i fosfor wykazują nie tylko bardzo dużą skuteczność w obniżaniu temperatury topnienia stopów lutowniczych, ale również z uwagi na mały rozmiar atomów są pierwiastkami szybko dyfundującymi. W układach materiał łączony/lut zawierających te dodatki, czynnikiem inicjującym krzepnięcie izotermiczne jest ich migracja w materiał rodzimy. Kolejny popularny MPD, krzem, ze względu na znacznie większy rozmiar atomów (większy niż atomów niklu, chromu czy żelaza) wykazuje o wiele mniejszą mobilność w tych samych warunkach procesu, co może prowadzić do jego koncentracji

w centralnej części złącza i powstania wydzielen krzemkowych faz międzymetalicznych. Stosowanie lutów zawierających krzem może zatem wymagać zwiększenia temperatury bądź wydłużenia czasu wygrzewania w celu osiągnięcia zadowalających efektów. Z drugiej strony zwiększenie któregokolwiek z tych parametrów stwarza ryzyko zintensyfikowania zjawiska erozji powierzchni przez ciekły lut oraz rozrostu ziarn materiału rodzimego, dlatego też każdy przypadek należy rozpatrywać indywidualnie [27, 29]. Jeżeli warunki procesu nie umożliwią krystalizacji izotermicznej w całej objętości złącza, pozostała ciekła część lutu skryształizuje atermicznie na etapie chłodzenia tworząc strefę złożoną z twardych, kruchych faz, tak jak opisano to w punkcie 2.2.4. Istnieje możliwość obliczenia minimalnego czasu łączenia t_{IS} (równanie 2.6), umożliwiające krystalizację izotermiczną w całej objętości złącza:

$$t_{IS} = \frac{W_{max}^2}{16K^2D} \quad (2.6)$$

gdzie: W_{max} to maksymalna szerokość fazy ciekłej, D jest współczynnikiem dyfuzji danego MPD w materiale rodzimym w temperaturze lutowania, a K jest stałą możliwą do wyznaczenia numerycznie z równania 2.7:

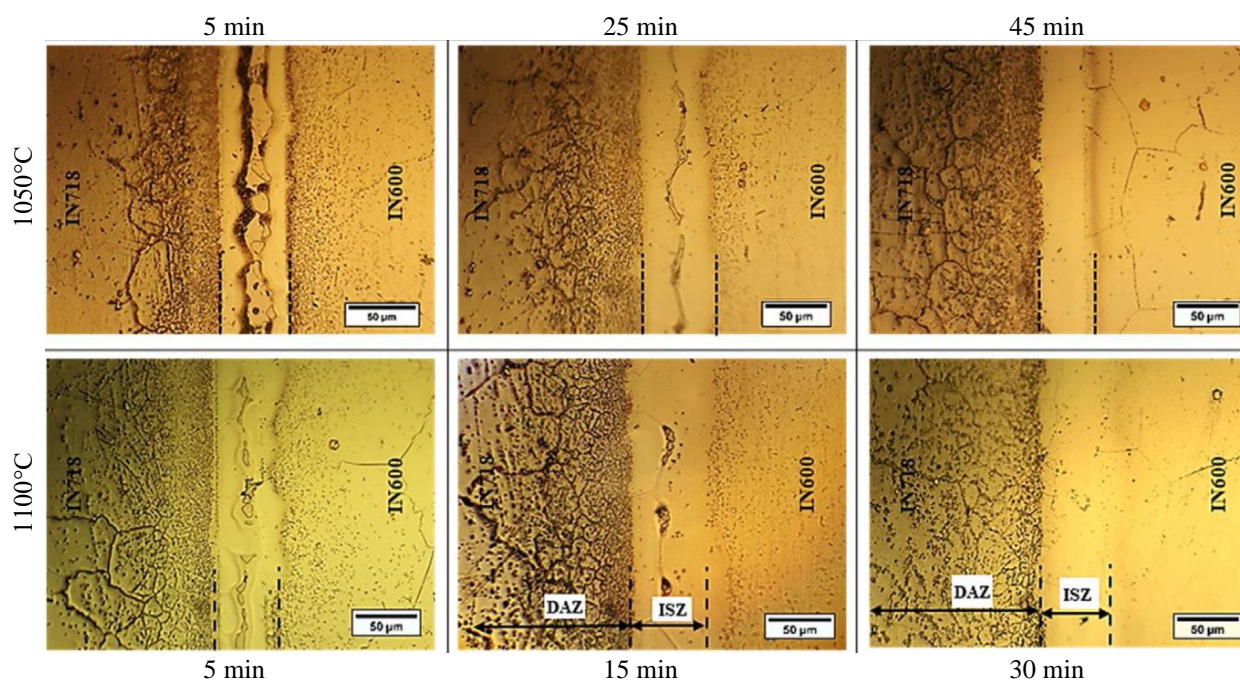
$$\frac{C_S - C_{BM}}{C_L - C_S} = K\pi^{\frac{1}{2}} \exp(K^2)(1 + \operatorname{erf} K) \quad (2.7)$$

gdzie: C_L i C_S to równowagowe stężenie analizowanego pierwiastka kolejno w fazie ciekłej i stałej w temperaturze lutowania, a C_{BM} to stężenie danego MPD materiale rodzimym. Teoretyczna maksymalna szerokość fazy ciekłej (W_{max}) możliwa jest natomiast do wyznaczenia z równania 2.8:

$$W_{max}C_L = W_0C_{FM} \quad (2.8)$$

gdzie: W_0 to początkowa szerokość szczeliny lutowniczej, a C_{FM} to stężenie danego MPD w lucie [65]. Jednakże ze względu na złożoność zagadnień dyfuzyjnych w układach wieloskładnikowych, optymalne parametry procesu często wyznaczone są eksperymentalnie.

Ze względu na newralgiczny wpływ czasu i temperatury lutowania na złącza, ich ocena, zaraz obok szerokości szczeliny lutowniczej, jest najczęściej analizowanym zagadnieniem w procesach lutowania twardego. W przypadku użycia lutów niklowych zwiększenie temperatury procesu powoduje intensyfikację procesów dyfuzyjnych w obydwu kierunkach, co prowadzi do zmniejszenia udziału strefy krystalizacji atermicznej lub całkowicie zapobiega jej powstaniu. Podobny efekt uzyskuje się poprzez wydłużenie czasu wygrzewania. Odpowiednie moderowanie obydwu parametrów pozwala na osiągnięcie homogenicznej mikrostruktury złącza w różnych warunkach – w pracy [66] analizie poddano złącze Inconel 718/BNi-2/Inconel 600 lutowane w temperaturze 1050°C oraz 1100°C i w obydwu przypadkach uzyskano mikrostrukturę wolną od ASZ w czasie odpowiednio 45 i 30 min (rys. 20). Wykazano również, że homogenizacja mikrostruktury umożliwia zmniejszenie twardości obszaru złącza o ok. 210 HV i pozwala na otrzymanie największej wytrzymałości na ścinanie rzędu 568 MPa. Doroudi i inni [67] zbadali wpływ temperatury lutowania dyfuzyjnego na mikrostrukturę złącza Inconel 625/BNi-3. Analizie poddano procesy przeprowadzone w 1060°C, 1120°C oraz 1180°C w czasie 40 min i tylko w ostatnim przypadku doszło do całkowitej krystalizacji izotermicznej całej objętości złącza.



Rys. 20. Mikrostruktura złączy IN718/BNi-2/IN600 dla różnych czasów wygrzewania w temperaturze 1050 i 1100°C [66]

Podobne zależności obserwuje się również w procesach z użyciem lutów na osnowie innych pierwiastków. W pracy [68] przebadano różnorodnie złącze Inconelu 625 ze stałą austenityczną AISI 321 lutowane stopem na osnowie srebra – AMS 4772 (BAg-13). Porównano wyniki procesów wykonanych w temperaturze 750°C i czasie wygrzewania 30 i 60 min. Złącze poddane dłuższemu wygrzewaniu w temperaturze lutowania cechowała bardziej jednorodna mikrostruktura strefy dyfuzyjnej oraz 26% wzrost wytrzymałości na ścinanie. W innym badaniu [69] przeprowadzono analizę wpływu czasu wygrzewania na właściwości złącza stopu Inconel 738 z węglikiem krzemu lutowanego z użyciem aktywnego lutu Ag-26,8Cu-4,5Ti. Na skutek zwiększenia czasu wygrzewania z 30 do 45 min doszło do zwiększenia się wytrzymałości na ścinanie o 27%. Elrefaey i Tillmann [70] przeanalizowali natomiast proces lutowania tytanu technicznego stopem Ag-27.2Cu-12.5In-1.25Ti. Eksperyment obejmował trzy wartości temperatury (710, 750 i 800°C) oraz czasu wygrzewania – 5, 30 i 90 min. Autorzy jako optymalną temperaturę procesu dla uzyskania wysokich właściwości wytrzymałościowych złącza wskazali 750°C. W każdym z weryfikowanych wariantów stwierdzono wyraźny trend zwiększenia wytrzymałości na ścinanie z wydłużeniem czasu wygrzewania w temperaturze procesu. Analiza danych literaturowych wskazuje ponad wszelką wątpliwość, że czas i temperatura są kluczowymi parametrami lutowania, zatem odpowiednio zaawansowana wiedza na temat ich oddziaływania w różnych konfiguracjach łączonych materiałów powinna stanowić fundament właściwie zaplanowanego procesu technologicznego.

2.3.4. Szybkość nagrzewania i chłodzenia wsadu

W odróżnieniu do omówionych dotychczas czynników wpływających na przebieg i wynik lutowania twardego, w wielu przypadkach szybkość nagrzewania i chłodzenia zespołu elementów łączonych nie jest uznawana za parametr krytyczny, wymagający ścisłej kontroli. Normy procesowe najczęściej podają uogólnione wymagania, zgodnie z którymi szybkość chłodzenia powinna być tak dobrana, aby zminimalizować ryzyko wystąpienia pęknięć i innych

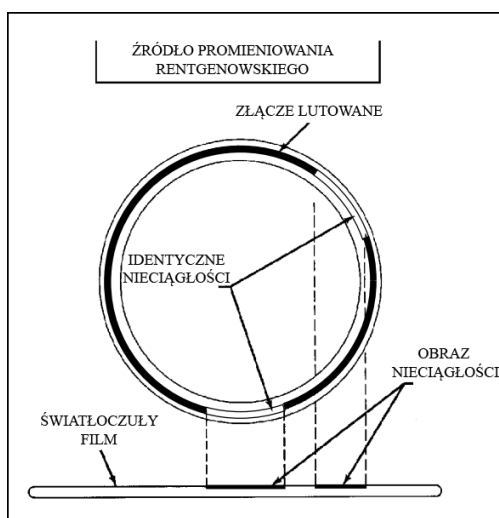
defektów złącza. Ma to szczególnie istotne znaczenie w przypadku złączy różnoimiennych materiałów, znacznie różniących się współczynnikami liniowej rozszerzalności cieplnej lub przy łączeniu elementów o dużej różnicy przekrojów. Kolejnym istotnym aspektem w doborze szybkości chłodzenia jest geometria zespołu lutowanego i zapewnienie jak najmniejszych odkształceń, szczególnie w przypadku łączenia podzespołów o finalnych wymiarach, np. wykonanych z blach. Proces lutowania często łączy się z operacją obróbki cieplnej. W takim wypadku szybkość chłodzenia dopierana jest adekwatnie do obrabianego materiału, tak aby zapewnić prawidłowy przebieg przemian fazowych (np. w przypadku hartowania lub przesycania). Podsumowując, dobór szybkości chłodzenia jest parametrem zależnym bardziej od charakterystyki łączonych materiałów, geometrii zespołu lutowanego oraz posiadanego parku maszynowego, aniżeli samych właściwości złącza.

Z szybkością nagrzewania zespołu lutowanego do temperatury procesu związane jest również zjawisko likwacji. Szczególnie dotyczy ono przypadku powolnego nagrzewania w procesach lutowania z użyciem stopów charakteryzujących się szerokim zakresem temperatury solidus-likwidus. Dochodzi wówczas do selektywnego topnienia składników lutu o niższej temperaturze solidusu oraz ich płynięcia kapilarnego w obszar złącza. Najczęściej towarzyszy temu pozostawanie charakterystycznych grudek nieprzetopionego lutu na obrzeżach złącza, niekiedy również w postaci mocno chropowatej „skorupy” w miejscu jego pierwotnej aplikacji. Wpływ likwacji na złącze, poza oczywistym aspektem wizualnym, może mieć również trudne do oszacowania konsekwencje jakościowe. Bryłowata struktura utworzona z lutu może zaburzać przepływ mediów, takich jak gazy czy ciecze, tym samym stwarzając zagrożenie dla parametrów eksploatacyjnych danego zespołu. Separacja poszczególnych składników lutu w warunkach topnienia likwacyjnego może również skutkować nierównomiernym zwilżaniem powierzchni lutowanych oraz prowadzić do powstawania lokalnych niejednorodności mikrostruktury w poszczególnych obszarach złącza. Ze względu na opisane wyżej czynniki zjawisko likwacji należy uznać za niekorzystne i tak dobierać parametry procesu, aby zapobiegać jego wystąpieniu. Ma to szczególne znaczenie w przypadku lutowania w piecu próżniowym, którego warunki najbardziej sprzyjają wystąpieniu tego zjawiska. Dlatego też w przypadku takiego lutowania z zastosowaniem wieloskładnikowych lutów, cechujących się szerokim zakresem temperatury topnienia, dobrą praktyką jest dobór odpowiednio większej szybkości nagrzewania, co pozwala zminimalizować ryzyko wystąpienia likwacji [29, 71].

2.4. Ocena jakości złącza lutowanego - erozja, głębokość dyfuzji, wytrzymałość

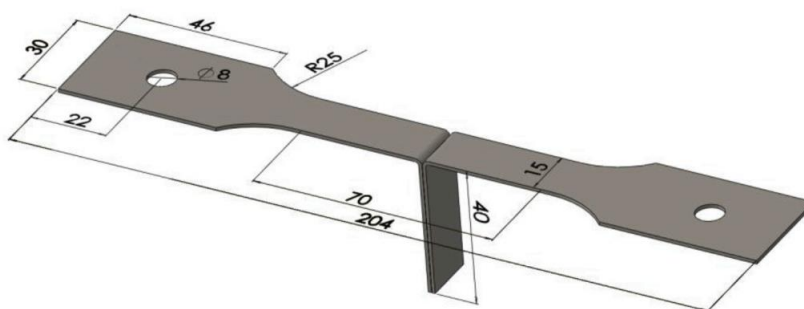
Lutowanie w warunkach przemysłowych zaliczane jest do grupy tzw. procesów specjalnych, co oznacza iż nie można jednoznacznie zweryfikować poprawności jego przebiegu przy użyciu prostych narzędzi pomiarowych. Podstawą metodą weryfikacji efektów lutowania jest kontrola wizualna, która na podstawie oceny obecności linii lutowia po obydwu stronach złącza, dostarcza informacji na temat poprawności płynięcia ciekłego lutu. Jednakże taka ocena nie zawsze jest możliwa do przeprowadzenia oraz nie gwarantuje identyfikacji wszystkich potencjalnych niezgodności, a także nie umożliwi określenia stopnia wypełnienia szczeliny lutem, zapewniającego spełnienie założeń konstrukcyjnych. Aby dokonać takiej weryfikacji, co jest często wymagane w przypadku części odpowiedzialnych lub elementów pracujących w warunkach wysokich naprężeń, konieczne jest wykonanie dodatkowych badań metodami nieniszczącymi lub niszczącymi.

Złącza lutowane można poddać praktycznie wszystkim rodzajom badań nieniszczących, które są stosowane do kontroli złączy spawanych. W praktyce, do najczęściej stosowanych badań z tej grupy należą kontrola szczelności oraz kontrola przy użyciu promieniowania rentgenowskiego. Pierwszą z metod używa się do weryfikacji zespołów lutowanych wewnątrz których ma miejsce przepływ cieczy lub gazów, takie jak np. rurki. Przeprowadzenie takich badań zazwyczaj wymaga wykonania specjalnego oprzyrządowania zaślepiającego wszystkie otwory prowadzące do badanej przestrzeni, przy jednoczesnej możliwości doprowadzenia do niej gazu – powietrza lub gazu obojętnego. Następnie zespół lutowany, wraz z oprzyrządowaniem, zostaje zanurzony w wodzie, po czym dokonuje się obserwacji, czy wzrost ciśnienia w jego wnętrzu nie powoduje pojawienia się pęcherzy gazu ulatniających się przez nieszczelności w spoinach lutowniczych. Ciśnienie gazu stosowane w trakcie badania powinno być wyższe od ciśnienia występującego w warunkach eksploatacyjnych danej części [29]. Druga z przywołanych metod kontroli, tj. inspekcja przy użyciu promieniowania rentgenowskiego jest szeroko stosowana w produkcji różnych zespołów lutowanych. Dostarcza szczegółowych, wysokiej jakości danych na temat stopnia pokrycia powierzchni łączonych stopem lutowniczym oraz obecności takich defektów jak np. pustki czy wtrącenia. Kontrola polega na prześwietleniu złącza lutowanego wiązką promieniowania rentgenowskiego, które następnie pada na światłoczuły film tworząc radiogram. Różnice w intensywności promieniowania widoczne na radiogramie w postaci obszarów o różnej jasności pozwalają na identyfikację potencjalnych niezgodności. Należy pamiętać, że metoda ta posiada swoje ograniczenia. Kluczowym parametrem jest relacja szerokości szczeliny lutowniczej do całkowitej grubości przekroju złącza – jeśli iloraz tych wielkości jest równy lub mniejszy od 2%, w większości przypadków wykrycie jakichkolwiek wad nie będzie możliwe. Nie jest również na tyle uniwersalna, aby mogła być stosowana do wszystkich konfiguracji materiał łączony/lut, np. jej przydatność do inspekcji złączy materiałów metalicznych lutowanych stopem na osnowie tego samego pierwiastka jest ograniczona. Istotne znaczenie ma również geometria badanego elementu. W przypadku złączy cylindrycznych kierunku padania wiązki promieniowania może skutkować otrzymaniem błędnych wyników (rys. 21). Dlatego też badania radiograficzne wymagają odpowiedniej wiedzy oraz doświadczenia inspektorów w przeprowadzaniu takich badań oraz interpretacji wyników [29, 72].



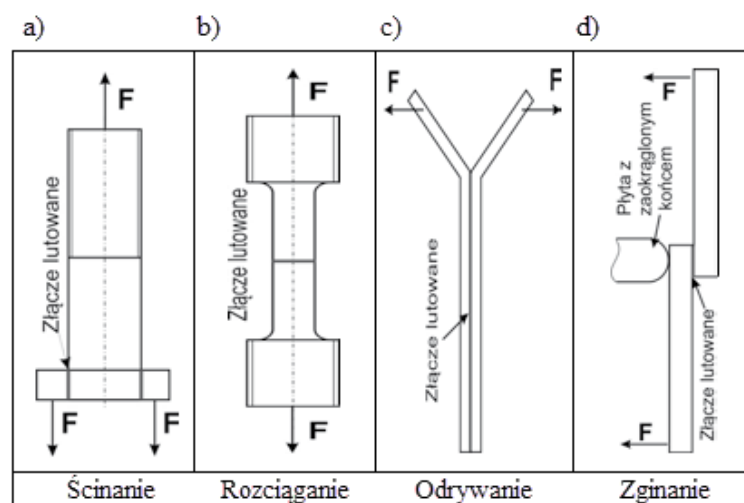
Rys. 21. Wpływ ustawienia cylindrycznego złącza lutowanego względem padania wiązki promieniowania na detekcję niezgodności na radiogramie [29]

Badania nieniszczące pozwalają na weryfikację jedynie części aspektów jakościowych złącza, dlatego też w praktyce najczęściej konieczne jest przeprowadzenie również badań niszczących. Z oczywistych względów metod niszczących nie można użyć do całej populacji produkowanych zespołów, dlatego też tego typu badania wykonuje się na pewnym jej fragmencie (np. jednej części ze wsadu lub serii) bądź okresowo na reprezentatywnej próbce, zgodnie z częstotliwością podyktowaną przyjętym planem próbkowania lub wymogami normatywnymi. Do weryfikacji stopnia pokrycia lutem stosowana jest również tzw. próba odrywania (*ang. peel test*). Polega na mechanicznym rozerwaniu próbki lutowanej i następnym określeniu procentowego stopnia pokrycia powierzchni łączonych lutem. W celu ułatwienia separacji łączonych powierzchni stosuje się dedykowane próbki w kształcie litery T (rys. 22) lub Y (rys. 23c). Udział procentowy powierzchni pokrytej lutem, wymagany do uznania wyników próby za poprawne, zależy od warunków eksploatacyjnych złącza i może wynosić od kilkudziesięciu do 100% [29, 72].



Rys. 22. Schemat próbki w kształcie litery T do próby odrywania [73]

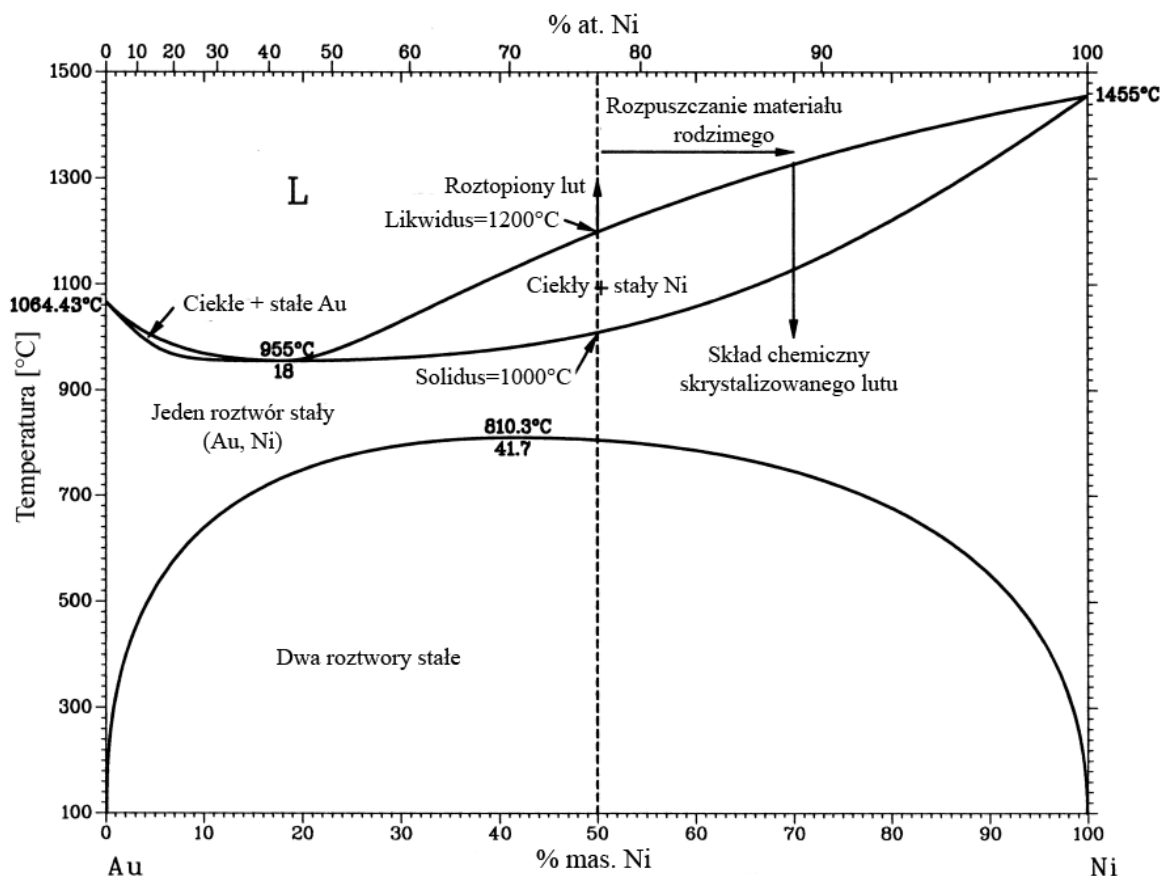
Próbie odrywania najczęściej wykonuje się przy użyciu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej i niekiedy traktuje jako metodę ilościową, która dzięki rejestracji siły zrywającej dostarcza pośrednio informacji o wytrzymałości złącza. Jednakże ze względu na powodowaną kształtem próbek dystrybucję naprężeń w złączu oraz relatywnie częstą propagację pęknięcia w materiale rodzimym, nie można uznać jej za właściwą do określenia parametrów wytrzymałościowych. Do tych celów stosuje się najczęściej jedną z trzech innych metod: statyczną próbę rozciągania, statyczną próbę ścinania lub próbę zginania. Dobór odpowiedniej metody badawczej podyktowany jest dominującym rodzajem naprężeń przenoszonych przez złącze w trakcie eksploatacji. Każda z tych prób wymaga odpowiednich próbek (rys. 23), zapewniających otrzymanie w jej trakcie wymaganego stanu naprężeń w złączu. Geometrię próbek opisują normy (np. normy AWS C3.2: *Standard Method for Evaluating the Strength of Brazed Joints*) lub opracowuje się ją zgodnie z wewnętrznymi wytycznymi jakościowymi [72, 74].



Rys. 23. Próbkki do badań wytrzymałościowych złączy lutowanych: a) ścinania, b) rozciągania, c) odrywania, d) zginania [72]

Opisane dotychczas metody badań umożliwiają określenie stopnia poprawności przebiegu lutowania w zakresie zwilżania powierzchni łączonych oraz właściwości mechanicznych złącza. Nie dostarczają one natomiast informacji na temat procesów kształtujących jego mikrostrukturę, która jest równie istotna w kontekście trwałości połączenia w warunkach późniejszej eksploatacji. Przebieg procesu lutowania, szczególnie aspekty związane z miejscowym roztwarzaniem materiału rodzimego oraz ze zjawiskiem dyfuzji, mogą wpływać degradacyjnie na właściwości łączonych części, szczególnie w przypadku elementów cienkościennych. Intensyfikacja tych zjawisk postępuje wraz ze zwiększeniem temperatury i czasu wytrzymania, dlatego wpływ parametrów procesu na mikrostrukturę złącza wymaga weryfikacji. Jako że badania metalograficzne należą do grupy badań niszczących, najczęściej przeprowadzane są okresowo. Analiza mikrostruktury najczęściej obejmuje ocenę:

- erozji materiału rodzimego, tj. zjawiska rozpuszczania powierzchni elementów łączonych przez ciekły lut, powodowanego występowaniem wzajemnej rozpuszczalności obrabianych materiałów i dążenia układu do osiągnięcia stanu równowagi. Proces ten może prowadzić do zredukowania pola przekroju lutowanych podzespołów i w konsekwencji pogorszenia ich właściwości wytrzymałościowych. Ponadto rozpuszczanie materiału rodzimego powoduje zmianę składu chemicznego lutu, co w konsekwencji wpływa na zmianę temperatury solidus/likwidus stopu i może prowadzić do pogorszenia jego rozpląwności. Proces taki łatwo zinterpretować na wykresie równowagi fazowej układu dwuskładnikowego, np. dotyczącego lutowania niklu stopem niklu ze złotem. Temperatura solidus i likwidus stopu Au-50Ni wynosi odpowiednio 1000°C i 1200°C (rys. 24). Operacja lutowania z użyciem stopu o takim składzie chemicznym wymaga zastosowania temperatury powyżej 1200°C . Po przekroczeniu temperatury likwidus, ciekły lut będzie rozpuszczał niklowe podłoże, a jego skład chemiczny będzie się zmieniał aż do osiągnięcia stanu równowagi, który na wykresie wyznacza punkt przecięcia prostej równoległej do osi x , poprowadzonej dla wartości temperatury procesu z krzywą likwidus. W przypadku temperatury 1350°C , w wyniku erozji podłoża zawartość niklu w lucie wzrosła by z 50% do ok. 70%.



Rys. 24. Układ równowagi fazowej złoto-nikiel z uwzględnieniem zmian składu chemicznego lutu Au-50Ni na skutek erozji niklowego podłoża [27]

Erozja jest zjawiskiem niekorzystnym zarówno dla przebiegu procesu, jak również finalnych właściwości złącza, dlatego skalę jej występowania należy kontrolować oraz jeśli to wykonalne – ograniczać. Jest to możliwe poprzez odpowiedni dobór lutu, gdzie zmiany składu chemicznego wynikające ze stopowania z materiałem podłoża spowodują podniesienie temperatury likwidusu, a w konsekwencji umożliwią krystalizację izotermiczną w trakcie procesu. Zabezpieczenie materiału łączonego przed nadmierną erozją można osiągnąć również stosując powłoki galwaniczne [27];

- głębokości strefy dyfuzyjnej (DAZ), tworzącej się na skutek dyfuzji składników lutu w głąb materiału rodzimego. Ma szczególnie istotne znaczenie w przypadku stosowania lutów wieloskładnikowych, zawierających dodatki obniżające temperaturę topnienia, takie jak bor, krzem lub fosfor. Ze względu na mały rozmiar atomów pierwiastki te szybko dyfundują w sieć krystaliczną materiału rodzimego tworząc nowe fazy, a tym samym zmieniając właściwości fizykochemiczne i wytrzymałościowe strefy bezpośrednio sąsiadującej z lutem. Ze względu na dyfuzyjny mechanizm powstawania, głębokość strefy dyfuzyjnej zależy przede wszystkim od składu chemicznego lutu, czasu wytrzymania oraz temperatury procesu lutowania [27, 29].

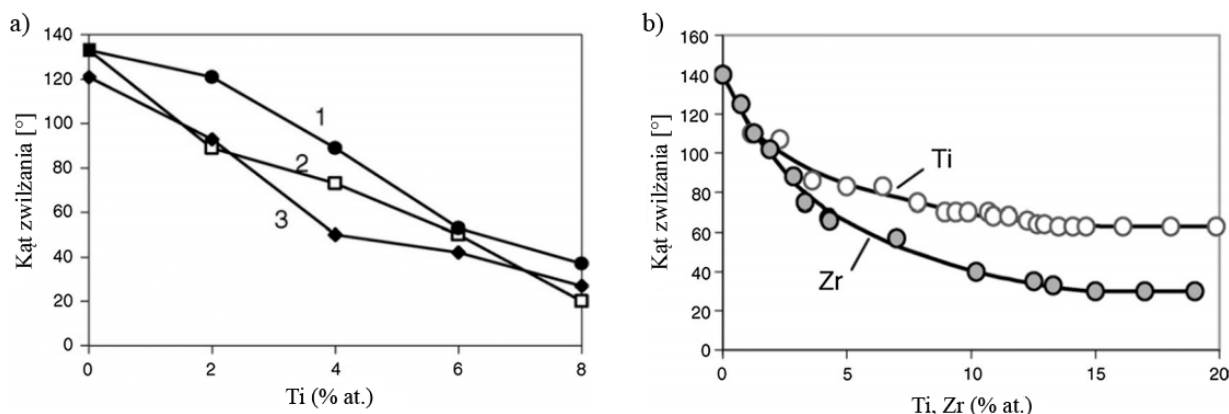
3. STAN ZAGADNIENIA W ŚWIETLE LITERATURY – ZAŁOŻENIA I CEL PRACY

Technologia lutowania, jako jedna z najstarszych metod spajania znanych ludzkości, zmieniała się wielokrotnie i ewoluowała na przestrzeni wieków. Z antycznej, nieskomplikowanej techniki łączenia prostych elementów użytkowych, dzięki rozwojowi inżynierii materiałowej i technologii produkcji, stała się wysokospecjalistyczną metodą łączenia, stosowaną niemal w każdej dziedzinie przemysłu. Niesłabnące zainteresowanie lutowaniem generuje ciągłą potrzebę poszukiwania nowych rozwiązań i doskonalenia procesu na każdym jego etapie, zarówno w obszarze stosowanych materiałów, jak również samych technologii i parametrów procesu. Szczególnie intensywny rozwój tej metody spajania, podobnie jak innych technologii materiałowych, przypada na drugą połowę XX oraz początek XXI wieku, co znajduje swoje odzwierciedlenie w literaturze.

Dużym zainteresowaniem badaczy cieszy się lutowanie z użyciem wiązki promieniowania lasera. Zostało wdrożone w przemyśle pod koniec lat 90 XX w. i stopniowo zyskiwało na popularności, szczególnie w przemyśle motoryzacyjnym. Wykorzystanie precyzyjnej wiązki lasera pozwala na otrzymanie dobrej jakości złączy oraz znaczące ograniczenie strefy nagrzewania, eliminując wpływ działania wysokiej temperatury na powierzchnie łączonych elementów, co umożliwia np. łączenie cienkościennych elementów blaszanych bez odkształcenia. Lutowanie laserowe znajduje zastosowanie szczególnie do połączeń różnoimiennych materiałów niespawalnych, np. stali ze stopami tytanu, czy też stopów metali z ceramiką [75, 76]. Aktualnie prowadzone badania w tym obszarze skupiają się przede wszystkim na analizie wpływu mocy i rodzaju lasera [77, 78] oraz innych parametrów procesu [79, 80] na mikrostrukturę i właściwości złączy. Wyraźną tendencją jest również skupianie się na badaniach lutowanych laserowo połączeń konkretnych grup materiałów, jak np. stali ze stopami aluminium [77, 79, 81-82], cyrkonu i jego stopów [83] czy stopów tytanu [84], jak również ich kombinacji [84, 85]. Ponadto wielu badaczy koncentruje się na użyciu lutowania laserowego do spajania diamentu z innymi materiałami [80, 86], jako że jest to istotny obszar nowoczesnego przemysłu narzędziowego.

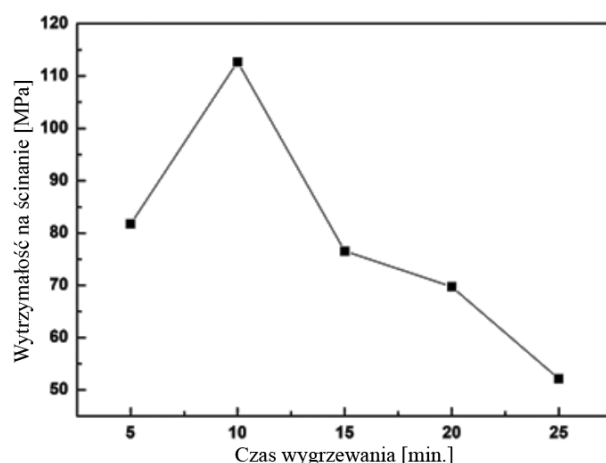
Wykonywanie połączeń różnoimiennych stanowi ważne zagadnienie nie tylko w ujęciu lutowania laserowego, ale również w obszarze pozostałych technik lutowniczych, w tym lutowania piecowego [39]. Kamieniem milowym w technologii tego rodzaju połączeń było opracowanie tzw. aktywnych stopów lutowniczych, pozwalających na zwilżanie powierzchni niezwilżalnych przez konwencjonalne luty. Otworzyło to drogę do lutowania ceramiki oraz innych materiałów niemetalicznych (jak np. grafitu lub kompozytów węglowych) czy też ich połączeń z metalami, z pominięciem koniecznego dotychczas procesu metalizacji ich powierzchni. Kluczem do stworzenia lutów aktywnych było odkrycie, że ciekły stop metalu jest w stanie zwilżyć powierzchnię pokrytą tlenkiem, jeżeli zawiera w swoim składzie pierwiastek tworzący bardziej stabilne tlenki niż te obecne na powierzchni materiału zwilżanego. Dodatki aktywne reagują z podłożem nie tylko umożliwiając jego zwilżenie, ale również zwiększając adhezję oraz wytrzymałość złącza. Szczególnie efektywnymi dodatkami stopowymi umożliwiającymi zajście tego zjawiska są tytan, cyrkon, skand i chrom [29, 87]. Wraz ze zwiększeniem zawartości tych pierwiastków w stopie obserwuje się zmniejszenie kąta zwilżania (rys. 25) na podłożu ceramicznym. Również dodatki pierwiastków niemetalicznych o dużej elektryczności, takich jak tlen, chlor, siarka i selen, poprawiają zwilżalność niektórych lutów (np. na osnowie miedzi, niklu, srebra, ołowiu) na podłożu pokrytym związkami ceramicznymi

o jonowym charakterze wiązania, co wynika z przyłączania przez nie elektronów atomów osnowy, tym samym tworząc jony dodatnie za pośrednictwem sił kulombowskich z anionami tlenu [87].



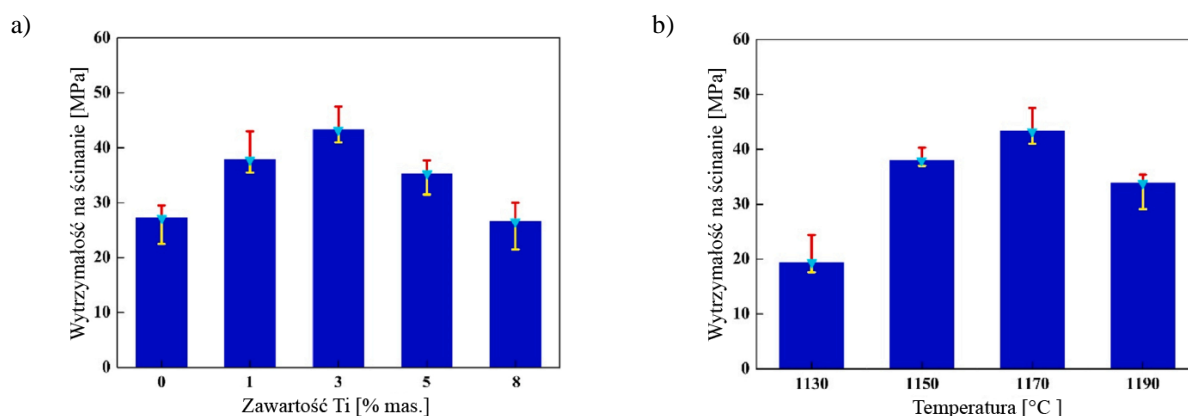
Rys. 25. Wpływ zawartości dodatków aktywnych w stopie lutowniczym Cu-Ga na zwilżalność podłoża ceramicznego: a) Ti w temperaturze 1050°C (1 i 2) oraz 1100°C (3), gdzie: (1) (Cu-10%Ga)/Si₃N₄; (2) (Cu-20%Ga)/Si₃N₄; (3) (Cu-17.5% Ga)/AlN; b) Ti i Zr na zwilżalność dwutlenku cyrkonu w temperaturze 1150°C [87]

Luty aktywne stosowane komercyjnie to głównie eutektyczne stopy srebra i miedzi z dodatkami tytanu i cyrkonu (np. Ag-35Cu-2Ti, Ag-2Zr). Dostępne są również luty na osnowie miedzi, aluminium, tytanu, cynku oraz niklu [39]. Do najczęściej lutowanych materiałów niemetalicznych o istotnym znaczeniu przemysłowym zalicza się ceramikę tlenkową (Al₂O₃, SiO₂, ZrO₂, BeO), ceramikę azotkową (Si₃N₄, AlN, BN), węgliki (SiC) oraz materiały kompozytowe (C-C, ZrO₂ stabilizowany itrem, węgliki spiekane) [39, 88-91]. Ze względu na złożoność zjawisk zachodzących w trakcie lutowania aktywnego, prowadzących do powstawania różnego rodzaju faz międzymetalicznych, poza samym doбором lutu niezwykle istotne znaczenie mają również parametry procesu. Jako że zwilżanie w tym wypadku odbywa się głównie poprzez mechanizm reakcyjny, jego efektywność, jak również właściwości samego złącza, są silnie zależne od czasu i temperatury wygrzewania oraz zawartości w nim składnika aktywnego. W pracy [92] zbadano wpływ czasu wygrzewania na mikrostrukturę i właściwości złącza ZrO₂ stabilizowanego itrem ze stopem Ti-6Al-4V, lutowanego dwuskładnikowym lutem Ti-28Ni dla czasu wytrzymania w zakresie 5-25 min. Proces prowadzono w temperaturze 1060°C. Skoncentrowano się głównie na mikrostrukturze granic faz ceramika/lut, gdzie wyróżniono kolejno: ZrO₂/Ti₂O/Ni₂Ti₄O/faza bogata w Ti/Ti₂Ni+αTi. Najwyższą wytrzymałość złącza otrzymano po czasie wygrzewania 10 min (rys. 26), ponieważ dłuższe wygrzewanie skutkowało dyfuzyjnym zmniejszeniem szerokości strefy zawierającej fazę bogatą w Ti przy jednoczesnym zwiększeniu udziału faz międzymetalicznych Ti₂Ni oraz Ni₂Ti₄O w złączu, obniżając tym samym jego wytrzymałość. Zheng i inni [93] przebadali wpływ temperatury i czasu wygrzewania na złącze C-C/Ag-5Cu-1,25Ti-1Al/Nb. Dla przyjętego zakresu temperatury (910-970°C) i czasu 600 sekund, najwyższą wytrzymałość na ścinanie otrzymano w temperaturze 950°C. Analiza wpływu czasu wygrzewania (300, 600, 900, 1200 s) w temperaturze 950°C wykazuje, że najlepsze właściwości wytrzymałościowe złącza możliwe są do otrzymania w czasie wygrzewania 600 s. Stwierdzono również że mechanizm pęknięcia i lokalizacja przełomu jest uzależniona od parametrów procesu.



Rys. 26. Wpływ czasu wygrzewania na wytrzymałość złącza $ZrO_2/Ti-6Al-4V$ lutowanego stopem $Ti-28Ni$ [92]

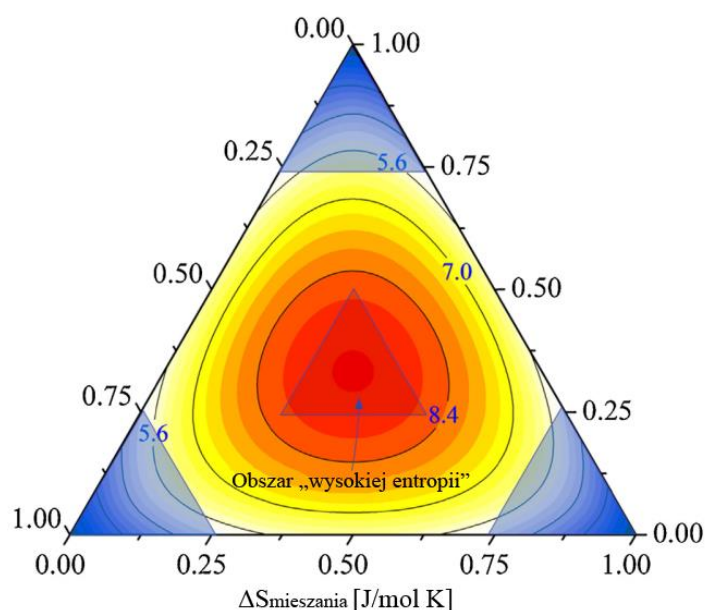
Istotnym obszarem badań jest również wpływ zawartości dodatków aktywnych w stopach lutowniczych. W pracy [94] analizie poddano złącza kompozytu C_f/SiC z nadstopem GH99 otrzymane przy użyciu lutu na osnowie stopu $BNi-2$ ze zmienną zawartością tytanu – 0, 1, 3, 5 i 8% mas. Najwyższą wytrzymałość na ścinanie złącza otrzymano w wyniku lutowania stopem zawierającym 3% mas. Ti w temperaturze $1070^\circ C$ (rys. 27). Często poruszaną kwestią jest też analiza stanu naprężeń w złączu, ze szczególnym uwzględnieniem wpływu doboru parametrów procesu na wartości naprężeń cieplnych [95], generowanych na skutek dużej różnicy wartości współczynników liniowej rozszerzalności cieplnej materiałów elementów łączonych.



Rys. 27. Wpływ zawartości Ti w stopie lutowniczym $BNi-2$ (a) oraz temperatury wygrzewania w procesie przy użyciu lutu $BNi-2-3\% \text{ mas. } Ti$ (b) na wytrzymałość złącza $C_f/SiC-GH99$ [94]

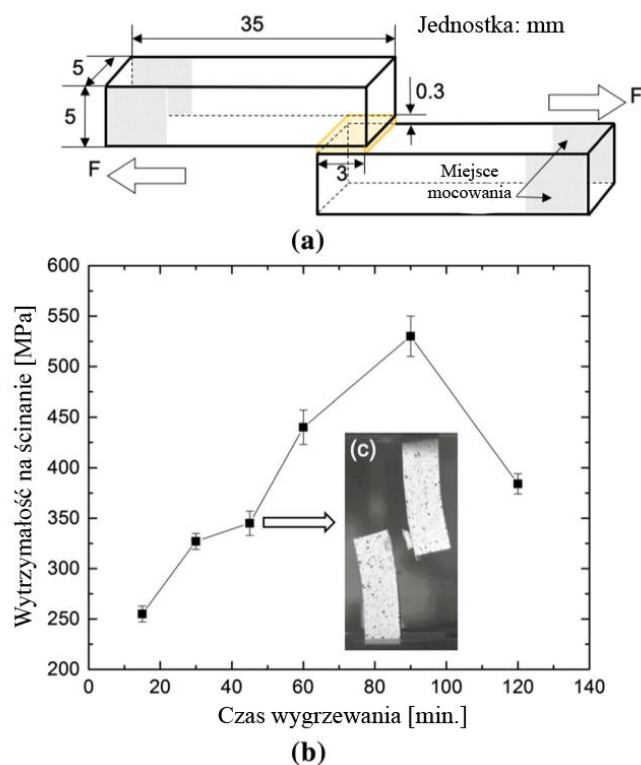
Charakterystyczną cechą inżynierii materiałowej jest ciągle poszukiwanie materiałów o unikatowych właściwościach. Na przestrzeni ostatnich lat można zaobserwować bardzo duże zainteresowanie tzw. stopami o dużej entropii (*ang. HEA – High Entropy Alloys*). Jest to względnie nowa grupa materiałów, za początek której uznaje się dwie niezależne prace opublikowane w 2004 roku [96, 97]. Opracowanie HEA stanowi swoisty przełom w inżynierii materiałowej, jako że są one odejściem od utrwalonego w tej dziedzinie od tysięcy lat paradygmatu, wg którego stop zawiera główny składnik – osnowę – oraz inne dodatki stopowe, w określony sposób modyfikujące jej właściwości. Zamiast tego, w stopach HEA jest kilka (zazwyczaj nie mniej niż pięć) pierwiastków o zbliżonym stężeniu molowym. Ideę HEA przyjęto ilustrować jako przeniesienie środka ciężkości przy projektowaniu stopów z obrzeży wieloskładnikowych wykresów fazowych do ich środka (rys. 28). Stopy te, ze względu na swój

skład chemiczny, cechuje znacznie wyższa entropia konfiguracyjna niż konwencjonalne stopy metali, od czego wzięły swoją nazwę. Koncepcja tego typu stopów była rozważana znacznie wcześniej, jednak doświadczenia z konwencjonalnymi stopami metali wskazywały, iż ich mikrostruktura złożona będzie z konglomeratu kruchych związków międzymetalicznych. W praktyce jednak HEA tworzą proste jedno lub dwufazowe mikrostruktury zbudowane z nieuporządkowanych roztworów stałych. Wśród stopów o dużej entropii znajdują się materiały wykazujące szereg unikalnych właściwości fizycznych i mechanicznych, takich jak duża twardość, bardzo dobre właściwości wytrzymałościowe w podwyższonej temperaturze, duża plastyczność i odporność na pękanie w temperaturach kriogenicznych, nadplastyczność czy nadprzewodnictwo, co czyni je perspektywnymi materiałami o potencjalnie szerokim zastosowaniu w wielu dziedzinach przemysłu, w tym również jako stopy lutowicze [98-100].



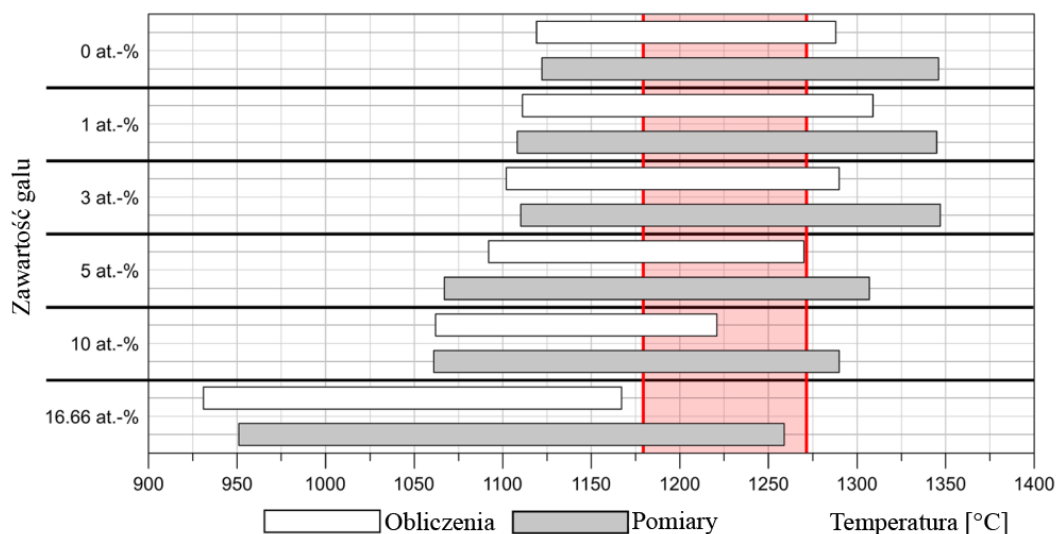
Rys. 28. Zależność entropii mieszania w schematycznym trójskładnikowym układzie równowagi fazowej. Skrajne, niebieskie regiony reprezentują konwencjonalne stopy metali oparte o jedno- lub dwuskładnikową osnowę, centralny region odpowiada stopom HEA [98]

Unikatowe właściwości stopów o dużej entropii w podwyższonej temperaturze połączone z ich tendencją do tworzenia prostej, jedno- lub dwufazowej mikrostruktury pozbawionej kruchych związków międzymetalicznych czynią je idealnymi kandydatami na stopy lutowicze dedykowane do łączenia elementów pracujących w ekstremalnych warunkach, takich jak nadstopy niklu i kobaltu. Gao i inni [101] poddali analizie mikrostrukturę i właściwości stopu $\text{Fe}_5\text{Co}_{20}\text{Ni}_{20}\text{Mn}_{35}\text{Cu}_{20}$ do lutowania stopu Inconel 600 w stanie lanym o jednofazowej mikrostrukturze dendrytycznej. Najlepszą rozplątywność (kąt zwilżania o wartości 14°) otrzymano w temperaturze 1200°C . Stop lutowiczny prefabrykowano następnie do formy cienkiej folii o grubości $300\ \mu\text{m}$ i przeprowadzono analizę wpływu czasu wygrzewania w temperaturze 1200°C na mikrostrukturę i właściwości złącza. Zauważono wyraźny wzrost wytrzymałości złącza wraz ze zwiększeniem czasu wygrzewania, aż do wartości $530 \pm 20\ \text{MPa}$ dla czasu 90 min. (rys. 29). Dalsze wydłużanie czasu lutowania powodowało pogorszenie właściwości wytrzymałościowych złącza, co tłumaczono segregacją relatywnie kruchej mieszaniny faz CrMn_2 i Cr_2Mn_3 . Bridges i inni [102] użyli stopu HEA o takim samym składzie chemicznym do lutowania laserowego nadstopu niklu Inconel 718, uzyskując maksymalną wytrzymałość na ścinanie rzędu $220\ \text{MPa}$.



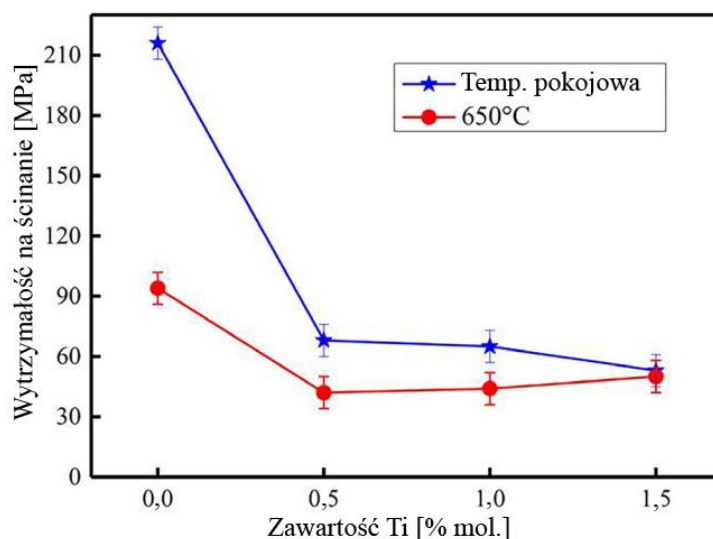
Rys. 29. Geometria złącza Inconel 600/ $\text{Fe}_5\text{Co}_{20}\text{Ni}_{20}\text{Mn}_{35}\text{Cu}_{20}$ /Inconel 600 (a) oraz wpływ czasu wygrzewania w temperaturze 1200°C na jego wytrzymałość (b) [101]

Tillmann i inni [103] badali proces lutowania nadstopu niklu Mar-M 247 stopem o dużej entropii CoCrCuFeNi . Jednym z celów badania było połączenie lutowania z przesycaniem w jednej operacji. Ponieważ temperatura likwidus stopu CoCrCuFeNi wynosi 1346°C , analizie poddano wpływ dodatku galu w zakresie 0-16,66 % at. jako składnika obniżającego temperaturę topnienia (rys. 30). Najwyższe ze stężeń pozwoliło na obniżenie temperatury likwidus analizowanego stopu do 1259°C . Proces lutowania przeprowadzono w temperaturze 1275°C w czasie 30 min dla szczeliny lutowniczej $200\ \mu\text{m}$. Uzyskano wytrzymałość na ścinanie złącza $388\pm 73\ \text{MPa}$, tj. większą w porównaniu z wytrzymałością złączy lutowanych przy użyciu konwencjonalnych stopów lutowniczych BNi-2, BNi-5 i BMF 50 dla takiego samego rozmiaru szczeliny.



Rys. 30. Wpływ zawartości galu w stopie CoCrCuFeNi na zakres jego temperatury solidus-likwidus [103]

Stopy o dużej entropii zostały także z powodzeniem użyte do lutowania materiałów ceramicznych. W pracy [104] zastosowano stop CoCrFeNiCu w formie folii o grubości ok. 400 μm do lutowania SiC w czasie 60 min i temperaturze: 778, 789 oraz 800°C. Najwyższą wytrzymałość na ścinanie, rzędu 60 MPa, otrzymano dla temperatury wygrzewania 789°C. Zaobserwowano również oddziaływanie temperatury procesu na mikrostrukturę złącza. Yang i inni [105] badaniom poddali złącze ZrB₂-SiC/Nb lutowane stopem CoFeNiCrCu oraz tym samym stopem domieszkowanym tytanem (0,5, 1 oraz 1,5% mol.). Szczelinę ustalono prefabrykując lut na grubość 400 μm , a proces prowadzono w temperaturze 1160°C przez 60 min. Wzrost zawartości tytanu w lucie powodował zmiany jednofazowej mikrostruktury lutu w dwufazową, z rosnącą objętością względną bogatych w tytan faz Lavesa. Powodowało to pogorszenie właściwości wytrzymałościowych złącza (rys. 31). Stopy HEA uważane są za perspektywiczne materiały lutownicze, lecz nadal poznane w małym stopniu. Ogromna liczba kombinacji składu chemicznego tego typu lutów uniemożliwia przebadanie wszystkich ich wariantów eksperymentalnie, wobec czego kluczową kwestią w najbliższych latach będzie lepsze poznanie mechanizmów kształtujących zależności pomiędzy zawartością poszczególnych pierwiastków a właściwościami chemicznymi i fizycznymi tych stopów.



Rys. 31. Wpływ zawartości tytanu na wytrzymałość na ścinanie złącza ZrB₂-SiC/CoCrFeNiCuTi_x/Nb [105]

Próby rozwiązania problemu tworzenia się w złączu lutowanym kruchych faz międzymetalicznych nie są podejmowane jedynie poprzez wykorzystanie stopów o dużej entropii. Przyczyną ich powstawania jest w większości przypadków obecność w składzie chemicznym lutu dodatków stopowych obniżających temperaturę topnienia, dlatego znacznie wcześniej zwrócono uwagę na potencjalną możliwość zastąpienia ich innymi pierwiastkami [106]. W przypadku lutów niklowych wysiłki badaczy skupiły się na znalezieniu potencjalnego zamiennika dla boru. Dinkel i inni [107] badali dwa dwuskładnikowe stopy na osnowie niklu, zawierające dodatek 20 oraz 23 % mas. germanu jako MPD, do lutowania nadstopów niklu – René N5 i PWA 1483. Temperatura likwidus zastosowanych stopów lutowniczych wynosiła odpowiednio 1271°C oraz 1230°C. Otrzymane złącza cechowała mikrostruktura pozbawiona faz międzymetalicznych oraz dobre właściwości wytrzymałościowe. Efekty łączenia tych samych nadstopów lutem Ni-23Ge analizowano także w pracy [108]. W zależności od temperatury i czasu wygrzewania w złączu ukształtowała się mikrostruktura o różnych proporcjach i morfologii faz γ i γ' , jednakże pozbawiona kruchych faz międzymetalicznych. Luty z grupy

Al-Si z dodatkiem germanu zostały również z powodzeniem użyte w procesie lutowania stopów aluminium [109] oraz różnoimiennych złączy stopów aluminium ze stopami tytanu [110]. Innym pierwiastkiem, potencjalnie mogącym zastąpić konwencjonalne MPD, jest beryl. W pracy [111] przeanalizowano układ równowagi Ni-Si-Be w poszukiwaniu optymalnego składu chemicznego i wytypowano dwa stopy - Ni-5Si-3Be i Ni-6Si-5Be – jako najbardziej perspektywiczne do dalszych badań. Stop Ni-6Si-5Be umożliwił lutowanie w temperaturze 1020°C, jednak jego wysoka kruchość uniemożliwiła wytworzenie go w formie folii lutowniczej. Stop Ni-5Si-3Be wykazywał natomiast dobrą plastyczność, przy czym odznaczał się znacznie wyższą temperaturą topnienia. Przeprowadzono próby lutowania stali 12Cr21Ni5Ti stopem Ni-5Si-3Be w temperaturze 1150°C przez 30 min i otrzymano jednorodną mikrostrukturę złącza, bez wydzielenia kruchych faz.

W kontekście rozwoju stopów lutowniczych i dążenia do obniżania temperatury ich topnienia należy wspomnieć również o tzw. nanolutowaniu, czyli procesie lutowania z użyciem lutów zawierających frakcję metaliczną o skali nanometrycznej (<100 nm). Stopy tego typu nie wymagają zastosowania dodatków obniżających temperaturę topnienia, ponieważ cel ten osiągnięto poprzez zmniejszenie rozmiaru krystalitów, co związane jest z tzw. efektem Gibbsa-Thomsona (równanie 2.9) [112-113]:

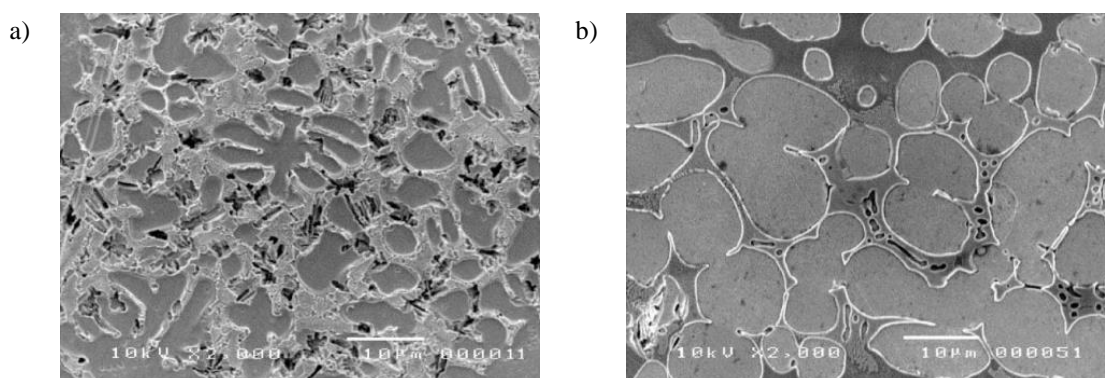
$$T_M(d) = T_{MB} \left(1 - \frac{4\sigma_{sl}}{H_f \rho_s d}\right) \quad (2.9)$$

gdzie: T_M – temperatura topnienia materiału lutowniczego, σ_{sl} – energia granicy faz ciała stałego, H_f – ciepło topnienia materiału lutowniczego, ρ_s – gęstość fazy stałej, d – średnica krystalitów.

Brak konieczności wprowadzania MPD do lutu eliminuje problemy z tworzeniem się w złączu kruchych eutektyk obniżających jego właściwości wytrzymałościowe, wobec czego nanolutowanie jest technologią szczególnie perspektywiczną w obszarze lutowania nadstopów niklu i kobaltu. Badania prowadzone przez Bridgesa [113] potwierdziły, że zastosowanie nanolutów Cu-Ag pozwala osiągnąć lepsze właściwości wytrzymałościowe złączy w porównaniu z procesem lutowania przy użyciu konwencjonalnych lutów, co tłumaczono umocnieniem opisanym przez zależność Halla-Petcha. Wykazano również, na przykładzie stopu o wysokiej entropii Ni-Mn-Fe-Co-Cu, że stosowanie nanolutów pozwala efektywnie obniżyć wymaganą temperaturę procesu o ponad 100°, przy czym otrzymana mikrostruktura prowadzi do obniżenia właściwości wytrzymałościowych złącza. Ponadto autor tych badań zaliczył szybkość nagrzewania, temperaturę procesu oraz rozmiar i rodzaj krystalitów do parametrów determinujących właściwości złącza. W pracy [114] przeanalizowano zastosowanie różnych typów nanokrystalicznego lutu niklowego (cząsteczki sferyczne, nanodrutu oraz ich mieszanina) na proces lutowania nadstopu niklu Inconel 718. Stwierdzono, iż lepszą zwilżalność zapewnia zastosowanie cząstek w kształcie nanodrutu, natomiast największą wytrzymałość złącza – rzędu 370 MPa – użycie lutu o mieszanym składzie. Różnice we właściwościach poszczególnych złączy powiązano z wpływem kształtu cząstek lutu na temperaturę topnienia, a tym samym na przebieg procesów dyfuzyjnych. Do podobnych konkluzji doprowadziły badania nadstopu Inconel 718 lutowanego laserowo srebrem w postaci nanocząstek sferycznych oraz nanodrutów [115]. Najlepsze parametry wytrzymałościowe złączy i najszerzą strefę dyfuzyjną otrzymano w wyniku zastosowania nanodrutów. Podobnie jak stopy dużej entropii, nanolutowanie jest nadal relatywnie nowym, intensywnie badanym i niewątpliwie perspektywicznym obszarem

technologii lutowania [116]. Wdrożenie go w warunkach przemysłowych wymaga dalszej analizy i bardziej dogłębnego opisu.

Kolejnym istotnym zagadnieniem współczesnej technologii lutowania, o dużym znaczeniu przemysłowym, jest lutowanie złączy szerokoszczelinowych - WGB (*Wide Gap Brazing*). Technika ta została opracowana przez koncern General Electric jako rozwiązanie dedykowane do naprawy komponentów turbin lotniczych [38], co nadal stanowi główny obszar jej zastosowania. Jak już wspomniano (rozdział 2.2.2), do lutowania szerokich szczelin stosuje się zazwyczaj lutowia zawierające dwie frakcje – osnowę, czyli materiał lutu oraz dodatek wysokotopliwy, najczęściej w postaci rozdrobnionego materiału łączonego lub stopu o zbliżonym składzie chemicznym. Materiał dodatkowy spełnia wiele funkcji, m. in. reguluje lepkość mieszaniny w temperaturze lutowania, tworzy ścieżki kapilarne ułatwiające płynięcie lutu oraz stanowi „pochłaniacz” dodatków obniżających temperaturę topnienia, wspomagając krystalizację izotermiczną. Przekłada się to również na charakterystyczną mikrostrukturę złącza (rys. 32), gdzie cząstki materiału dodatkowego z widoczną strefą dyfuzyjną są rozproszone w osnowie stopu lutowniczego. Złącza otrzymane metodą WGB są również narażone na powstawanie kruchych faz międzymetalicznych. Jako że proces ten jest wykorzystywany głównie w procesie remontów podzespołów wykonanych z nadstopów, najczęściej stosowanymi lutami są stopy na osnowie niklu i kobaltu (tab. 9). Wyznacznikiem jakości złączy otrzymanych metodą WGB, podobnie jak w przypadku standardowego lutowania, najczęściej są mikrostruktura oraz właściwości wytrzymałościowe [38, 117].



Rys. 32. Mikrostruktura złącza WGB Inconel X-750/AISI 304 lutowanego w temperaturze 828°C stopem: a) AMS4777 oraz b) AMS7777 z dodatkiem 30% czystego niklu jako materiału dodatkowego [118]

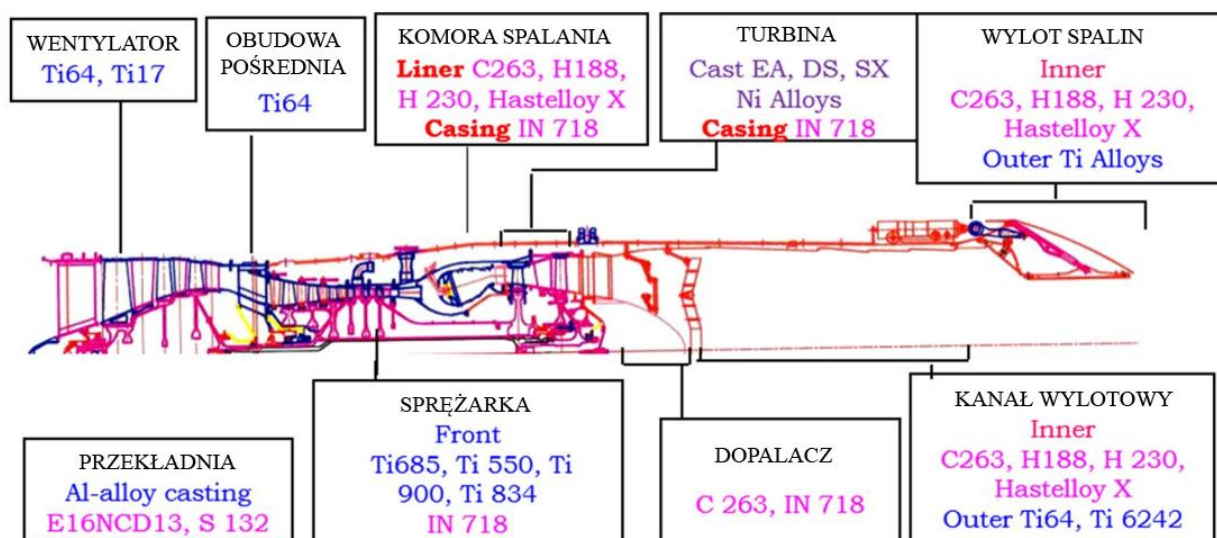
Tabela 9. Przykłady komercyjnych lutów do złączy szerokoszczelinowych (WGB) [117]

Oznaczenie stopu wg: AWS A5.8/AMS/nazwy producenta.	Skład chemiczny	Solidus/likwidus (zakres temperatury lutowania), °C
BNi-1/AMS4775/NB125	Ni-14Cr-4,5Si-4,5Fe-3B-0,7C	970/1040 (1065–1205)
BNi-2/AMS4777/NB LM, NI-362, Amdry 770	Ni-7Cr-4,5Si-3Fe-3B	970/1000 (1010–1175)
BNi-3/AMS4778/NB130, NI-298, Amdry 780, MBF 30	Ni-3,1B-4,5Si	982/1038 (1010–1177)
BNi-9/-/NB150, NI-276, Amdry 775)	Ni-15Cr-3B	1020/1050 (1065–1205)
BNi-11/-/NB 171	Ni-12W-10Cr-3,5Fe-3,5Si-2,5B	970-1095 (1150–1205)
-/-/NB 200	Ni-7Cr-6W-4,5Si-3,2B-3,2Fe-0,06C	975/1040 (1065–1175)
-/-/AMDRY DF-4B	NI-14Cr-10Co-3,5Al-2,5Ta-2,7B-0,05Y	1065/1120 (1150–1190)
-/-/AMDRY DF-3	Ni-20Cr-20Co-3Ta-3B-0,02La	1050-1120 (1190/1220)
-/-/AMDRY BRB (Chromalloy BZ003)	Ni-14Cr-9Co-4Al-2,5B	1055/1120 (1175–1230)
-/-/AMDRY 788	Co-22Cr-21Ni-14W-2B-2Si-0,03La	1166/1240 (1220–1260)
-/-/AMDRY 718B	Ni-18,5Cr-18Fe-5(Cb+Ta)-3Mo-2,5B-1Ti	1105/1230 (1230–1275)
-/-/AMDRY D-15 (Wesgo)	Ni-15,3Cr-10,3Co-3,5Ta-3,5Al-2,3B	1095/1165 (1185–1215)
-/-/NI-167	Ni-0,8C-4,5Si-14,5Cr-4,5Fe-3,3B	977/1038 (1066–1204)
-/-/NI-510	Ni-14Cr-4,5Fe-4,5Si-3B	977/1077 (1077–1204)
-/-/Co-216 (AMS 4783)	Co-8Si-19Cr-17Ni-4W-0,8B	1121/1149 (1149–1232)
-/-/Allied Signal MBF-53	Ni-15Cr-7,25Si-5Mo-1.4B	
-/-/Allied Signal MBF-80	Ni-15,2Cr-4B	

Zdecydowana większość publikacji dotyczących metody lutowania szerokich szczelin odnosi się do złączy materiałów z grupy nadstopów. W pracy [119] analizowano lutowanie WGB z użyciem lutu złożonego ze stopu BNi-2 oraz nadstopu Inconel 625, jako składnika wysokotopliwego, do naprawy szczelin rzędu 1 mm w elementach z nadstopu Inconel 783. Zastosowano luty BNi-2/Inconel 625 w proporcjach 40/60%, 50/50% oraz 60/40% wytworzone przy użyciu spoiwa na bazie wody, z dodatkiem gliceryny, oleju mineralnego oraz karboksymetylocelulozy, w proporcjach zoptymalizowanych przy użyciu metody Taguchiego. W mikrostrukturze złączy, poza roztworem stałym γ , stwierdzono obecność licznych wydzieleni faz borkowych. Zauważono również różnice pomiędzy rozkładem mikrotwardości oraz porowatością w zależności od zawartości Inconelu 625 w lucie. W konkluzji autorzy stwierdzili, iż analizowany lut jest odpowiedni do przeprowadzania napraw wymagających uzupełnienia szerokich szczelin w elementach wykonanych z nadstopu Inconel 783. Alinaghian i inni [120] przeanalizowali lutowanie szczeliny 500 μm w tym samym nadstopie przy użyciu lutu BNi-2 z dodatkiem proszku Amdry 718 w ilości 50, 60 oraz 70%. W każdym przypadku zaobserwowano zbliżoną mikrostrukturę, ze zmiennym udziałem i morfologią poszczególnych składników, za wyjątkiem bogatego w nikiel borku, występującego jedynie przy zawartości 50% Amdry 718. Najlepszą wytrzymałość na ścinanie (422 MPa) otrzymano przy zawartości 70% dodatku wysokotopliwego. Wpływ zjawisk wydzieleniowych, innych zmian mikrostruktury oraz doboru składu lutu i parametrów procesu lutowania szerokich szczelin są również często analizowane w odniesieniu do innych nadstopów niklu, takich jak K417G [37, 121-122] czy Rene 108 [123] oraz nadstopów na osnowie kobaltu [124].

Analiza nowych trendów, związanych z opracowaniem nowoczesnych stopów lutowniczych czy doskonaleniem samych procesów łączenia, nie jest jedynym kierunkiem

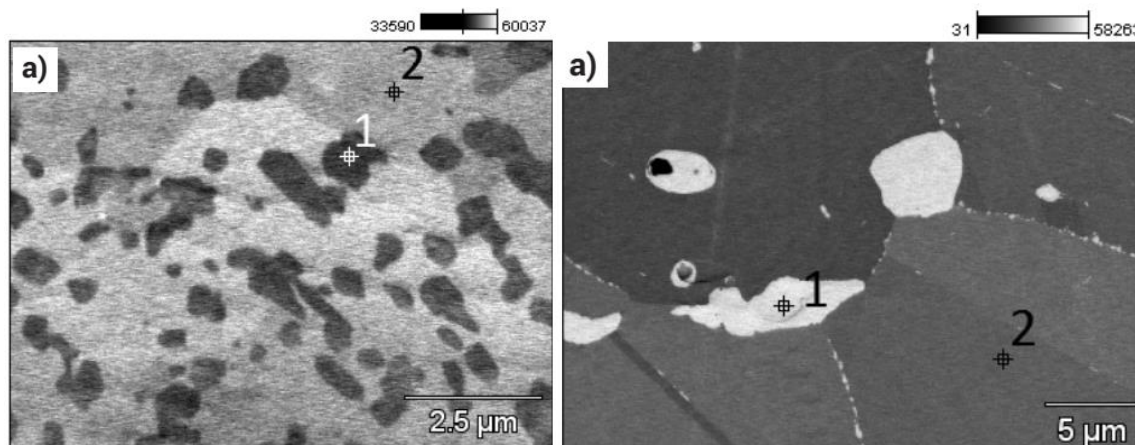
rozwoju technologii lutowania. Lutowanie twarde w bardziej konwencjonalnym ujęciu, tj. z użyciem ogólnodostępnych, komercyjnych lutów, ze względu na swoją przemysłową popularność oraz skalę zastosowania, cieszy się niemięjszym zainteresowaniem. W przemyśle lotniczym w szczególnym stopniu dotyczy to spajania przy użyciu stopów niklu, zarówno metodą standardowego lutowania z użyciem lutów w formie pasty lub prefabrykatów, jak również procesu TLPB (*Transient Liquid Phase Bonding*). Obydwie metody są powszechnie stosowane do łączenia materiałów żaroodpornych i żarowytrzymałych, z których wykonywane są elementy konstrukcji silników turbinowych. Komponenty łączone przy użyciu lutów niklowych pracują często w ekstremalnych warunkach, toteż badanie i ciągłe doskonalenie materiałów i procesów stosowanych w ich produkcji jest niezbędne w celu zapewnienia niezawodnej eksploatacji. Badania w tym obszarze skupiają się przede wszystkim na lepszym poznaniu wpływu poszczególnych parametrów procesu, takich jak temperatura i czas wygrzewania czy dopasowanie, na finalne właściwości złącza. Częstym przedmiotem rozważań jest również analiza czynników wpływających na rozplwoność i zwilżalność stopów lutowniczych oraz sam dobór lutowia do poszczególnych zadań projektowych wraz z obserwacjami interakcji pomiędzy lutem i materiałem łączonym, wynikającymi z różnic w składzie chemicznym. W konstrukcji silników lotniczych szczególnie szerokie zastosowanie znalazły dwa nadstopy niklu – Hastelloy X oraz Inconel 718. Dzięki swoim właściwościom użytkowym znalazły zastosowanie w konstrukcji komponentów i obudów większości modułów jednostek napędowych (rys. 33) [125].



Rys. 33. Schematyczny przekrój silnika lotniczego z wyszczególnionymi grupami materiałów stosowanych w budowie poszczególnych jego modułów [125]

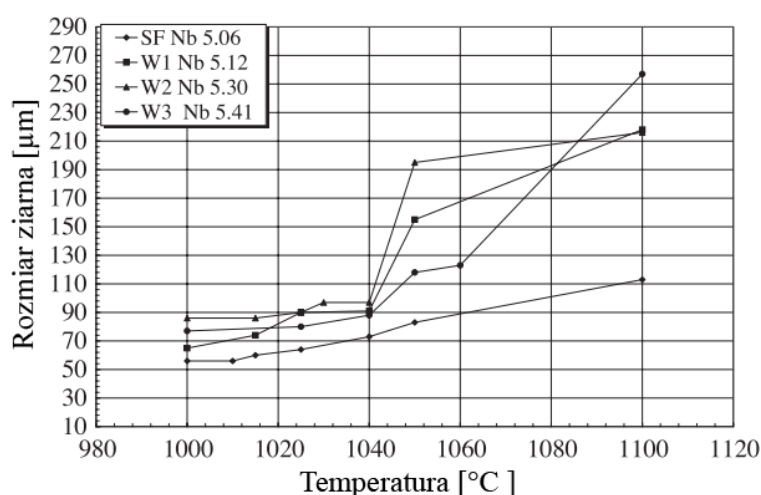
Jednym z głównych obszarów zastosowań stopu Hastelloy X są tzw. uszczelnienia ulowe, stąd analiza procesów lutowania tych specyficznych struktur stanowi istotną część całości udokumentowanych badań [126-129]. Ponadto Hastelloy X jest szeroko stosowany w konstrukcji podzespołów pracujących w wysokiej temperaturze, takich jak części komór spalania oraz wylotów spalin, złożone głównie z elementów kutych i blaszanych. Ghasemi i Pouranvari badali proces lutowania tego nadstopu lutami z grupy Ni-Si-B [43, 46]. Analizowali przebieg krzepnięcia złącza oraz tworzenia się poszczególnych składników mikrostruktury we wszystkich charakterystycznych strefach, ze szczególnym uwzględnieniem kruchych związków

międzymetalicznych. Ci sami autorzy badali również wpływ różnych wariantów spajania połączonego z obróbką cieplną różnoimennego złącza Hastelloy X/MBF-15/Inconel 792 [130] oraz podejmowali tematykę symulacji kinetyki procesów dyfuzyjnych w lutowaniu nadstopów niklu lutami zawierającymi bor [131]. Malekan i inni [132] zbadali wpływ temperatury na mikrostrukturę i właściwości wytrzymałościowe złączy Hastelloy X/AMS4777 otrzymanych w procesie TLPB. Procesy prowadzono w temperaturze 1070, 1110 i 1160 °C przez 40 min, w każdym przypadku uzyskując homogeniczne złącze w wyniku krystalizacji izotermicznej w całej jego objętości. Dodatkowo przeprowadzono próby lutowania w temperaturze 1070°C przez 5 i 80 min w celu analizy zmian mikrostruktury. W pierwszym wariancie czasu wygrzewania stwierdzono w centralnej części złącza występowanie wydzielen borków bogatych w nikiel oraz eutektyk Ni-Si. Zaznaczono również wpływ temperatury na morfologię wydzielen borkowych w strefie dyfuzyjnej, jak również głębokość samej strefy. Najlepsze właściwości wytrzymałościowe otrzymano po procesie 1160°C/40 min. Analiza przełomów próbek wykazała, iż pęknięcia przebiegały w obszarze wydzielen w strefie dyfuzyjnej, wobec czego autorzy zasugerowali iż zmniejszenie objętości względnej tych wydzielen może zwiększyć wytrzymałość złączy. Baranowski i Senkara [133] poddali analizie interakcję pomiędzy lutem Palnico36M (Ni-36Pd-10,5Cr-3B-0,5Si) i trzema gatunkami nadstopów niklu – Inconel 718, Inconel 625 i Hastelloy X oraz stalą martenzytyczną AISI 410. W przypadku stopu Inconel 718 i stali zaobserwowano znaczne rozpuszczanie powierzchni materiału rodzimego przez ciekły lut, czego nie stwierdzono w przypadku stopów Hastelloy X oraz Inconel 625. Baranowski i inni [134] badali również granicę fazową lut-materiał rodzimy złącza Hastelloy X/Palnico36M (rys. 34) otrzymanego w procesie lutowania próżniowego w temperaturze 995°C przez 60 min. Analiza składu chemicznego wybranych składników mikrostruktury i badania dyfraktometryczne pozwoliły na identyfikację faz z układu Ni-Fe, Ni-Cr oraz Ni-Mo, a także borku chromu Cr₅B₃. Wskazano ponadto na możliwość występowania fazy zbliżonej chemicznie do fazy Mo₆(Ni_{0,75}Si_{0,25})₇ o zwiększonej zawartości C, Cr i Fe oraz fazy zbliżonej stechiometrycznie do międzymetalicznej Cr₃NiB₆, wzbogaconej w inne pierwiastki, m. in. Mo, Fe, Si. W pracy [135] analizie poddano natomiast wpływ przygotowania powierzchni Hastelloya X na zwilżalność tym samym lutem. Do badań przyjęto materiał niepoddany obróbce powierzchni, polerowany oraz po polerowany i oksydowany w temperaturze 600°C przez 1 godzinę. W przypadku powierzchni nieobrobionej oraz polerowanej wykazano bardzo zbliżone kąty zwilżania, natomiast powierzchnię utlenianą cechowała najgorsza zwilżalność.



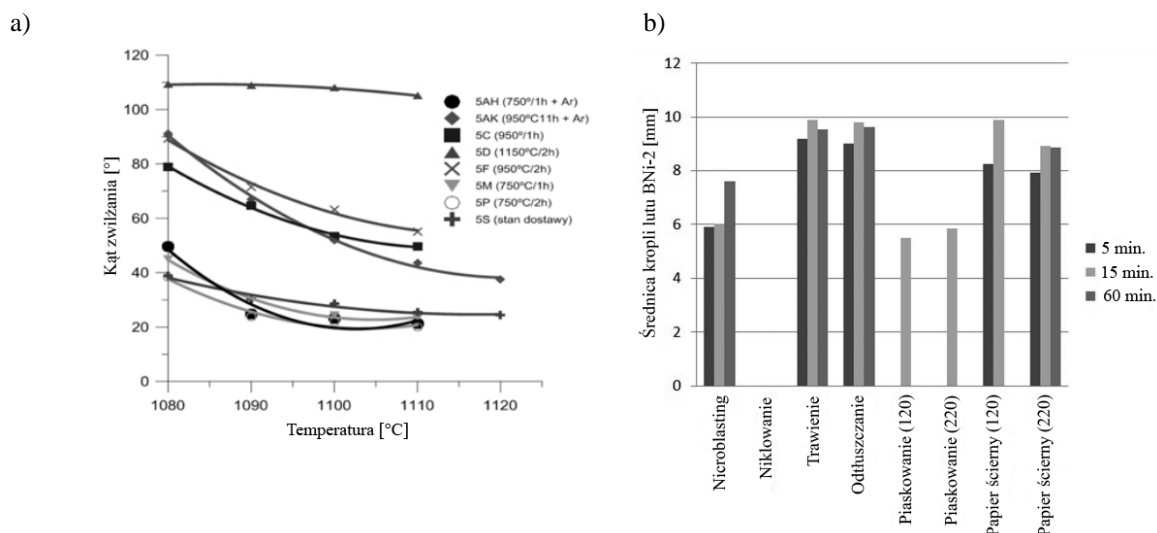
Rys. 34. Mikrostruktura granicy materiał rodzimy/lut złącza Hastelloy X/Palnico36M, gdzie: a) 1 – faza o stechiometrii zbliżonej do Cr₃NiB₆, 2 – faza o stechiometrii zbliżonej do Mo₆(Ni_{0,75}Si_{0,25})₇ [134]

Drugi z wymienionych stopów niklu, Inconel 718, dzięki swojej odporności na korozję i wytrzymałości w wysokiej temperaturze już od kilkudziesięciu lat należy do najczęściej stosowanych w przemyśle lotniczym. Znajduje zastosowanie w większości modułów nowoczesnych silników lotniczych, od sprężarki aż po wyloty spalin. Wiele z tych komponentów wykonywanych jest z użyciem lutowania próżniowego stopami na osnowie tego samego pierwiastka. Inconel 718 jest umacnianym wydzieleniowo stopem o złożonym składzie chemicznym. Nieprawidłowy dobór parametrów obróbki cieplnej może prowadzić do nadmiernego rozrostu ziarna (rys. 35) lub niekorzystnych procesów wydzieleniowych, zmniejszając właściwości wytrzymałościowe [136-137]. Ponadto dodatki chromu, aluminium oraz tytanu, tworzące na powierzchni bardzo stabilne, trudne do zdysocjowania tlenki (rys. 17), znacząco obniżają zwilżalność powierzchni [138]. W praktyce przemysłowej procesy lutowania są najczęściej łączone w jednej operacji z obróbką cieplną, dlatego Inconel 718 zalicza się do materiałów o dużych wymaganiach technologicznych.



Rys. 35. Wpływ temperatury wyżarzania w czasie 60 min nadstopu Inconelu 718 o różnej zawartości Nb na rozmiar ziarna; SF – materiał formowany natryskowo, W1-W3 – materiał kuty [136]

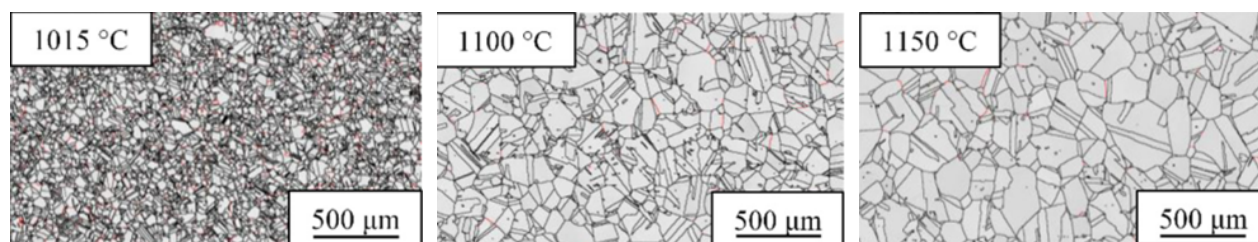
W pracy [138] analizie poddano wpływ wyżarzania stopu Inconel 718 na jego zwilżalność lutem Palnico 36M. Poddano go obróbce cieplnej w warunkach obniżonego ciśnienia (0,1 Pa) oraz w atmosferze argonu. Zauważono wyraźne zwiększenie wartości kąta zwilżania wraz ze zwiększeniem temperatury wyżarzania (rys. 36a). Jest to istotne spostrzeżenie z punktu widzenia ewentualnej obróbki cieplnej poszczególnych komponentów zespołu poprzedzających lutowanie. Linkiewicz i inni [139] zbadali wpływ przygotowania powierzchni Inconelu 718 na zwilżalność lutem BNi-3. Przyjęli kilka wariantów obróbki powierzchniowej: manualne szlifowanie papierami ściernymi o uziarnieniu 120 oraz 240, obróbkę strumieniowo-ścierną SiC o tej samej gradacji, odtłuszczanie, trawienie kwasem solnym, niklowanie oraz tzw. *nicro-blasting*, czyli obróbkę strumieniowo-ścierną przy użyciu piasku na osnowie niklu. W badaniach zastosowano również zmienny czas wytrzymania – 5, 15 i 60 min. Najlepsze rezultaty, tj. najmniejszy kąt zwilżania oraz największą rozpląwność (rys. 36b), wyznaczono na powierzchni poddanej niklowaniu, natomiast najgorsze wartości na powierzchniach przygotowanych poprzez obróbkę strumieniowo-ścierną, w tym *nicro-blasting*. Autorzy tych badań stwierdzili ponadto, że w aspekcie rozpląwności lutu, czas wytrzymania dłuższy niż 15 min nie jest ekonomicznie uzasadniony, jednak należy mieć na uwadze nie uwzględnienie w analizie procesów dyfuzyjnych.



Rys. 36. Wartość kąta zwilżania stopu Inconel 718 lutem Palmicro 36M w zależności od przeprowadzonej obróbki cieplnej [138] (a) oraz wpływ przygotowania powierzchni tego stopu na rozplyność lutu BNi-3 [139] (b)

Pouranvari [140] ocenił wpływ składu chemicznego lutu na procesy wydzieleniowe w złączach lutowanych stopu Inconel 718. Analiza obejmowała złącza odlewane stopu 718 wytworzone w procesie lutowania dyfuzyjnego z użyciem międzywarstwy o grubości 50 μm z trzech komercyjnych lutów na osnowie niklu – BNi-2, BNi-3 oraz BNi-9. Jako warunki prowadzenia procesu przyjęto parametry odpowiadające wyżarzaniu homogenizującemu materiału rodzimego - 1100°C, 1 h, a następnie szybkie chłodzenie. We wszystkich przypadkach otrzymano jednorodną mikrostrukturę złącza. Stwierdzono znaczące różnice w twardości zarówno strefy krystalizacji izotermicznej, jak również strefy dyfuzyjnej. Jako mechanizm odpowiedzialny za kształtowanie właściwości strefy ISZ wskazano umocnienie roztworowe, głównie atomami Nb, Cr i Mo w wyniku roztwarzania materiału rodzimego. Najwyższa twardość, jak również najlepsze właściwości wytrzymałościowe, charakteryzowały złącze otrzymane przy użyciu lutu BNi-9, co powiązano z najwyższą zawartością Cr oraz B w jego składzie chemicznym. Pouranvari i inni [141] badali również wpływ pełnego cyklu obróbki cieplnej odlewane stopu Inconel 718 (wyżarzanie homogenizujące, przesycanie dwuetapowe starzenie) na właściwości złączy otrzymanych w trakcie homogenizacji (1100°C, 1 h) przy użyciu lutu BNi-2. Otrzymano jednorodną mikrostrukturę złącza, natomiast w strefie dyfuzyjnej stwierdzono występowanie licznych wydzieleni borków bogatych w Cr, Mo i Nb o morfologii blokowej oraz Widmanstattena. Po przeprowadzeniu pełnego cyklu obróbki stwierdzono istotne zwiększenie twardości oraz wytrzymałości złącza w wyniku zajścia procesów wydzieleniowych. Wytrzymałość na ścinanie złącza otrzymanego w ten sposób wyniosła ok. 82% wytrzymałości materiału rodzimego. Yan i inni badali wpływ temperatury wygrzewania w procesie lutowania szerokoszczelinowego Inconelu 718 lutem BNi-2 [142] oraz różnych wariantów jego późniejszej obróbki cieplnej (przesycanie, starzenie oraz przesycanie i starzenie) [143]. Stwierdzono, że zwiększenie temperatury procesu z 1015 do 1150°C pozwala uzyskać 98% zwiększenie wytrzymałości na ścinanie złącza (z 243 MPa do 482 MPa), przy znaczącym rozroście ziarn materiału rodzimego, ze średniej wartości rozmiaru ziarn 38.6 do 151.6 μm (rys. 37) oraz zauważalnym zmniejszeniu udziału bliźniaków w mikrostrukturze. Do analizy wpływu tzw. postprocesowej obróbki cieplnej przyjęto złącze lutowane w temperaturze 1015°C. Jako optymalny schemat obróbki cieplnej, gwarantujący osiągnięcie najlepszych właściwości wytrzymałościowych złącza, autorzy wskazali pełny cykl przesycania i starzenia, prowadzący do

wzrostu wytrzymałości na ścinanie z 243 do 453 MPa. Tematyką podejmowaną w wielu badaniach są także różnoimienne złącza nadstopu Inconel 718 z innymi stopami. W literaturze dostępne są raporty z badań złączy tego stopu z ultradrobnoziarnistą stalą AISI 304L [144] oraz nadstopami niklu Waspaloy [145] i Inconel 625 [146], otrzymanymi przy użyciu lutu BNi-2.



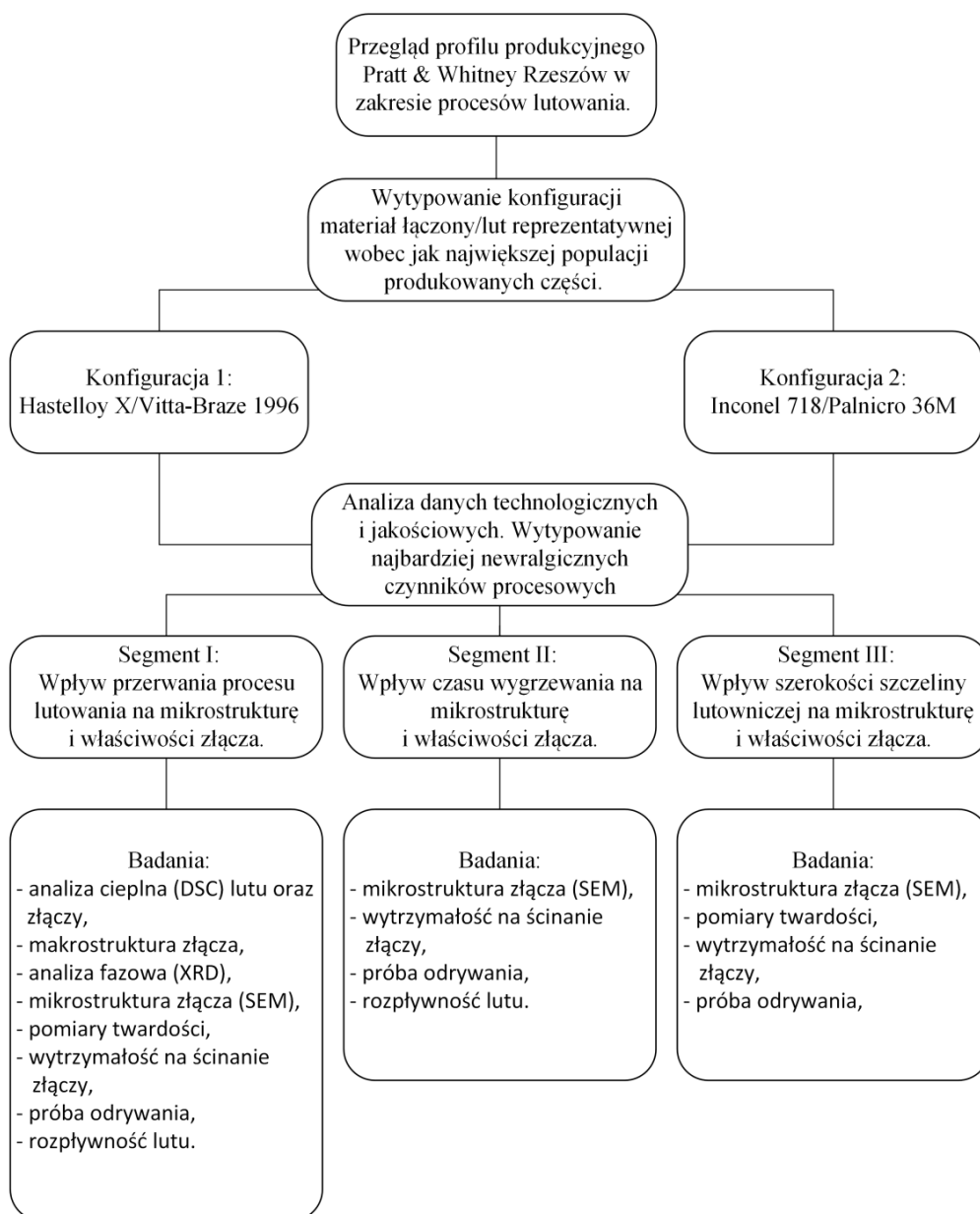
Rys. 37. Wpływ temperatury lutowania na rozmiar ziarn stopu Inconel 718 [142]

Założenia i cel pracy

Przeprowadzony przegląd literatury pozwala sformułować tezę, że lutowanie nadstopów niklu stanowi częsty przedmiot badań prowadzonych w wielu ośrodkach badawczych. Pomimo ugruntowanego, wieloletniego zastosowania w przemyśle, złożoność zagadnień związanych z procesem lutowania determinuje konieczność ciągłej jego analizy i optymalizacji, co w sposób szczególny dotyczy przemysłu lotniczego. **Proces lutowania twardego prowadzony w firmie Pratt & Whitney Rzeszów obejmuje szeroką grupę materiałów żaroodpornych i żarowytrzymałych, jednakże zdecydowaną większość zespołów lutowniczych produkowanych w ramach działalności przedsiębiorstwa stanowią konstrukcje wykonane z nadstopów niklu, szczególnie Inconel 718 oraz Hastelloy X. Są to najczęściej wieloelementowe, skomplikowane, statyczne komponenty silników, zbudowane z podzespołów o zróżnicowanej geometrii. Zapewnienie jakości oraz powtarzalności lutowania jest w tym przypadku niezbędne dla osiągnięcia ich niezawodności eksploatacyjnej.** W praktyce przemysłowej największym zagrożeniem jakościowym są czynniki mogące zakłócić prawidłowy przebieg procesu. Należą do nich zazwyczaj zjawiska losowe, których prawdopodobieństwo wystąpienia jest trudne do oszacowania w analizie ryzyka, jak chociażby awarie urządzeń czy błędy ludzkie. Wystąpienie jakichkolwiek odstępstw od przyjętych parametrów procesu, takich jak przerwanie operacji technologicznej lub jej nieodpowiedni czas (szczególnie w temperaturze, w której lut jest w stanie ciekłym), czy niewłaściwe dopasowanie elementów łączonych powstałe w wyniku uwolnienia naprężeń w trakcie nagrzewania, bez wątpienia wpływa na jakość połączenia. Złącze otrzymane w takich warunkach może spełniać wymogi kontroli wizualnej, jednakże ocena oddziaływania zaistniałych niezgodności na jego mikrostrukturę oraz właściwości wytrzymałościowe i eksploatacyjne jest niejednokrotnie trudna lub niemożliwa do oszacowania. **Dostępne dane literaturowe w tym obszarze są niewystarczające lub niekompletne. Dlatego też celem niniejszej pracy jest kompleksowa charakterystyka zjawisk zachodzących w złączach lutowanych w warunkach odbiegających od nominalnych, umożliwiającą zbudowanie bazy wiedzy, stanowiącej punkt wyjścia do analizy technologiczno-jakościowej analogicznych przypadków w trakcie produkcji przemysłowej.** Jako główny problem naukowy, wymagający rozwiązania, przyjęto określenie stopnia oddziaływania zmian parametrów procesu lutowania próżniowego nadstopów niklu na kształtowanie mikrostruktury wytworzonych złączy, a pośrednio ich wytrzymałości.

4. BADANIA WŁASNE

Profil produkcyjny Pratt & Whitney Rzeszów obejmuje szeroki przekrój komponentów stosowanych we wszystkich sekcjach silników lotniczych, zarówno napędowych, jak również pomocniczych (*ang. Auxiliary Power Unit – APU*). Spośród nich, ponad sto to zespoły lutowane o bardzo zróżnicowanej konstrukcji. Za najbardziej reprezentatywną grupę złączy lutowanych w największej populacji produkowanych części, na podstawie analizy danych produkcyjnych i jakościowych z ostatnich pięciu lat, uznano dwie konfiguracje materiałów łączonych i lutu (rys. 38) – nadstop Hastelloy X i lut Vitta-Braze 1996 (konfiguracja 1 – Hastelloy X/Vitta-Braze 1996) oraz nadstop Inconel 718 i lut Palnico36M (konfiguracja 2 – Inconel 718/Palnico36M). Jako zmienne w opracowanym programie badań przyjęto najbardziej newralgiczne czynniki determinujące jakość złączy wytwarzanych w warunkach przemysłowych: przerwanie procesu lutowania, czas wygrzewania w temperaturze, w której lut jest w stanie ciekłym i szerokość szczeliny lutowniczej. Następnie dobrano metody badawcze umożliwiające analizę wpływu poszczególnych parametrów na wybrane właściwości złącza (rys. 38).



Rys. 38. Schemat blokowy podjętych badań

4.1. Materiał do badań

Do badań przyjęto nadstopy niklu Hastelloy X (AMS 5536) oraz Inconel 718 (AMS 5596) (tab. 10). Użyto standardowych próbek płaskich o wymiarach 76,2 x 25,4 mm (3"x1"), stosowanych w Pratt & Whitney Rzeszów do walidacji przebiegu procesów produkcyjnych, np. do pomiarów twardości czy analizy metalograficznej. Wykonano je z komercyjnie dostępnej blachy o średniej chropowatości $R_a = 0,141 \mu\text{m}$, w stanie zalecanym przez odpowiednie normy materiałowe. Próbkę typu „L” zginano na prasie krawędziowej w celu ułatwienia rozdzielenia powierzchni lutowanych (rys. 39c).

Tabela 10. Nominalny skład chemiczny badanych materiałów łączonych [147, 148]

Materiał	Zawartość pierwiastka, % mas.									
	Ni	Cr	Fe	Mo	Co	W	C	Nb	Ti	Al
Hastelloy X (AMS5536)	47	22	18	9	1,5	0,6	0,1	≤ 0,5	≤ 0,15	≤ 0,5
Inconel 718 (AMS5596)	52,5	19	18	3	≤ 1	-	≤ 0,08	5,1	0,9	0,5

W procesie lutowania użyto stopów lutowniczych Vitta-Braze 1996 oraz Palnico 36M. Lut Vitta-Braze 1996 jest stopem na osnowie niklu, zawierającym chrom i żelazo oraz dodatki obniżające temperaturę topnienia – bor i krzem. Jego właściwości użytkowe oraz obszar zastosowania jest zbliżony do lutu AWS BNi-1a/AMS4776, jednak inne stężenie poszczególnych dodatków stopowych sprawia, że cechuje go szerszy zakres temperatury solidus-likwidus (tab. 11). Lut ten, poza stopem Vitta-Braze 1996 produkcji Vitta Corporation, dostępny jest na rynku również pod nazwą handlową Amdry 915 produkcji Oerlicon Metco. Ponadto opisany jest dokumentami normatywnymi największych producentów silników lotniczych, np. normą Pratt & Whitney PWA 996 oraz normą Rolls-Royce MSRR 9500/705. Stop Vitta-Braze 1996 cechują bardzo dobre właściwości eksploatacyjne w temperaturze podwyższonej, przez co stosowany jest w lotnictwie i energetyce do lutowania silnie obciążonych elementów konstrukcyjnych wykonanych ze wszystkich rodzajów nadstopów oraz stali austenitycznej, martenzytycznej oraz niskostopowej. Szeroki zakres temperatury solidus-likwidus czyni go szczególnie użytecznym w procesie lutowania szerokich szczelin (do 0,5 mm) [149], co ma istotne znaczenie w łączeniu elementów blaszanych. W pracy stosowano lut w formie pasty Vitta-Braze 1996 oraz folii o grubości 0,038 mm produkcji Vitta-Corporation.

Tabela 11. Nominalny skład chemiczny i właściwości fizyczne lutów zastosowanych w pracy [149, 150]

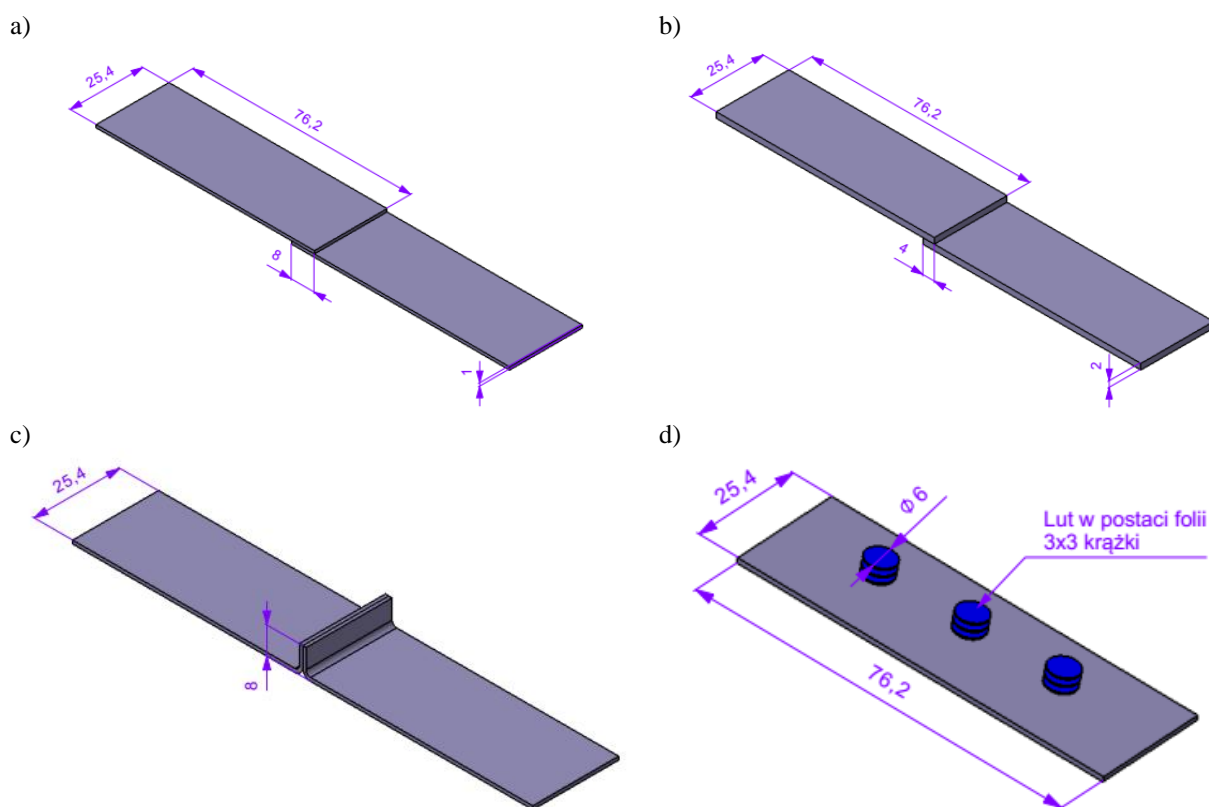
Materiał	Zawartość pierwiastka, % mas.						Solidus	Likwidus	Dostępne formy
	Ni	Cr	Fe	Pd	B	Si			
Palnico 36M	50	10,5	-	36	3	0,5	820°C	960°C	Proszek, pasta, folia, taśma
Vitta-Braze 1996	reszta	13	4,5		2,7	4,5	960°C	1127°C	

Palnico 36 M jest również stopem lutowniczym na osnowie niklu z dodatkiem chromu i wysokiej zawartości palladu. Temperaturę topnienia stopu obniża głównie bor oraz niewielka zawartość krzemu (tab. 11). Cechuje go bardzo dobra wytrzymałość na pełzanie, dzięki czemu jest zwykle stosowany do lutowania komponentów silników lotniczych pracujących w wysokiej temperaturze. Dodatkowym jego atutem jest relatywnie niska temperatura likwidus (960°C), pozwalająca na obniżenie temperatury lutowania, co ma szczególnie istotne znaczenie

w przypadku materiałów wrażliwych na rozrost ziarn. W badaniach stosowano lut produkcji Morgan Advanced Materials w postaci pasty oraz folii o grubości 0,05 mm.

Na podstawie analizy wyników badań i projektów prowadzonych w przeszłości w ramach działalności Prat & Whitney Rzeszów, a także metodyk badawczych stosowanych w przedsiębiorstwie w ramach standardowych praktyk produkcyjnych, przygotowano ustandaryzowany pakiet próbek, dostosowany do metod analitycznych zaplanowanych w ramach poszczególnych segmentów badań (rys. 39):

- metalograficznych – próbki płaskie o grubości $1\pm 0,1$ mm, lutowane na zakładkę o długości nominalnej 8 mm (rys. 39a),
- wytrzymałości złącza na ścinanie – próbki płaskie o grubości $2\pm 0,2$ mm, lutowane na zakładkę o długości nominalnej 4 mm (rys. 39b),
- stopnia pokrycia powierzchni łączonych lutem po próbie odrywania – próbki w kształcie litery „L”, lutowane doczołowo krótszą częścią na zakładkę o nominalnej długości 8 mm (rys. 39c),
- rozpląwności lutu – pojedyncza płaska próbka o grubości $1\pm 0,1$ mm, z lutem w postaci folii w kształcie koła o średnicy 6 mm, ułożonym w trzy stosy po trzy sztuki (rys. 39d).



Rys. 39. Geometria i wymiary (w mm) próbek do badań a) metalograficznych, b) wytrzymałościowych oraz prób c) odrywania, d) rozpląwności lutu

4.2. Metodyka badań i preparatyka próbek

4.2.1. Przygotowanie powierzchni i montaż elementów próbek złączy

Powierzchnie wszystkich próbek przygotowano w procesach mycia ultradźwiękowego i odtłuszczania alkoholem etylowym. Następnie, w zależności od przeznaczenia (rys. 39), montowano je wstępnie metodą zgrzewania kondensatorowego przy użyciu kulek stalowych o średnicy 1 mm. Szerokość szczeliny lutowniczej ustalano za pomocą szczelinomierza. Po zakończeniu montażu, miejsca zgrzewania poddano dodatkowemu odtłuszczeniu, a następnie nakładano pastę lutowniczą odpowiednią dla danej konfiguracji materiałów. W przypadku próbek do badań rozpląwności lutu (rys. 39d), krążki folii lutowniczej w każdym ze stosów układano równoosiowo na powierzchni elementów łączonych, a następnie ustalano ich położenie zgrzewając punktowo. Wszystkie czynności przygotowawcze i montażowe zostały wykonane w warunkach produkcyjnych, na stanowisku przygotowania do lutowania Wydziału Obróbki Ciepłej i Ciepłno-Chemicznej Pratt & Whitney Rzeszów, przez wyspecjalizowanych operatorów, wykonujących montaż części produkcyjnych.

Elementy próbek z Inconelu 718, ze względu na zawartość aluminium i tytanu, w celu polepszenia zwilżalności ich powierzchni przez lut, przed montażem zostały poddane dodatkowo operacji niklowania elektrochemicznego. Powierzchnię przygotowano poprzez odtłuszczenie elektrochemiczne, płukanie, trawienie w kwasach i dekapowanie, a następnie niklowano uzyskując powłokę o grubości 10-15 μm . Wszystkie etapy procesu niklowania wykonywano na Wydziale Pokryć Chemicznych Pratt & Whitney Rzeszów.

4.2.2. Proces lutowania

Proces lutowania przeprowadzono na Wydziale Obróbki Ciepłej i Ciepłno-Chemicznej Pratt & Whitney Rzeszów w piecu próżniowym Seco/Warwick VP-4050/72HV (rys. 40). Próbkę umieszczano na ruszcie pieca na stalowych tacach w stanie swobodnym, zapewniając jedynie prawidłowe podparcie, uniemożliwiające przypadkowe przemieszczenie. Proces kontrolowano za pomocą dwóch termopar wsadowych typu N, przymocowanych do powierzchni dwóch próbek z każdego wsadu. Przed rozpoczęciem nagrzewania w komorze roboczej pieca uzyskiwano próżnię rzędu 10^{-4} Torr (ok. 13 mPa). Nagrzewanie prowadzono z prędkością $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ do zadanej temperatury procesu, kontrolując aby ciśnienie w komorze pieca nie zwiększyło się do wartości $> 0,005$ Torr (ok. 667 mPa). Procesy realizowano zgodnie z procedurami przemysłowymi, z tolerancją temperatury procesu $\pm 14^{\circ}\text{C}$, co oznacza, że pomiar czasu wygrzewania rozpoczynało się w momencie, kiedy ostatnia termopara wsadowa osiągnęła zadaną temperaturę z tolerancją $\pm 14^{\circ}\text{C}$. Wyjątkiem były procesy przerywane, gdzie nagrzewanie kontynuowano do momentu osiągnięcia przez obydwie termopary wsadowe zadanej temperatury przerywania procesu. Po określonym czasie wygrzewania w temperaturze, w której lut jest w stanie ciekłym wsad poddano szybkiemu chłodzeniu, tj. poprzez wypełnienie komory pieca argonem i uruchomienie dmuchawy na maksymalnych obrotach. Ponieważ jeden z materiałów przyjętych do badań, Inconel 718, należy do nadstopów umacnianych wydzieleniowo, w warunkach produkcyjnych lutowanie elementów z niego wykonanych najczęściej łączy się w jednej operacji z przesycaaniem. W takim wypadku wygrzewanie zespołu lutowanego prowadzi się w temperaturze określonej dla wytworzenia złącza, a następnie się ją

obniża do wartości, z której powinno być wykonane przesycanie (wg wytycznych technologicznych). Chłodzenie z odpowiednią szybkością zapewnia otrzymanie przesyconego roztworu stałego. Dla zapewnienia możliwie najdokładniejszego odwzorowania warunków produkcyjnych, w badaniach przeprowadzono procesy lutowania nadstopu Inconel 718 w warunkach umożliwiających jednoczesne przesycanie (z wyłączeniem procesów przerywanych – rozdz. 4.3.1).



Rys. 40. Piec próżniowy Seco/Warwick VP-4050/72HV do procesu lutowania

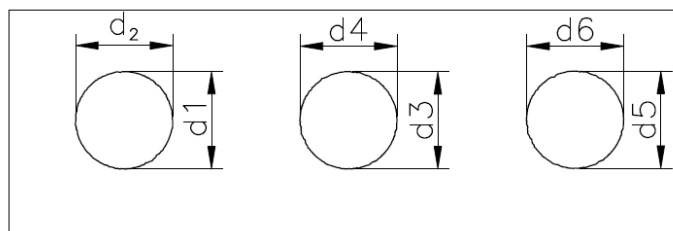
4.2.3. Próba rozplywności lutu

Do próby rozplywności, w celu zapewnienia powtarzalnej objętości aplikowanego stopu lutowniczego, wykorzystano lut w postaci folii amorficznej, z której wycinano mechanicznie – za pomocą stempla – krążki o średnicy nominalnej ϕ 6 mm. Folię po wycięciu odtłuszczono alkoholem etylowym, a następnie na powierzchni pojedynczej próbki układano równoosiowo 3 stosy, po 3 krążki każdy (rys. 39d). Następnie każdy ze stosów zgrzewano kondensatorowo do powierzchni próbki. Po procesie lutowania wyznaczano pole powierzchni rozplyniętego lutu stosując mikroskop stereoskopowy, przy powiększeniu 6-10x. Wynik wyliczano jako średnią geometryczną z powierzchni trzech pól dla danej próbki, wyznaczonych w każdym wypadku na podstawie średniej geometrycznej z dwóch prostopadłych średnic (rys. 41), wg równań:

$$\bar{d} = \frac{\frac{d_1 + d_2}{2} + \frac{d_3 + d_4}{2} + \frac{d_5 + d_6}{2}}{3} \quad (4.1)$$

$$\bar{P}_p = \pi \left(\frac{\bar{d}}{2} \right)^2 \quad (4.2)$$

gdzie: \bar{P}_p – średnia wartość pola powierzchni rozplyniętego lutu.



Rys. 41. Metodyka pomiaru i obliczenia pola powierzchni rozplyniętego lutu w próbie rozplywności

4.2.4. Próba odrywania i badanie wytrzymałości na ścinanie

Próbie odrywania złączy (*ang. peel test*) realizowano w warunkach jednoosiowego rozciągania dedykowanych próbek w kształcie podwójnej litery „L” (rys. 39c) do momentu separacji powierzchni tworzących złącze. Lut aplikowano w formie pasty z jednej strony złącza. Rozciąganie realizowano w temperaturze pokojowej, bez rejestracji siły. Ocenę powierzchni rozerwanego złącza przeprowadzano z użyciem mikroskopu stereoskopowego. Wyznaczano całkowity, procentowy udział powierzchni pokrytej lutem (rys. 42) z dokładnością do 5%. Jeżeli przełom umiejscowiony był w całości lub częściowo w materiale rodzimym, pozostałe części próbek tworzące złącze rozdzielano przy użyciu metod ślusarskich i dokonywano oceny pokrycia w nieuszkodzonych obszarach, natomiast w częściach zdeformowanych lub uszkodzonych w trakcie rozdzielania przyjmowano 100% pokrycie lutem.



Rys. 42. Przykładowe powierzchnie próbki po próbie odrywania z oznaczonymi obszarami pokrytymi i niepokrytymi lutem

Badania wytrzymałościowe przeprowadzono w celu obserwacji wpływu czynników procesu analizowanych w poszczególnych segmentach badań na charakterystykę wytrzymałościową złącza poddanego działaniom naprężeń ścinających. Maksymalna siła zrywająca została wyznaczona w statycznej próbie rozciągania prostokątnych próbek płaskich (rys. 39b) z ciągłą rejestracją siły. Na jej podstawie obliczano wartość wytrzymałości na ścinanie zgodnie z równaniem 4.3. Grubość materiału oraz długość zakładki dobrano tak, aby zapewnić lokalizację przełomu w złączu. Lut nakładano w formie pasty z jednej strony złącza. Badania prowadzono w temperaturze pokojowej, z szybkością przemieszczania trawersy 10 mm/min, do momentu zerwania próbek. Próby odrywania oraz badania wytrzymałościowe przeprowadzono

w Centralnym Laboratorium Materiałowym Pratt & Whitney Rzeszów przy użyciu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej Zwick/Roell Z100.

$$R_t = \frac{F_{max}}{A \times W} \quad (4.3)$$

gdzie: R_t – wytrzymałość na ścinanie, F_{max} – maksymalna siła zrywająca, A – długość zakładki, W – szerokość złącza.

4.2.5. Badania metalograficzne

Do badań metalograficznych przyjęto prostokątne próbki płaskie zgodnie z rysunkiem 39a. Zgłady metalograficzne przygotowano metodami standardowymi. Jeśli było to konieczne do obserwacji mikrostruktury lub analizy SEM-EDS, poddawano je trawieniu roztworem 15 ml HNO_3 , 15 ml CH_3COOH , 60 ml HCl i 15 ml wody destylowanej. Obserwacje mikrostruktury prowadzono przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego Hitachi S-3400N. Analizę składu chemicznego w mikroobszarach wykonano metodą spektroskopii dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (SEM-EDS). Badania przeprowadzono w Laboratorium Badań Materiałów dla Przemysłu Lotniczego Politechniki Rzeszowskiej.

4.2.6. Badania kalorymetryczne DSC oraz rentgenowskie XRD

Badania reakcji chemicznych i przemian fazowych zachodzących podczas nagrzewania lutów w postaci pasty i folii oraz folii naniesionych na podłoże metaliczne prowadzono metodą skaningowej kalorymetrii różnicowej (DSC – *Differential Scanning Calorimetry*). Badany układ umieszczono w platynowo-rodowym (PtRh20) tyglu z pokrywką oraz z wkładką korundową i poddano ogrzewaniu. W pierwszym etapie przeprowadzono analizę nagrzewania obydwu lutów przyjętych do badań w formie pasty oraz folii. Nagrzewanie prowadzono do temperatury powyżej temperatury likwidusu danego lutu. Następnie przeprowadzono próby nagrzewania pary materiałowej w postaci folii lutowniczej naniesionej na materiał podłoża. Pierwsze nagrzewanie prowadzono do temperatury nie przekraczającej temperatury solidusu lutu z szybkością $10^\circ C/min$. Po szybkim ochłodzeniu do temperatury pokojowej, ponownie nagrzewano badany układ z szybkością $10^\circ C/min$ do temperatury lutowania dedykowanej dla danego lutu. Wygrzewanie w tej temperaturze trwało 15 min, a następnie cały układ studzono z szybkością $10^\circ C/min$. Dodatkowo przeprowadzono analogiczną próbę bez przerywania procesu, jako proces referencyjny do porównania przebiegu nagrzewania z badania obejmującego przerwanie procesu poniżej temperatury solidusu. Rejestrowaną różnicę przepływu strumienia ciepła pomiędzy próbką badawczą, a próbką referencyjną (pusty tygiel i pokrywka PtRh20 z wkładką korundową) przedstawiono na krzywych DSC. Badania prowadzono na kalorymetrze różnicowym STA 449 Jupiter F3 firmy Netzsch ze stałym natężeniem przepływu argonu 60 ml/min w Laboratorium Badań Materiałów dla Przemysłu Lotniczego Politechniki Rzeszowskiej.

Analizę składu fazowego przeprowadzono z użyciem dyfraktometru rentgenowskiego Miniflex II firmy Rigaku. Stosowano filtrowane promieniowanie rentgenowskie lampy $Cu_{K\alpha 1}$ $\lambda = 0,154$ nm w geometrii dyfrakcji Bragg-Brentano. Dobrano parametry do otrzymania dyfraktogramów; zakres kątowy dyfraktogramu $2\theta = 20-100^\circ$, krok kątowy $2\theta = 0.02^\circ$, czas zliczania na jeden krok kątowy $t = 3s$. Skład fazowy określono z użyciem bazy danych

dyfrakcyjnych PDF (*Powder Diffraction File*) opracowanej i wydawanej przez ICDD (*The International Centre For Diffraction Data*). Identyfikacja fazowa polegała na dopasowaniu mierzonego dyfraktogramu według obliczonych odległości między płaszczyznami d_{hkl} dla poszczególnych refleksów oraz ich intensywności do danych zawartych w bazie ICDD. Wiązka promieniowania miała kształt zbliżony do okręgu o średnicy ok 10 mm. Stąd uzyskany dyfraktogram rentgenowski pochodzi zarówno z lutu, jak również podłoża. Analizę wykonano na wycinkach próbek z I segmentu badań (rys. 38). Badania przeprowadzono w Laboratorium Badań Materiałów dla Przemysłu Lotniczego Politechniki Rzeszowskiej.

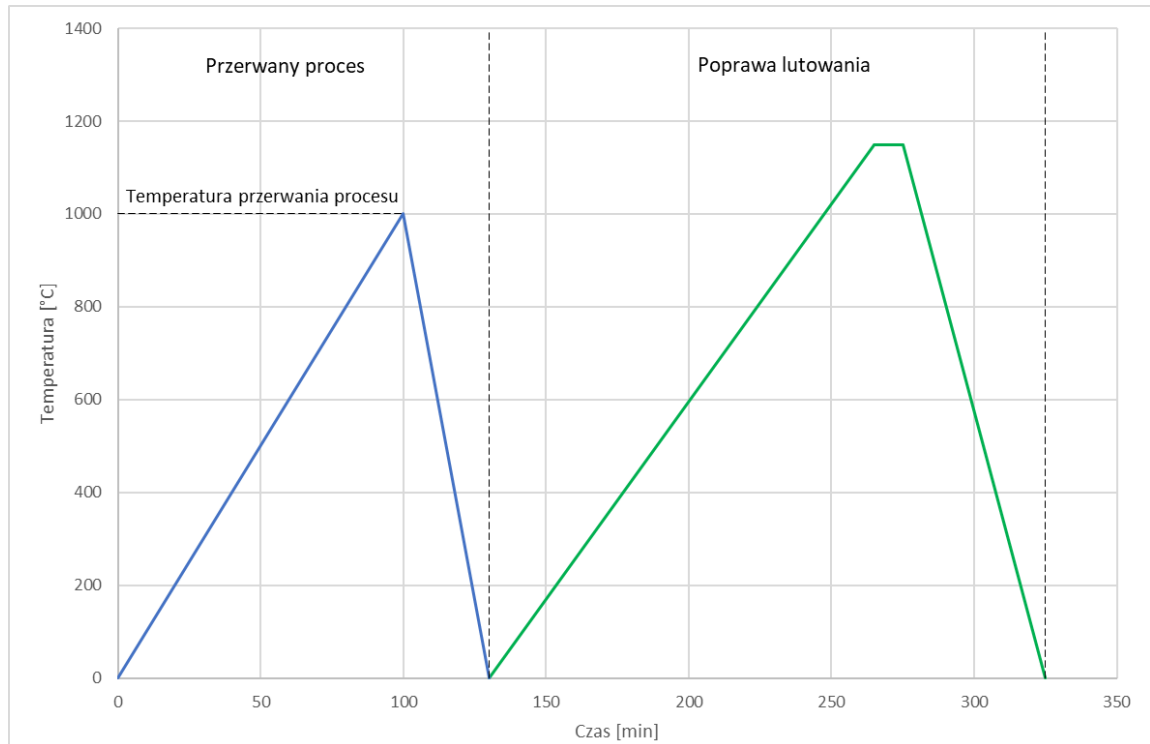
4.3. Metodyka prowadzenia poszczególnych segmentów badań

4.3.1. Wpływ przerywania procesu lutowania na mikrostrukturę i wytrzymałość złącza

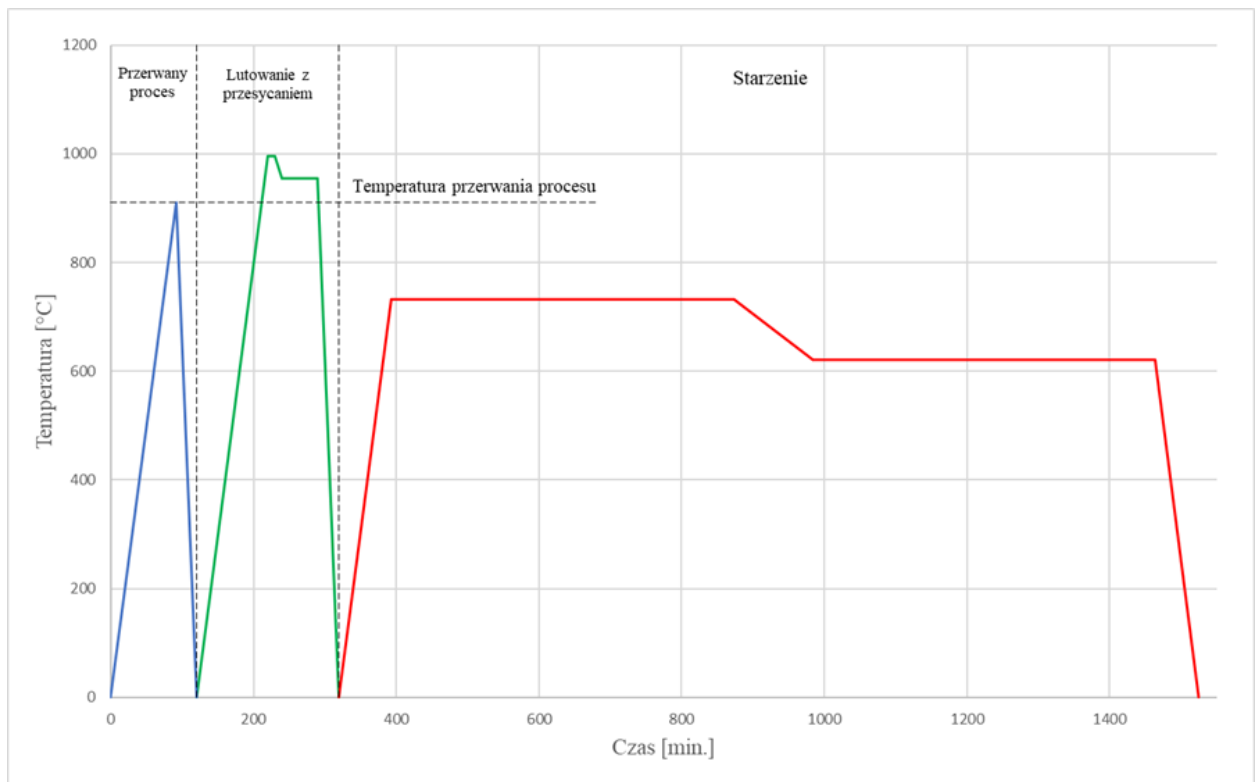
Jednym z założeń planu badawczego była analiza potencjalnego wpływu zaburzenia przebiegu procesu na różnych etapach na mikrostrukturę i właściwości złącza. W tym segmencie badań wykorzystano dwa takie same pakiety, składające się z próbek do badań mikrostruktury, próby odrywania, wytrzymałości oraz rozpląwności. W każdym przypadku, z wyłączeniem badania rozpląwności, zastosowano szczelinę lutowniczą 0,05 mm. Próbki po przygotowaniu i montażu układano w piecu próżniowym i rozpoczynano proces lutowania zgodnie z opisem w punkcie 4.2.2. Po osiągnięciu zadanej temperatury, proces przerywano i wsad szybko chłodzono do temperatury poniżej 100°C. Jeden z pakietów próbek przeznaczano do badań na tym etapie, tj. po przerywaniu procesu, natomiast drugi do operacji poprawy lutowania w warunkach optymalnych dla danego lutu (rys. 44), po czym przeprowadzano taką samą analizę zmian mikrostruktury oraz ich wpływu na charakterystykę wytrzymałościową złącza. W przypadku konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M pakiet rozszerzono o dodatkowe próbki do badań wytrzymałościowych oraz metalograficznych, które po poprawie lutowania z przesycaaniem poddawano procesowi dwuetapowego starzenia (rys. 45), dedykowanego dla tego stopu [151], w celu dalszej analizy tych parametrów w złączach w stanie po finalnej obróbce cieplnej. Dla obydwu konfiguracji materiałów warunki etapu przerywania procesu dobrano tak, aby poddać analizie zakres temperatury rozpoczynający się poniżej temperatury solidus lutu, a kończący się na temperaturze znacznie powyżej optymalnej temperatury lutowania, tak aby odwzorować warunki odpowiadające zarówno przerywaniu procesu poniżej temperatury topnienia lutu, jak również przegrzaniu wsadu. Wartości temperatury, w których przerywano poszczególne procesy, cechowanie próbek oraz pozostałe parametry procesu w tym segmencie badań przedstawiono w tabelach 12 i 13.

Tabela 12. Parametry testów wpływu przerywania procesu lutowania dla konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

Konfiguracja materiałów (stop + lut)	Temperatura przerywania [°C]	Cecha próbki	Parametry ponownego lutowania	Cecha próbki po poprawie lutowania
Hastelloy X + Vitta-Braze 1996	930	H/930	1148°C, 10 min, chłodzenie z piecem do 800°C, następnie szybkie chłodzenie	H/930/P
	960	H/960		H/960/P
	1000	H/1000		H/1000/P
	1050	H/1050		H/1050/P
	1127	H/1127		H/1127/P
	1145	H/1145		H/1145/P
	1170	H/1170		H/1170/P



Rys. 44. Przebieg temperatury w badaniach wpływu przerwania procesu lutowania dla konfiguracji materiałów Hastelloy X/Vitta-Braze 1996



Rys. 45. Przebieg temperatury w badaniach wpływu przerwania procesu lutowania dla konfiguracji materiałów Inconel 718/Palnicro 36M

Tabela 13. Parametry testów wpływu przerwania procesu lutowania dla konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M

Konfiguracja materiałów (stop + lut)	Temperatura przerwania [°C]	Cecha próbki	Parametry ponownego lutowania z przesycaaniem	Cecha próbki po poprawie lutowania	Parametry starzenia	Cecha próbki po umacnianiu wydzieleniowym
Inconel 718 + Palnicro 36M	790	I/790	996°C, 10 min, chłodzenie z piecem do 954°C, 50 min, szybkie chłodzenie	I/790/P	732°C przez 8h, chłodzenie z piecem do 621°C, wytrzymanie w 621°C przez 8h, szybkie chłodzenie	I/790/P/S
	830	I/830		I/830/P		I/830/P/S
	870	I/870		I/870/P		I/870/P/S
	910	I/910		I/910/P		I/910/P/S
	960	I/960		I/960/P		I/960/P/S
	996	I/996		I/996/P		I/996/P/S
	1040	I/1040		I/1040/P		I/1040/P/S

4.3.2. Wpływ czasu wygrzewania na mikrostrukturę i właściwości złącza

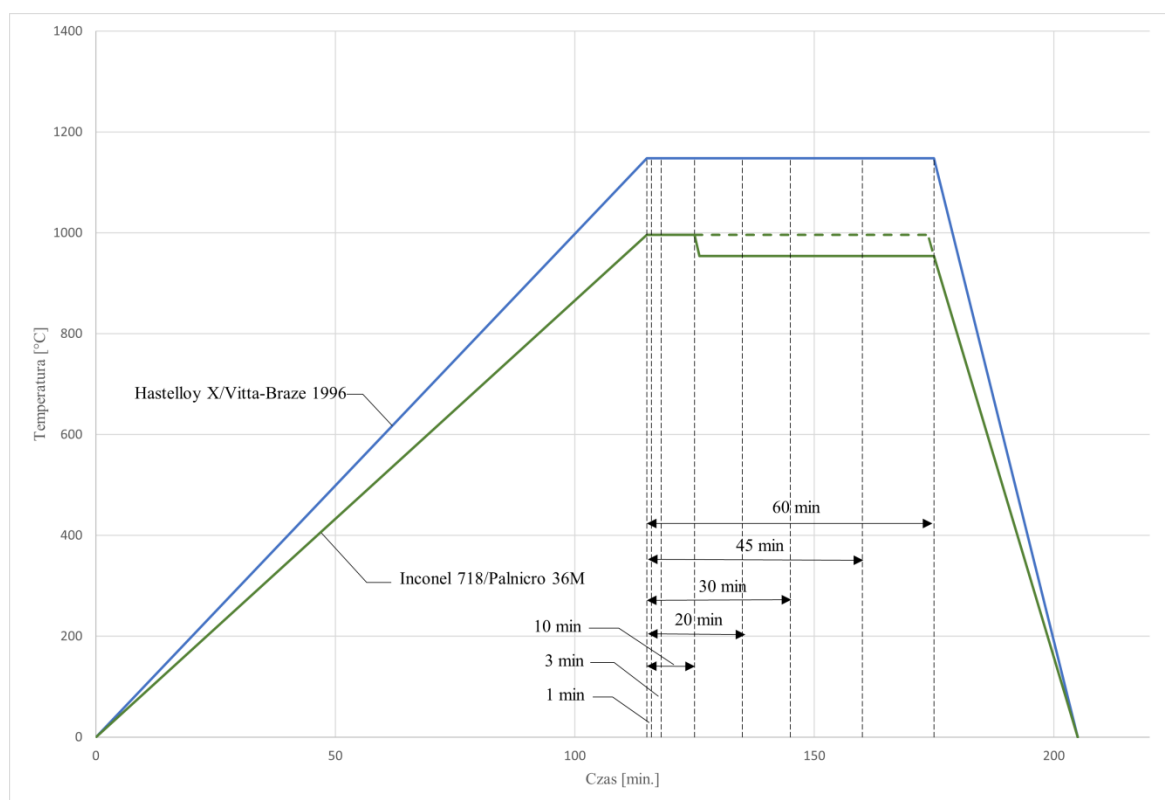
Ze względu na dyfuzyjny charakter ewolucji mikrostruktury złącza w trakcie lutowania, czas wygrzewania należy do kluczowych parametrów procesu. Dlatego też, w ramach rozwinięcia pierwszego segmentu badań, kolejnym aspektem poddanym analizie był wpływ czasu wygrzewania na właściwości złącza. W warunkach produkcyjnych stosuje się najczęściej relatywnie krótkie wygrzewanie, nie przekraczające 30 min, ze względu na konieczność ograniczenia erozji materiałów łączonych oraz z uwagi na koszty procesu. W pracy przyjęto następujące czasy wygrzewania: 1, 3, 10, 20, 30, 45 i 60 min. Podobnie jak w przypadku pierwszego segmentu badań, zastosowano szczelinę lutowniczą o nominalnej szerokości 0,05 mm. Do analizy zastosowano próbki do badań metalograficznych, wytrzymałościowych, do prób odrywania oraz rozpląwności. W przypadku Inconelu 718 ponownie zastosowano dodatkowe próbki do badań metalograficznych i wytrzymałościowych do analizy właściwości złączy w stanie starzonym. Dane dotyczące tego segmentu przedstawiono w tabelach 14 i 15 oraz na rysunku 46.

Tabela 14. Parametry procesów lutowania do oceny wpływu czasu wygrzewania dla złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

Konfiguracja materiałów (stop + lut)	Czas wygrzewania [min]	Cecha próbki	Temperatura lutowania
Hastelloy X + Vitta-Braze 1996	1	H/1	1148°C
	3	H/3	
	10	H/10	
	20	H/20	
	30	H/30	
	45	H/45	
	60	H/60	

Tabela 15. Parametry procesów lutowania do oceny wpływu czasu wygrzewania dla złączy Inconel 718/Palnicro 36M

Konfiguracja materiałów (stop + lut)	Czas wygrzewania na segmencie lutowania [min]	Cecha próbki	Parametry lutowania z przesycaniem	Parametry starzenia	Cecha próbki po umacnianiu wydzieleniowym
Inconel 718 + Palnicro 36M	1	I/1	996°C w czasie zgodnym	732°C przez 8h, chłodzenie z piecem do 621°C, wytrzymanie w 621°C przez 8h, szybkie chłodzenie	I/1/S
	3	I/3	z kolumną nr 2, chłodzenie z piecem do 954°C		I/3/S
	10	I/10			I/10/S
	20	I/20			I/20/S
	30	I/30			I/30/S
	45	I/45	i wytrzymanie do łącznego czasu 60 min, szybkie chłodzenie		I/45/S
	60	I/60			I/60/S



Rys. 46. Przebieg temperatury w badaniach wpływu czasu wygrzewania w temperaturze lutowania dla obydwu konfiguracji badanych materiałów

4.3.3. Wpływ szerokości szczeliny lutowniczej na mikrostrukturę i właściwości złącza

Ostatnim z zaplanowanych modułów była analiza wpływu innego z kluczowych parametrów procesu, jakim jest szerokość szczeliny pomiędzy łączonymi elementami. Do analizy zastosowano próbki do badań metalograficznych, wytrzymałościowych oraz do próby odrywania. Analizie poddano szczeliny o nominalnej szerokości 0,05, 0,1, 0,15, 0,2, 0,3, 0,4 oraz 0,5 mm. Parametry procesów i cechowanie próbek przedstawiono w tabelach 16 i 17 oraz na

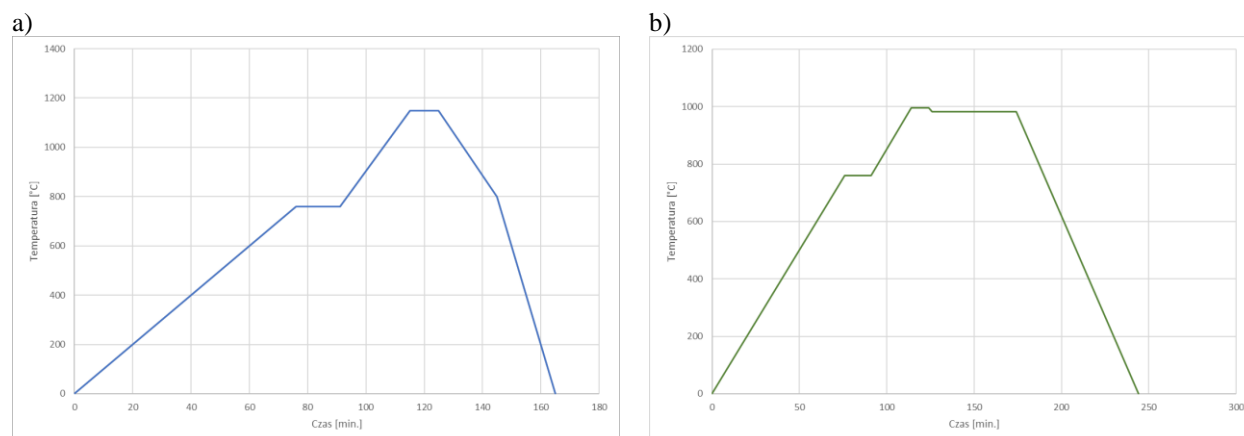
rysunku 47. Analogicznie do poprzednich segmentów przeprowadzono badania metalograficzne i wytrzymałościowe złączy Inconel 718/Palnicro 36M po pełnej obróbce cieplnej.

Tabela 16. Parametry testów wpływu szerokości szczeliny dla konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

Konfiguracja materiałów (stop + lut)	Szerokość szczeliny [mm]	Cecha próbki	Parametry lutowania
Hastelloy X + Vitta-Braze 1996	0,05	H/0,05	1148°C, 10 min, chłodzenie z piecem do 800°C, następnie szybkie chłodzenie
	0,1	H/0,1	
	0,15	H/0,15	
	0,2	H/0,2	
	0,3	H/0,3	
	0,4	H/0,4	
	0,5	H/0,5	

Tabela 17. Parametry testów wpływu szerokości szczeliny dla konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M

Konfiguracja materiałów (stop + lut)	Szerokość szczeliny [mm]	Cecha próbki	Parametry lutowania z przesycaniem	Parametry starzenia	Cecha próbki po umacnianiu wydzieleniowym
Inconel 718 + Palnicro 36M	0,05	I/0,05	996°C, 10 min, chłodzenie z piecem do 954°C, 50 min, szybkie chłodzenie	732°C przez 8h, chłodzenie z piecem do 621°C, wytrzymanie w 621°C przez 8h, szybkie chłodzenie	I/0,05/S
	0,1	I/0,1			I/0,1/S
	0,15	I/0,15			I/0,15/S
	0,2	I/0,2			I/0,2/S
	0,3	I/0,3			I/0,3/S
	0,4	I/0,4			I/0,4/S
	0,5	I/0,5			I/0,5/S



Rys. 47. Przebieg temperatury w badaniach wpływu szerokości szczeliny lutowniczej dla konfiguracji: a) Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 oraz b) Inconel 718/Palnicro 36M

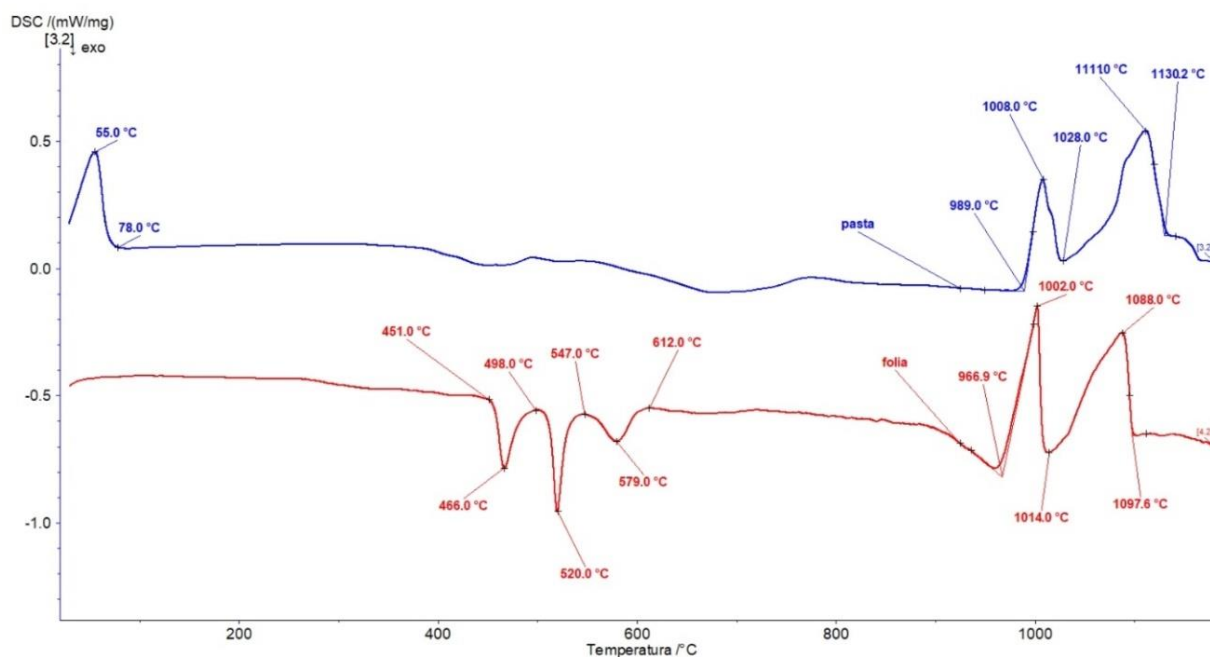
5. WYNIKI BADAŃ I ICH ANALIZA

5.1. Wpływ przerwania procesu lutowania na mikrostrukturę i wytrzymałość złącza

5.1.1. Konfiguracja Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

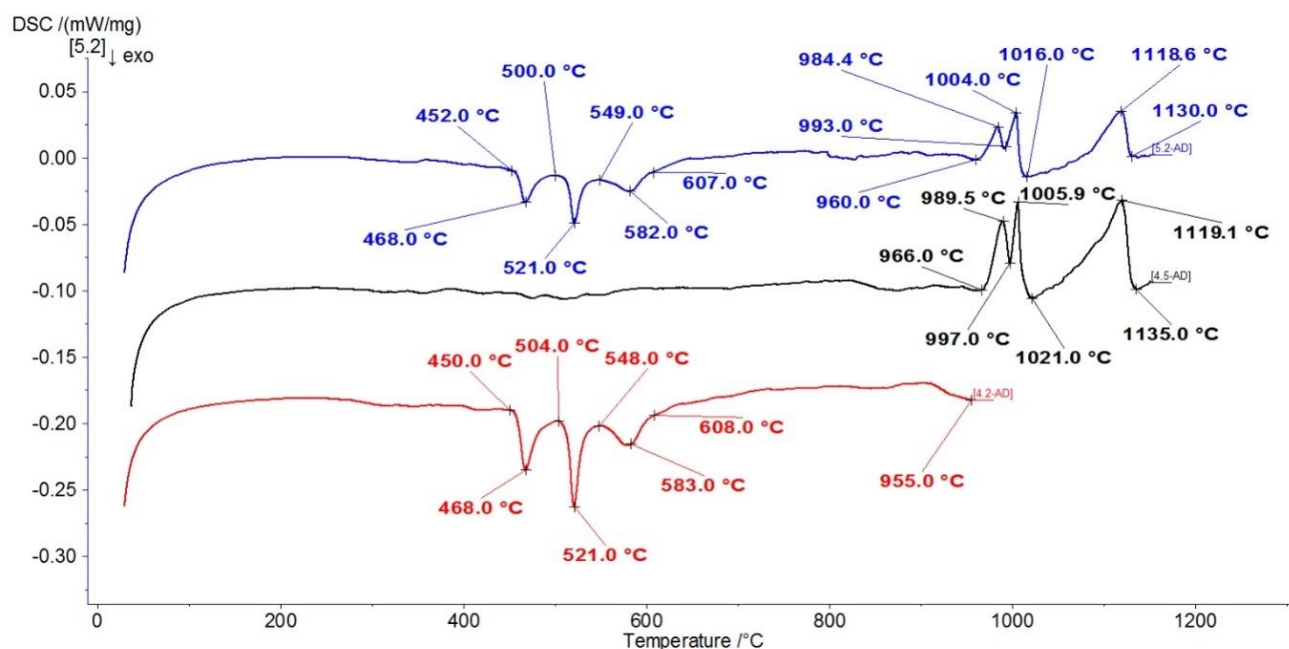
5.1.1.1. Kalorymetria DSC

Proces nagrzewania lutu Vitta-Braze 1996 w postaci folii oraz pasty analizowano metodą skaningowej kalorymetrii różnicowej (rys. 48). Dokonano również porównania charakterystyki cieplnej pary lut–materiał rodzimy w trakcie nagrzewania przerwanego w temperaturze poprzedzającej topnienie lutu (kilka stopni poniżej temperatury solidus) i ponowionego (w warunkach odpowiadających poprawę procesu lutowania) z nagrzewaniem niezakłóconym (rys. 49). W przypadku lutu w postaci pasty, pierwszy pik endotermiczny na krzywej kalorymetrycznej występuje w temperaturze 55°C i odpowiada najprawdopodobniej odparowaniu spoiwa z pasty (rys. 48). Na krzywej DSC tego samego lutu, ale w postaci folii, efekty cieplne stwierdzono w zakresie temperatury 451-612°C (rys. 48). Mają charakter przemian egzotermicznych typowych dla procesu krystalizacji metalicznych materiałów amorficznych. Analiza wyników DSC wykazała znaczące różnice w wartościach temperatury początku i końca topnienia użytych postaci lutu. Zakres temperatury topnienia folii 967°C – 1098°C jest niższy w porównaniu z pastą – 989°C-1130°C (rys. 48). Rozmieszczenie oraz intensywność pików w wyznaczonych zakresach wskazuje na zbliżony przebieg zjawisk cieplnych towarzyszących procesowi topnienia lutu w jego obydwu postaciach. Stwierdzone różnice mają szczególnie istotne znaczenie w kontekście zastosowania obydwu postaci lutów jednocześnie, ponieważ wcześniejsze topnienie folii, którą najczęściej aplikuje się bezpośrednio w obszarze złącza, może powodować problemy ze zwilżalnością powierzchni łączonych przez roztopioną na późniejszym etapie procesu pastę, a tym samym generować problemy technologiczne z uzyskaniem minimalnego wymaganego stopnia pokrycia lutem.



Rys. 48. Krzywe DSC nagrzewania lutu Vitta-Braze 1996 w postaci folii (linia czerwona) oraz pasty (linia niebieska)

Analiza kalorymetryczna procesu nagrzewania pary materiałów Hastelloy X/folia Vitta-Braze 1996 (rys. 49, linia czerwona) wykazała krystalizację folii amorficznej w zakresie temperatury 450-608°C, zbliżonym do zakresu określonego dla samej folii, przy niemal identycznym rozmieszczeniu pików endotermicznych (rys. 48 linia czerwona). Materiał rodzimy łączy lutowanego wydaje się nie mieć wpływu na proces krystalizacji folii amorficznej. Proces ten nie zachodzi podczas powtórnego nagrzewania pary materiałów, po przerwaniu nagrzewania (rys. 49, linia czarna). Niezależnie od ciągłości nagrzewania – niezakłóconego czy przerwane – przebieg procesu topienia lutu jest podobny (rys. 49, linia niebieska i czarna, odpowiednio). W obu przypadkach topieniu ulega lut krystaliczny. Wpływ na przebieg topienia lutu wydaje się mieć materiał podłoża. W parze Hastelloy X/folia Vitta-Braze 1996 (rys. 49, linia czarna i czerwona) w trakcie topnienia lutu obserwowano trzy endotermiczne efekty cieplne, podczas gdy dla samego lutu, niezależnie od postaci, stwierdzono tylko dwa (rys. 48, linia niebieska i czerwona). Może to być efektem dyfuzji wzajemnej pierwiastków – składników lutu i materiału podłoża (rozdz. 2.3.3) – a nawet nadtopienia materiału podłoża (rozdz. 2.2.4). Wyjaśnienie tego zjawiska wymaga dalszych, bardziej szczegółowych badań, począwszy od analizy DSC w warunkach izotermicznych w zakresie temperatury solidus-likwidus.

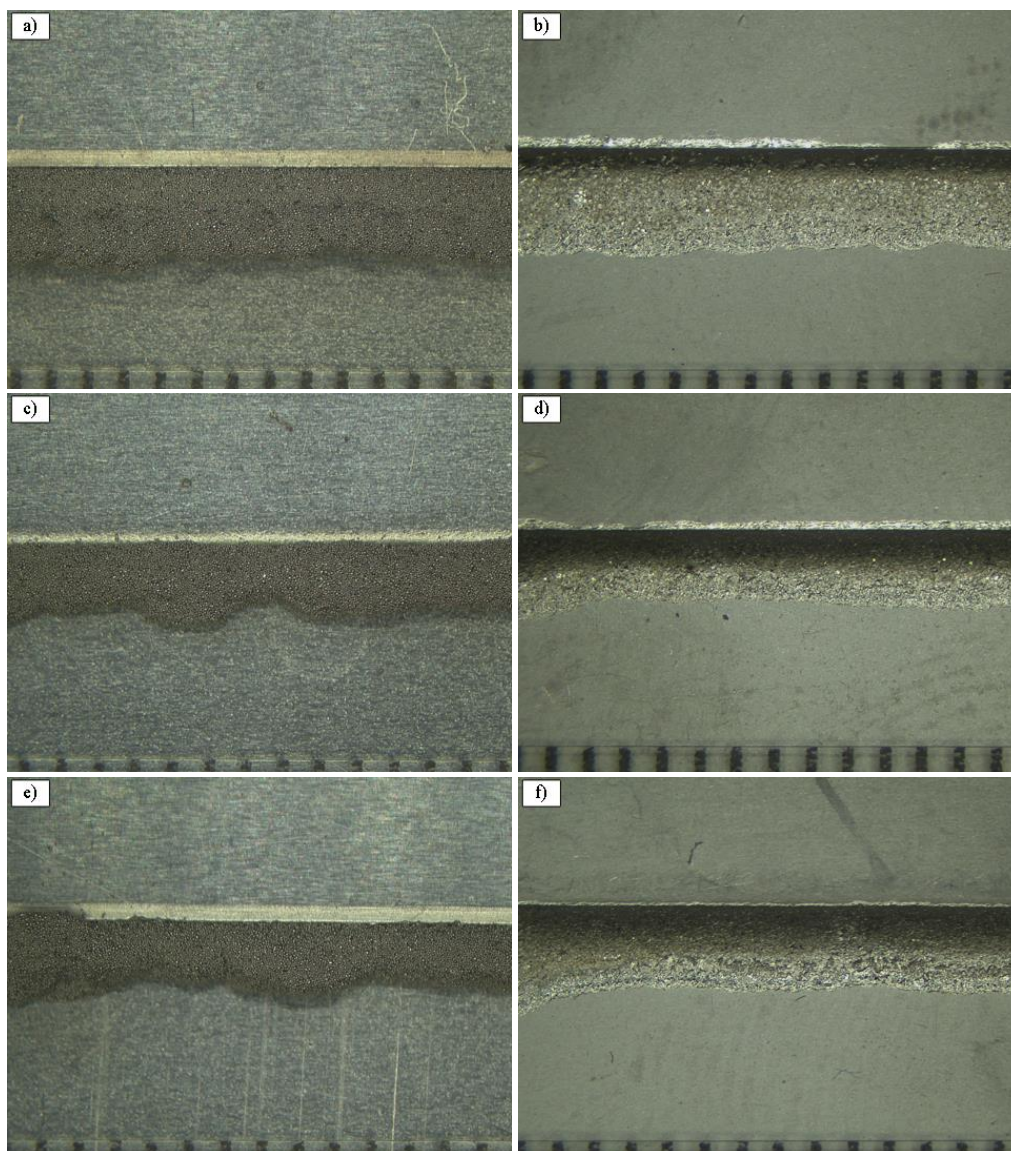


Rys. 49. Krzywe DSC nagrzewania pary materiałowej Hastelloy X/lut Vitta-Braze 1996: pełnego (standardowy proces lutowania – linia niebieska), przerwane w zakresie temperatury solidus-likwidus (linia czerwona) oraz ponownego nagrzewania po przerwaniu (poprawa lutowania - linia czarna)

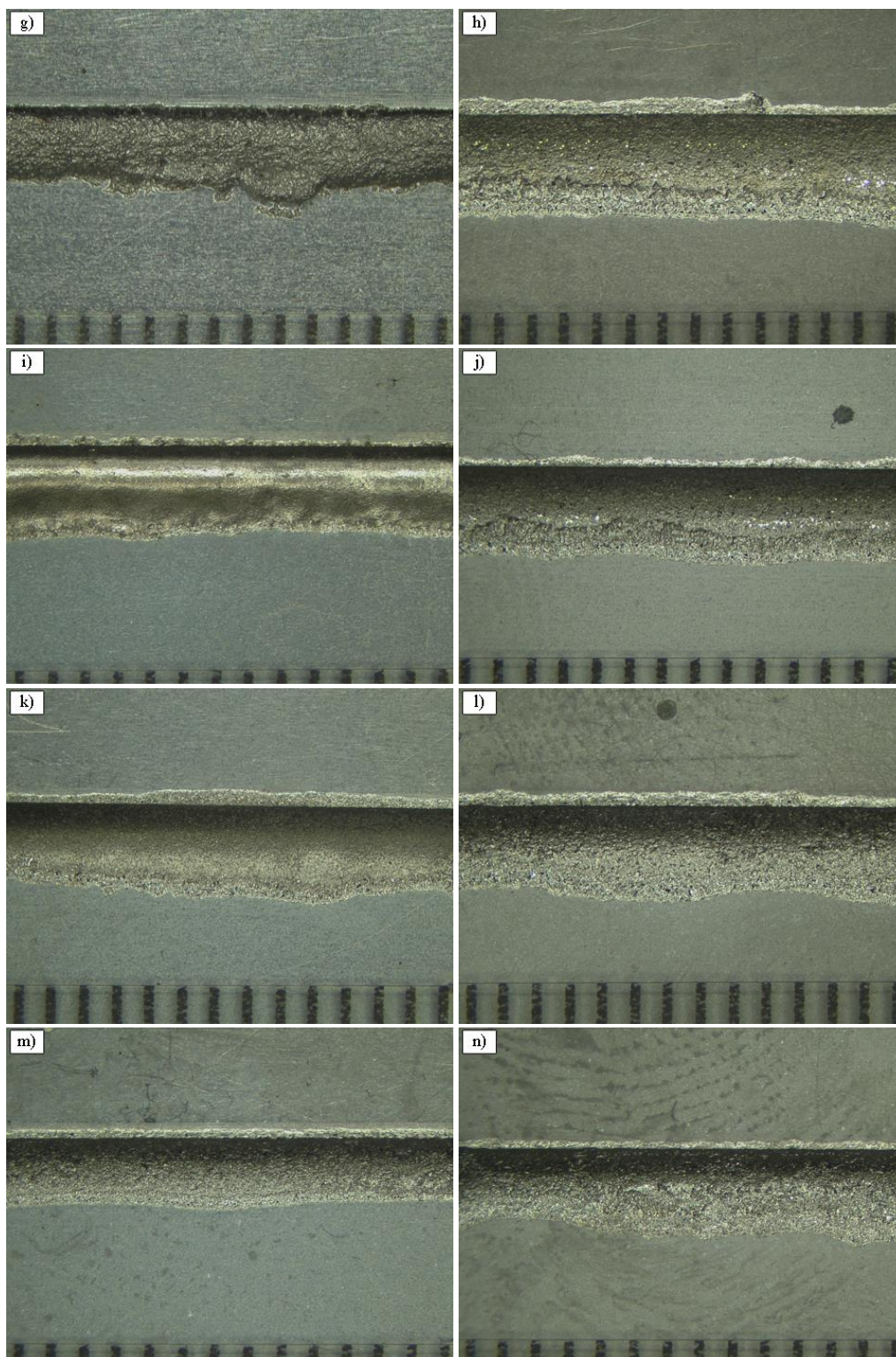
5.1.1.2. Makrostruktura

Efekty topienia i krzepnięcia lutu analizowano metodą obserwacji makroskopowych. W złączach lutowanych w procesach przerwanych w zakresie temperatury 930-1000°C stwierdzono obecność sferycznych cząstek stopu lutowniczego – efekt odparowania spoiwa z pasty (rys. 50a,c,e). Po procesie przerwany w temperaturze wyższej od solidus lutu – tj. 1050°C - zaobserwowano obszary jego przetopienia oraz ślady zwilżenia powierzchni materiału rodzimego (rys. 50g). Kształt strefy lutu jest nieregularny, a jego ilość wskazuje na jego częściowe przetopienie i zlokalizowanie w miejscu pierwotnej aplikacji. Po przerwaniu

procesu w nominalnej temperaturze likwidus (str. 58, tab. 11) – 1127°C – osiągnięto znacznie większy stopień przetopienia lutu (rys. 50i). W widocznej na makrofotografii strefie wierzchniej lut uległ całkowitemu przetopieniu, tworząc gładką, drobnoziarnistą powierzchnię. Na całej długości kontaktu lut-materiał rodzimy można zaobserwować wyraźne, ciągłe ślady zwilżania. Podobnie jak w przypadku poprzedniej próby, ilość lutowiska w miejscu nakładania pasty wskazuje na ograniczony zakres topnienia. W procesach przerwanych powyżej temperatury likwidus lutowiska (1148 i 1170°C) lut stopił się całkowicie, doszło do pełnej penetracji złącza i utworzenia prawidłowo wyglądających, wklęsłych menisków po jego obydwu stronach. Złącza otrzymane w tych procesach spełniają wymogi kontroli wizualnej (rys. 50k,m).



Rys. 50. Makrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesie przerwany w temperaturze: a) 930°C, c) 960°C, e) 1000°C, g) 1050°C, i) 1127°C, k) 1148°C, m) 1170°C oraz po poprawie lutowania – odpowiednio: b, d, f, h, j, l, n (widoczna strona złącza, na której aplikowano stop lutowiczy w postaci pasty)



Rys. 50. Ciąg dalszy

Analiza makrostruktury złączy po poprawie lutowania (rys. 50b,d,f,h,j,l,n) pozwala stwierdzić, że w każdym z takich przypadków miało miejsce ponowne topnienie stopu lutowniczego. Złącza z procesów przerwanych w dolnym (930°C, 960°C) i górnym (1148°C, 1170°C) przedziale badanego zakresu temperatury po poprawie nie wykazują żadnych wizualnych śladów mogących wskazywać na nieprawidłowy przebieg oryginalnej operacji lutowania. W przypadku złączy ze środka analizowanego zakresu zaobserwować można skokowe zmiany w wysokości menisku w miejscu, gdzie po pierwszym lutowaniu znajdował się koniec frontu płynięcia częściowo

stopionego lutu. Wskazuje to na możliwość, iż przerwanie procesu lutowania na etapie, gdzie lut ulega częściowemu przetopieniu, może skutkować utworzeniem na styku granicy lut-materiał rodzimy skryształizowanej linii lutu, stanowiącej potencjalną przeszkodę dla jego swobodnego płynięcia w trakcie operacji poprawy (rys. 50f, h, j).

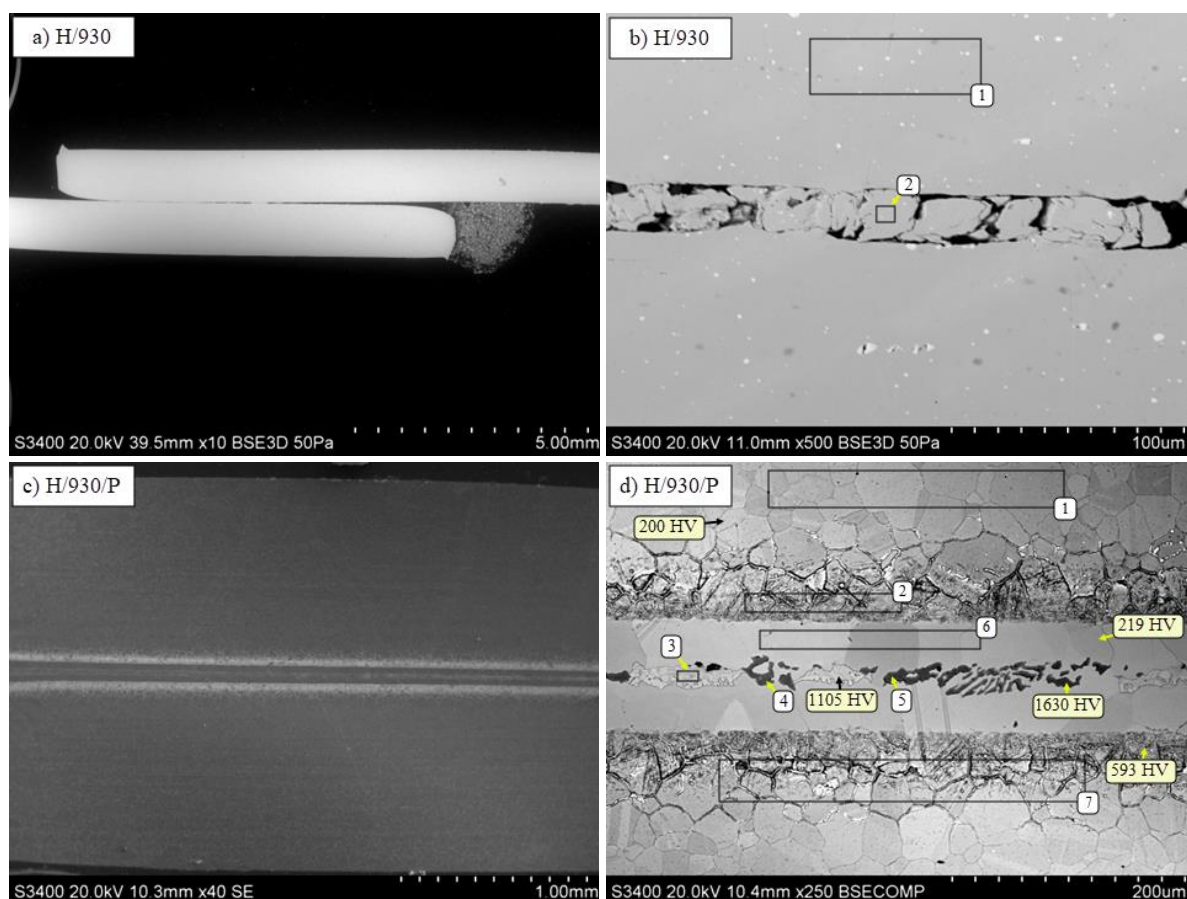
5.1.1.3. Mikrostruktura

Badania mikroskopowe złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesie przerwany w temperaturze 930°C (H/930) wykazały całkowity brak wypełnienia szczeliny lutem (rys. 51a). W użytej paście lutowniczej obserwowano nieprzetopione, sferyczne cząstki metalicznej frakcji stopu lutowniczego, widoczne również w makrostrukturze złącza (rys. 50a,c,e). Wyniki analizy EDS złącza H/930 (rys. 51b) nie ujawniły w szczelinie innego materiału niż materiał rodzimy – nadstop Hastelloy X (rys. 51b - obszary 1 i 2, tab. 18). Po operacji poprawy lutowania stwierdzono całkowite wypełnienie szczeliny lutowniczej. W obszarze złącza obserwowano charakterystyczną, pasmową mikrostrukturę, typową dla procesu lutowania twardego (rys. 51c) – obejmującą materiał rodzimy z warstwą/strefą dyfuzyjną oraz strefę lutu. Mikrostrukturę materiału rodzimego stanowią równoosiowe ziarna austenitycznej fazy γ -Ni, z bliźniakami. Zmierzone stężenie poszczególnych pierwiastków w tym obszarze odpowiada nominalnemu składowi chemicznemu stopu Hastelloy X (rys. 51d - obszar 1, tab. 18). W materiale rodzimym, w obszarze bezpośrednio sąsiadującym ze strefą lutu, stwierdzono występowanie strefy dyfuzyjnej (DAZ) o głębokości ok. 40 μm . Jej występowanie jest typowe dla procesów lutowania przy użyciu stopów zawierających dodatki obniżające temperaturę topnienia (MPD). W porównaniu do rdzenia materiału rodzimego, skład chemiczny DAZ (rys. 51d, obszar 2, tab. 18) cechuje zwiększona zawartość Mo i Cr, obniżona zawartość Ni i Fe oraz najwyższe w całym złączu stężenie B, co potwierdza doniesienia literaturowe odnośnie dominującej roli tego pierwiastka w procesach dyfuzyjnych w złączu [62, 131]. Zawartość Si w DAZ jest większa niż w materiale rodzimym (rys. 51d, obszar 2, tab.18), jednak nie przekracza jego maksymalnego stężenia dopuszczalnego przez normę AMS5536 (maks. 1% mas.). Otrzymane wyniki analizy EDS oraz pomiarów twardości potwierdzają występowanie zjawiska dyfuzji pomiędzy składnikami lutu i podłoża oraz wskazują, że głównym składnikiem fazowym strefy dyfuzyjnej są wydzielenia borków bogatych w molibden i chrom, o morfologii globularnej oraz iglastej, ułożone wzdłuż granic ziarn (rys. 51d, obszary 2 i 7, tab. 18). W obszarze lutu wypełniającego szczelinę o szerokości ok. 80 μm , stwierdzono wielofazową mikrostrukturę, złożoną z dwóch charakterystycznych obszarów – strefy krystalizacji izotermicznej (ISZ), przyległej do materiału rodzimego oraz zlokalizowanej w centralnej części złącza strefy krystalizacji atermicznej (ASZ) – na całej długości złącza (rys. 51c). Strefę ISZ (rys. 51d, obszar 6 – tab. 18) stanowi roztwór stały γ -Ni, o składzie chemicznym zbliżonym do nominalnego składu stopu Vitta-Braze 1996 (tab. 11), z obniżoną zawartością Si oraz B, natomiast zwiększoną Fe. Mniejsza zawartość MPD w strefie krystalizacji izotermicznej lutu jest oczywistą konsekwencją dyfuzji tych pierwiastków w głąb materiału rodzimego, podczas gdy podwyższona zawartość Fe jest wynikiem jego dyfuzji w kierunku przeciwnym, nie wykluczone że w warunkach rozpuszczania materiału rodzimego przez ciekły lut. Strefę ASZ tworzą fazy o morfologii typowej dla składników mieszanin eutektycznych – Ni-Si-B (69,6/14/11,6% at. – z domieszką Fe i Cr – rys. 51d, obszar 3 – tab. 18) w postaci wydzieleni wydłużonych w kierunku wzdłużnym szczeliny lutowniczej oraz Cr-B-Mo (79,3/10,7/6% at. – rys. 51d, obszar 4 – tab. 18

oraz 83,5/11,3/5,2% at. – rys. 51d, obszar 5 – tab. 18) cechującej się większym stopniem dyspersji. Obydwa składniki mikrostruktury cechuje bardzo duża twardość rzędu 1100 oraz 1600 HV, odpowiednio. Skład chemiczny tych wydzieliń odpowiada fazom międzymetalicznym z układu Ni-Si-B oraz borkom bogatym w chrom i molibden (Cr, Mo)B, których obecność wykazano w złączach stopu Hastelloy X lutowanych z użyciem stopów lutowniczych Ni-Cr-Si-Fe-B [43] oraz Ni-Si-B [46].

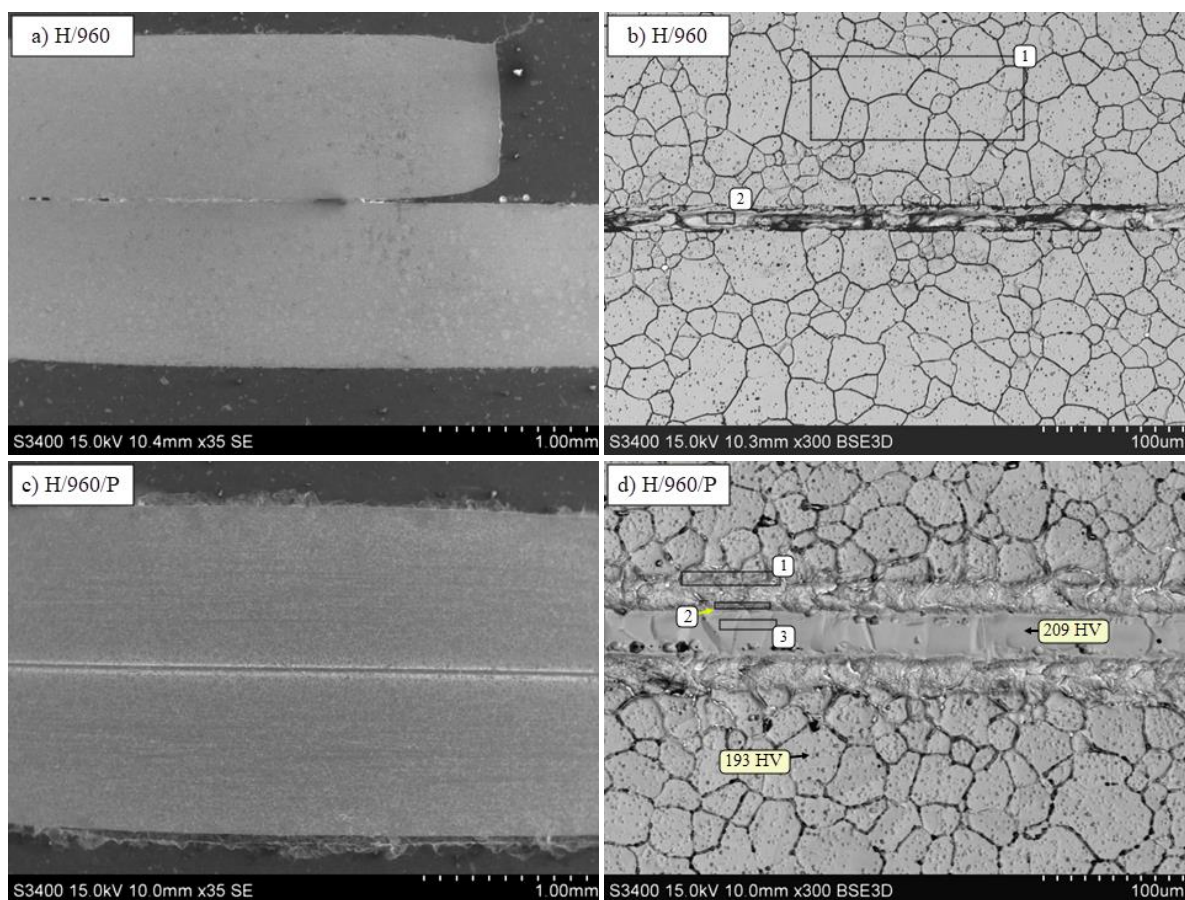
Tabela 18. Skład chemiczny w mikroobszarach złączy H/930 i H/930/P (rys. 51)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka											
		[% mas.]						[% at.]					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
H/930	1	-	0,6	22,9	19,6	48,3	8,6	-	1,2	25,5	20,4	47,7	5,2
	2	-	0,6	22,8	19,8	48,4	8,4	-	1,2	25,4	20,5	47,8	5,1
H/930/P	1	-	0,3	23,5	19,9	48,4	7,9	-	0,5	26,4	20,8	47,5	4,8
	2	3,0	0,9	30,6	14,1	35,4	16,0	14,5	1,6	30,3	13,0	32,0	8,6
	3	2,6	8,1	2,9	2,4	84,0	-	11,6	14,0	2,7	2,1	69,6	-
	4	2,3	-	81,6	1,1	3,5	11,5	10,7	-	79,3	1,0	3,0	6,0
	5	2,5	-	87,4	-	-	10,1	11,3	-	83,5	-	-	5,2
	6	1,5	3,6	12,5	7,6	74,8	-	7,1	6,6	12,6	7,1	66,6	-
	7	1,6	0,5	25,0	17,9	39,8	15,2	8,0	1,1	26,7	17,8	37,6	8,8



Rys. 51. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesie przerwany w 930°C (a,b) i poprawie lutowania (c,d)

W kolejnym złączu, po procesie lutowania przerwany w temperaturze 960°C, nie stwierdzono obecności lutu w szczelinie (rys. 52b, tab. 19), podobnie jak w złączu H/930. Po poprawie lutowania zaobserwowano równomierną szczelinę o szerokości 50 µm, na całej długości przekroju złącza (rys. 52c). Głębokość strefy dyfuzyjnej wyniosła ok. 30 µm, a jej skład chemiczny znacząco różni się od analogicznej strefy w złączu H/930. Dla strefy dyfuzyjnej złącza H//960/P stwierdzono mniejszą o połowę zawartość boru (7,1% at.), znacznie mniejszą zawartość chromu (24,9% at.) oraz większą niklu (39,4% at.) (rys. 52d, obszar 2 – tab. 19). Otrzymana mikrostruktura lutu jest jednofazowa, bez strefy krystalizacji atermicznej. Ponadto, uwagę zwraca wysokie stężenie boru (10,1% at.) na granicy strefy dyfuzyjnej i materiału rodzimego (rys. 52d, obszar 1), przy jednoczesnym braku w tym obszarze krzemu. Skład chemiczny strefy lutu jest zbliżony do strefy ISZ w złączu H/930 (rys. 52d, obszar 3 – tab. 19 oraz rys. 52d, obszar 6 – tab.18), podobnie jak jej twardość.

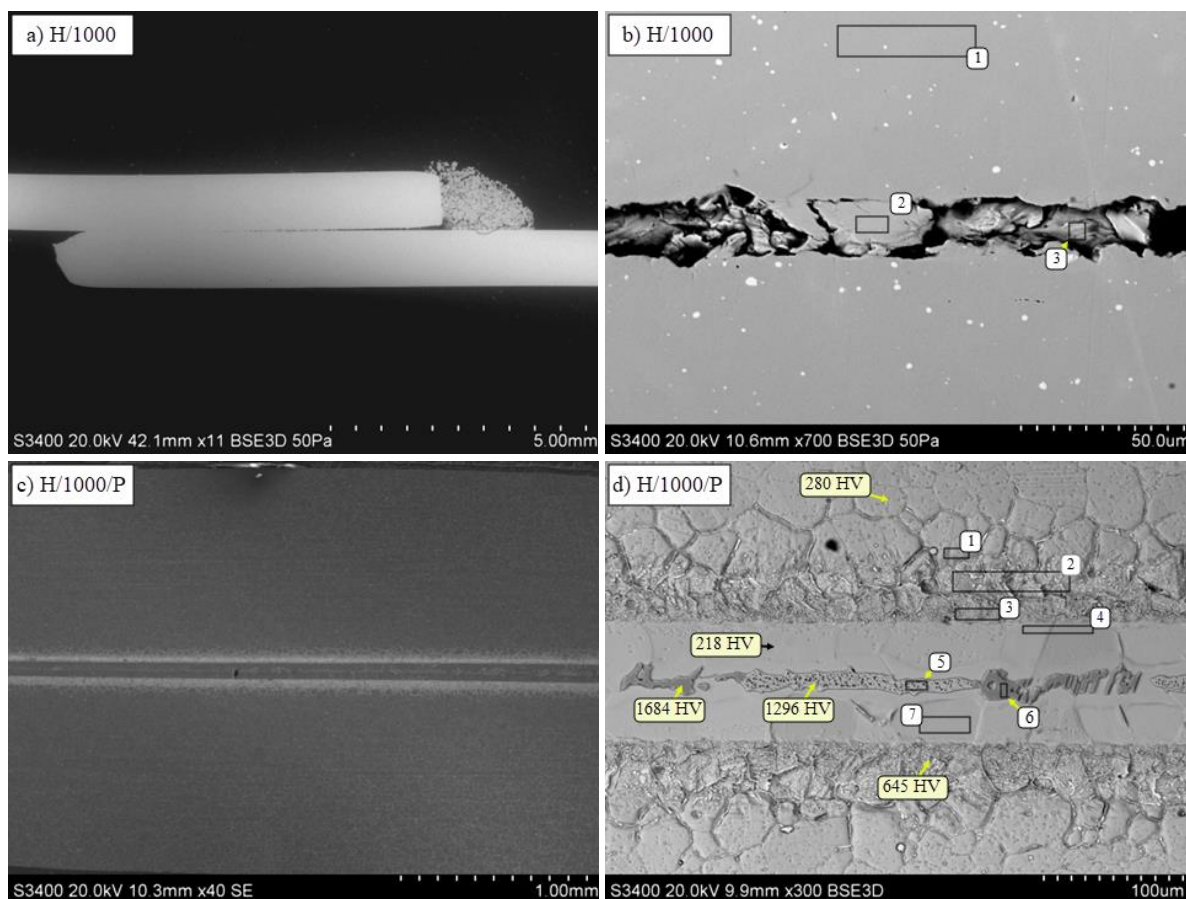


Rys. 52. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesie przerwany w 960°C (a,b) i poprawie lutowania (c,d)

Tabela 19. Skład chemiczny w mikroobszarach złączy H/960 i H/960/P (rys. 52)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka											
		[% mas.]						[% at.]					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
H/960	1	-	0,5	23,4	20,1	48,4	7,6	-	1,0	26,0	20,8	47,6	4,6
	2	-	0,4	24,7	20,3	48,7	5,9	-	0,9	27,2	20,8	47,6	3,5
H/960/P	1	2,0	-	24,4	17,9	43,0	12,7	10,1	-	25,6	17,4	39,7	7,2
	2	1,4	1,4	22,9	14,9	41,1	18,3	7,1	2,8	24,9	15,0	39,4	10,8
	3	1,1	3,6	11,5	9,6	74,2	-	5,4	6,7	11,7	9,2	67,0	-

Przerwanie procesu lutowania w temperaturze 1000°C w dalszym ciągu skutkowało całkowitym brakiem penetracji szczeliny przez lut (rys. 53a), co potwierdzają również wyniki analizy składu chemicznego w poszczególnych mikroobszarach złącza (rys. 53b, obszary 1 i 2 – tab. 20). W złączu po poprawie lutowania stwierdzono mikrostrukturę zbliżoną do złącza H/930, z porównywalnym rzeczywistym wymiarem szczeliny lutowniczej rzędu 80 μm i strefą dyfuzyjną o głębokości ok. 45-50 μm . Nie zaobserwowano również wyraźnych różnic w morfologii faz w strefie dyfuzyjnej w porównaniu ze złączem H/930, stwierdzono natomiast różnice ich składu chemicznego w obszarze bezpośrednio graniczącym z lutem, szczególnie dotyczy to boru, chromu i niklu (rys. 53d, obszar 3 – tab. 20 oraz rys. 51d, obszar 2 – tab. 18). Wyniki analizy składu chemicznego strefy dyfuzyjnej potwierdzają dyfuzję krzemu z lutu – jego zawartość maleje w głąb materiału rodzimego (rys. 53d, tab. 20). W mikrostrukturze lutu w złączu H/1000/P można wyróżnić strefy krystalizacji izotermicznej i atermicznej. Skład chemiczny i fazowy oraz twardość strefy ISZ odpowiada analogicznemu obszarowi w złączu H/930/P. Strefę ASZ złącza H/1000/P cechuje wielofazowa mikrostruktura, złożona z mieszaniny faz z układu Ni-Si-B (69-12,7-13,6% at. – rys. 53d, obszar 5 – tab. 20) o twardości ok. 1300 HV oraz bogatych w chrom, płytkowych wydzieleń (Cr, Mo)B (rys. 53d, obszar 6 – tab. 20) o twardości powyżej 1600 HV.



Rys. 53. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesie przerwanym w 1000°C (a,b) i poprawie lutowania (c,d)

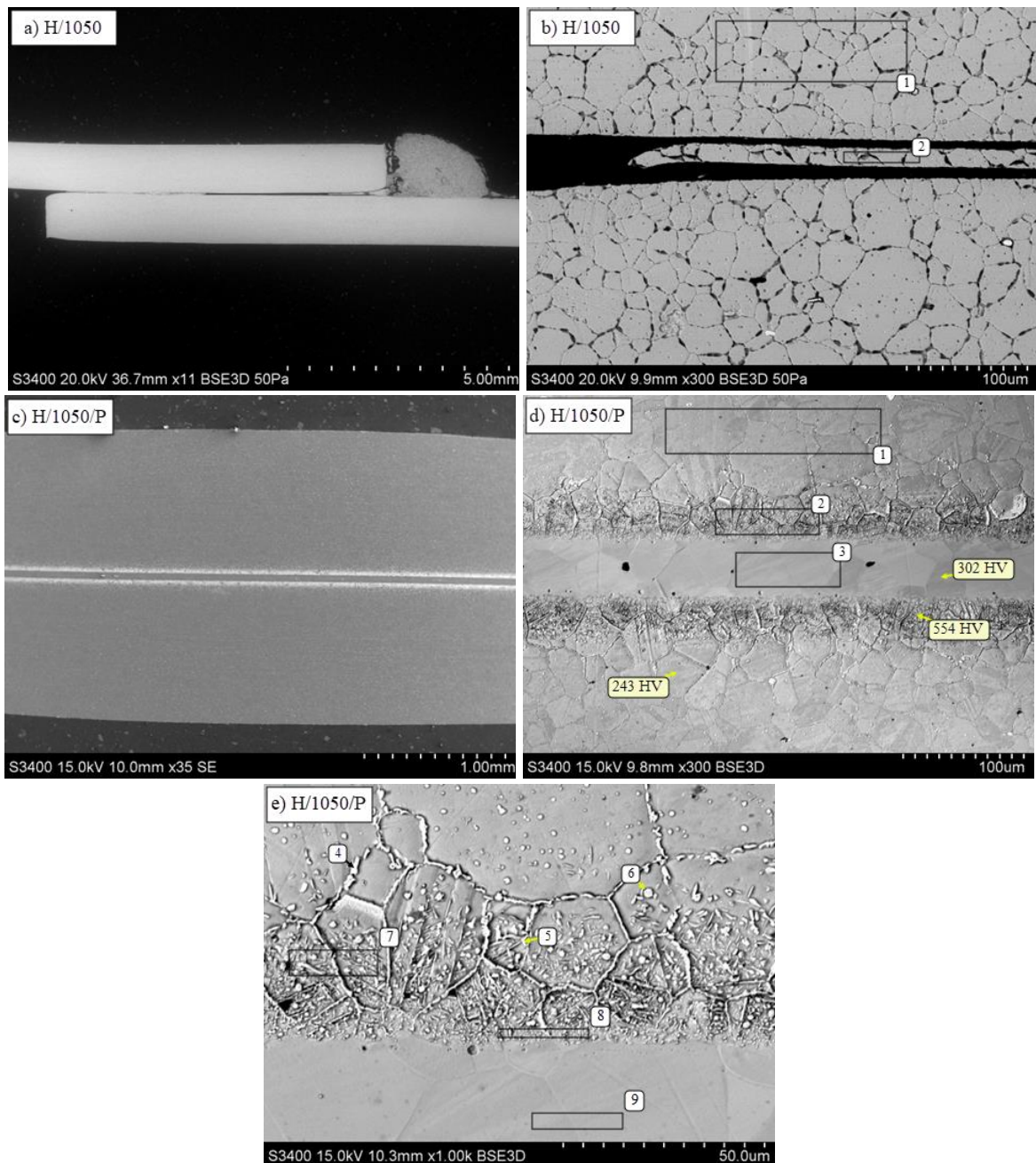
Tabela 20. Skład chemiczny w mikroobszarach złączy H/1000 i H/1000/P (rys. 53)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka											
		[% mas.]						[% at.]					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
H/1000	1	-	-	22,1	19,1	50,8	8,0	-	-	24,8	20,0	50,3	4,9
	2	-	-	22,7	19,5	49,4	8,4	-	-	25,5	20,4	49,0	5,1
	3	-	-	24,7	20,5	51,0	3,8	-	-	27,1	20,9	49,7	2,3
H/1000/P	1	-	0,2	24,6	20,2	49,0	6,0	-	0,4	27,4	20,9	47,7	3,6
	2	-	0,7	28,2	16,7	36,4	18,0	-	1,4	32,4	17,9	37,1	11,2
	3	2,5	1,3	26,4	12,1	44,3	13,4	12,0	2,3	26,1	11,2	41,2	7,2
	4	1,4	3,0	14,3	9,8	71,5	-	6,9	5,7	14,4	9,2	63,8	-
	5	3,1	7,4	3,2	2,1	84,2	-	13,6	12,7	2,9	1,8	69,0	-
	6	3,1	-	91,1	-	-	5,8	13,6	-	83,5	-	-	2,9
	7	1,4	3,5	13,9	8,0	73,2	-	6,8	6,4	14,0	7,5	65,3	-

W mikrostrukturze złącza H/1050 zaobserwowano efekty stopnienia lutu – częściowe wypełnienie szczeliny lutowniczej w miejscu bezpośrednio przyległym do miejsca aplikacji pasty, jak również jej częściowe przetopienie (rys. 54a). Skład chemiczny obszarów bardziej oddalonych od miejsca aplikacji pasty jednoznacznie potwierdza brak lutu (rys. 54b, tab. 21). Rzeczywista szerokość szczeliny lutowniczej w złączu po poprawie lutowania wyniosła ok. 50 μm , natomiast głębokość strefy dyfuzyjnej ok. 35-40 μm . Mikrostruktura strefy lutu złącza H/1050/P jest jednofazowa, złożona z roztworu stałego $\gamma\text{-Ni}$ powstałego w procesie krystalizacji izotermicznej (rys. 54c.d). Dokładniejszej analizę poddano strefę dyfuzyjną, w której stwierdzono występowanie wydzieleni faz Cr-Mo na granicach ziarn (rys. 54e, obszar 4 – tab. 21) o składzie 45,9% at. Cr, 54,1% at. Mo. W objętości ziarn w strefie dyfuzyjnej zaobserwowano skupiska drobnych, globularnych i igłowych wydzieleni faz o złożonym składzie chemicznym, z dużą zawartością Cr, Ni, Fe, Mo i Si (rys. 54e, obszary 4-7). Nie stwierdzono w tych obszarach obecności boru, którego koncentrację wykazano jedynie w obszarze bezpośrednio sąsiadującym z lutem (rys. 54e, obszar 8) oraz w samym lucie (rys. 54d, obszar 3 oraz rys. 54e, obszar 9 – tab. 21).

Tabela 21. Skład chemiczny w mikroobszarach złączy H/1050 i H/1050/P (rys. 54)

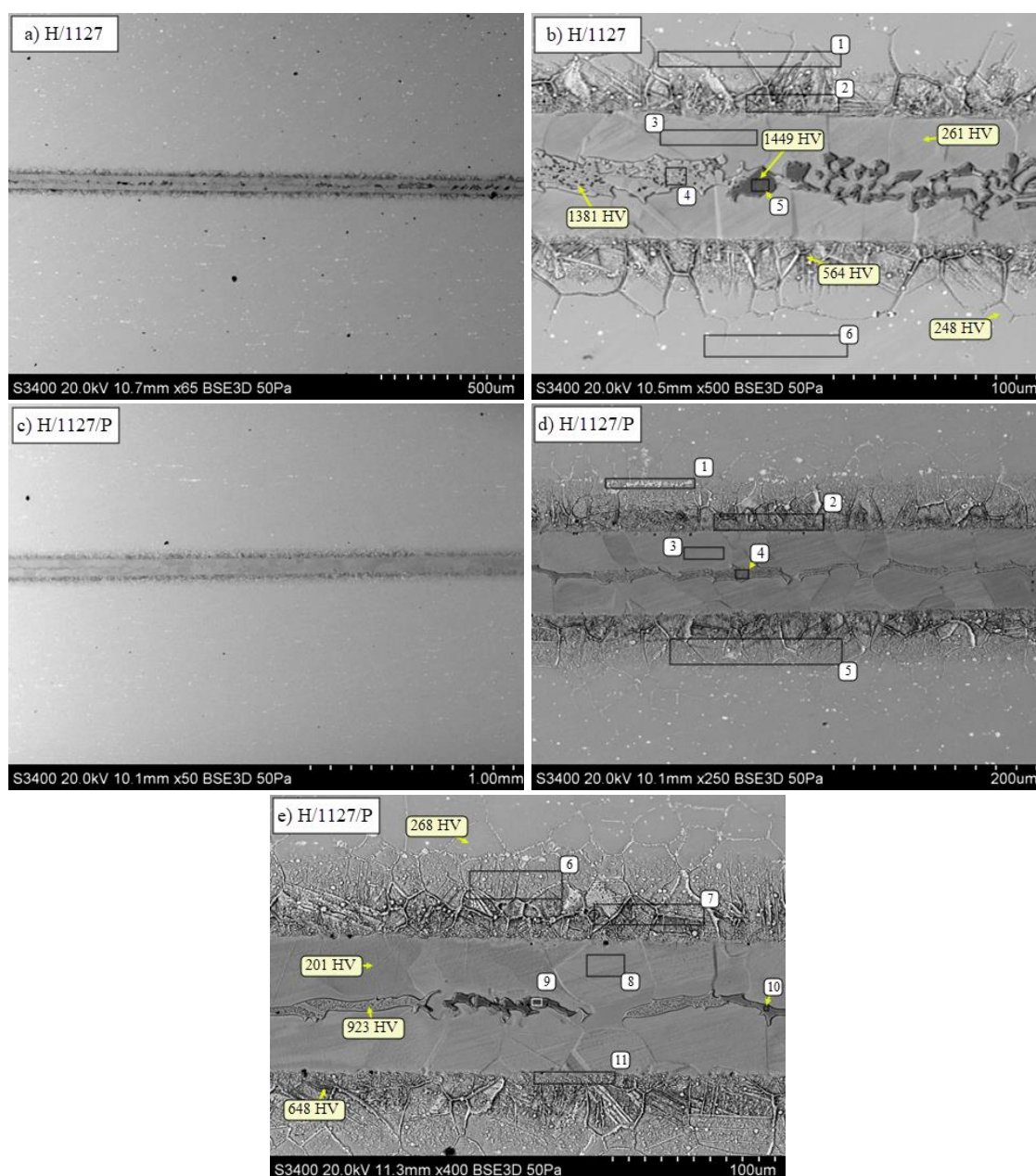
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka											
		[% mas.]						[% at.]					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
H/1050	1	-	0,5	24,3	20,6	46,5	8,1	-	1,1	27,0	21,3	45,7	4,9
	2	-	0,6	24,5	20,5	46,4	8,0	-	1,3	27,2	21,2	45,5	4,8
H/1050/P	1	-	-	23,8	19,4	48,4	8,4	-	-	27,0	20,5	47,3	5,2
	2	-	0,4	26,2	16,2	40,4	16,8	-	0,9	30,4	17,6	40,5	10,6
	3	1,1	4,4	8,9	6,1	79,5	-	5,5	8,3	9,1	5,8	71,3	-
	4	-	-	31,0	-	-	69,0	-	-	45,9	-	-	54,1
	5	-	1,1	29,7	7,5	9,9	51,8	-	2,7	39,3	9,2	11,7	37,1
	6	-	1,9	26,7	6,4	7,9	57,1	-	4,8	36,0	8,0	9,5	41,7
	7	-	0,6	25,4	17,3	39,8	16,9	-	1,3	29,1	18,5	40,6	10,5
	8	1,2	1,9	18,1	12,3	54,1	12,4	6,4	3,7	19,4	12,2	51,1	7,2
	9	1,2	4,4	8,9	5,6	79,9	-	6,0	8,3	9,0	5,3	71,4	-



Rys. 54. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesie przerwany w 1050°C (a,b) i poprawie lutowania (c,d,e)

Badania mikroskopowe złącza H/1127, pomimo przerwania procesu lutowania w temperaturze likwidusu lutu Vitta-Braze 1996 (1127°C), wykazały kompletne wypełnienie szczeliny lutowniczej (ok. 70 μm) (rys. 55a). Morfologia składników fazowych strefy dyfuzyjnej materiału rodzimego złącza otrzymanego w tych warunkach jest porównywalna do złącza po procesach poprawy lutowania, jednak jej głębokość jest wyraźnie mniejsza (ok. 20 μm). Pomimo przerwania procesu, DAZ (rys. 55b, obszar 2) cechuje względnie wysoka zawartość boru (19 % at.) i twardość 564 HV. Mikrostruktura strefy lutu jest niejednorodna – stwierdzono obecność strefy krystalizacji atermicznej o szerokości od 20 do 40 μm na całej długości zakładki (rys. 55a,b). Mikrostrukturę ASZ tworzą: mieszanina eutektyczna złożoną z Ni, Cr, Si i Fe, o stężeniu kolejno 75,1; 12,1; 7,8 i 5 % at. (rys. 55b - obszar 4) (1381 HV) oraz wydzielenia bardzo twardej (1449 HV) fazy złożonej głównie z Cr, Ni i B (54,7; 16,1; 5,2 %at. – rys. 55b,

obszar 5), z niewielką zawartością Mo (2,6% at.) i Si (1,3% at.). Poprawa lutowania spowodowała ujednorodnienie mikrostruktury lutu (rys. 55c) – zanik strefy ASZ bądź znaczące jej ograniczenie (do szerokości ok. 15-20 μm) w obszarach graniczących z meniskami lutu po obydwu stronach złącza. W jednofazowej objętości lutu, złożonej z roztworu stałego $\gamma\text{-Ni}$, stwierdzono większą zawartość boru (3,1% at.) w porównaniu do analogicznego obszaru w złączu bezpośrednio po przerwanym procesie, gdzie nie stwierdzono obecności tego pierwiastka. Skład fazowy strefy ASZ w złączu I/1127/P jest zbliżony do złącza I/1127. Główny jej składnik ma mikrostrukturę charakterystyczną dla mieszanin eutektycznych, zarówno w złączu z procesu przerwanego, jak i poprawionego, co potwierdza również zbliżony ich skład chemiczny (obszar 4 na rys. 55b i 55d – tab. 22) oraz duża twardość. W strefie ASZ stwierdzono obecność pojedynczych wydzielań wieloskładnikowej fazy bogatej w Cr-Ni-B (rys. 55e, obszary 9 i 10 – tab. 22), o podobnej morfologii i zawartości B oraz Si jak po procesie przerwanym, jednak o mniejszej zawartości Cr i większej Ni oraz Mo (rys. 55b, obszar 5 – tab. 22).



Rys. 55. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vita-Braze 1996 po procesie przerwanym w 1127°C (a,b) i poprawie lutowania (c,d,e)

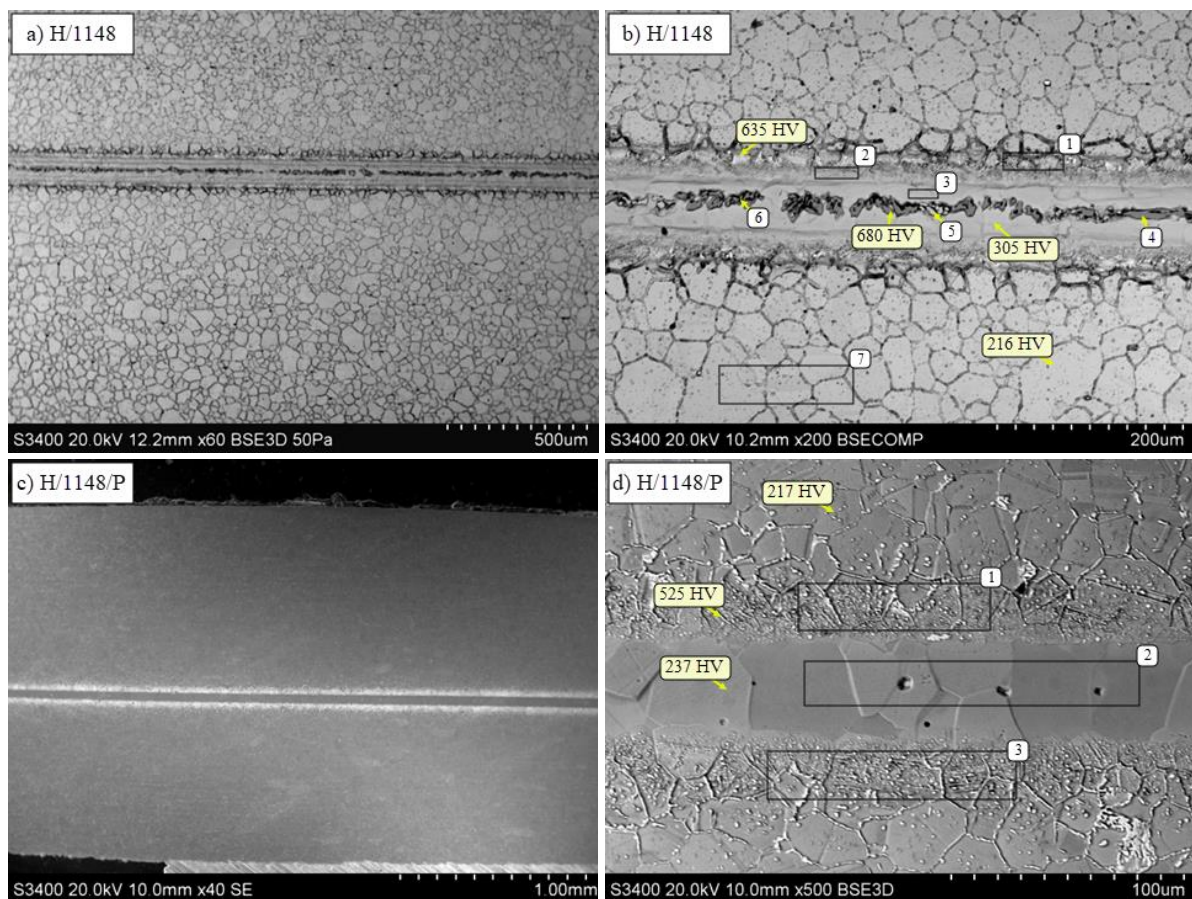
Tabela 22. Skład chemiczny w mikroobszarach złączy H/1127 i H/1127/P (rys. 55)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka											
		[% mas.]						[% at.]					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
H/1127	1	1,6	0,7	22,9	18,6	46,0	10,2	10,4	1,5	25,7	19,4	36,4	6,6
	2	3,8	1,2	31,7	12,8	36,1	14,4	19,0	2,5	36,1	13,5	18,2	10,7
	3	-	3,7	13,1	8,3	72,9	2,0	-	7,4	14,0	8,3	69,2	1,1
	4	-	6,2	7,5	5,1	81,2	-	-	12,1	7,8	5,0	75,1	-
	5	4,0	0,7	69,8	5,4	15,5	4,6	20,1	1,3	54,7	5,2	16,1	2,6
	6	-	-	22,6	19,2	49,8	8,4	-	-	25,3	20,1	49,5	5,1
H/1127/P	1	2,2	1,0	22,9	16,7	41,5	15,7	10,8	2,1	26,4	17,9	31,6	11,2
	2	1,4	1,3	28,6	13,3	38,3	17,1	8,4	2,7	33,0	14,1	31,3	10,5
	3	0,2	3,7	12,4	7,6	74,0	2,1	3,1	7,4	13,3	7,8	67,2	1,2
	4	-	5,9	9,1	4,4	78,1	2,5	-	11,5	9,6	4,3	73,2	1,4
	5	1,3	0,9	23,3	16,5	44,6	13,4	8,2	1,8	26,4	18,8	36,68	8,2
	6	0,8	0,8	22,1	17,7	45,9	12,7	6,5	1,6	25,9	18,6	39,6	7,8
	7	2,7	1,1	28,9	13,7	34,4	19,2	12,3	2,4	36,2	14,6	22,6	11,9
	8	0,3	3,5	12,7	8,1	73,3	2,1	4,4	6,9	13,7	8,4	65,4	1,2
	9	3,0	0,9	61,1	5,1	22,0	7,9	18,3	1,8	49,7	5,1	20,6	4,5
	10	3,1	0,7	48,5	5,5	32,5	9,7	18,0	1,4	38,0	5,6	31,3	5,7
	11	0,6	1,5	22,0	12,3	52,2	11,4	5,9	3,6	24,6	13,1	45,8	7,0

Kształtowanie mikrostruktury złącza wytworzonego w procesie przerwany w temperaturze 1148°C przebiegało analogicznie do złącza H/1127. Po przerwaniu procesu (rys. 56b) zaobserwowano całkowite wypełnienie szczeliny lutowniczej (ok. 60 μm) oraz strefę dyfuzyjną w materiale rodzimym o głębokości ok. 30 μm . Mikrostruktura lutu składała się z jednofazowej ISZ złożonej z roztworu γ -Ni oraz dwufazowej ASZ (rys. 56b). Stwierdzono w tym obszarze większa zawartość boru (rys. 56b – obszar 3, tab. 23), niż w przypadku złącza H/1127. Strefa krystalizacji atermicznej złącza H/1148 złożona jest z wydzieleni faz borkowych Ni-B (74,5/10,2% at. – rys. 56b, obszar 5, tab. 23) i krzemowych Ni-Si (62,4/25,6% at. – rys. 56b, obszar 6 – tab. 23), z kilkuprocentową zawartością chromu i żelaza. Po poprawie lutowania, dla takiej samej szerokości szczeliny lutowniczej, doszło do całkowitego ujednorodnienia mikrostruktury złącza. Strefa lutu w złączu H/1148/P (rys. 56c,d) złożona jest w całości z roztworu stałego γ -Ni. Analiza składu chemicznego lutu oraz strefy dyfuzyjnej materiału rodzimego, szczególnie w zakresie stężenia pierwiastków MPD w poszczególnych obszarach, jednoznacznie wskazuje, że zmiana składu fazowego strefy lutu w procesie poprawy nastąpiła na skutek procesów dyfuzyjnych.

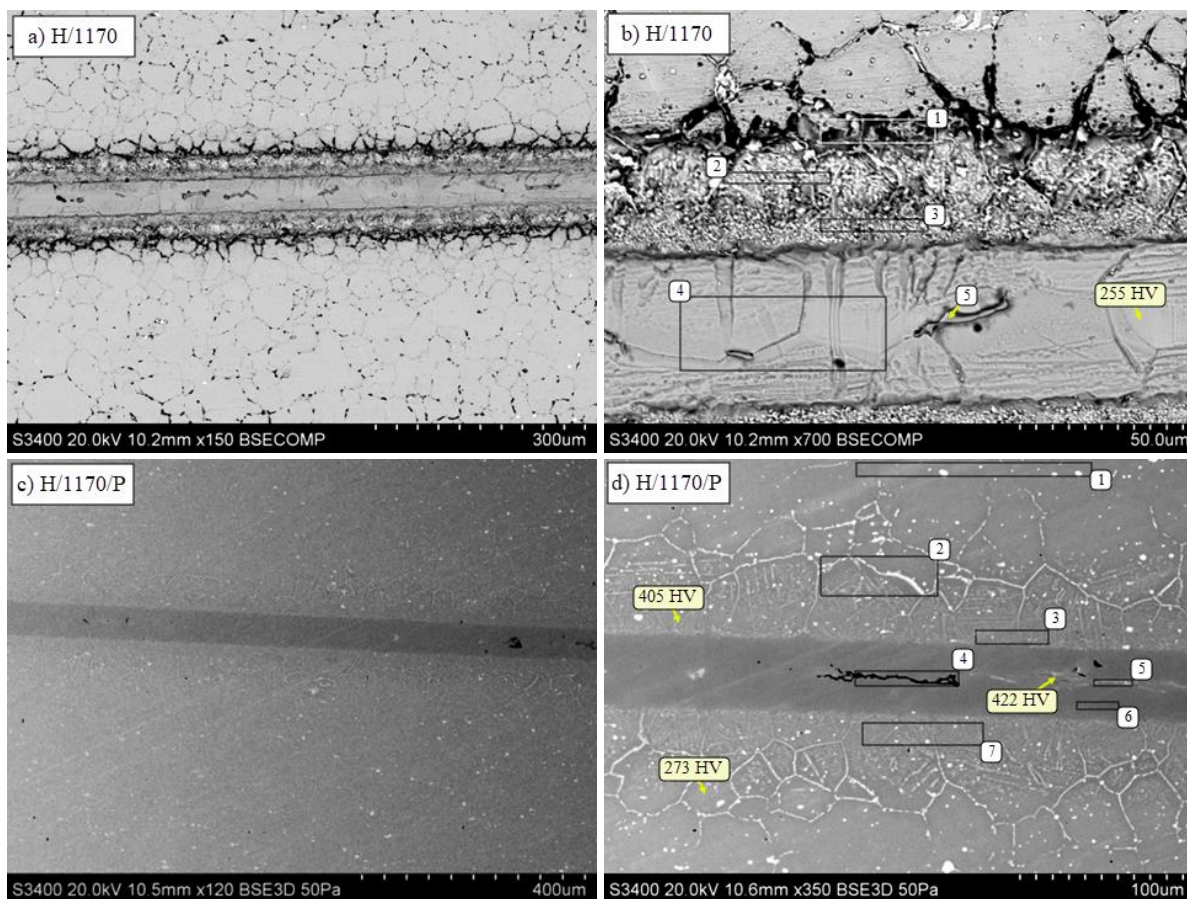
Tabela 23. Skład chemiczny w mikroobszarach złączy H/1148 i H/1148/P (rys. 56)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka											
		[% mas.]						[% at.]					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
H/1148	1	0,2	0,8	28,9	17,8	42,8	9,5	0,9	1,7	32,0	18,4	41,31	5,7
	2	1,2	1,1	29,3	14,5	41,0	12,9	6,3	2,1	31,1	14,4	38,6	7,5
	3	0,1	4,1	12,3	8,5	73,5	1,5	0,7	8,2	13,1	8,4	68,7	0,9
	4	3,2	0,6	67,7	4,7	15,3	8,5	13,2	1,0	63,8	4,3	13,2	4,5
	5	2,2	-	7,2	5,8	83,5	1,3	10,2	-	8,4	6,1	74,5	0,8
	6	-	14,2	6,8	4,8	72,3	1,9	-	25,6	6,7	4,3	62,4	1,0
	7	-	-	24,7	20,3	47,1	7,9	-	-	27,6	21,1	46,5	4,8
H/1148/ P	1	2,4	0,7	23,4	17,9	43,1	12,5	11,9	1,4	23,8	17,0	39,0	6,9
	2	0,9	4,2	12,0		82,3	0,6	4,6	8,1	12,3	-	74,7	0,3
	3	2,3	0,8	22,8	17,6	44,4	12,1	11,4	1,5	23,3	16,8	40,3	6,7



Rys. 56. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vita-Braze 1996 po procesie przerwany w 1148°C (a,b) i poprawie lutowania (c,d)

Ostatni wariant w tym segmencie badań dla konfiguracji materiałów Hastelloy X/Vita-Braze 1996 odpowiadał przegrzaniu wsadu, tj. przerwaniu procesu po nagrzaniu powyżej górnej tolerancji temperatury procesu. Wykazano, że szerokość szczeliny lutowniczej w otrzymanym złączu wynosi ok. 60 μm , a głębokość strefy DAZ materiału rodzimego ok. 40 μm (rys. 57a). W mikrostrukturze lutu dominują ziarna fazy γ -Ni. Strefa krystalizacji atermicznej jest nieciągła – tworzą ją pojedyncze wydzielania faz bogatych w chrom (60,4% at.), nikiel (19,1% at.) i bor (13,5% at.) (rys. 57b, obszar 5 – tab. 24). W strefie ISZ (rys. 57b, obszar 4 – tab. 24) stwierdzono najwyższą koncentrację boru (9,1% at.) spośród wszystkich trzech złączy (H/1127 – H/1170) utworzonych w procesach przerwanych, w wyniku których doszło do wypełnienia szczeliny lutowniczej. W złączu po poprawie lutowania objętość względna wydzieleni w strefie lutu uległa znacznemu zmniejszeniu (rys. 57c). W centralnej części strefy lutu zaobserwowano pojedyncze wydzielania faz bogatych w bor (rys. 57d, obszar 5 – tab. 24), obserwowanych również po przerwaniu procesu.



Rys. 57. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesie przerwanym w 1170°C (a,b) i poprawie lutowania (c,d)

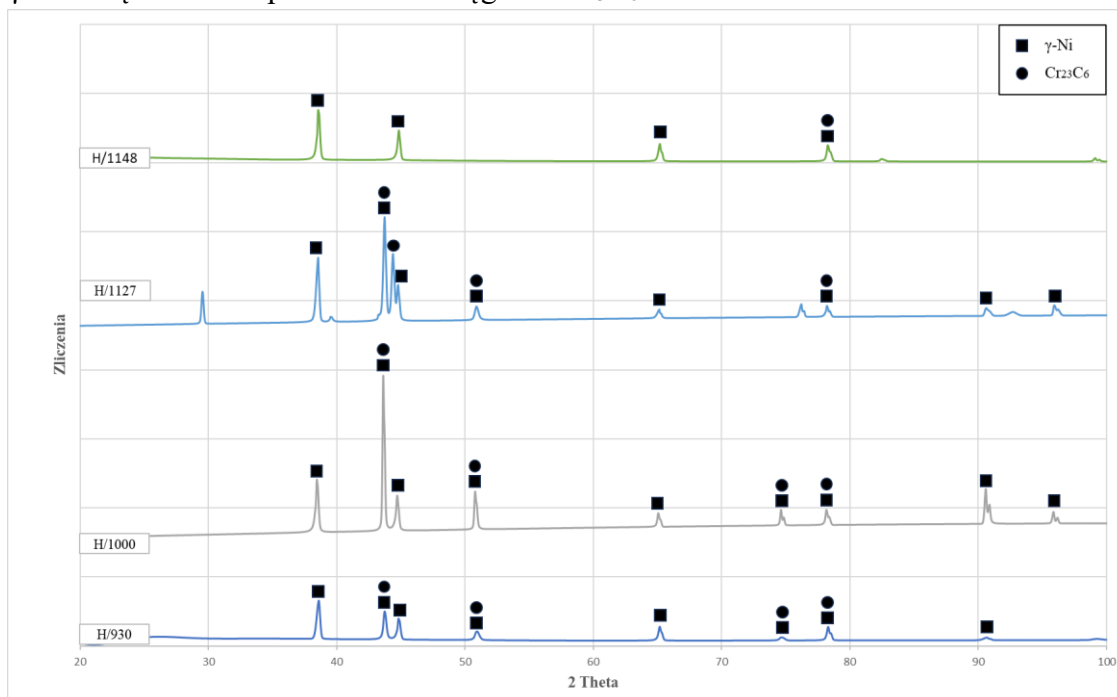
Tabela 24. Skład chemiczny w mikroobszarach złączy H/1170 i H/1170/P (rys. 57)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka											
		[% mas.]						[% at.]					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
H/1170	1	-	-	30,5	19,3	43,2	7,0	-	-	33,9	20,0	41,9	4,2
	2	2,5	-	28,9	17,0	38,0	13,6	12,2	-	29,7	16,3	34,2	7,6
	3	3,3	-	30,3	11,8	36,1	18,5	16,2	-	31,1	11,2	31,2	10,3
	4	1,9	4,6	11,2	5,4	76,9	-	9,1	8,3	11,0	4,9	66,7	-
	5	2,9	-	63,2	3,2	22,6	8,1	13,5	-	60,4	2,8	19,1	4,2
H/1170/P	1	-	-	22,7	19,6	50,3	7,4	-	-	25,4	20,4	49,7	4,5
	2	3,3	0,2	22,3	19,0	47,2	8,0	16,2	0,5	25,2	19,9	33,3	4,9
	3	0,6	1,5	21,9	16,2	52,3	7,5	4,5	3,1	24,1	17,2	46,6	4,5
	4	0,2	2,8	16,8	11,0	67,7	1,5	3,9	5,3	17,4	10,6	61,9	0,9
	5	2,9	2,5	21,2	10,1	57,3	6,0	13,5	5,1	23,2	10,9	43,7	3,6
	6	0,1	2,7	16,9	12,9	66,0	1,4	3,1	5,3	18,1	12,9	59,8	0,8
	7	2,5	0,9	22,4	19,1	47,4	7,7	12,2	1,9	24,8	19,7	36,8	4,6

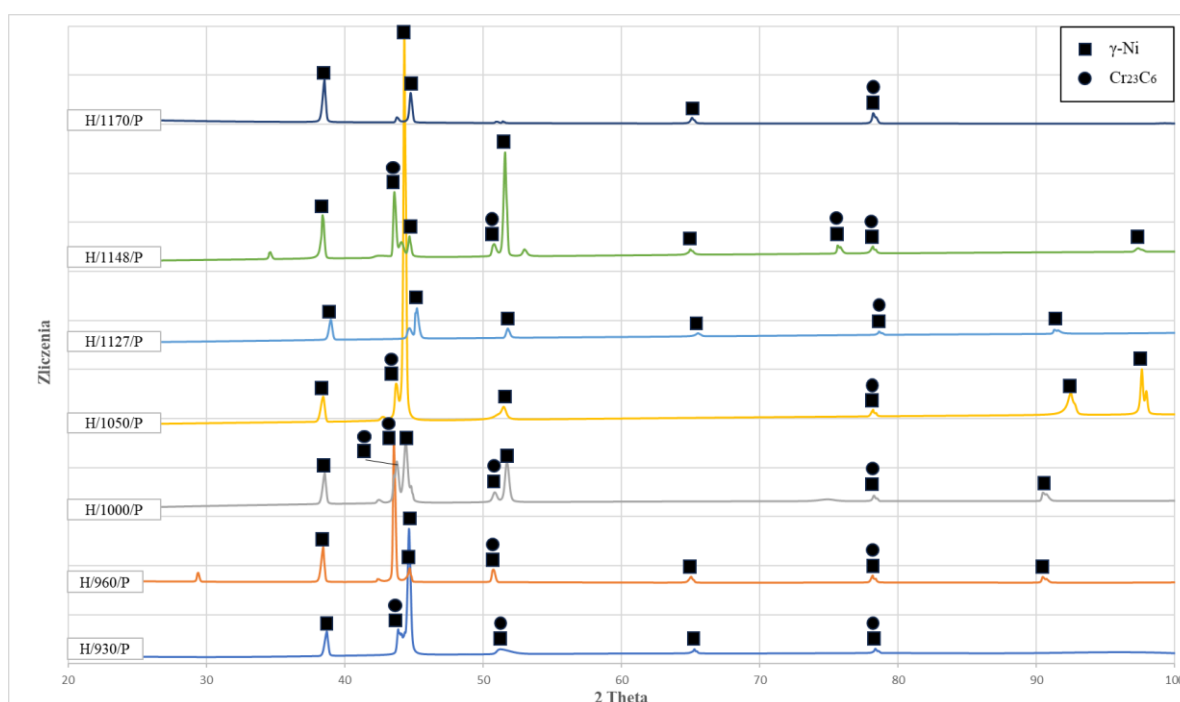
5.1.1.4. Dyfrakcja rentgenowska XRD

Złącza lutowane z nadstopów niklu, pomimo użycia stopów lutowniczych na podstawie tego samego pierwiastka, cechuje niejednorodność składu chemicznego i złożoność budowy fazowej. Utrudnia to ich jakościową i ilościową analizę dyfraktometryczną. Ponadto, rozmiar wiązki promieniowania rentgenowskiego w zastosowanej metodzie pomiaru, a także mały rozmiar szczeliny względem grubości materiału rodzimego, sprawia, że refleksy dyfrakcyjne pochodzą

głównie od nadstopu Hastelloy X. Z tego względu analiza wyników badań XRD ma charakter porównawczy, umożliwiając ocenę wpływu przerwania i poprawy procesu lutowania na skład fazowy złączy, a także stanowiąc uzupełnienie wyników badań SEM/EDS. Analizie poddano wyniki badań złączy Hastelloy X/Vitta-Braze1996 po przerwanych procesach lutowania (rys. 58), z wyjątkiem próbek H/960, H/1050 oraz H/1170, dla których warunki pomiaru uniemożliwiły uzyskanie akceptowalnej intensywności pików na dyfraktogramie. W otrzymanych dyfraktogramach zidentyfikowano głównie piky pochodzące od austenitycznej fazy γ -Ni. Część z ich dopasowano do węglika Cr_{23}C_6 .



Rys. 58. Analiza dyfrakcyjna złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 bezpośrednio po przerwaniu procesu lutowania w temperaturze 930-1170°C



Rys. 59. Analiza dyfrakcyjna złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po przerwaniu procesu lutowania i jego poprawie

Dyfraktogramy złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po poprawie lutowania (rys. 59) różnią się nieznacznie od otrzymanych po przerwaniu procesu (rys. 58), jednak ze względu na ograniczenia przyjętej metody badawczej dogłębna analiza fazowa nie jest możliwa. Stwierdzone metodą SEM zmiany składu fazowego zachodzą w mikroobszarach stref DAZ, ASZ i ISZ, co wymaga zastosowania bardziej subtelnych technik badawczych jak np. dyfrakcja elektronowa.

5.1.1.5. Badania wytrzymałościowe

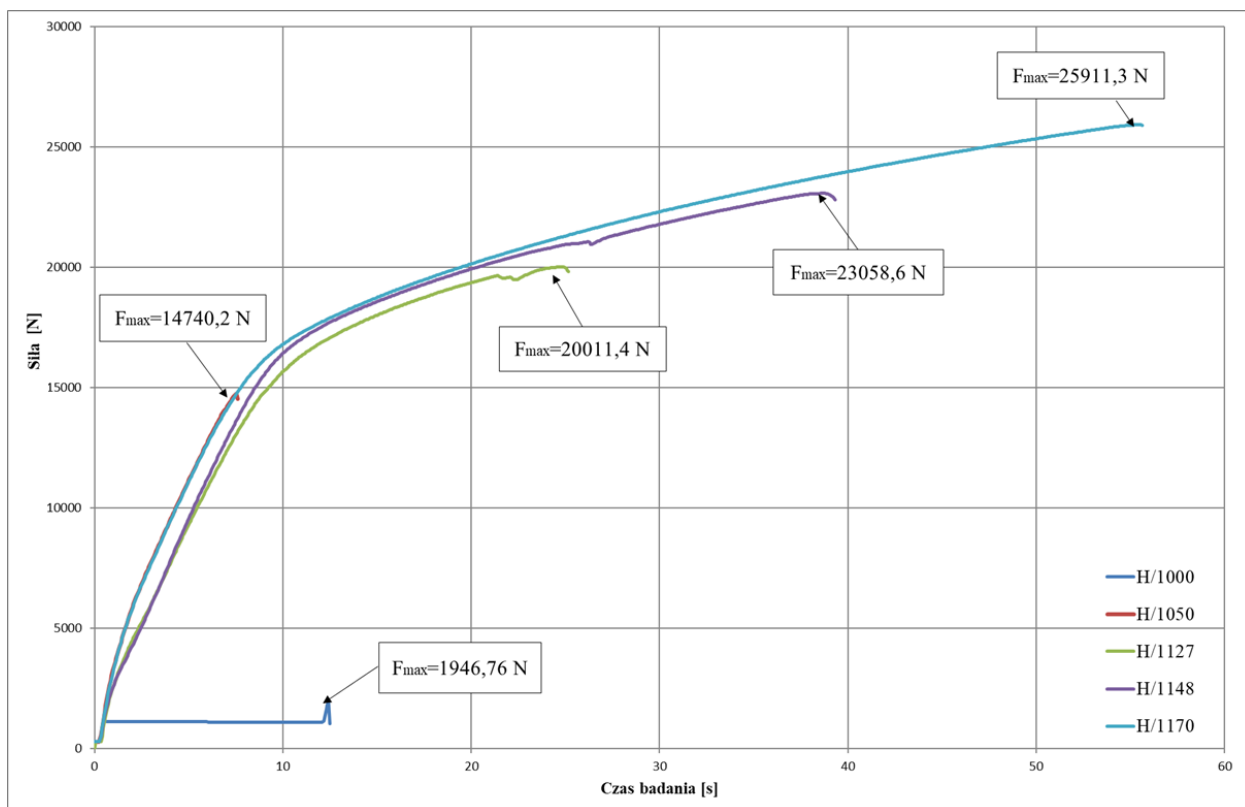
Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 z pierwszego segmentu badań zebrano w tabelach 25 i 26 oraz przedstawiono na rysunkach 60-64. Złącza z procesów przerwanych w dolnym zakresie przyjętych wartości temperatury – 930 i 960°C – uległy zerwaniu przy aplikacji siły wstępnej (200 N). Odpowiada to wytrzymałości spoin pozycjonujących złącze i potwierdza, że w tych procesach nie doszło do utworzenia żadnego innego połączenia na skutek topnienia składników lutu. W przypadku kolejnego złącza, z procesu lutowania przerwano w temperaturze 1000°C, zerwanie złącza nastąpiło przy sile równej 1946,76 N, co odpowiada wytrzymałości na ścinanie 19,3 MPa. Wskazuje to na niepełne przetopienie stopu lutowniczego, a tym samym częściowe połączenie blach. Wraz ze wzrostem temperatury przerwania procesu zaobserwowano wyraźne zwiększenie maksymalnej siły zrywającej – od 14740 N w 1050°C do 25911 N w 1170°C, co odpowiada wytrzymałości na ścinanie ok. 143 i 238 MPa, odpowiednio (tab. 25). Po poprawie lutowania otrzymano zbliżone wartości siły F_{max} – średnia wartość wytrzymałości na ścinanie wyniosła 234 MPa (tab. 26). Duża wytrzymałość złącza H/1170 z procesu przerwano $R_t = 248$ MPa (tab. 25, rys. 64) poddaje w wątpliwość konieczność jego poprawy ($R_t = 243$ MPa – tab. 26, rys. 64).

Tabela 25. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po przerwanych procesach lutowania

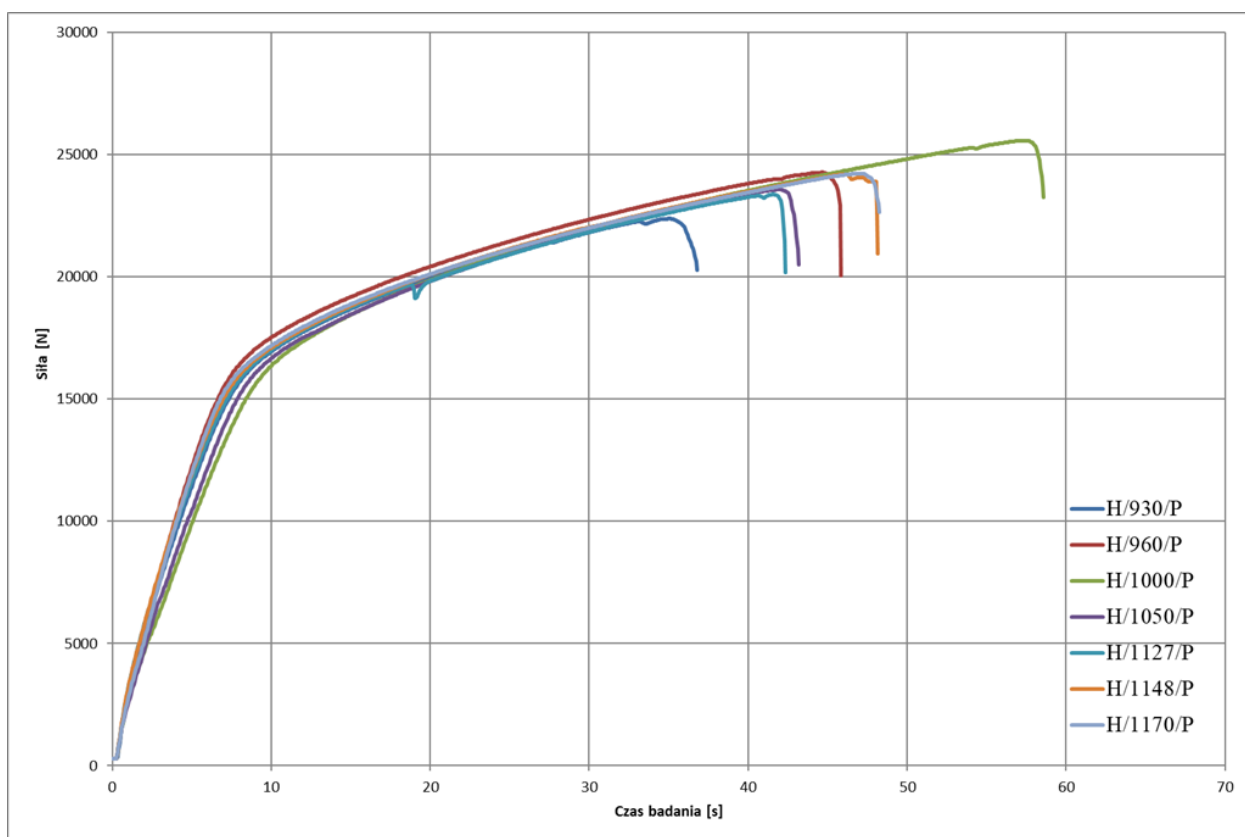
Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
H/930	<200	4,06	25,47	103,41	-
H/960	<200	4,13	25,70	106,14	-
H/1000	1946,76	3,96	25,44	100,74	19,32
H/1050	14740,16	4,05	25,50	103,28	142,73
H/1127	20011,41	3,99	25,46	101,59	196,99
H/1148	23058,64	4,03	25,41	102,40	225,18
H/1170	25911,29	4,11	25,39	104,35	248,30

Tabela 26. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po przerwanych procesach i poprawie lutowania

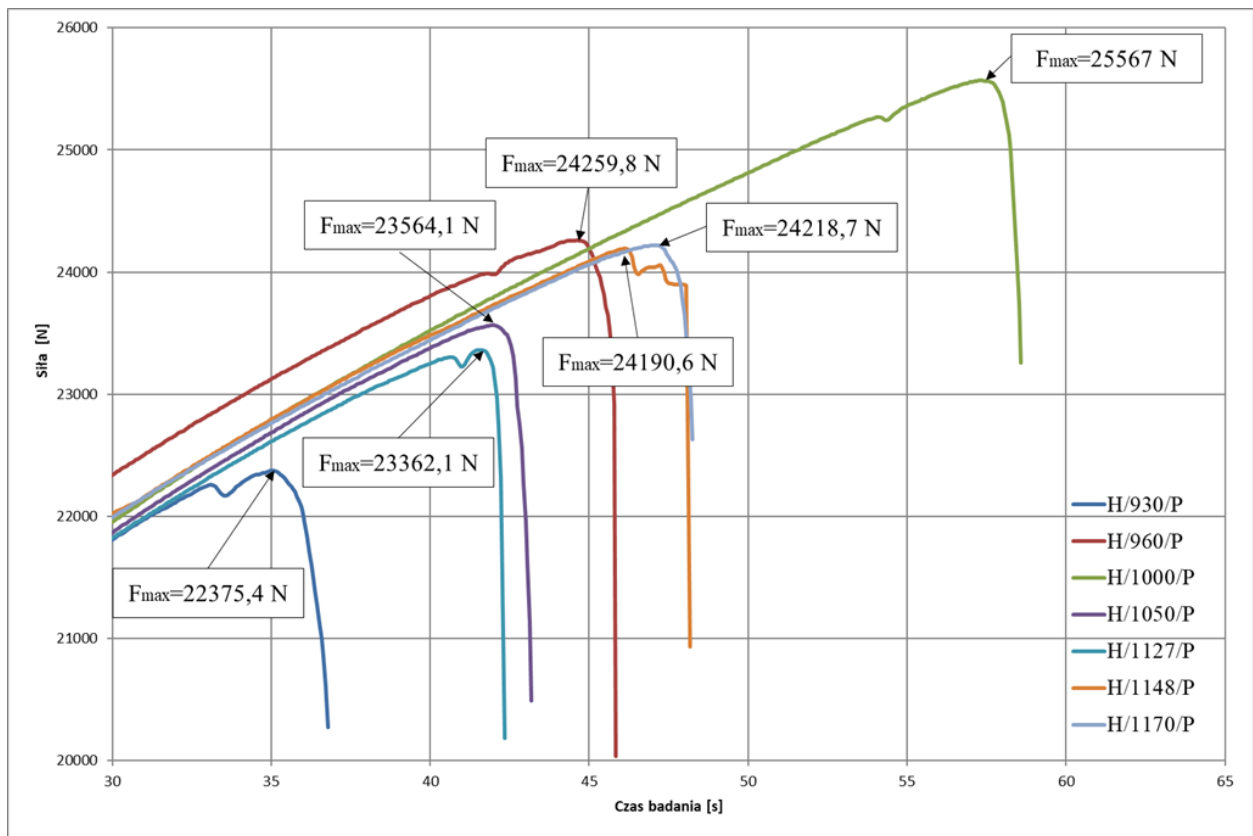
Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
H/930/P	22375,41	3,94	25,41	100,12	223,50
H/960/P	24259,83	3,99	25,50	101,75	238,44
H/1000/P	25566,97	4,03	25,38	102,28	249,97
H/1050/P	23564,14	4,11	25,44	104,56	225,37
H/1127/P	23362,13	4,12	25,53	105,18	222,11
H/1148/P	24190,56	4,05	25,40	102,87	235,16
H/1170/P	24218,73	3,89	25,62	99,66	243,01



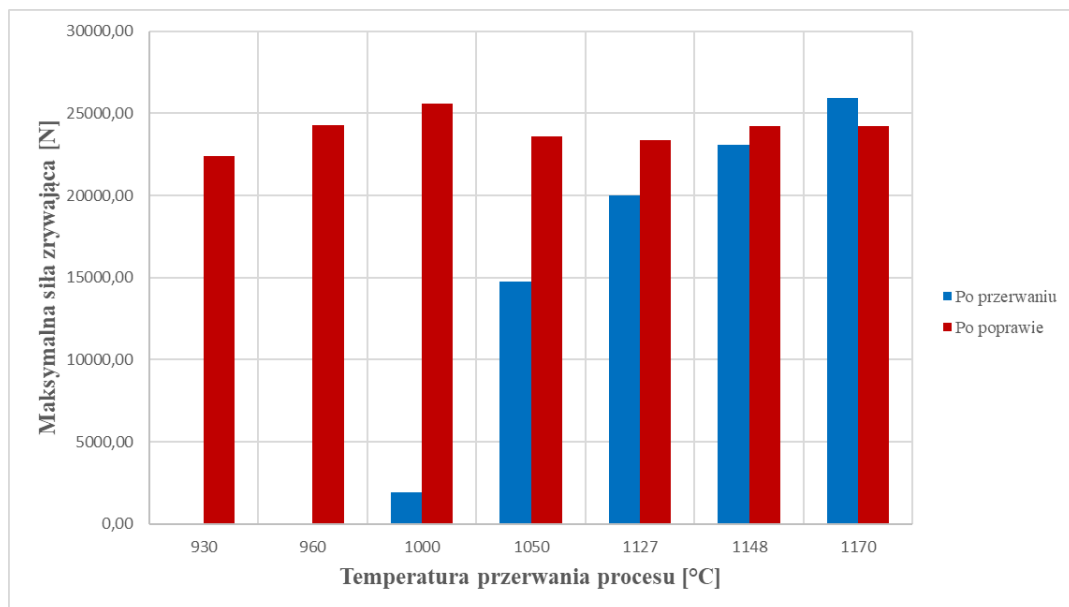
Rys. 60. Wyniki próby ścinania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesach przerwanym w temperaturze: 1000, 1050, 1127, 1148 i 1170°C. Złącza z procesów przerwanym w temperaturze 930 i 960 uległy zerwaniu przy aplikacji siły wstępnej (200 N)



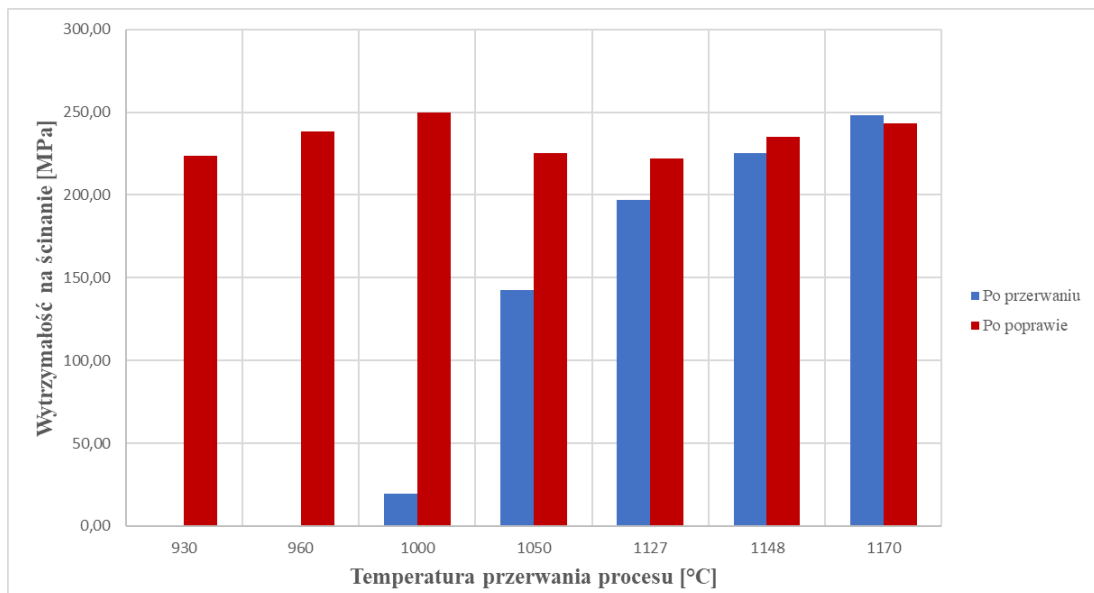
Rys. 61. Przebieg prób ścinania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 z procesów przerwanym w temperaturze: 930, 960, 1000, 1050, 1127, 1148 i 1170°C po poprawie lutowania



Rys. 62. Wyniki prób ścinania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 z procesów przerwanych w temperaturze: 930, 960, 1000, 1050, 1127, 1148 i 1170°C po poprawie lutowania



Rys. 63. Wpływ temperatury przerwania procesu lutowania na maksymalną siłę zrywającą w próbie wytrzymałości na ścinanie dla konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996



Rys. 64. Wpływ temperatury przerwania procesu lutowania na wytrzymałość na ścinanie dla konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

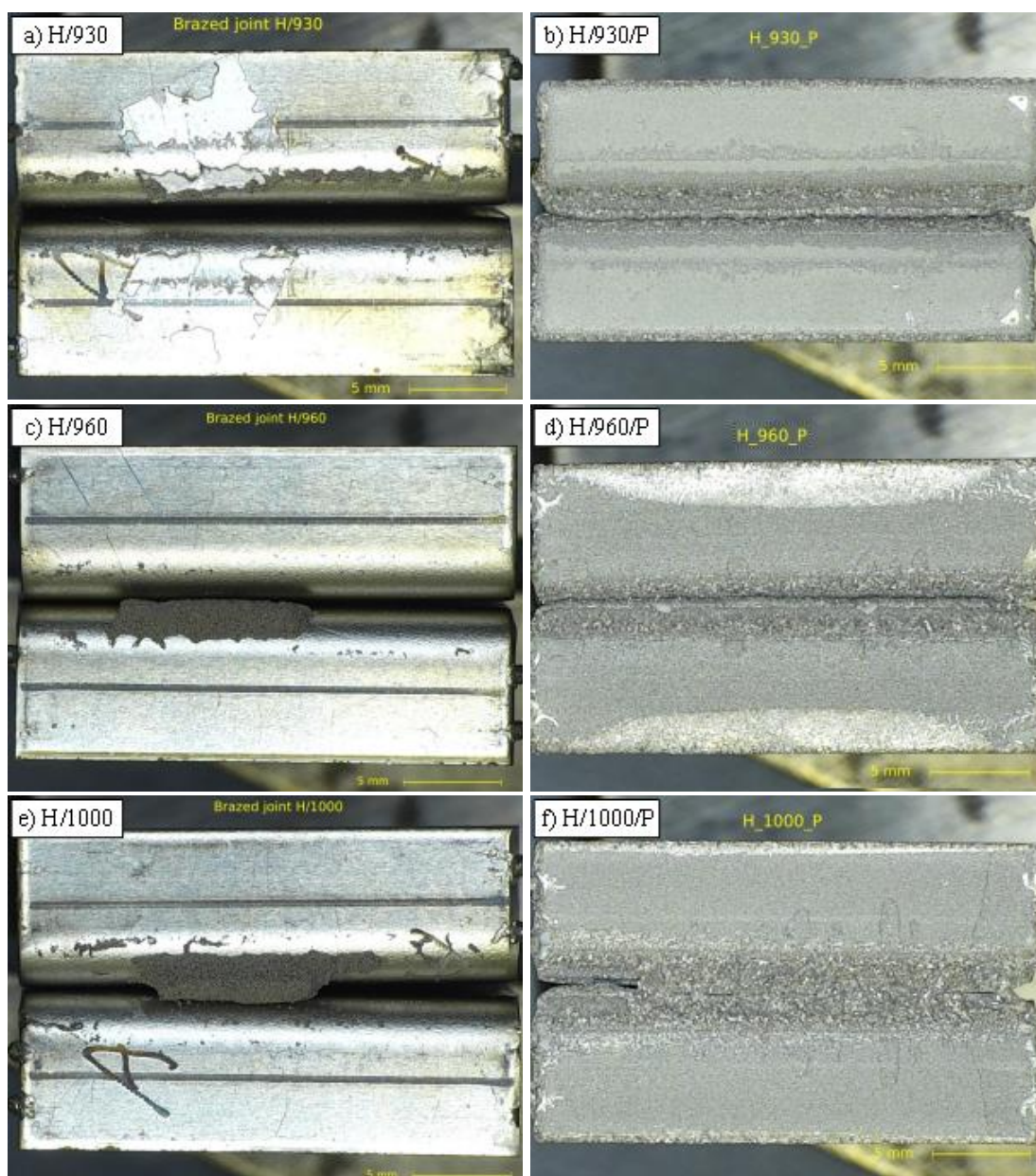
5.1.1.6. Próba odrywania

Na złączach Hastelloy X/Vitta-Braze1996 z procesów przerwanych w zakresie temperatury 930-1000°C po próbie odrywania nie zaobserwowano śladów zwilżania powierzchni łączonych (rys. 65a,c,e). Lut widoczny na próbkach H/960 (rys. 65c) oraz H/1000 (rys. 65e) stanowi pozostałość pasty nakładanej w procesie przygotowania do lutowania, z charakterystyczną makrostrukturą uwidaczniającą sferyczne cząstki stopu lutowniczego, obserwowalne również w badaniach makrostruktury (rys. 48a,c,e), bez widocznych śladów przetopienia. Pierwsze ślady zwilżania powierzchni łączonych stwierdzono po lutowaniu przerwanych w temperaturze 1050°C (rys. 65g), gdzie zaobserwowano 45+/-5% pokrycie powierzchni złącza. Po procesie lutowania przerwanych w temperaturze likwidus lutu (1127°C) wykazano 100% pokrycie lutem. W obszarze złącza H/1148 stwierdzono występowanie kilku niewielkich obszarów niepokrytych lutem, zlokalizowanych głównie w pobliżu punktów pozycjonujących, co sugeruje, że pogorszenie zwilżalności w tym obszarze mogło nastąpić na skutek zanieczyszczenia powierzchni złącza w procesie zgrzewania kulkami. Pokrycie powierzchni łączonych w przypadku tego złącza wyniosło 98+/-5%. Ostatnia próbka, z procesu przerwane w temperaturze 1170°C, uległa zerwaniu w materiale bazowym (rys. 65m). Zgodnie z procedurą opisaną w rozdz. 4.2.4 wyznaczono pokrycie równe 100%. Próba odrywania złączy po procesie poprawy lutowania wykazała we wszystkich przypadkach pokrycie powierzchni łączonych zbliżone do 100%. Małe, nieregularne obszary niepokryte lutem zaobserwowano w przypadku złączy H/930/P, H/960/P oraz H/1000/P, jednak ich udział w całkowitej powierzchni nie przekraczał 1%. Uwagę zwracają natomiast różnice makrostruktury przełomów. W przypadku złączy słabo lub w ogóle niezwilżonych w oryginalnym procesie (rys. 65b,d,f) powierzchnia przełomu jest porównywalna do tej otrzymanej przy złączach, gdzie doszło do zwilżania obszaru złącza przez lut w przerwanych procesie (rys. 65i,k). Złącza poddane poprawie lutowania, gdzie obszar złącza był już pokryty lutem w oryginalnym procesie (rys. 65j,l) cechuje wyraźnie inna, bardziej chropowata makrostruktura przełomu, co sugeruje zmianę charakterystyki ich dekohezji w zależności od historii procesu. Przełom w złączach H/1050/P (rys. 65h) oraz H/1170/P (rys. 65n), podobnie jak

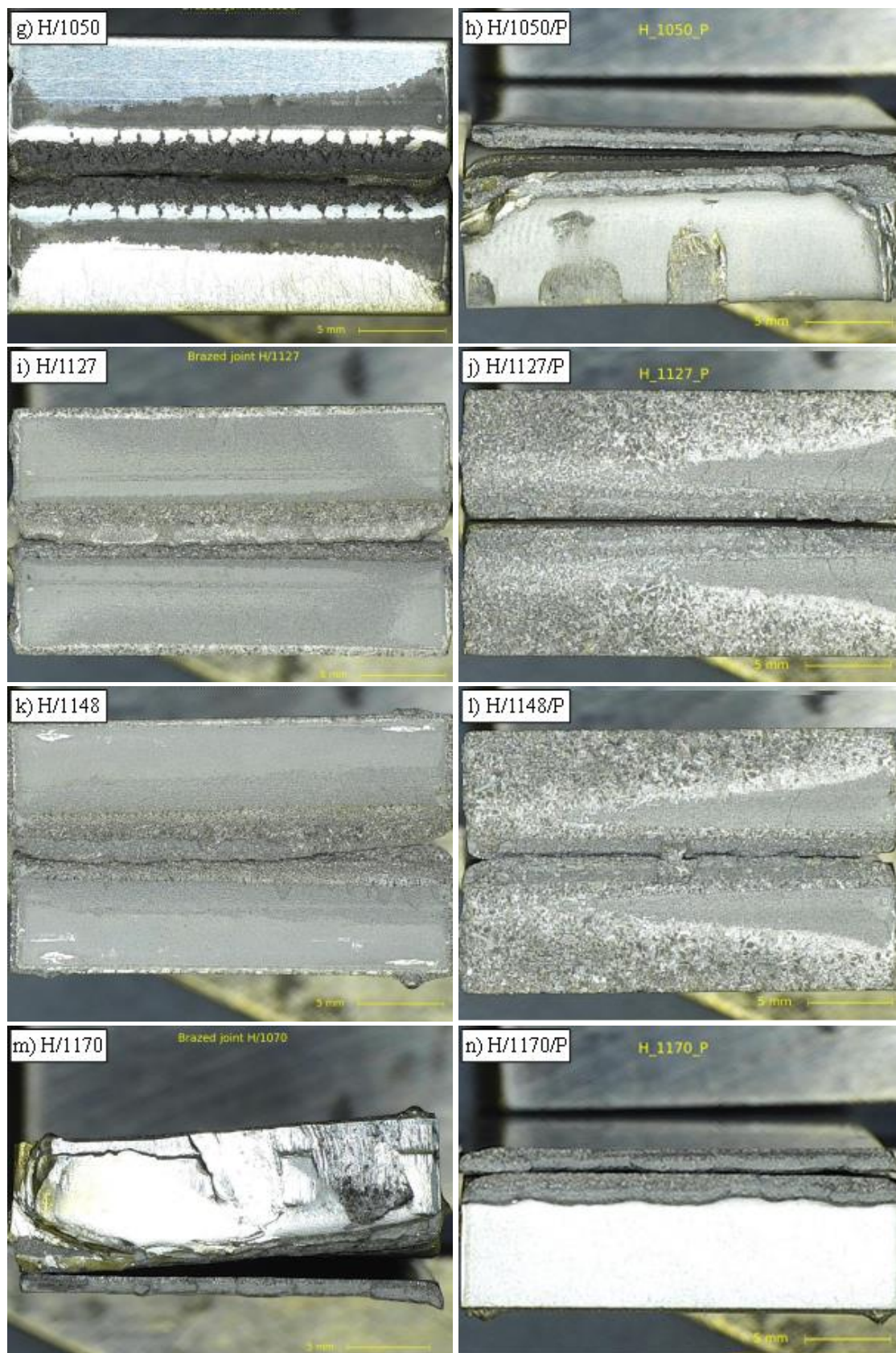
w przypadku złącza H/1170, umiejscowiony był w materiale rodzimym i analogicznie jak dla tego złącza wyznaczono pokrycie równe 100%. Wyniki prób odrywania dla konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 w tym segmencie badań zebrano w tabeli 27.

Tabela 27. Wyniki prób odrywania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesach lutowania przerwanych w zakresie temperatury 930-1170°C oraz po poprawie lutowania. W tabeli pogrubiono wyniki dla złączy, gdzie przełom nastąpił w materiale rodzimym

Temperatura przerwania procesu [°C]	930	960	1000	1050	1127	1145	1170
Po przerwaniu procesie lutowania							
Pokrycie [% , +/-5%]	0	0	0	45	100	98	100
Po poprawie lutowania							
Pokrycie [% , +/-5%]	>99	>99	>99	100	100	100	100



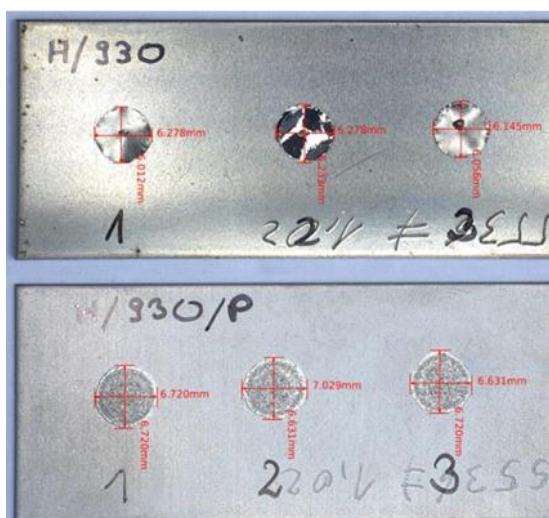
Rys. 65. Widok powierzchni blach po próbie odrywania złączy Hastelloy X/Vitta Braze 1996 z procesów przerwanych w zakresie temperatury 930-1170°C (a, c, e, g, i, k, m) oraz po odpowiadającej im poprawie lutowania (b, d, f, h, j, l, n)



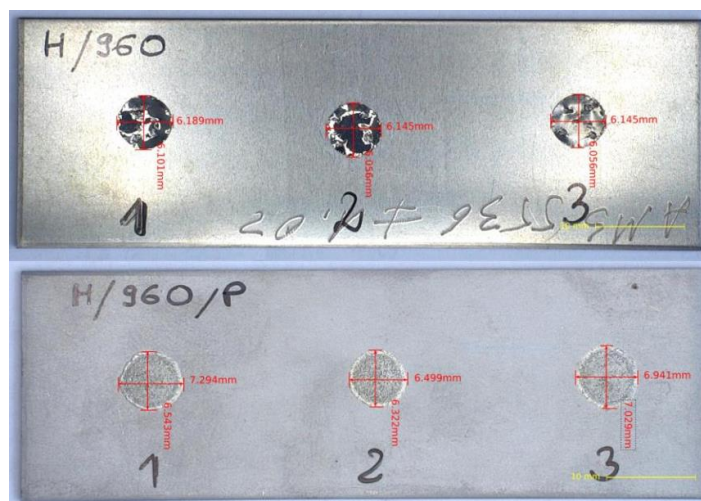
Rys. 65. Ciąg dalszy

5.1.1.7. Rozpływność

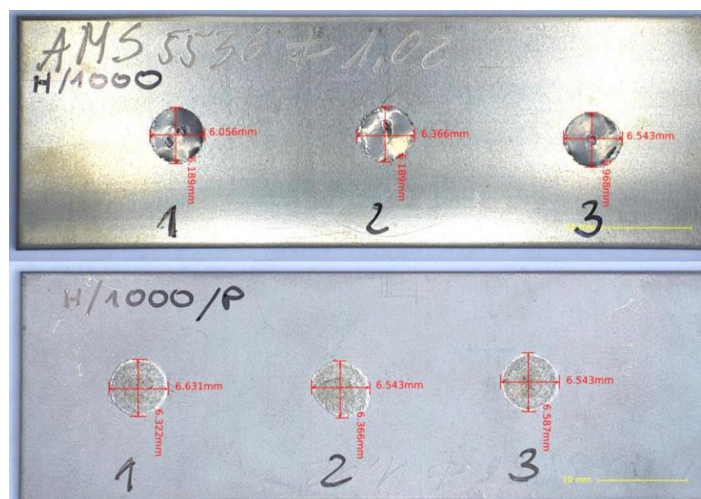
Oceny wpływu warunków procesu na rozpływność lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X dokonano zgodnie z metodyką opisaną w rozdz. 4.2.3. Wyniki z przeprowadzonych badań jednoznacznie wskazują na wzrost rozpływności lutu wraz ze zwiększeniem temperatury przerwania procesu (tab. 28, rys. 73). W każdym z analizowanych przypadków, z wyjątkiem najwyższej temperatury, zaobserwowano ponowne płynięcie lutu w procesie poprawy lutowania. Na próbkach po procesach przerwanych w dolnym zakresie temperatury – 930 i 960°C (rys. 66 i 67) – zaobserwowano zbliżony przyrost powierzchni rozpląnionego lutu po poprawie. Po poprawie lutowania próbki z procesu przerwane w temperaturze 1000°C stwierdzono najbardziej niekorzystne warunki płynięcia lutu, skutkujące najmniejszym polem powierzchni lutu (33,17 mm²) oraz najmniejszym przyrostem pomiędzy procesem przerwaniem i poprawionym – 9,2%. (rys. 68) Największy przyrost pola powierzchni po poprawie otrzymano w kolejnej próbie, tj. po poprawie próbki z procesu przerwane w temperaturze 1000°C, jednakże otrzymana dysproporcja wynika najprawdopodobniej ze specyficznego ukształtowania z jednej porcji lutu po przerwaniu procesu (rys. 69, obszar 1), zaniżającym wynik pomiaru na tym etapie. Przerwanie procesu w temperaturze likwidus lutu (1127°C – rys. 70) oraz w temperaturze 1148°C (rys. 71) skutkowało otrzymaniem zbliżonych wyników rozpływności zarówno po samym przerwaniu procesu, jak również po poprawie, najwyższe dla konfiguracji materiałów Hastelloy X/Vitta-Braze 1996. W najwyższej analizowanej temperaturze, 1170°C (rys. 72), otrzymano większe pole powierzchni rozpląnionego lutu po przerwaniu procesu, niż po poprawie lutowania. Pozwala to stwierdzić, że w tej temperaturze historia procesu nie jest czynnikiem istotnie warunkującym rozpływność lutu. Parametr ten w większej mierze może być zależny od indywidualnych dla każdego przypadku warunków zwilżalności w oryginalnym procesie lutowania, spowodowanych przykładowo strukturą geometryczną podłoża.



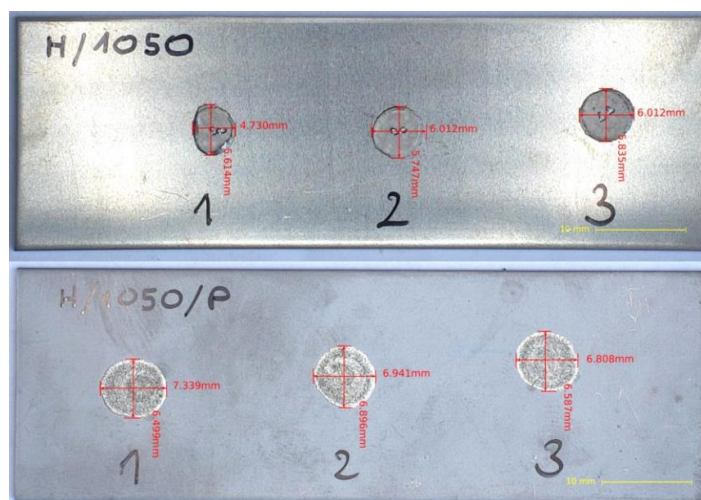
Rys. 66. Wyniki próby rozpływności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania przerwanych w temperaturze 930°C (H/930) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (H/930/P)



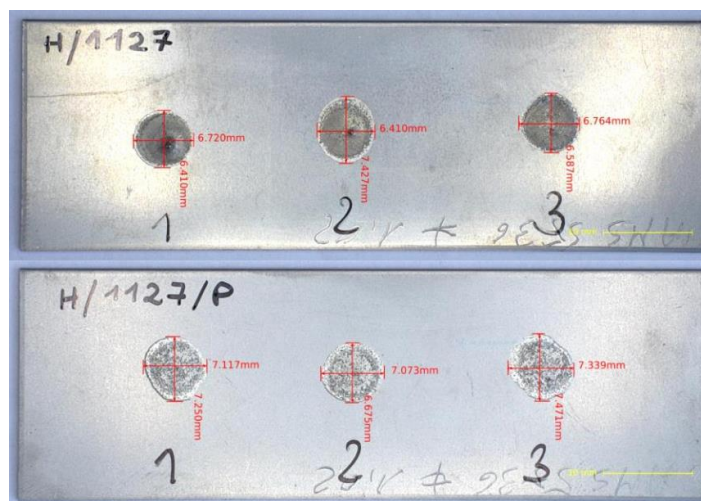
Rys. 67. Wyniki próby rozplywności lut Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania przerwany w temperaturze 960°C (H/960) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (H/960/P)



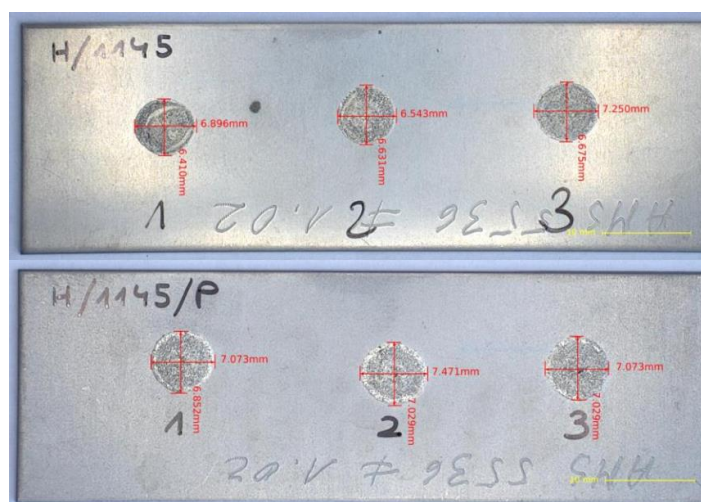
Rys. 68. Wyniki próby rozplywności lut Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania przerwany w temperaturze 1000°C (H/1000) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (H/1000/P)



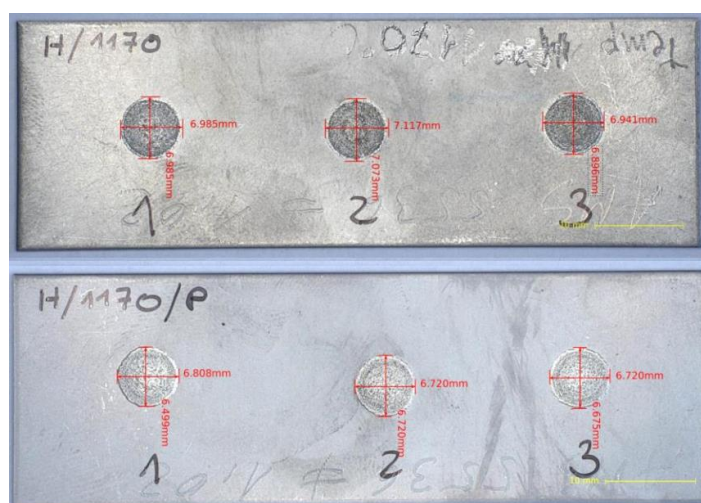
Rys. 69. Wyniki próby rozplywności lut Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania przerwany w temperaturze 1050°C (H/1050) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (H/1050/P)



Rys. 70. Wyniki próby rozplywności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania przerwany w temperaturze 1127°C (H/1127) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (H/1127/P)



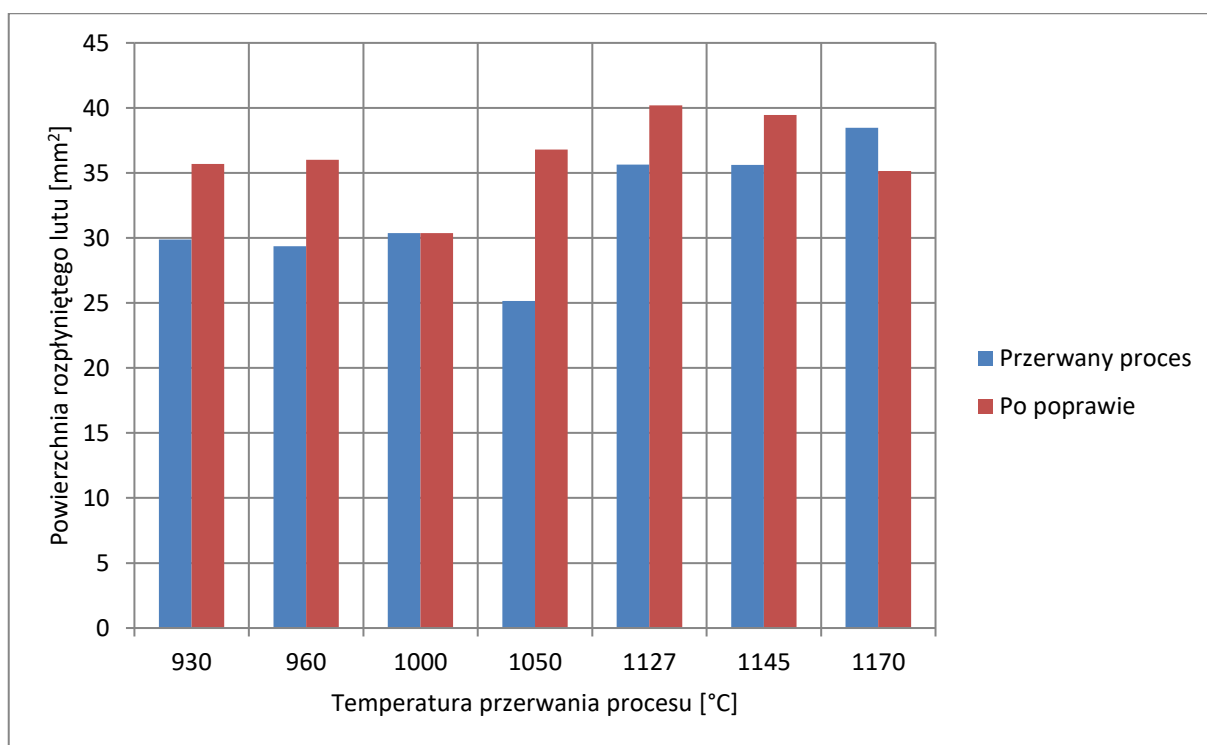
Rys. 71. Wyniki próby rozplywności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania przerwany w temperaturze 1148°C (H/1148) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (H/1148/P)



Rys. 72. Wyniki próby rozplywności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania przerwany w temperaturze 1170°C (H/1170) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (H/1170/P)

Tabela 28. Wyniki badań rozpląywności stopu lutowniczego Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X w procesach przerwanych w zakresie temperatury 930-1170°C oraz po poprawie lutowania opracowane zgodnie z równaniami 4.1 i 4.2

Złącze	d ₁ [mm]	d ₂ [mm]	Średnia	d ₃ [mm]	d ₄ [mm]	Średnia	d ₅ [mm]	d ₆ [mm]	Średnia	\bar{d} [mm]	\bar{P}_p [mm ²]
H/930	6,28	6,01	6,15	6,28	6,23	6,26	6,15	6,06	6,10	6,17	29,87
H/930/P	6,72	6,72	6,72	7,03	6,63	6,83	6,63	6,72	6,68	6,74	35,70
H/960	6,19	6,10	6,15	6,15	6,06	6,10	6,15	6,06	6,10	6,12	29,37
H/960/P	7,29	6,54	6,92	6,50	6,32	6,41	6,94	7,03	6,99	6,77	36,01
H/1000	6,06	6,19	6,12	6,37	6,19	6,28	6,54	5,97	6,26	6,22	30,37
H/1000/P	6,63	6,32	6,48	6,54	6,37	6,45	6,54	6,59	6,57	6,50	33,17
H/1050	4,73	5,61	5,17	6,01	5,75	5,88	6,01	5,84	5,92	5,66	25,15
H/1050/P	7,34	6,50	6,92	6,94	6,90	6,92	6,81	6,59	6,70	6,85	36,80
H/1127	6,72	6,41	6,57	6,41	7,43	6,92	6,76	6,59	6,68	6,72	35,46
H/1127/P	7,12	7,25	7,18	7,07	6,68	6,87	7,34	7,47	7,41	7,15	40,20
H/1148	6,90	6,41	6,65	6,54	6,63	6,59	7,25	6,68	6,96	6,73	35,62
H/1148/P	7,07	6,85	6,96	7,47	7,03	7,25	7,07	7,03	7,05	7,09	39,46
H/1170	6,99	6,99	6,99	7,12	7,07	7,10	6,94	6,90	6,92	7,00	38,48
H/1170/P	6,81	6,50	6,65	6,72	6,72	6,72	6,72	6,68	6,70	6,69	35,15

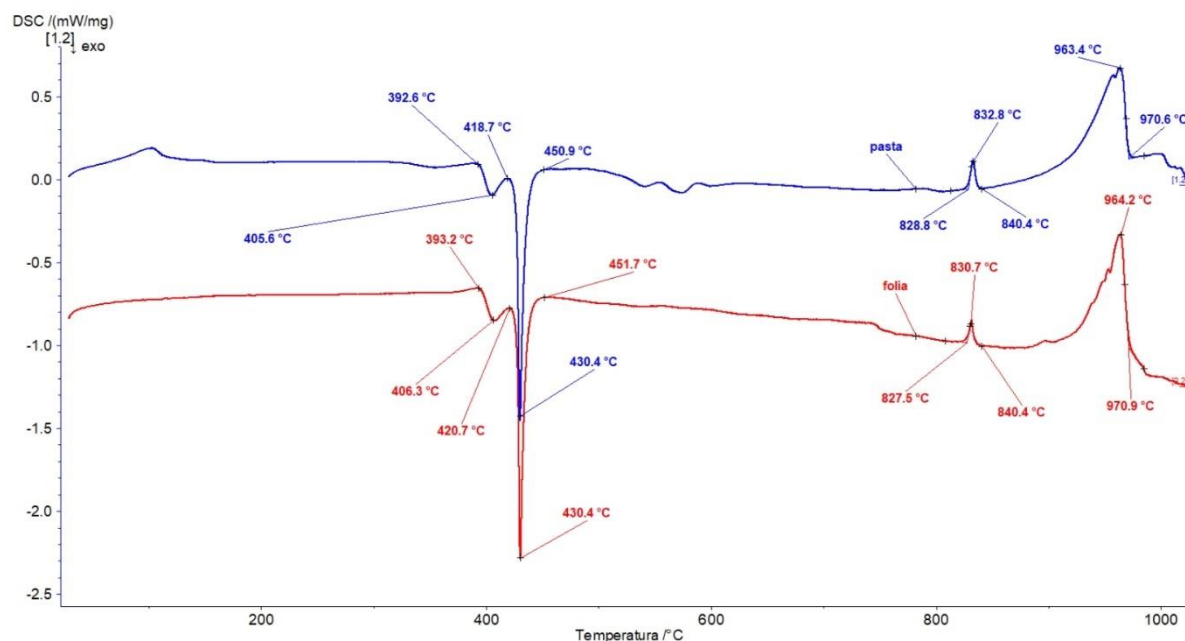


Rys. 73. Wpływ temperatury przerwania procesu lutowania konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 na rozpląywność lutu

5.1.2. Konfiguracja Inconel 718/Palnicro 36M

5.1.2.1. Kalorymetria DSC

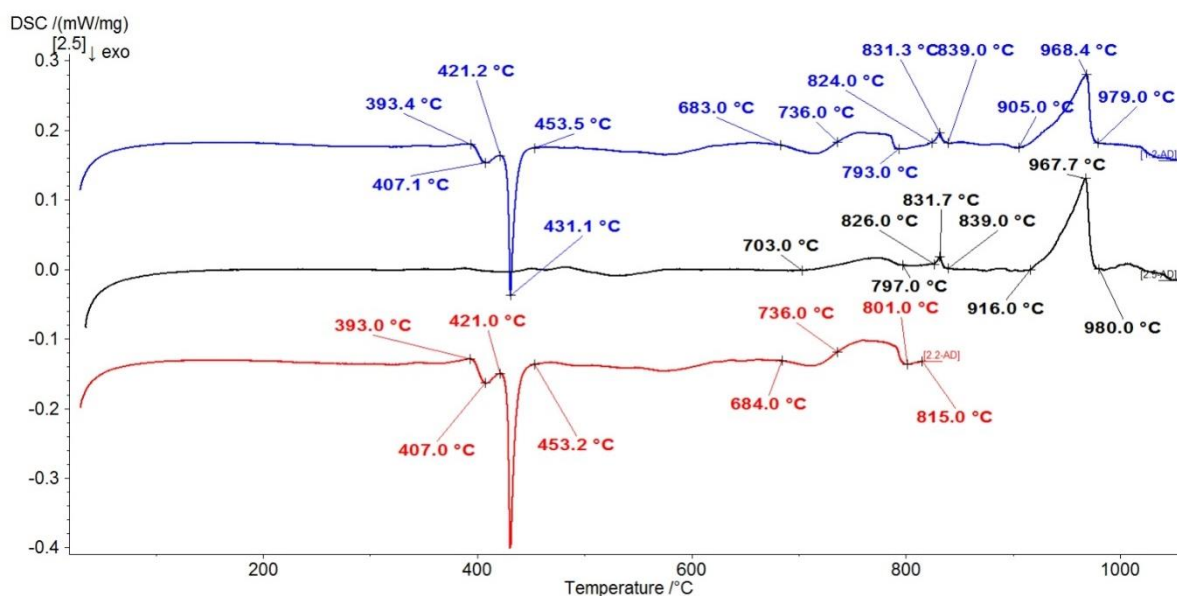
Analizę DSC lutu Palnicro 36M oraz złączy Inconel 718/Palnicro 36M przeprowadzono analogicznie do pierwszej z badanych konfiguracji materiałów. Na krzywej DSC z procesu nagrzewania stopu Palnicro 36M (rys. 74), niezależnie od postaci lutu, stwierdzono w temperaturze znacznie niższej od temperatury solidus występowanie pików egzotermicznych, charakterystycznych dla zjawiska krystalizacji. Zarejestrowane zakresy temperatury krystalizacji dla obydwu analizowanych postaci stopu lutowniczego nie różnią się znacząco – 393,2-451,7°C z dwoma pikami w temperaturze 406,3°C i 430,4°C w przypadku folii oraz odpowiednio 392,6-450,9°C, 405,6°C i 430,4°C w przypadku pasty – potwierdzają stan amorficzny folii oraz obecność amorficznej frakcji metalicznej w paście Palnicro 36M w stanie dostawy. W przeciwieństwie od stopu Vitta-Braze 1996, bardzo duże podobieństwo w przebiegu zjawisk cieplnych stwierdzono również w przypadku topnienia obydwu postaci lutu Palnicro 36M. Wyznaczone wartości temperatury solidus i likwidus lutu w obu przypadkach są zbliżone – odpowiednio 828,8°C i 970,6°C dla pasty i 830,7°C i 970,9°C dla folii. Otrzymane wartości temperatury dobrze korelują z kartą charakterystyki stopu lutowniczego [150]. W zakresie temperatury solidus-likwidus, dla obydwu form lutu, zaobserwowano analogiczne przebiegi krzywych DSC, ze zbliżonym rozmieszczeniem i intensywnością pików endotermicznych (rys. 74).



Rys. 74. Krzywe DSC nagrzewania lutu Palnicro 36M w postaci folii (linia czerwona) oraz pasty (linia niebieska)

Analiza DSC nagrzewania pary materiałowej Palnicro 36M/Inconel 718 (rys. 75) wykazała występowanie zjawiska krystalizacji w zakresie 393-453,2°C w przypadku procesu przerwonego przed temperaturą solidusu (rys. 75, linia czerwona) oraz 393,4-453,5°C w przypadku procesu referencyjnego (rys. 75, linia niebieska), z bardzo powtarzalnym rozmieszczeniem i intensywnością pików egzotermicznych. Podobnie jak w przypadku pary Hastelloy X/Vitta-Braze 1996, w ponownym procesie nagrzewania po uprzednim przerwaniu procesu, krystalizacji nie stwierdzono (rys. 75, linia czarna). Zakres solidus-likwidus 826-980°C w trakcie poprawy

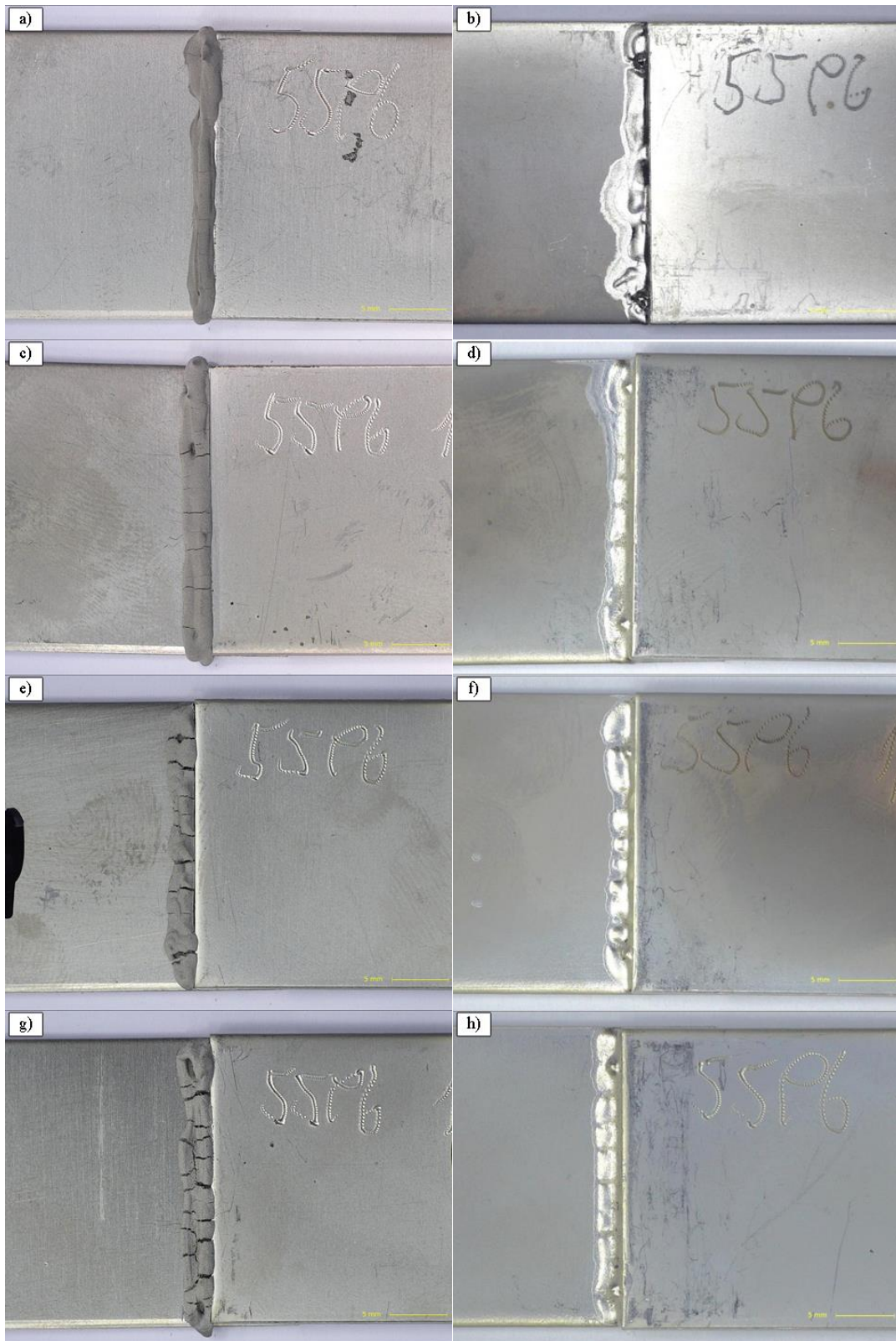
lutowania procesu przerwanej poniżej solidusu pokrywa się z zakresem wykazany dla procesu referencyjnego na 824-979°C. Nie stwierdzono również znaczących różnic w przebiegu zjawisk endotermicznych towarzyszących topnieniu lutu w obydwu procesach. Cechą charakterystyczną wszystkich trzech krzywych jest występowaniem efektów cieplnych w zakresie temperatury ok. 683-800°C, nieobserwowanych w samym lucie, najprawdopodobniej związanych z procesami wydzieleniowymi zachodzącymi w materiale rodzimym – nadstopie Inconel 718.



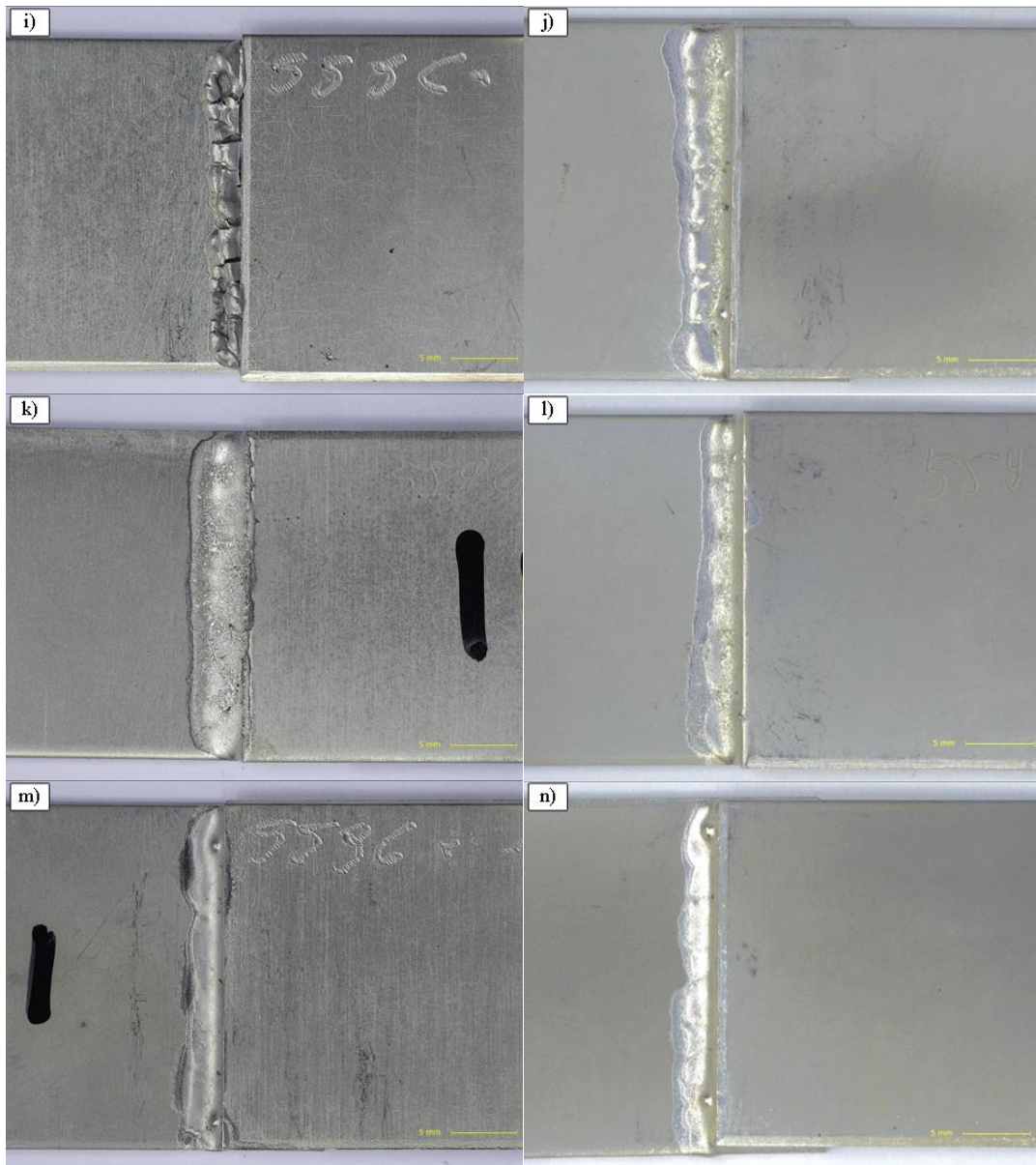
Rys. 75. Krzywe DSC nagrzewania pary materiałowej Inconel 718/Palnicro 36M do przerwania w temperaturze solidus (linia czerwona) oraz do procesu poprawy lutowania (linia czarna). Krzywa w kolorze niebieskim przedstawia przebieg nagrzewania w nieprzerwanej procesie lutowania

5.1.2.2. Makrostruktura

Badania makroskopowe złączy Inconel 718/Palnicro 36M z procesów przerwanych w temperaturze 790, 830, 870, 910, 960, 996 i 1040°C ujawniły charakterystyczne zmiany powierzchni zaaplikowanego lutu, równomiernie postępujące wraz ze zwiększeniem temperatury przerwania cyklu (rys. 76). W procesach przerwanych w temperaturze 790-910°C nie zaobserwowano śladów płynięcia lutu i zwilżenia powierzchni materiału rodzimego. Pasta lutownicza pozostała w miejscu aplikacji, zachowując matową, chropowatą makrostrukturę. Wraz ze wzrostem temperatury przerwania procesu zwiększał się udział pęknięć w lucie (rys. 76a,c,e,g). Po przerwaniu procesu w temperaturze likwidusu lutu (960°C) stwierdzono częściowe przetopienie stopu lutowniczego, na podstawie zmiany jego makrostruktury (rys. 76i) i śladów zwilżania na styku z podłożem. W temperaturze 996°C doszło do pełnego przetopienia lutu, jednak jego ilość w miejscu nakładania pasty wskazuje na bardzo ograniczone płynięcie. Złącze z procesu przerwanej w 1040°C makroskopowo odpowiada wymogom kontroli wizualnej złączy lutowanych stopami niklu (rys. 76m). Niezależnie od temperatury przerwania oryginalnego procesu, po przeprowadzeniu ponownego cyklu lutowania, w przypadku wszystkich złączy zaobserwowano zgodną ze standardami kontroli wizualnej makrostrukturę, z prawidłowym kształtem menisku oraz wyraźnymi śladami rozpląnięcia lutu, wskazującymi na dobrą zwilżalność powierzchni materiałów łączonych.



Rys. 76. Makrostruktura złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwany w temperaturze: a) 790°C, c) 830°C, e) 870°C, g) 910°C, i) 960°C, k) 996°C, m) 1040°C oraz odpowiadające im złącza (b, d, f, h, j, l, n) po poprawie lutowania (widoczna strona złączy, na której aplikowano stop lutowniczy w postaci pasty)



Rys. 76. Ciąg dalszy

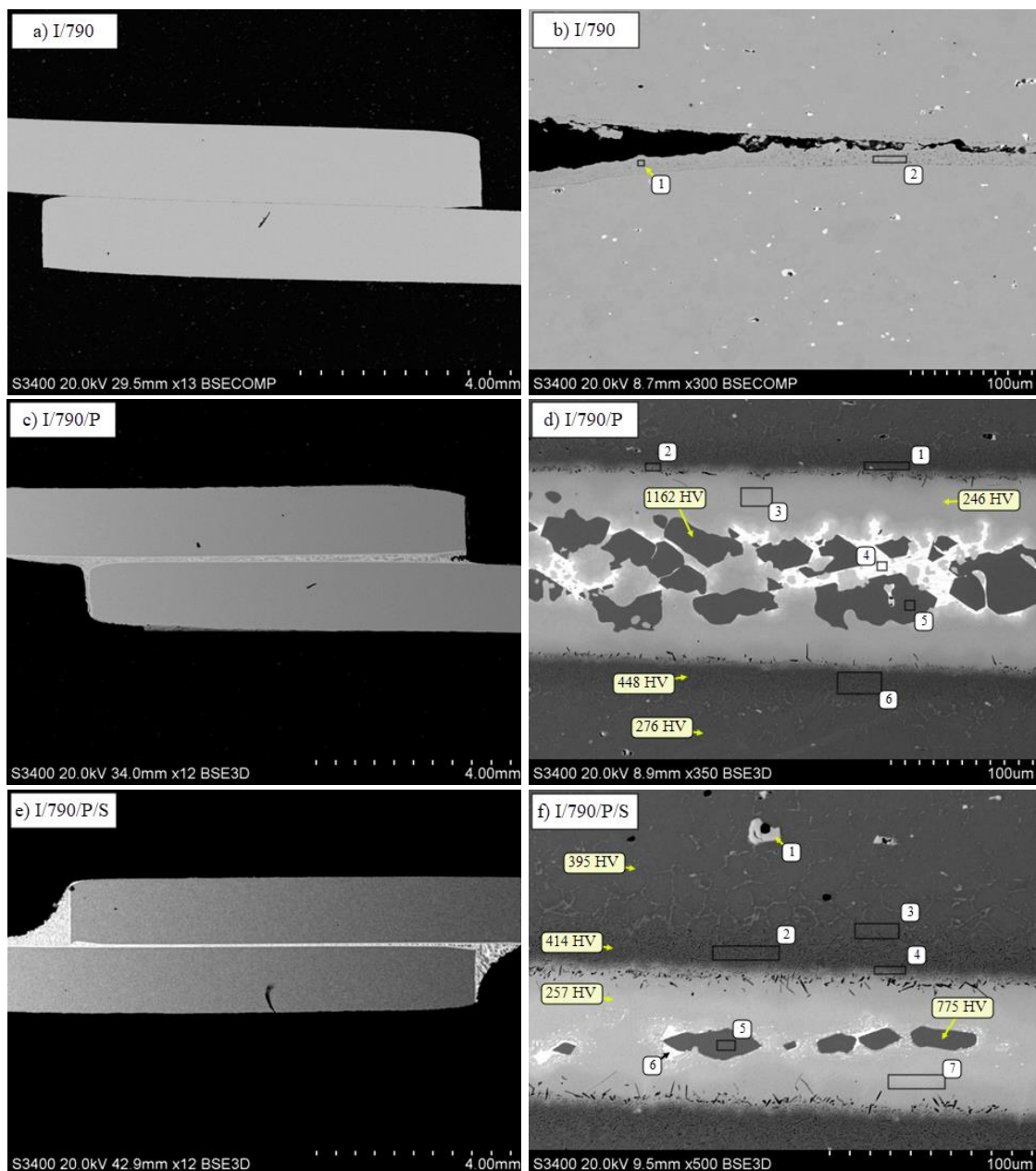
5.1.2.3. Mikrostruktura

Po procesie lutowania blach z nadstopu Inconel 718 przerwany w temperaturze 790°C, tj. na etapie nagrzewania poniżej temperatury solidusu lutu Palnicro 36M, nie stwierdzono jego obecności w szczelinie (rys. 77a). Analiza chemiczna w tym obszarze nie wykazała obecności składników materiału lutowniczego (rys. 77b – tab. 29). Po poprawie lutowania szerokość szczeliny wynosiła ok. 120 μm . Zaobserwowano charakterystyczną, typową dla złącza lutowanego mikrostrukturę pasmową, złożoną kolejno z rdzenia i strefy dyfuzyjnej materiału rodzimego oraz obszaru lutu, z wyraźnie zaznaczonymi strefami krystalizacji izotermicznej i atermicznej (rys. 77c,d). W strefie dyfuzyjnej obserwowano drobne sferoidalne wydzielenia, charakterystyczne dla DAZ w nadstopie Inconel 718 dla lutowania stopem Palnicro 36M dla wszystkich przyjętych wariantów, w którym nastąpiło wypełnienie szczeliny ciekłym lutem. Analiza składu chemicznego strefy dyfuzyjnej po przerwaniu lutowania w temperaturze 790°C i jego poprawie (rys.77d, obszar 6 – tab, 30) wykazała przede wszystkim zawartość niklu

(48,7% at), chromu (21,6 % at.) i żelaza (20,5% at.) oraz obecność niobu (3,7% at.), molibdenu (2,2% at.) i boru (2% at.). W obszarze bezpośrednio przyległym do strefy lutu (rys. 77d, obszar 1 – tab. 30) wykazano dodatkowo zawartość boru (8,2% at.), co potwierdza jego dyfuzję z materiału lutowniczego. Brak potwierdzenia obecności krzemu w DAZ, składnika lutu Palnicro 36M, pozwala przyjąć założenie, że powstałymi wydzieleniami są borki. Zwiększając twardość tej strefy do wartości 448 HV, podczas gdy twardość materiału rodzimego wynosi ok. 280HV. Pomiędzy DAZ i strefą krystalizacji izotermicznej (ISZ) obserwowano wąskie pasmo (<10 μm) zawierające nikiel – 54% at., chrom – 20,3% at., żelazo – 12,1% at., pallad – 7,1% at. oraz bor – 2,1% at. (rys. 77d, obszar 2 – tab. 30). W ISZ lutu przyległej do DAZ materiału rodzimego uwagę zwraca pasmo globularnych i iglastych wydzieleni szerokości ok. 20 μm (rys. 77d,f). ISZ (rys. 77d, obszar 3 – tab. 30) złożona jest z roztworu stałego niklu (56,2% at.), z wysoką zawartością palladu i chromu (24,8% Pd, 16,4% at. Cr) oraz domieszką innych pierwiastków pochodzących zarówno z lutu (1,3% at. Si), jak również z materiału rodzimego (0,2% at. Nb, 0,1% at. Mo). Twardość strefy ISZ wynosi 246 HV. Strefa krystalizacji atermicznej (ASZ) w centralnej części złącza jest dwufazowa. Dominującym składnikiem fazowym są duże kryształy fazy Ni-Pd-Cr (91,5/4,5/4% at.) (rys. 77d, obszar 5 – tab. 30) o bardzo dużej twardości – 1162 HV. Widoczna jest również „siatka” wydzieleni fazy Pd-Ni-Si-B (52,8/19,1/18,3/9,8% at. – rys. 77d, obszar 4 – tab. 30). Nie wykonano pomiaru jej twardości ze względu na brak możliwości jej identyfikacji metodą mikroskopii świetlnej. Obserwowana mikrostruktura wydaje się być charakterystyczna dla złączy elementów z nadstopów niklu otrzymanych lutowanych przy użyciu stopu Palnicro 36M – podobny jej charakter wykazano dla nadstopu Hastelloy X w pracy [152]. Po umacnianiu wydzieleniowym również stwierdzono znaczące różnice składu chemicznego poszczególnych stref złącza. Stężenie boru w dwóch różnych obszarach DAZ (rys. 77f, obszar 2 i 3 – tab. 31) oraz identyfikacja wydzieleni faz(y) Nb-Ti-B (73,2/16,6/10,2% at.) wskazuje na dyfuzję jego atomów z materiału lutowniczego. W porównaniu do stanu tylko przesyconego, zmianie uległa budowa fazowa strefy ASZ – zmniejszyła się objętość względna i rozmiar wydzieleni fazy Ni-Pd-Cr oraz zawartość w niej palladu (rys. 77f, obszar 5 – tab. 31). Zmniejszeniu uległa również objętość względna fazy palladowej Pd-Ni-Si-B. Trudno jednoznacznie stwierdzić, że podczas operacji starzenia (zakończonych szybkim chłodzeniem) zachodzi dalsze rozpuszczenie palladu w roztworze stałym γ -Ni, ponieważ analizowana szczelina lutownicza była o ok. 20% węższa od szczeliny w złączu przesyconym. Mikrostruktura pasm pomiędzy strefą ISZ i rdzeniem materiału rodzimego zasadniczo nie różniła się względem stanu nieobrobionego cieplnie (rys. 77f). W roztworze stałym tworzącym ISZ (rys. 77f, obszar 7 – tab. 31) nie stwierdzono obecności MPD – roztwór ten tworzą nikiel – 60% at., pallad – 23,2% i chrom – 16,8%. Umocnienie wydzieleniowe, zgodnie z oczekiwaniami, spowodowało zwiększenie twardości materiału rodzimego (395 HV).

Tabela 29. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/790 (rys. 77b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka								
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L
I/790		[% mas.]								
	1	-	-	-	0,3	0,5	99,2	-	-	-
	2	-	-	-	0,4	0,9	98,7	-	-	-
		[% at.]								
	1	-	-	-	,3	0,5	99,2	-	-	-
	2	-	-	-	0,5	0,9	98,6	-	-	-



Rys. 77. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwanym w 790°C (a,b), poprawie lutowania z przesycaniem (c,d) i starzeniu (e,f)

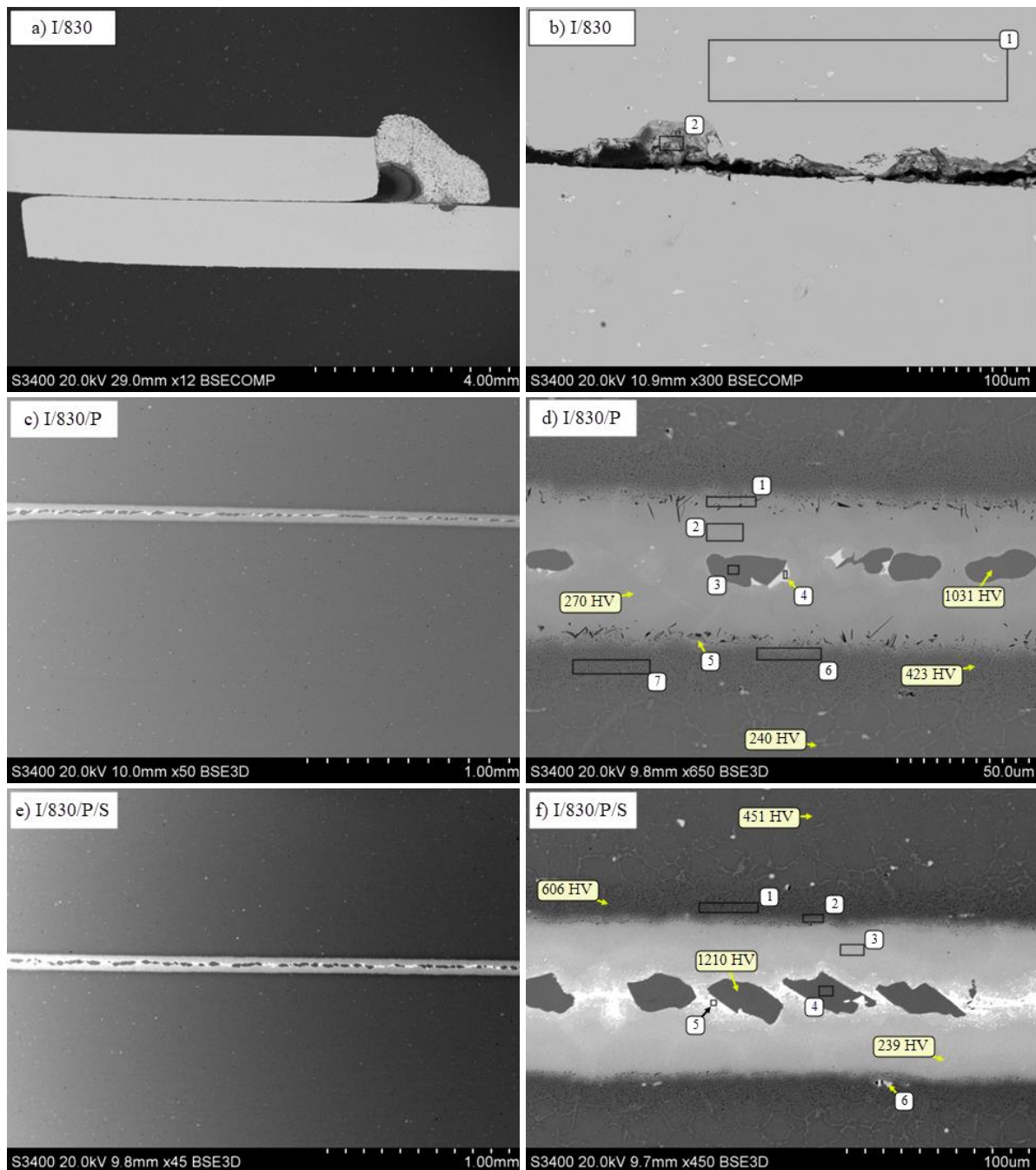
Tabela 30. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/790/P (rys. 77d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/790/P		[% mas.]									
	1	1,0	-	1,0	19,6	17,9	50,5	6,3	3,7	-	
	2	0,5	-	-	17,1	10,4	53,1	3,7	2,9	12,3	
	3	-	0,5	-	12,4	0,8	47,6	0,3	0,2	38,2	
	4	1,2	6,1	-	-	-	12,4	-	-	80,3	
	5	-	-	-	3,5	-	88,7	-	-	7,8	
	6	0,4	-	1,1	19,2	19,6	50,4	5,8	3,5	-	
			[% at.]								
	1	8,2	-	1,2	22,1	19,9	42,4	4,0	2,2	-	
	2	2,1	-	-	20,3	12,1	54,0	2,5	1,9	7,1	
	3	-	1,3	-	16,4	1,0	56,2	0,2	0,1	24,8	
	4	9,8	18,3	-	-	-	19,1	-	-	52,8	
5	-	-	-	4,0	-	91,5	-	-	4,5		
6	2,0	-	1,3	21,6	20,5	48,7	3,7	2,2	-		

Tabela 31. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/790/P/S (rys. 77f)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/790/P/S		[% mas.]									
	1	2,4	-	10,3	-	-	-	87,3	-	-	
	2	1,0	-	-	19,7	19,4	50,4	6,0	3,5	-	
	3	0,2	-	1,0	18,7	19,5	52,2	5,5	2,9	-	
	4	0,4	-	-	17,5	12,2	52,4	5,0	3,0	9,5	
	5	-	-	-	3,4	-	88,6	-	-	8,0	
	6	1,7	4,4	-	4,7	-	23,8	-	-	65,4	
	7	-	-	-	12,7	-	51,3	-	-	36,0	
			[% at.]								
	1	10,2	-	16,6				73,2	-	-	
	2	7,0	-	-	22,3	20,4	44,4	3,8	2,1	-	
	3	4,1	-	1,2	21,0	20,6	47,9	3,5	1,8	-	
	4	6,8	-	-	20,7	13,8	48,0	3,3	1,9	5,5	
	5	-	-	-	4,0	-	91,4	-	-	4,6	
6	9,9	12,2	-	7,0	-	33,5	-	-	37,4		
7	-	-	-	16,8	-	60,0	-	-	23,2		

W złączu z procesu przerwano w temperaturze wyższej – 830°C (I/830) – również nie zaobserwowano wypełnienia szczeliny lutem – pastę lutowniczą zidentyfikowano w miejscu jej aplikowania (rys. 78a, tab. 32). W złączu I/830/P, po poprawie lutowania z przesycaniem, uzyskano mikrostrukturę analogiczną do złącza I/790/P. Ze względu na znacznie mniejszą szerokość szczeliny lutowniczej (ok. 60 μm), otrzymano znacznie węższą strefę krystalizacji atermicznej, o takiej samej morfologii oraz składzie fazowym – złożoną z wydzieleni faz Ni-Pd-Cr (rys. 78d, obszar 3 – tab. 33) oraz bogatej w pallad Pd-Ni-Si-B-Cr (rys. 78d, obszar 4 – tab. 33) – jak analogiczna strefa w złączu I/790/P. Również potwierdzono wysoką twardość fazy Ni-Pd-Cr – 1031 HV. Podobnie do złącza I/790/P obserwowano obecność drobnych, w przeważającej części iglastych wydzieleni w obszarze ISZ sąsiadującym z materiałem rodzimym (rys. 78d, obszary 1 i 5 – tab.33). Tworzą je przede wszystkim składniki materiału rodzimego – Fe, Nb i Mo (rys. 78d, obszary 1, 5) w wyniku procesów dyfuzji i/lub rozpuszczania materiału podłoża przez ciekły lut. Głębokość strefy dyfuzyjnej wyniosła ok. 25 μm. Skład chemiczny (rys. 78d, obszary 6 i 7 – tab. 33) oraz duża twardość DAZ (423 HV) potwierdzają obecność obserwowanych wcześniej faz, najprawdopodobniej borków. Bor stwierdzono w złączu tylko w strefie dyfuzyjnej oraz w wydzieleniach fazy Pd-Ni-Si-B-(Cr), co podkreśla decydującą jego rolę w kształtowaniu mikrostruktury DAZ i ASZ w złączach Inconel 718/Palnicro 36M. Przeprowadzenie operacji starzenia skutkowało dalszą ewolucją mikrostruktury, analogiczną do złącza I/790/P/S (rys. 77f, rys. 78f). W wydzieleniach fazy Pd-Ni-Si-B zwraca uwagę mniejsza zawartość krzemu, w porównaniu do stanu przesyconego – z 19 do 13 % at. (rys. 78f, obszar 5 – tab. 34). Zwiększenie twardości materiału rodzimego z 240HV po przesycaniu (rys. 78d) do 451HV po starzeniu, w tym strefy DAZ – z 423HV do 606HV, odpowiednio – wskazuje na wydzielenie się fazy umacniającej γ”.



Rys. 78. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwanym w 830°C (a,b), poprawie lutowania z przesycaniem (c,d) i umacnianiu wydzieleniowym (e,f)

Tabela 32. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/830 (rys. 78b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka								
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L
I/830	1	-	-	1,0	18,6	19,8	51,3	6,2	2,9	-
	2	-	-	1,1	16,0	16,6	62,4	2,4	1,5	-
	1	-	-	1,3	20,8	20,6	51,6	3,9	1,8	-
	2	-	-	1,4	17,8	17,1	61,3	1,5	0,9	-

Tabela 33. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/830/P (rys. 78d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/830/P	1	-	-	-	12,2	7,8	52,8	1,3	1,0	24,9	
	2	-	-	-	11,8	1,0	52,0	-	-	35,2	
	3	-	-	-	4,4	-	87,8	-	-	7,8	
	4	2,0	6,6	-	1,3	-	13,7	-	-	76,4	
	5	-	-	1,5	6,4	3,1	74,3	11,3	1,1	2,3	
	6	0,9	-	-	18,5	15,3	51,8	5,1	3,3	5,1	
	7	1,2	-	1,0	20,3	20,0	51,5	6,0	-	-	
	[% at.]										
	1	-	-	-	15,3	9,1	58,7	0,9	0,7	15,3	
	2	-	-	-	15,5	1,3	60,6	-	-	22,6	
	3	-	-	-	5,1	-	90,5	-	-	4,4	
	4	9,7	19,0	-	2,1	-	19,0	-	-	50,2	
	5	-	-	1,9	7,5	3,4	77,7	7,5	0,7	1,3	
	6	6,3	-	-	21,3	16,4	47,8	3,3	2,0	2,9	
7	7,5	-	1,2	22,6	20,7	44,3	3,7	-	-		

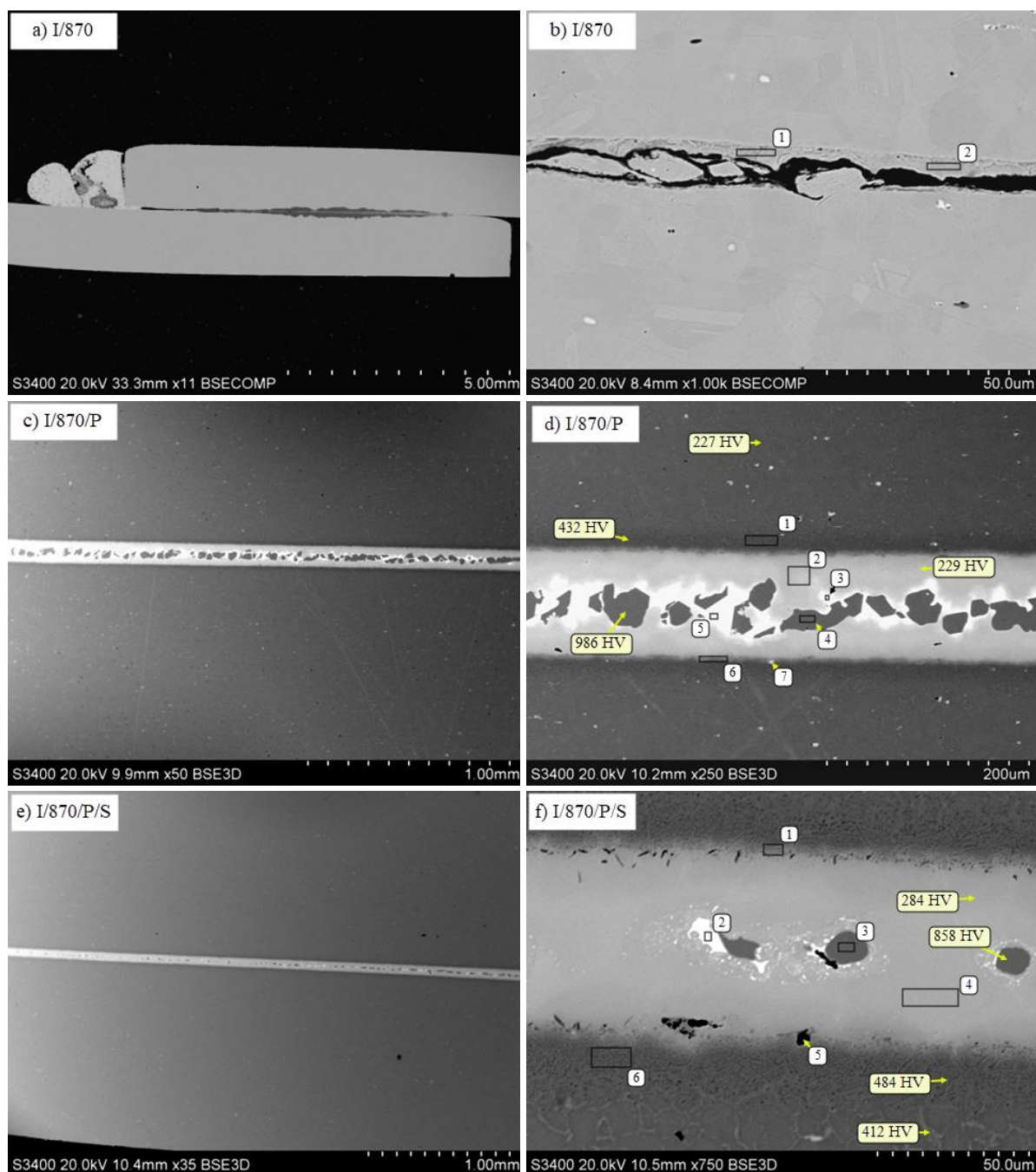
Tabela 34. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/830/P/S (rys. 78f)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/830/P/S	1	1,0	-	-	19,8	18,5	51,5	5,8	3,3	-	
	2	0,4	-	-	18,3	12,0	51,3	3,5	3,1	11,4	
	3	-	0,5	-	11,0	2,0	53,4	-	-	33,1	
	4	-	-	-	2,2	-	90,4	-	-	7,4	
	5	2,0	4,7	-	3,8	-	21,9	-	-	67,6	
	6	3,1	-	7,1	3,8	1,3	3,6	81,1	-	-	
	[% at.]										
	1	9,9	-	-	22,3	20,5	41,6	3,7	2,0	-	
	2	6,5	-	-	21,7	13,3	47,6	2,3	2,0	6,6	
	3	-	1,3	-	14,2	2,4	61,2	-	-	20,9	
	4	-	-	-	2,6	-	93,2	-	-	4,2	
	5	11,0	13,0	-	5,8	-	31,7	-	-	38,5	
6	13,4	-	10,8	5,3	1,7	4,5	64,3	-	-		

W kolejnym etapie badań analizowano złącze lutowane w procesie przerwany w temperaturze 870°C. Obserwacje jego mikrostruktury wskazują na bardziej zaawansowany proces topnienia lutu w miejscu jego aplikacji (rys. 79a), w porównaniu z przerwaniem w niższej temperaturze, jednak nie umożliwiającym całkowitego wypełnienia szczeliny lutowniczej (rys. 79b, tab. 35). Mikrostruktura złącza po poprawie lutowania, dla szerokości szczeliny ok. 100 μm, jest zbliżona do dwóch poprzednio analizowanych złączy na tym samym etapie procesu, z odpowiednio większym udziałem obydwu składników fazowych tworzących ASZ (efekt rozmiaru szczeliny lutowniczej – rys. 79c). Wykazano obecność twardych (986 HV) wydzieleń fazy Ni-Pd-Cr oraz bogatej w pallad Pd-Ni-Si-B-Cr (rys. 79d, tab. 36). Po starzeniu zmniejszyła się objętość strefy ASZ (rys. 79f). Nie stwierdzono istotnych różnic składu chemicznego w analogicznych mikroobszarach złącza w stanie przesyconym i starzonym (tab. 37).

Tabela 35. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/870 (rys. 79b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka								
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L
I/870	1	-	-	-	1,6	2,1	96,3	-	-	-
	2	-	-	-	0,9	1,3	97,8	-	-	-
		[% at.]								
	1	-	-	-	1,8	2,2	96,0	-	-	-
	2	-	-	-	1,0	1,4	97,6	-	-	-



Rys. 79. Mikrostruktura złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwany w 870°C (a,b), poprawie lutowania z przesycaaniem (c,d) i starzeniu (e,f)

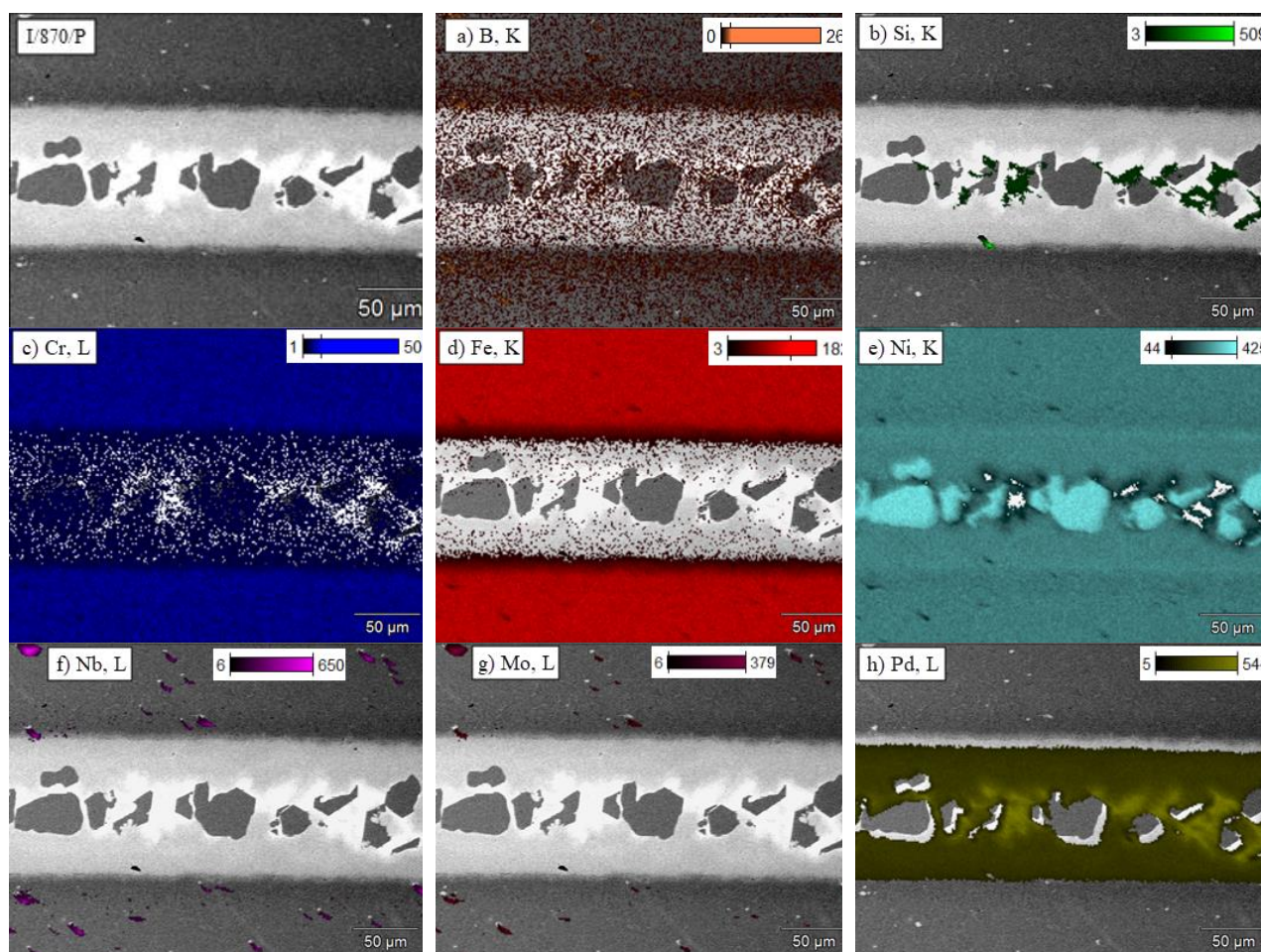
Tabela 36. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/870/P (rys. 79d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/870/P		[% mas.]									
	1	1,6	0,2	-	19,4	19,2	50,4	5,9	3,2	0,1	
	2	-	-	-	11,9	1,1	51,1	-	-	35,9	
	3	1,0	5,7	-	1,9	-	14,6	-	-	76,8	
	4	-	-	-	3,7	-	88,0	-	-	8,3	
	5	-	5,7	-	2,0	-	15,1	-	-	77,2	
	6	0,9	-	-	17,3	12,2	52,4	3,6	3,4	10,2	
	7	1,2	-	6,0	1,9	-	3,6	87,3	-	-	
			[% at.]								
	1	9,9	0,4	-	22,1	20,4	41,3	3,7	2,1	0,1	
	2	-	-	-	15,7	1,4	59,7	-	-	23,2	
	3	7,8	16,8	-	3,0	-	20,3	-	-	2,1	
	4	-	-	-	4,3	-	91,0	-	-	4,7	
	5	-	16,5	-	3,1	-	21,0	-	-	59,4	
6	8,1	-	-	21,1	13,4	46,7	2,6	2,2	5,9		
7	9,0	-	9,7	2,9	-	4,8	73,6	-	-		

Tabela 37. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/870/P/S (rys. 79f)

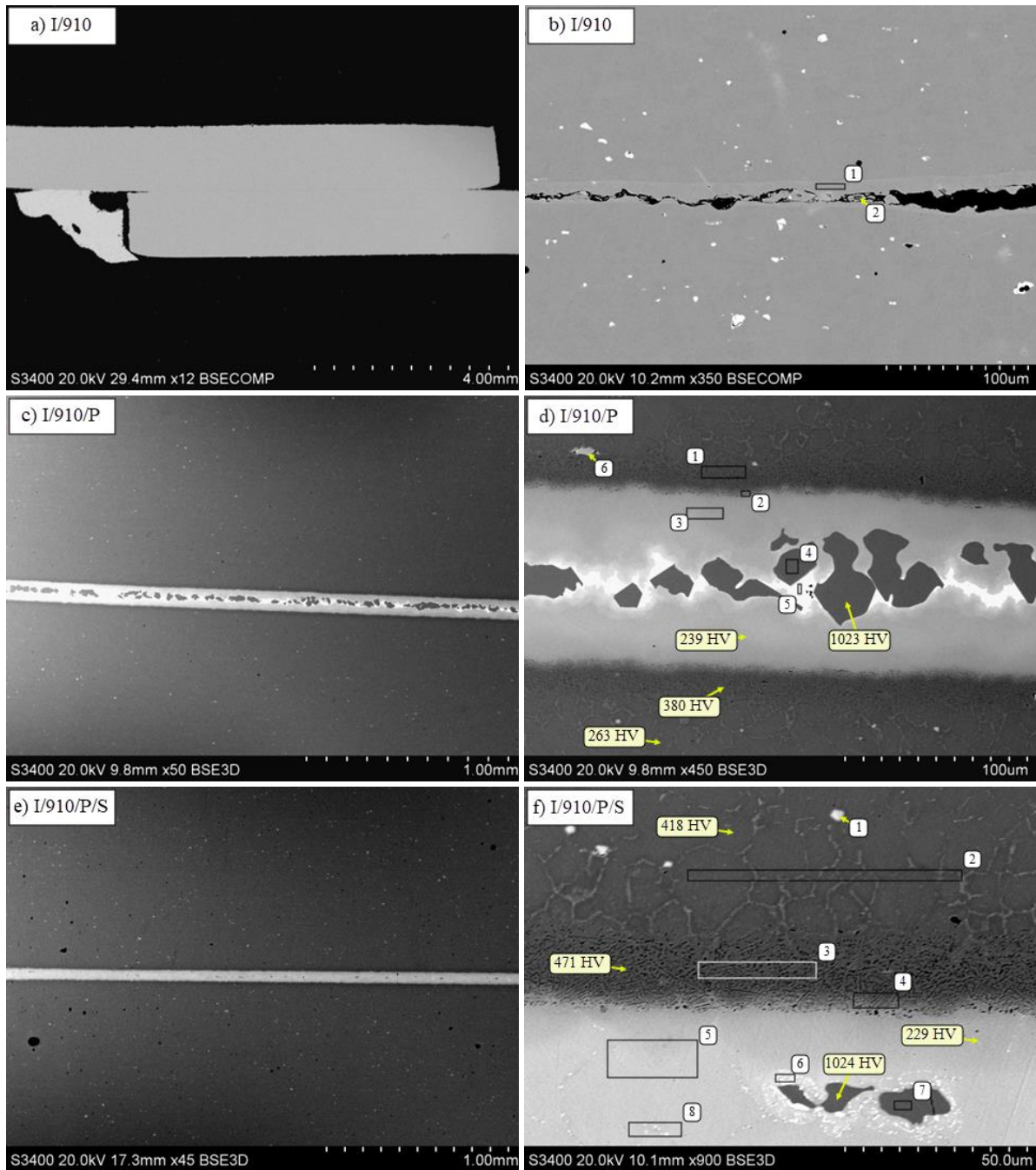
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/870/P/S		[% mas.]									
	1	0,6	-	-	17,8	11,4	51,6	3,7	3,2	11,7	
	2	-	6,5	-	1,5	-	9,7	-	-	82,3	
	3	-	-	-	2,9	-	89,3	-	-	7,8	
	4	-	0,7	-	9,9	0,9	54,7	-	-	33,8	
	5	-	-	82,0	-	-	-	18,0	-	-	
	6	1,2	-	-	19,7	18,2	51,5	5,9	3,5	-	
			[% at.]								
	1	6,6	-	-	21,1	12,6	48,4	2,5	2,0	6,8	
	2	-	19,2	-	2,4	-	13,8	-	-	64,6	
	3	-	-	-	3,3	-	92,2	-	-	4,5	
	4	-	1,7	-	12,8	1,1	63,0	-	-	21,4	
5	-	-	89,8	-	-	-	10,2	-	-		
6	8,4	-	-	22,3	20,2	43,3	3,7	2,1	-		

W celu lepszego zrozumienia procesu kształtowania mikrostruktury złączy przeprowadzono również analizę map rozmieszczenia powierzchniowego pierwiastków metodami SEM/EDS (rys. 80). Potwierdzono zwiększoną koncentrację boru w DAZ, świadcząca o jego dyfuzji z materiału lutowniczego i tworzeniu borków (rys. 80a). Mapy wskazują na niejednorodność chemiczną fazy (mieszaniny faz) współtworzącej z twardą fazą Ni-Pd-Cr strefę krystalizacji atermicznej (ASZ) – obszary zwiększonej koncentracji krzemu (rys. 80b) i zubożone w nikiel (rys. 80e).



Rys. 80. Mapy rozmieszczenia powierzchniowego pierwiastków na przekroju poprzecznym złącza I/870/P

Przerwanie procesu lutowania w temperaturze 910°C nadal nie pozwala wypełnić szczeliny lutowniczej (rys. 81b, tab. 38). Umożliwiła to poprawa lutowania, w wyniku którego ukształtowała się mikrostruktura złącza o cechach zbliżonych do opisanych poprzednio. Skład fazowy oraz morfologia strefy krystalizacji atermicznej (rys. 81c,d) nie odbiega od złącza po poprawie lutowania przerwanych w zakresie temperatury 790-870°C. Dominuje w niej faza Ni-Pd-Cr (93,2/4,3/2,5% at. – rys. 81d, obszar 4 – tab. 39). Objętość względna fazy Pd-Ni-Si-B (52,4/22,4/16,3/6,2% at. – rys. 81d, obszar 5 – tab. 39) wydaje się jednak mniejsza niż w mikrostrukturze złącza po lutowaniu przerwanych w niższej temperaturze, a następnie poprawianym i zakończonym przesycaaniem. Zaobserwowano natomiast ujednorodnienie mikrostruktury złącza w wyniku starzenia. Udział ASZ w mikrostrukturze złącza I/910/P/S był znacznie mniejszy (rys. 81e,f), choć i w tym przypadku nie można jednoznacznie przypisać tego starzeniu, ponieważ szerokość szczeliny w analizowanym złączu jest mniejsza niż w złączu przesyconym. Bezsprzecznie można stwierdzić, że starzenie spowodowało zwiększenie twardości DAZ do 471HV (rys. 81f) z wartości 380HV po przesycaaniu (rys. 81d). Zauważono przy tym, że obróbka cieplna nie wpływa na twardość fazy Ni-Pd-Cr – 1023HV po przesycaaniu i 1024 HV po starzeniu (rys. 81f).



Rys. 81. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwany w 910°C (a,b), poprawie lutowania z przesycaniem (c,d) i starzeniu (e,f)

Tabela 38. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/910 (rys. 81b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
		[% mas.]									
I/910	1	-	-	-	0,5	,9	98,6	-	-	-	
	2	-	-	0,6	13,1	15,1	64,5	4,0	2,7	-	
			[% at.]								
	1	-	-	-	0,6	0,9	98,5	-	-	-	
	2	-	-	0,7	14,9	16,0	64,1	2,6	1,7	-	

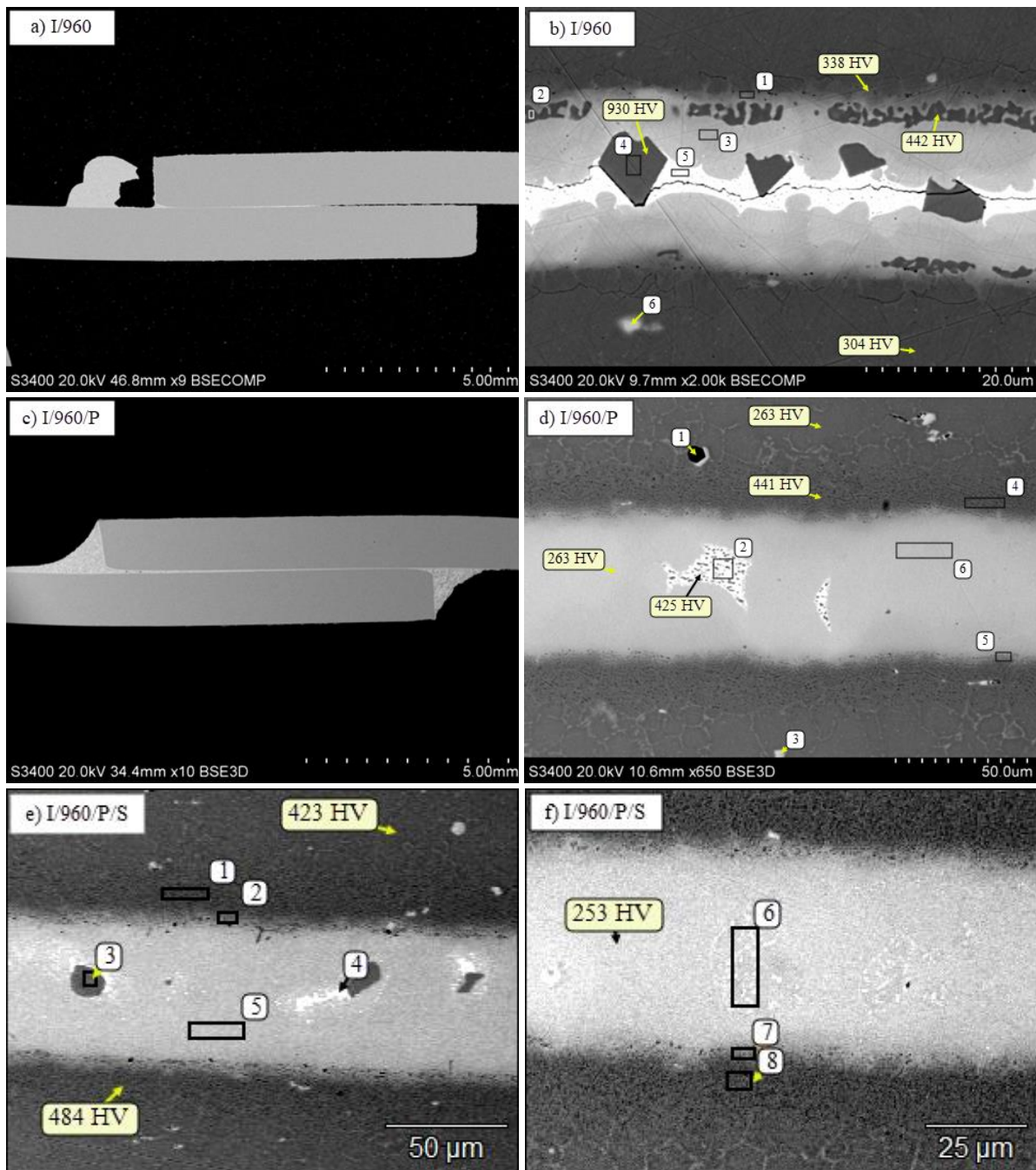
Tabela 39. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/910/P (rys. 81d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/910/P	1	1,1	-	1,1	19,5	18,7	50,7	5,5	3,5	-	
	2	1,8	-	-	16,2	9,1	52,5	3,0	2,5	14,7	
	3	-	0,5	-	11,2	1,3	53,6	-	-	33,3	
	4	-	-	-	2,1	-	90,3	-	-	7,5	
	5	0,9	5,6	-	1,7	-	15,2	-	-	76,6	
	6	1,8	-	9,8	-	-	-	88,4	-	-	
	[% at.]										
	1	4,2	-	1,3	21,9	20,6	46,4	3,5	2,1	-	
	2	8,1	-	-	19,5	12,2	47,8	2,0	1,7	8,7	
	3	-	1,2	-	14,6	1,6	61,6	-	-	21,1	
	4	-	-	-	2,5	-	93,2	-	-	4,3	
	5	6,2	16,3	-	2,7	-	22,4	-	-	52,4	
6	8,2	-	16,4	-	-	-	75,4	-	-		

Tabela 40. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/910/P/S (rys. 81f)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/910/P/S	1	2,5	-	10,1	-	-	-	87,5	-	-	
	2	-	-	1,1	19,0	19,7	50,7	6,0	3,4	-	
	3	1,8	-	1,0	19,2	17,4	51,8	5,6	3,2	-	
	4	0,4	-	-	18,5	14,3	53,2	5,1	3,1	5,4	
	5	-	0,6	-	10,8	1,1	53,4	-	-	34,1	
	6	0,5	0,9	-	9,9	-	52,2	-	-	36,5	
	7	-	-	-	2,6	-	90,6	-	-	6,8	
	8	-	0,7	-	10,4	-	54,9	-	-	34,0	
	[% at.]										
	1	11,5	-	16,2	-	-	-	72,3	-	-	
	2	-	-	1,3	21,5	20,7	50,6	3,8	2,1	-	
	3	10,0	-	1,2	21,6	20,3	41,4	3,5	2,0	-	
	4	7,2	-	-	21,4	15,8	47,3	3,3	1,9	3,1	
	5	-	1,5	-	14,0	1,3	61,5	-	-	21,7	
	6	8,1	2,3	-	13,0	-	53,1	-	-	23,5	
	7	-	-	-	3,0	-	93,2	-	-	3,9	
8	-	1,7	-	13,5	-	63,2	-	-	21,6		

W złączu z procesu przerwanego w temperaturze likwidus lutu Palnicro 36M – 960°C – stwierdzono ślady płynięcia lutu. Koresponduje to z wynikami badań makroskopowych (rozd. 5.1.2.2) oraz rozplywności (rozd. 5.1.2.7), gdzie ta temperatura przerwania również była wartością progową dla której obserwowano topnienie stopu lutowniczego. Szczelina lutownicza została wypełniona lutem do połowy długości zakładki (rys. 82a). Złącze utworzone na tym odcinku cechowała duża niejednorodność mikrostruktury, ze strefą ASZ utworzoną z ciągłego pasma fazy Pd-Ni-Si-B (rys. 82b, obszar 5 – tab. 41), z pojedynczymi krystalitami fazy Ni-Pd-(Cr) (rys. 82b, obszar 4 – tab. 41), choć zawartości chromu w jej składzie nie wykazano. Strefę lutu charakteryzowało pęknięcie, biegnące przez całą strefę ASZ – efekt, najprawdopodobniej, naprężeń cieplnych i odkształcenia blach w części złącza niewypełnionej ciekłym lutem. W ISZ przyległej do materiału rodzimego zaobserwowano pasmo globularnych wydzieleń (rys. 82b, obszar 2 – tab. 41) złożonych głównie z niklu (96,8 % at.) i znacznie mniejszej zawartości palladu i boru (tab. 41) – składników stopu lutowniczego, które po poprawie lutowania biorą udział w tworzeniu faz w strefach DAZ i ASZ.



Rys. 82. Mikrostruktura złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwany w 960°C (a, b), poprawie lutowania z przesycaniem (c,d) i starzeniu (e,f)

W procesie poprawy lutowania z przesycaniem ponowne stopienie stopu lutowniczego doprowadziło do całkowitego wypełnienia szczeliny. Stwierdzono znaczną niejednorodność szerokości szczeliny na przekroju złącza (rys. 82c), stąd analizę przeprowadzono w obszarze, gdzie jej wartość była zbliżona do nominalnego wymiaru montażowego – 50 μm . Mikrostruktura złącza w tym obszarze złożona jest głównie z roztworu stałego γ -Ni, zawierającego poza nikiem głównie pallad i chrom oraz żelazo i krzem (rys. 82d, obszar 6 – tab. 42). W centralnej części złącza nie obserwowano pasm faz Ni-Pd-(Cr) oraz Pd-Ni-Si-B-(Cr) typowych dla ASZ. Stwierdzono natomiast występowanie pojedynczych obszarów (o morfologii faz typowej dla mieszanin eutektycznych – rys. 82d, obszar 2 – tab. 42) zawierających nikiel i pallad (odpowiednio 41 i 33,4% at.), MPD – Si – 13,6% at. i B – 9,1% at. oraz chrom (2% at.).

Tabela 41. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/960 (rys. 82b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/960		[% mas.]									
	1	0,6	-	-	4,3	4,4	77,3	-	-	13,3	
	2	1,9	-	-	-	-	92,4	-	-	5,7	
	3	-	1,0	-	5,2	-	59,9	-	-	33,9	
	4	-	-	-	-	-	92,2	-	-	7,8	
	5	2,0	5,9	-	-	-	17,4	-	-	74,8	
	6	4,0	-	7,3	-	-	3,7	83,3	1,7	-	
			[% at.]								
	1	1,0	-	-	5,2	4,9	81,1	-	-	7,8	
	2	5,6	-	-	-	-	91,2	-	-	3,2	
	3	-	2,5	-	6,8	-	69,1	-	-	21,6	
	4	-	-	-	-	-	95,5	-	-	4,5	
5	8,8	16,8	-	-	-	26,6	-	-	47,8		
6	11,7	-	13,0	-	-	5,4	69,3	0,6	-		

Tabela 42. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/960/P (rys. 82c,d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/960/P		[% mas.]									
	1	-	-	79,5	-	-	-	20,5	-	-	
	2	1,9	5,1	-	1,4	-	31,1	-	-	60,5	
	3	2,8	-	10,1	-	-	-	87,1	-	-	
	4	1,1	-	1,0	19,4	18,1	51,6	5,4	3,4	-	
	5	1,4	-	-	13,5	13,3	58,4	3,1	3,0	7,3	
	6	-	0,5	-	11,7	3,1	50,7	-	-	33,9	
			[% at.]								
	1	-	-	88,3	-	-	-	11,7	-	-	
	2	9,1	13,6	-	2,0	-	41,0	-	-	33,4	
	3	12,9	-	18,2	-	-	-	68,9	-	-	
	4	6,8	-	1,2	21,9	19,5	44,8	3,7	2,1	-	
5	9,0	-	-	16,2	14,4	52,3	2,0	1,9	4,2		
6	-	1,2	-	15,2	3,8	58,3	-	-	21,5		

Tabela 43. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/960/P/S (rys. 82e,f)

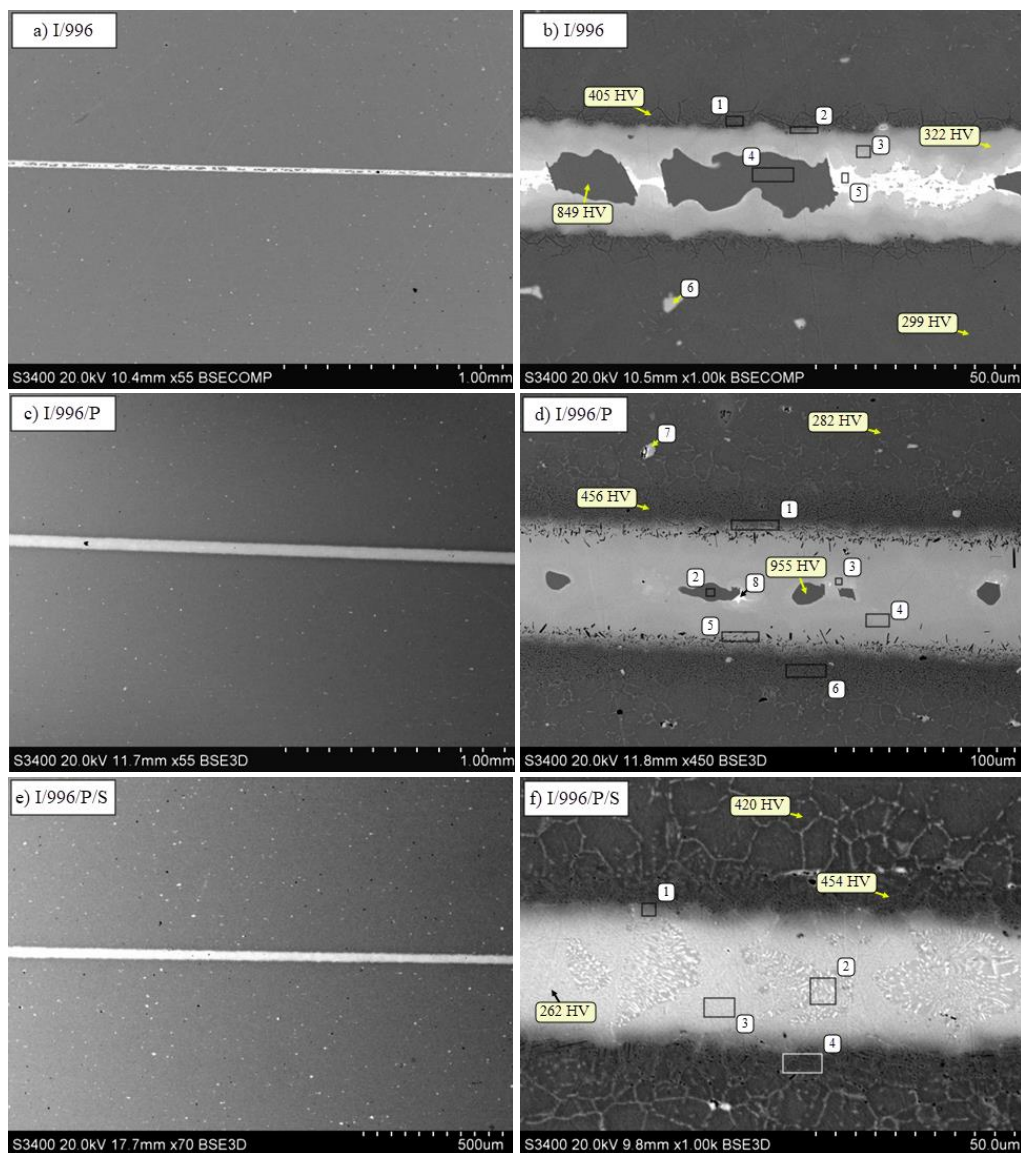
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/960/P/S		[% mas.]									
	1	2,1	-	-	19,9	16,1	50,6	8,5	2,8	-	
	2	0,9	0,3	-	18,1	11,1	50,1	6,2	2,5	10,9	
	3	-	-	-	3,1	-	87,1	2,2	-	7,6	
	4	1,1	6,1	-	3,1	-	14,7	-	-	75,0	
	5	-	0,6	-	11,5	1,4	49,8	2,4	-	34,3	
	6	2,2	1,4	-	8,7	1,7	48,2	2,5	-	35,3	
	7	1,7	0,3	-	17,1	11,8	50,2	6,2	2,3	10,3	
	8	1,2	0,2	-	19,3	19,1	48,9	8,7	2,6	-	
			[% at.]								
	1	11,0	-	-	22,6	19,2	40,1	5,4	1,7	-	
	2	8,2	0,6	-	21,6	12,4	45,2	4,1	1,6	6,3	
	3	-	-	-	3,6	-	90,5	1,5	-	4,4	
	4	9,4	17,4	-	4,7	-	21,5	-	-	47	
	5	-	1,6	-	15,1	1,7	57,9	1,7	-	22,0	
	6	10,8	3,4	-	11,5	2,1	47,8	1,8	-	22,6	
7	9,6	0,6	-	20,3	13,1	44,8	4,1	1,5	6,0		
8	8,5	0,4	-	21,9	20,2	41,8	5,5	1,6	-		

Twardość tej mieszaniny wynosiła 425HV, wyraźnie więcej niż roztworu stałego γ -Ni (263HV). Większa twardość DAZ – 441HV – w porównaniu z rdzeniem materiału rodzimego – 263HV – wydaje się potwierdzać obecność wydzieli borków. W złączu I/960/P/S (w stanie umocnionym wydzieleniowo) stwierdzono znacznie większy stopień ujednorodnienia mikrostruktury (rys. 82f). Fazy Ni-Pd-Cr (90,5/4,4/3,6% at. rys. 82e, obszar 3 – tab. 43 oraz Pd-Ni-Si-B (47/21,5/17,4/9,4% at. – rys. 82e, obszar 4 – tab. 43) występowały w postaci skupisk wydzieli, nie tworząc ciągłego pasma. Zwiększenie twardości DAZ i rdzenia materiału rodzimego potwierdza zajście procesów wydzieleniowych w wyniku przeprowadzonego starzenia (rys. 82e).

Kolejny etap analizy wpływu zakłócenia procesu lutowania złącza Inconel 718/Palnicro 36 obejmował jego przerwanie w temperaturze 996°C. W przyjętych warunkach doszło do całkowitego wypełnienia szczeliny lutowniczej, na pełnej długości zakładki (rys. 83a). W mikrostrukturze lutu stwierdzono występowanie ciągłej strefy krystalizacji atermicznej złożonej z wydzieli faz Ni-Pd-Cr (94,4/3,9/1,7% at. – rys. 83b, obszar 4 – tab. 44) i Pd-Ni-Si-B (48,8/25,3/17,7/8,2% at. – rys. 83b, obszar 5 – tab. 44) w osnowie roztworu stałego γ -Ni (rys. 3, obszar 3 – tab. 44). Obserwowano również strefę DAZ w materiale rodzimym, o głębokości nieprzekraczającej 10 μ m i wzbogaconej w bor (4,8% at. – rys. 83b, obszar 1 – tab. 44). Poprawa lutowania z przesycaaniem spowodowała większe ujednorodnienie mikrostruktury strefy lutu (rys 83c) i zmniejszenie objętości względnej faz w strefie ASZ – Ni-Pd-Cr (90,9/4,5/4,6% at. – rys. 83d, obszar 2 – tab. 45) i Pd-Ni-Si (57,8/24,7/15,3% at. – rys. 83d, obszar 8 – tab. 45). W strefie ISZ graniczącej z materiałem rodzimym, podobnie jak w złączach I/790/P, I/790/PS, I/830/P i I/870/P/S, zaobserwowano liczne, w przeważającej mierze iglaste, wydzielenia faz zawierających 8,9% at. żelaza (rys. 83d, obszar 5 – tab. 45). Faz tych, jak i charakterystycznej strefy ASZ, nie obserwowano w mikrostrukturze złącza starzonego (rys. 83f, tab. 46).

Tabela 44. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/996 (rys. 83b)

Złaczce	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/996	1	1,1	-	0,9	19,2	18,6	51,8	5,2	3,2	-	
	2	0,9	-	-	10,5	9,8	65,9	2,0	1,8	9,0	
	3	-	1,1	-	5,8	2,4	57,9	-	-	32,9	
	4	-	-	-	1,4	-	91,6	-	-	6,9	
	5	2,1	6,2	-	-	-	16,3	-	-	75,4	
	6	4,7	-	8,2	-	-	-	87,1	-	-	
	[% at.]										
	1	4,8	-	1,1	21,6	19,4	47,9	3,3	1,9	-	
	2	2,2	-	-	12,3	10,7	67,2	1,3	1,2	5,1	
	3	-	2,5	-	7,5	2,9	66,3	-	-	20,8	
	4	-	-	-	1,7	-	94,4	-	-	3,9	
	5	8,2	17,7	-	-	-	25,3	-	-	48,8	
6	11,9	-	16,2	-	-	-	71,9	-	-		



Rys. 83. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwany w 996°C (a,b), poprawie lutowania z przesycaaniem (c,d) i starzeniu (e,f)

Tabela 45. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/996/P (rys. 83d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/996/P		[% mas.]									
		1	0,6	-	-	17,1	9,4	54,3	3,6	3,2	11,8
		2	-	-	-	4,0	-	88,1	-	-	8,0
		3	-	5,2	-	4,5	-	20,1	-	-	70,3
		4	-	-	-	14,3	-	52,7	-	-	33,0
		5	0,4	0,3	-	16,0	7,7	48,5	1,3	1,4	24,5
		6	1,4	-	-	20,2	18,5	50,1	6,6	3,2	-
		7	2,0	-	8,1	-	-	-	89,9	-	-
		8	-	5,3	-	1,4	-	17,9	-	-	74,5
			[% at.]								
		1	2,9	-	-	20,3	10,5	54,9	2,4	2,1	6,9
		2	-	-	-	4,6	-	90,8	-	-	4,5
		3	-	14,4	-	6,8	-	26,9	-	-	51,9
		4	-	-	-	18,6	-	60,5	-	-	20,9
		5	2,2	0,6	-	19,9	8,9	51,6	0,9	1,0	14,9
		6	7,8	-	-	22,9	19,5	43,4	4,3	2,1	-
	7	9,6	-	13,7	-	-	-	76,7	-	-	
	8	-	15,3	-	2,2	-	24,7	-	-	57,8	

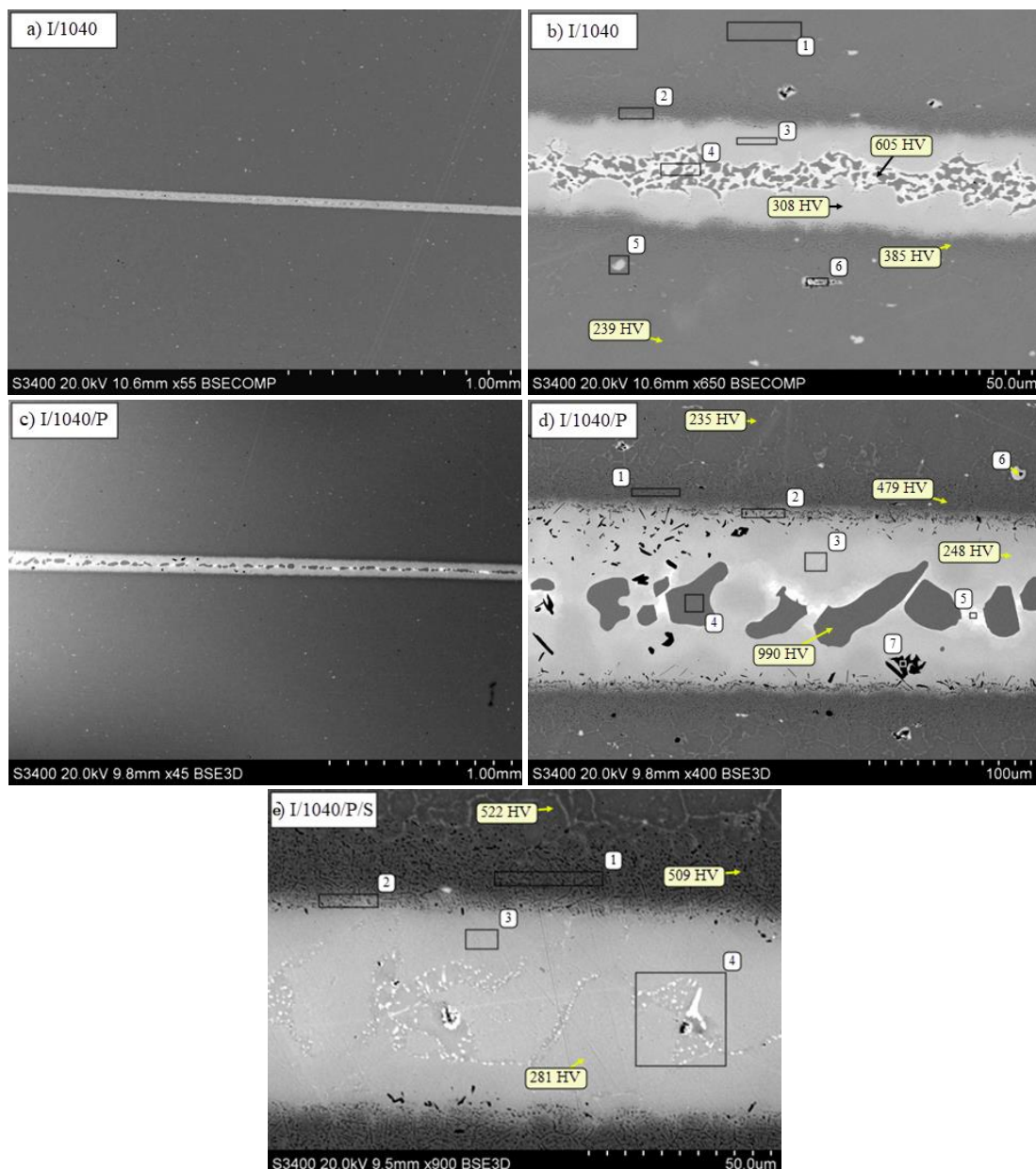
Tabela 46. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/996/P/S (rys. 83f)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/996/P/S		[% mas.]									
	1	0,6	0,4		13,6	13,5	56,2	5,6	1,5	8,7	
	2	0,3	1,5	0,4	6,7	3,6	59,7	3,7	0,0	24,1	
	3		1,1		7,7	5,3	58,1	4,1		23,7	
	4	1,2	0,3	0,8	18,4	16,9	51,8	8,2	2,3	1,2	
			[% at.]								
	1	6,1	0,8		16,0	14,7	52,7	3,7	1,0	5,0	
	2	5,5	3,4	0,5	8,3	4,1	60,9	2,6		14,7	
	3		2,5		9,7	6,1	64,3	2,9		14,5	
	4	9,7	0,6	1,0	20,9	17,9	42,5	5,3	1,4	0,7	

Mikrostrukturę złącza I/1040 po procesie lutowania przerwany w 1040°C, z całkowicie wypełnioną szczeliną (rys. 84a), cechuje odmienna morfologia faz strefy ASZ – najprawdopodobniej Ni-Pd-Cr w osnowie Pd-Ni-Si-B-(Cr) (rys. 84b obszar 4 – tab. 47). W materiale rodzimym utworzyła się strefa dyfuzyjna DAZ o głębokości ok. 15 µm. Po poprawie lutowania z przesycaniem w strefie ASZ obserwowano krystaliny fazy Ni-Pd-Cr (90,6/4,4/5% at. – rys. 84d, obszar 4 – tab. 48), o większym rozmiarze niż w złączu I/996/P (rys. 83d), co najprawdopodobniej wynika z innej szerokości szczeliny. Uwagę zwracają wydzielenia o nieregularnym kształcie, o dużej zawartości chromu (91,4% at.) i mniejszej boru (4,2% at.) – przypuszczalnie borku chromu (rys. 84d, obszar 7 – tab. 48). Skład chemiczny DAZ nie odbiega dla określonego w tej strefie w pozostałych złączach Inconel 718/Palnicro 36M (rys. 84d, obszar 1 – tab. 48). Po starzeniu nie obserwowano typowej dla strefy ASZ fazy Ni-Pd-Cr (rys. 84e). Wyniki pomiaru twardości wykazały znaczący efekt umocnienia wydzieleniowego materiału rodzimego.

Tabela 47. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/1040 (rys. 84b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/1040		[% mas.]									
	1	-	-	1,0	18,9	20,0	52,0	5,2	2,9	-	
	2	1,9	-	0,8	18,5	15,7	52,1	5,0	3,0	3,0	
	3	-	-	-	12,8	2,4	51,9	-	-	32,8	
	4	-	1,3	-	7,2	1,0	54,5	-	-	35,9	
	5	3,2	-	2,0	16,1	16,4	40,3	19,2	2,8	-	
	6	4,8	-	5,0	9,2	6,4	23,3	51,2	-	-	
			[% at.]								
	1	-	-	1,2	21,1	20,8	51,9	3,2	1,8	-	
	2	4,5	-	0,9	21,1	17,4	49,5	3,2	1,8	1,6	
	3	-	-	-	16,6	2,9	59,7	-	-	20,8	
	4	-	3,1	-	9,4	1,3	63,2	-	-	23,0	
	5	8,9	-	2,6	19,1	18,4	36,5	12,7	1,8	-	
6	10,7	-	6,6	11,3	10,8	25,4	35,2	-	-		



Rys. 84. Mikrostruktura złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwany w 1040°C (a,b), poprawie lutowania z przesycaaniem (c,d) i starzeniu (e)

Tabela 48. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/1040/P (rys. 84d)

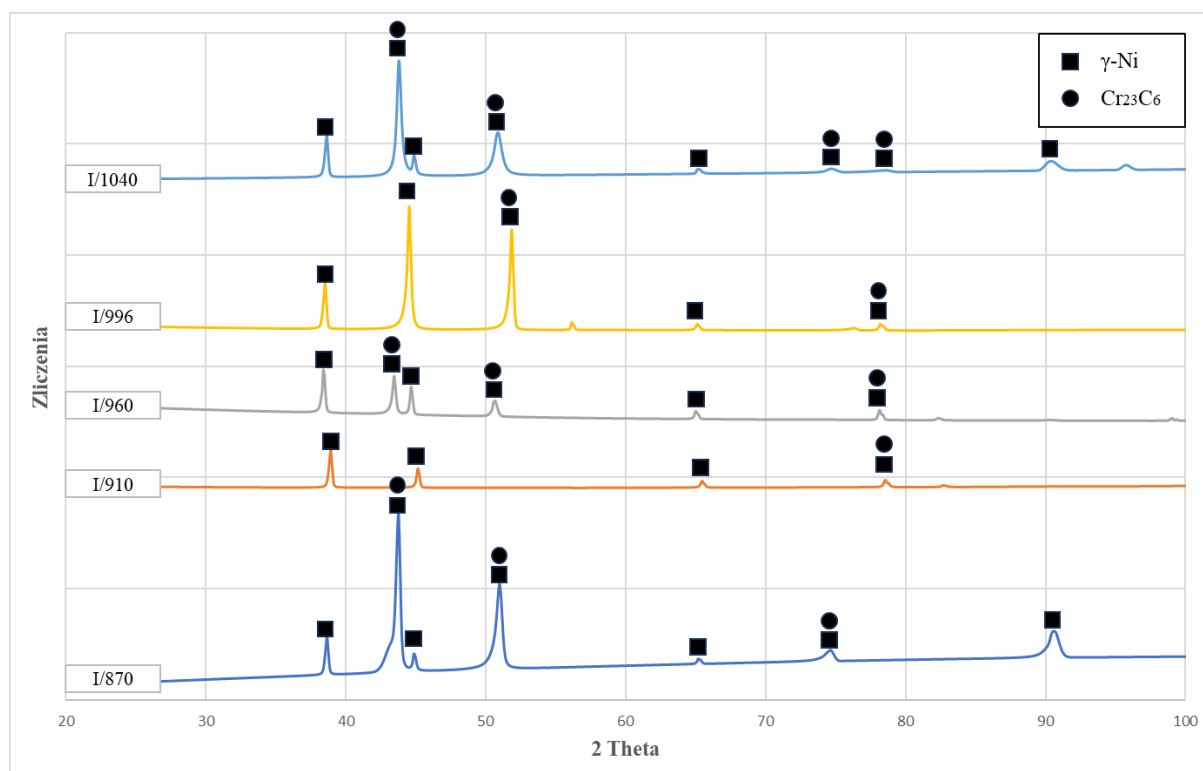
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/1040/P		[% mas.]									
		1	1,0	-	-	19,4	17,8	52,6	5,8	3,5	-
		2	0,4	-	-	17,2	9,5	52,2	2,4	2,7	15,7
		3	-	-	-	12,5	2,2	53,0	-	-	32,4
		4	-	-	-	4,3	-	88,0	-	-	7,7
		5	-	5,1	-	4,6	-	21,9	-	-	68,4
		6	1,9	-	8,7	-	-	-	89,4	-	-
		7	0,5	-	-	92,7	-	1,9	-	4,8	-
			[% at.]								
		1	6,3	-	-	21,9	18,7	47,4	3,6	2,1	-
		2	4,8	-	-	20,9	10,6	51,2	1,6	1,7	9,2
		3	-	-	-	16,1	2,6	60,8	-	-	20,5
		4	-	-	-	5,0	-	90,6	-	-	4,4
		5	-	14,1	-	6,9	-	29,0	-	-	50,0
	6	8,9	-	14,7	-	-	-	78,4	-	-	
	7	4,2	-	-	91,4	-	1,7	-	2,7	-	

Tabela 49. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/1040/P/S (rys. 84e)

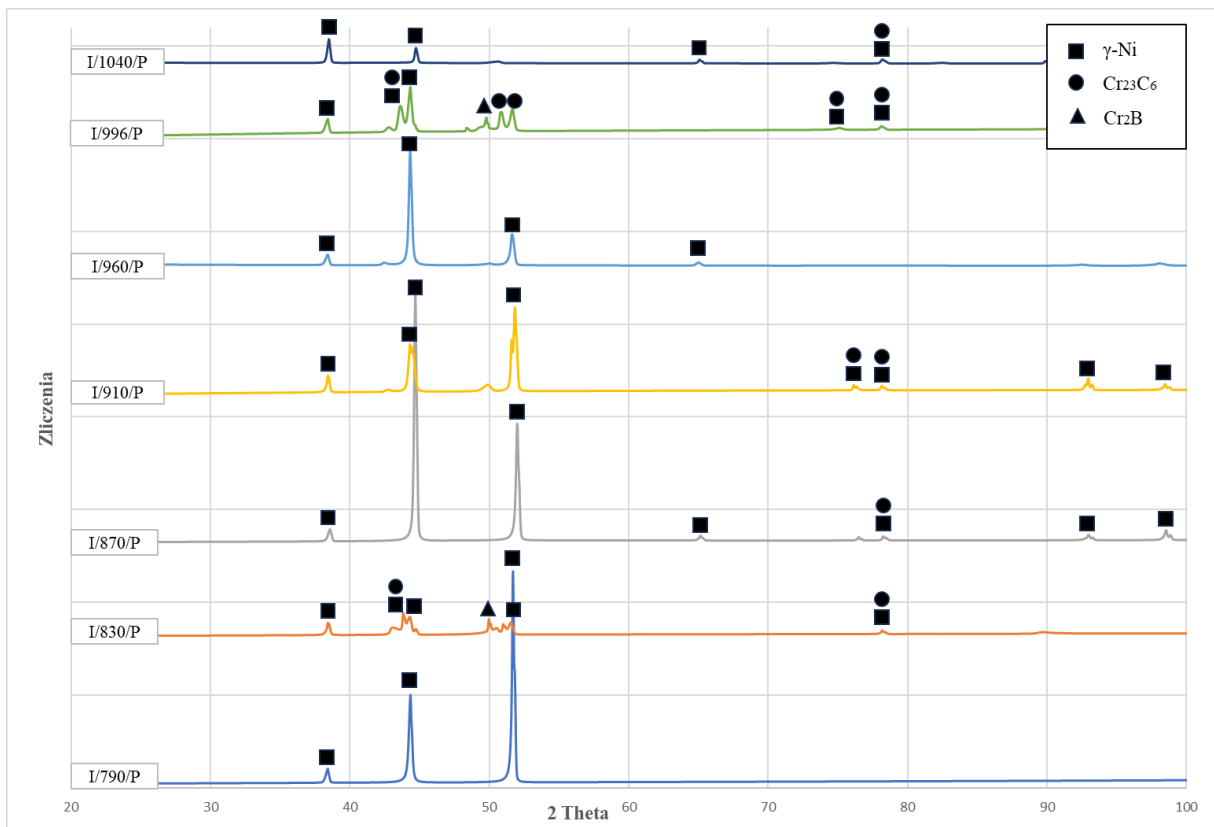
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
		[% mas.]									
I/1040/P/S	1	1,1	-	1,0	18,3	19,2	51,1	5,9	3,5	-	
	2	0,7	-	-	16,7	10,0	52,3	2,7	3,0	14,6	
	3	-	0,5	-	12,0	2,8	53,0	-	-	31,7	
	4	2,5	1,1	-	9,2	1,4	50,0	-	-	35,7	
			[% at.]								
	1	8,8	-	1,2	21,9	20,1	42,2	3,7	2,1	-	
	2	7,0	-	-	20,1	12,0	48,7	1,8	1,9	8,5	
	3	-	1,2	-	15,4	3,3	60,3	-	-	19,9	
4	11,4	2,6	-	12,1	1,7	49,4	-	-	22,8		

5.1.2.4. Dyfrakcja rentgenowska XRD

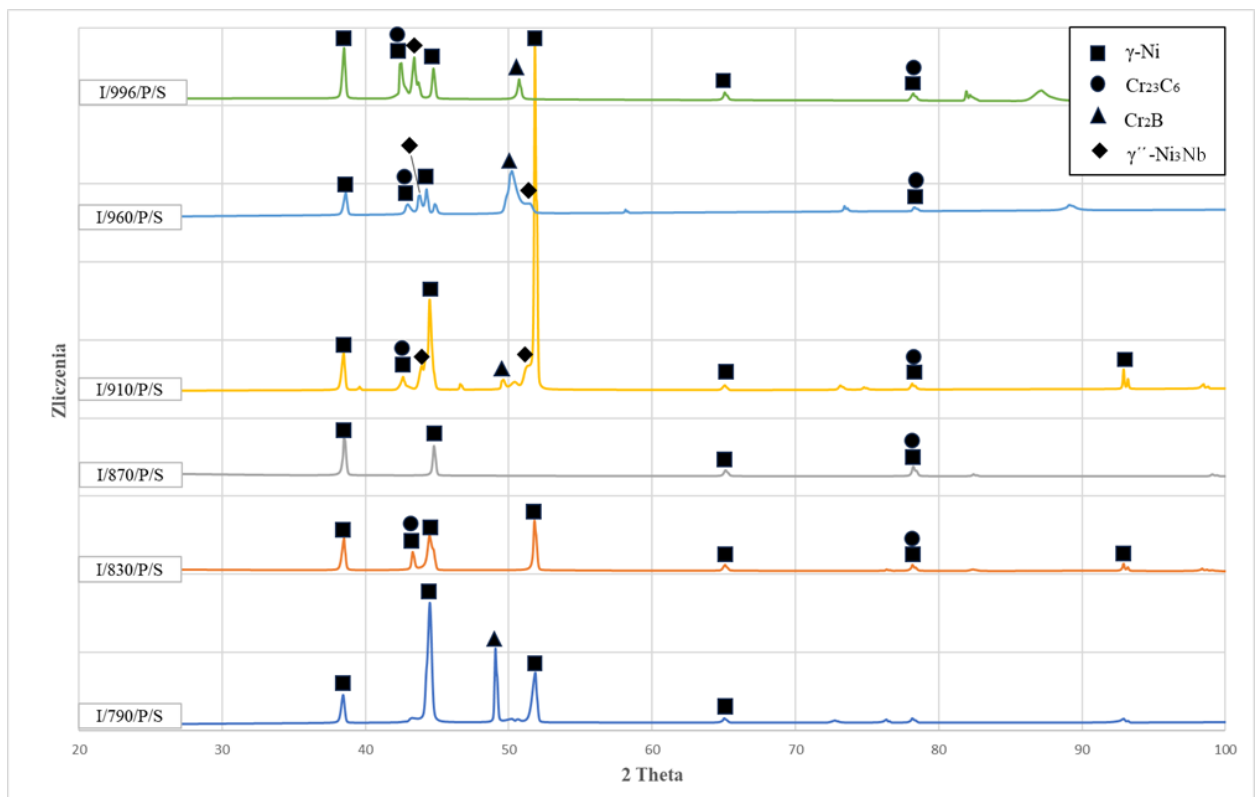
Rozmiar i geometria próbek złączy Inconel 718/Palnicro 36M, podobnie jak w przypadku konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Brze 1996, stanowiły ograniczenie w analizie dyfraktometrycznej. Dyfraktogramów dla złączy I/790 oraz I/830 nie poddano analizie, ze względu na zbyt małą intensywność pików. We wszystkich pozostałych przypadkach zidentyfikowano głównie piki pochodzące od roztworu stałego γ -Ni, stanowiącego osnowę, zarówno materiału rodzimego, jak i strefy lutu (rozd. 5.1.2.3) (rys. 85-87). Stwierdzono również obecność refleksów dyfrakcyjnych od węgla Cr_{23}C_6 . Jakość dyfraktogramów złożonych z pików pochodzących głównie z materiału rodzimego nie pozwoliła na ocenę zmian składu fazowego złączy powodowanej poprawą lutowania, zachodzących w mikroobszarach strefy dyfuzyjnej i lutu. Po poprawie lutowania nie można wykluczyć pików od fazy Cr_2B (rys. 86 – I/996/P). Po starzeniu złączy (rys. 87) zidentyfikowano piki odpowiadające fazie γ'' .



Rys. 85. Dyfraktogramy złączy Inconel 718/Palnicro 36M po przerwaniu procesu lutowania w temperaturze 870-1040°C.



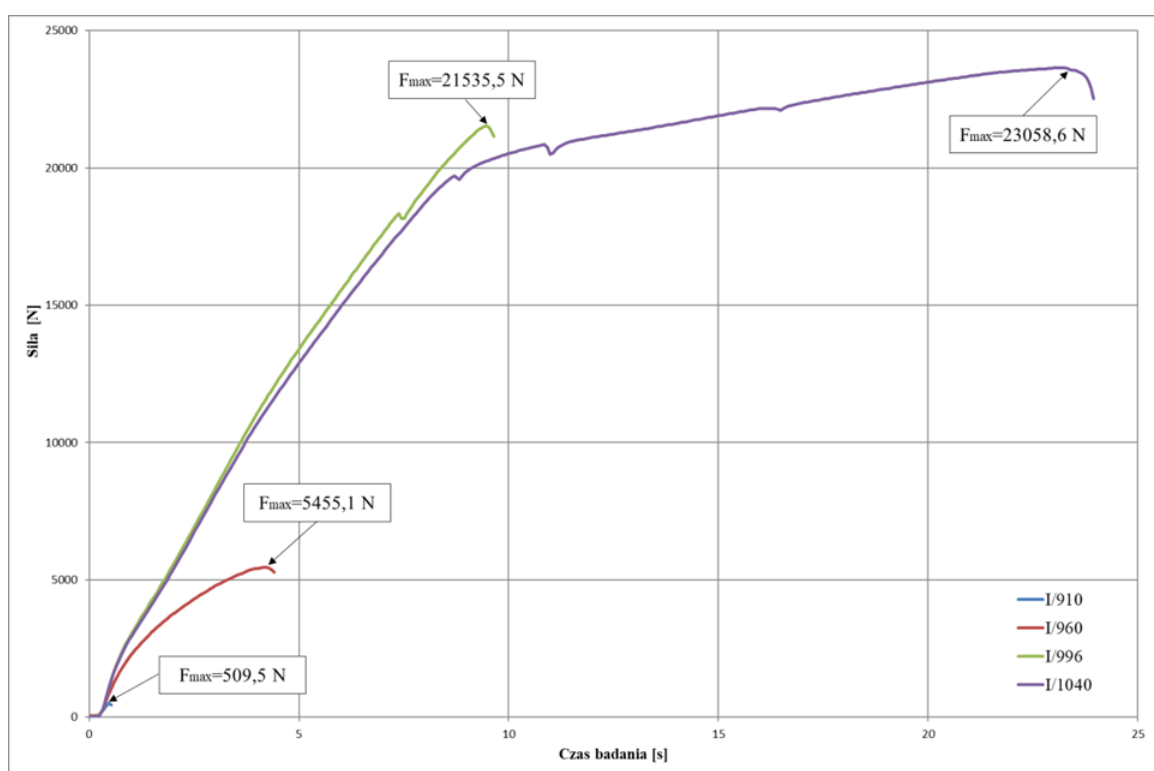
Rys. 86. Dyfraktogramy złączy Inconel 718/Palnicro 36M po przerwaniu procesie lutowania i jego poprawie połączonej z przesycaaniem



Rys. 87. Dyfraktogramy złączy Inconel 718/Palnicro 36M po poprawie procesu lutowania i starzeniu

5.1.2.5. Badania wytrzymałościowe

Badania wytrzymałości na ścinanie złączy Inconel 718/Palnicro 36M przeprowadzono na trzech etapach procesu technologicznego – bezpośrednio po przerwaniu lutowania (tab. 50, rys. 88), po poprawie lutowania z przesycaaniem (rys. 89, tab. 51) oraz po starzeniu (tabela 52, rys. 90). Wyniki zestawiono dla porównania na rys. 91 i 92. Przerwanie procesu nagrzewania w dolnym przedziale wartości analizowanego zakresu temperatury (790, 830, 870°C) skutkowało brakiem wypełnienia szczeliny przez lut, stąd próbki uległy zerwaniu w wyniku obciążenia wstępnego – dla siły < 200 N. W pozostałych przypadkach, analogicznie do pierwszej z badanych konfiguracji materiałów, zwiększenie temperatury przerwania oryginalnego procesu lutowania skutkowało większą wytrzymałością złączy na ścinanie (tab. 50, rys. 88, 91 i 92). Największą wytrzymałość na ścinanie określono dla złączy z procesów przerwanych w temperaturze 996 i 1040°C – ponad 215 MPa.



Rys. 88. Wyniki próby ścinania złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesach przerwanych w temperaturze: 910, 960, 996, 1040°C. Złącza z procesów przerwanych w temperaturze 790, 830 i 870°C uległy zerwaniu przy aplikacji siły wstępnej (200 N)

Tabela 50. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Inconel 718/Palnicro 36M po przerwanych procesach lutowania

Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
I/790	<200	3,17	25,62	81,22	-
I/830	<200	4,16	25,41	105,71	-
I/870	<200	4,11	25,50	104,81	-
I/910	509,54	3,83	25,68	98,35	5,18
I/960	5455,14	4,24	25,53	108,25	50,40
I/996	21535,52	3,92	25,54	100,12	215,10
I/1040	23642,20	3,98	25,55	101,69	232,50

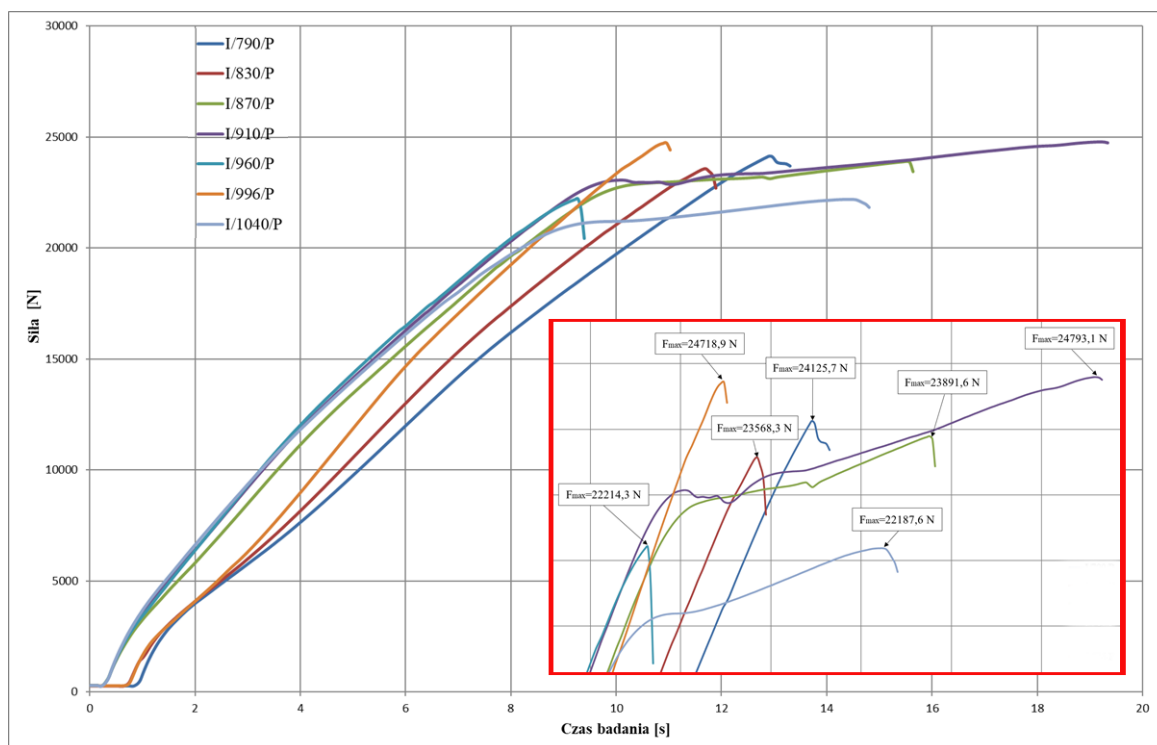
Złącza Inconel 718/Palnicro 36M po poprawie lutowania ulegały zerwaniu dla zbliżonej wartości siły > 2 kN (tab. 51, rys. 89, 91 i 92). Ich wytrzymałość na ścinanie szacuje się na 208-239MPa.

Tabela 51. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Inconel 718/Palnicro 36M po przerwanych procesach oraz poprawie lutowania z przesycaaniem

Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
I/790/P	24125,69	4,11	25,43	104,52	230,83
I/830/P	23568,26	4,13	25,46	105,15	224,14
I/870/P	23891,56	4,27	25,50	108,89	219,42
I/910/P	24793,09	4,07	25,49	103,74	238,98
I/960/P	22214,33	4,19	25,49	106,80	207,99
I/996/P	24718,94	4,25	25,44	108,12	228,63
I/1040/P	22187,56	3,86	25,51	98,47	225,33

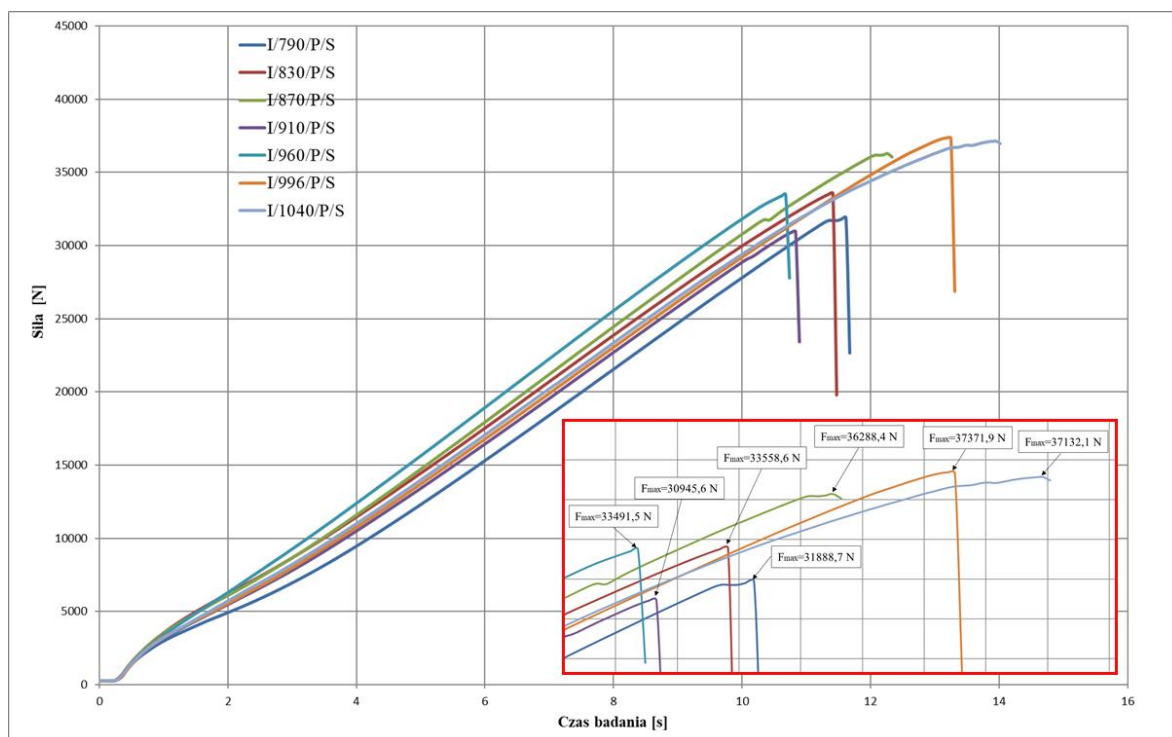
Tabela 52. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Inconel 718/Palnicro 36M po przerwanych procesach, poprawie lutowania z przesycaaniem oraz starzeniu

Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
I/790/P/S	31888,75	3,63	25,39	92,17	345,99
I/830/P/S	33558,58	3,91	25,55	99,90	335,92
I/870/P/S	36288,44	4,40	25,54	112,38	322,92
I/910/P/S	30945,56	4,22	25,48	107,53	287,80
I/960/P/S	33491,49	4,23	25,55	108,08	309,89
I/996/P/S	37371,88	4,13	25,44	105,07	355,70
I/1040/P/S	37132,14	3,81	25,45	96,96	382,95

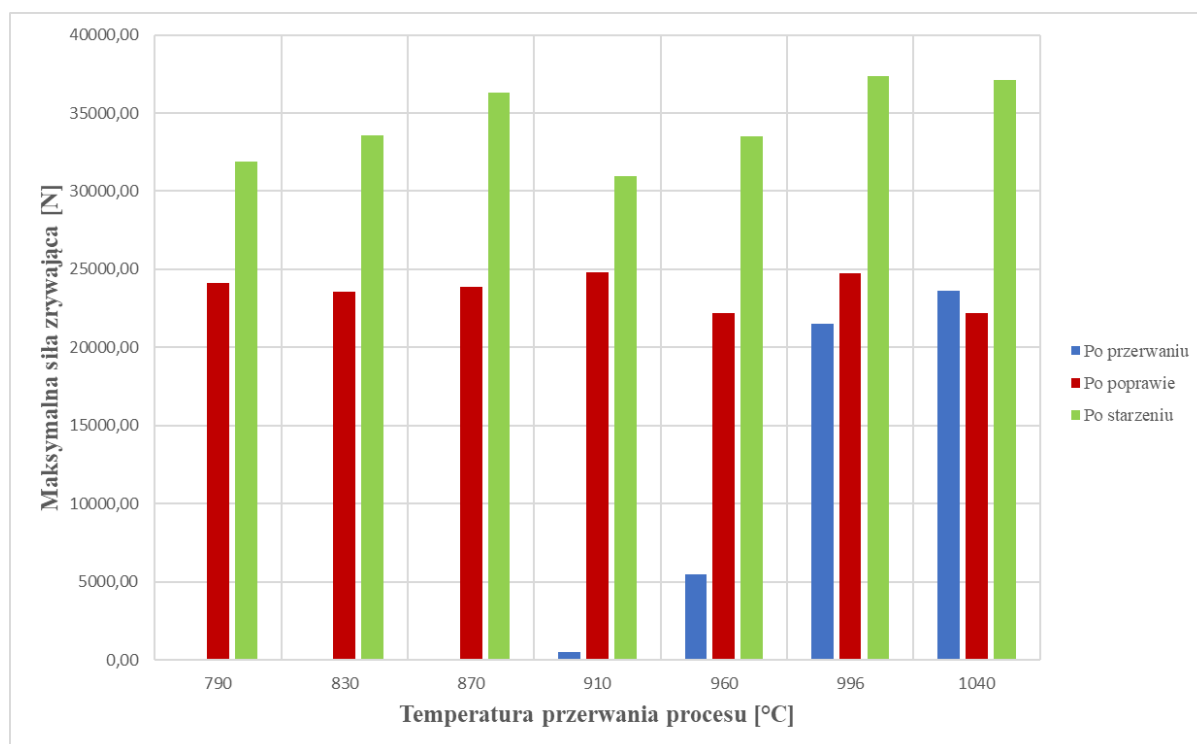


Rys. 89. Wyniki próby ścinania złączy Inconel 718/Palnicro 36M z procesów przerwanych w temperaturze: 790, 830, 870, 910, 960, 996 i 1040°C i po poprawie lutowania z przesycaaniem

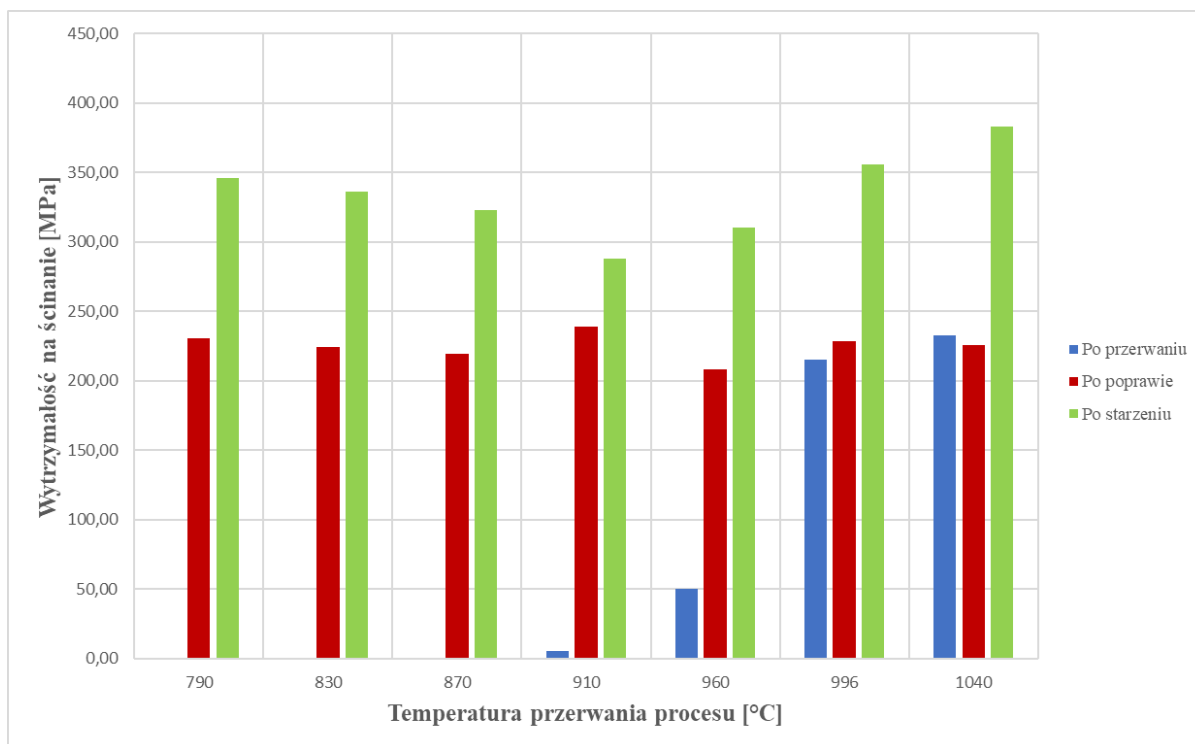
Największą wytrzymałością cechowały się złącza Inconel 718/Palnicro 36M w stanie umocnionym wydzieleniowo (tab. 52, rys. 90-92). Średnia wartość siły zrywającej w próbie ścinania wyniosła ok. 3,4 kN, natomiast wytrzymałości na ścinanie – 334 MPa. Stwierdzono znacząco większą rozbieżność wyników niż w przypadku złączy po poprawie lutowania.



Rys. 90. Wyniki próby ścinania złączy Inconel 718/Palnicro 36M z procesów przerwanych w temperaturze: 790, 830, 870, 910, 960, 996 i 1040°C, po poprawie lutowania z przesycaniem i starzeniu



Rys. 91. Wpływ temperatury przerwania procesu lutowania, poprawy lutowania i obróbki cieplnej na wartość maksymalnej siły zrywającej w próbie wytrzymałości na ścinanie dla konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M. Złącza z procesów przerwanych w temperaturze 790, 830 i 870°C uległy zerwaniu przy aplikacji siły wstępnej (<200 N)



Rys. 92. Wpływ temperatury przerwania procesu lutowania, poprawy lutowania i obróbki cieplnej na wytrzymałość na ścinanie dla konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M. Złącza z procesów przerwanych w temperaturze 790, 830 i 870°C uległy zerwaniu przy aplikacji siły wstępnej (<200 N)

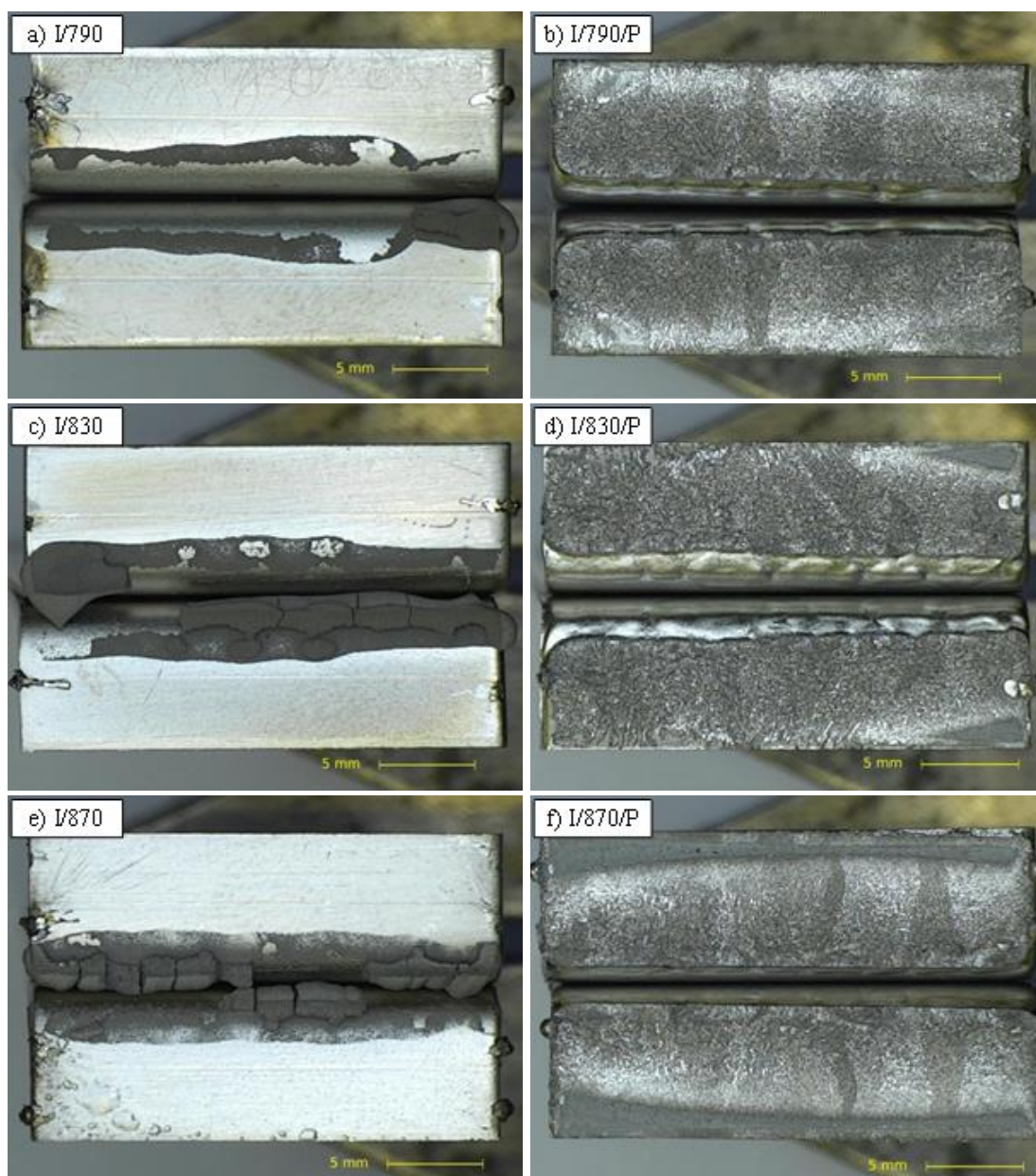
5.1.2.6. Próba odrywania

W próbie odrywania złączy Inconel 718/Palnicro 36 wszystkie próbki, zarówno z procesów przerwanych jak i powtórzonych, uległy zerwaniu w złączu, co umożliwia ocenę rzeczywistego pokrycia powierzchni łączonych lutem. W złączu I/790 lut uległ w większości wykruszeniu. Jego pozostałości można zaobserwować w miejscu aplikacji, natomiast na pozostałej powierzchni złącza, w tym w obszarze gdzie doszło do wykruszenia lutu, można zaobserwować połyskliwą, metaliczną powierzchnię, bez widocznych śladów zwilżania (Rys. 92a). Analogiczne obserwacje dotyczą złącza I/830 (Rys. 92c), wobec czego w obydwu tych przypadkach pokrycie przyjęto jako 0%. W kolejnych złączach, I/870 (Rys. 92e) oraz I/910 (Rys. 92g), lut w większości pozostał w miejscu pierwotnej aplikacji, przy czym w obszarze gdzie uległ wykruszeniu oraz w obszarze przyległym do miejsca aplikacji zaobserwowano matową, chropowatą powierzchnię, wskazującą na częściowe przetopienie stopu lutowniczego oraz częściowe zwilżenie powierzchni łączonych przez składniki lutu. Stopień pokrycia powierzchni łączonych lutem w przypadku obydwu tych złączy oszacowano na 5+/-5%. W procesie przerwany w temperaturze 960°C doszło już do przetopienia lutu, a na 10+/-5% powierzchni złącza stwierdzono wyraźne ślady zwilżania (Rys. 92i). Powierzchnie łączone ostatnich dwóch analizowanych złączy, z procesów przerwanych w 996 (Rys. 92k) oraz 1040°C (Rys. 92m), zostały pokryte lutem w 100%. Całkowite, 100% pokrycie powierzchni lutem, stwierdzono również we wszystkich złączach po procesie poprawy lutowania. W złączach I/830/P (Rys. 92d), I/870/P (Rys. 92f), I/960 (Rys. 92j) oraz I/1040/P (Rys. 92f) stwierdzono występowanie na powierzchni przelomów matowych obszarów odróżniających się od reszty powierzchni, zlokalizowanych na obrzeżach złącza i świadczących o zmianie charakteru dekohezji. Poza tymi obszarami nie zaobserwowano znaczących różnic w makrostrukturze

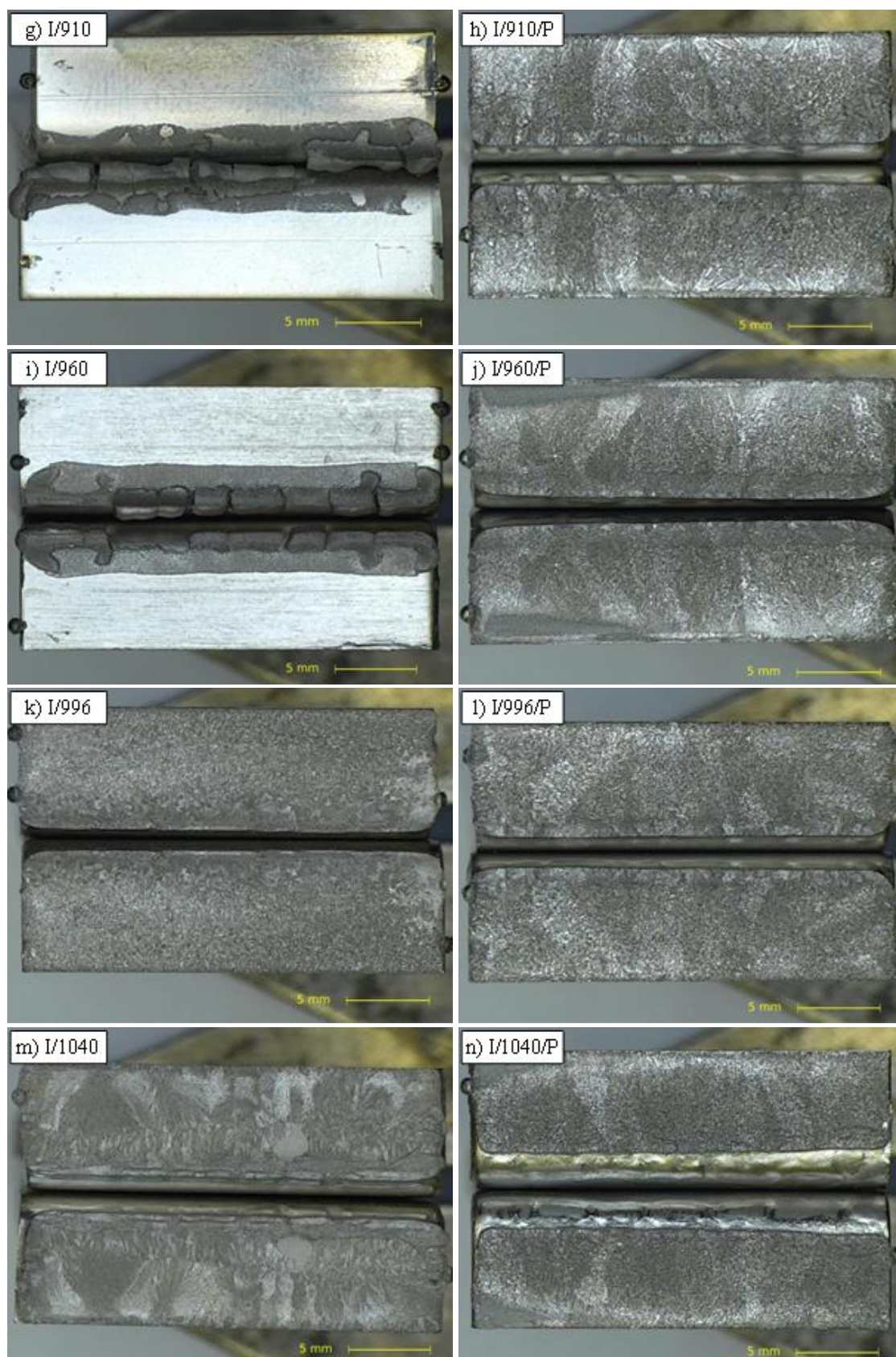
przełomów złączy po poprawie lutowania. Można natomiast zaobserwować wyraźne różnice pomiędzy makrostrukturą obydwu kompletnych złączy otrzymanych w przerwanych procesach (Rys. 92k,m), a makrostrukturą złączy po procesach poprawy, co również wskazuje na zmianę charakteru pęknięcia w zależności od etapu. Wyniki próby odrywania złączy Inconel 718/Palnicro 36M z tego segmentu badań zebrano w Tabeli 53.

Tabela 53. Wyniki próby odrywania złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesach lutowania przerwanych w zakresie temperatury 790-1040°C oraz po poprawie lutowania

Temperatura przerwania procesu [°C]	790	830	870	910	960	996	1040
Po przerwanych procesie lutowania							
Pokrycie [% , +/-5%]	0	0	5	5	10	100	100
Po poprawie lutowania							
Pokrycie [% , +/-5%]	100	100	100	100	100	100	100



Rys. 93. Widok powierzchni blach po próbie odrywania złączy Inconel 718/Palnicro 36M z procesów przerwanych w zakresie temperatury 790-1040°C (a, c, e, g, i, k, m) oraz po odpowiadającej im poprawie lutowania (b, d, f, h, j, l, n)



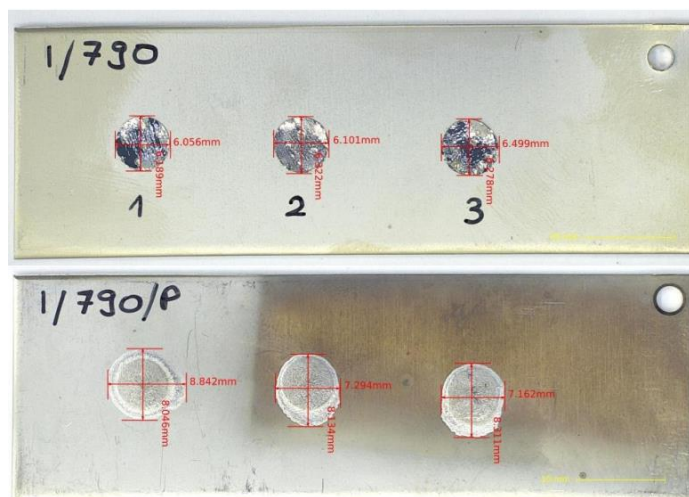
Rys. 93. Ciąg dalszy

5.1.2.7. Rozpływność

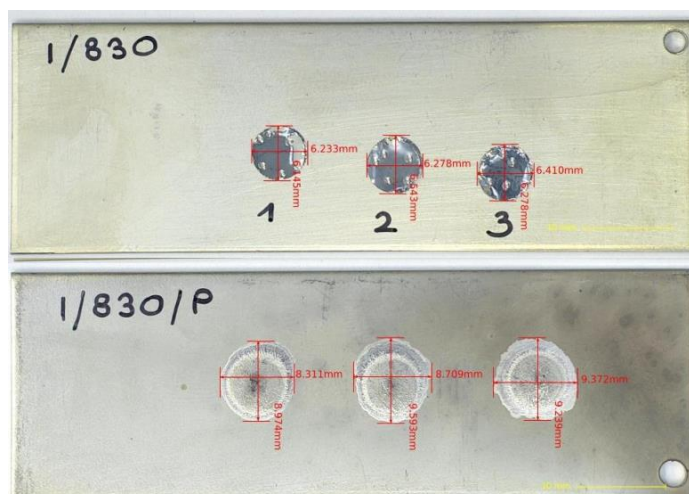
Wyniki badań rozpływności lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po przerwanych procesach lutowania nie różnią się zasadniczo do temperatury przerwania 910°C – nie doszło do stopienia lutu (rys. 94-97), a różnice zmierzonych wartości pola powierzchni lutu w tym wynikają z dokładności cięcia folii lutowniczej. Po procesie przerwanych w temperaturze 960°C stwierdzono stopienie lutu, jednak w stopniu niewystarczającym dla spodziewanego jego rozplątnięcia (rys. 98) – otrzymany wynik w tej próbie jest zbliżony do prób z nieprzetopioną folią. Warunki te były spełnione w procesach przerwanych w temperaturze 996 (rys. 99) oraz 1040°C (rys. 100), przy czym rozpływność lutu była większa dla wyższej temperatury przerwania procesu. Analogicznie do poprzedniej konfiguracji materiałów, w procesie poprawy lutowania w każdym z analizowanych przypadków doszło do ponownego topnienia i płynięcia lutu. Najlepszą rozpływność lutu ($\bar{P}_p = 100,33 \text{ mm}^2$) stwierdzono po poprawie lutowania przerwanych w najwyższej przyjętej temperaturze – 1040°C (rys. 100). Najgorszą rozpływność – $\bar{P}_p = 41 \text{ mm}^2$ – określono w próbce I/960/P, gdzie po przerwaniu oryginalnego procesu przetopieniu lutu nie towarzyszyło jego rozplątnięcie (rys. 98). Pozwala to stwierdzić, że przerwanie lutowania w temperaturze zbliżonej do likwidusu lutu, skutkujące jego przetopieniem i krystalizacją z ograniczonym płynięciem, może być czynnikiem w sposób najbardziej niekorzystny ograniczającym jego rozpływność w późniejszym procesie poprawy. Wyniki prób w tym segmencie zebrano w tab. 54 i zestawiono na rys. 101.

Tabela 54. Wyniki badań rozpływności stopu lutowniczego Palnico 36M na podłożu niklowanego nadstopu Inconel 718 w procesach przerwanych w zakresie temperatury 790-1040°C oraz po poprawie lutowania opracowane zgodnie z równaniami 4.1 i 4.2

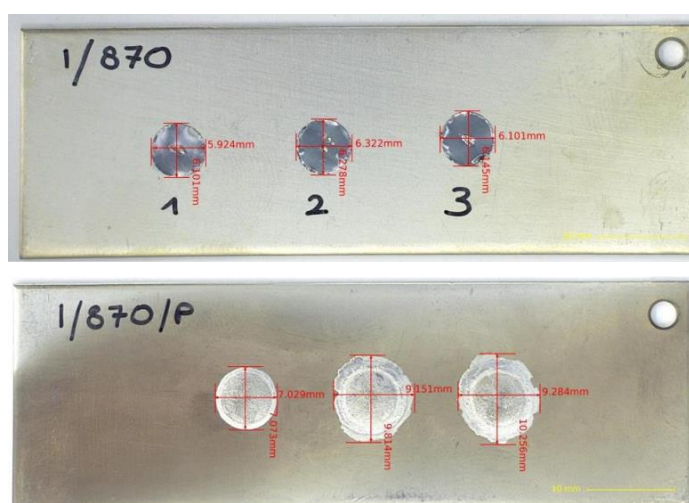
Złącze	d ₁ [mm]	d ₂ [mm]	Średnia	d ₃ [mm]	d ₄ [mm]	Średnia	d ₅ [mm]	d ₆ [mm]	Średnia	\bar{d} [mm]	\bar{P}_p [mm ²]
I/790	6,06	6,19	6,12	6,10	6,32	6,21	6,50	6,28	6,39	6,24	30,59
I/790/P	8,84	8,05	8,44	7,29	8,13	7,71	7,16	8,31	7,74	7,96	49,82
I/830	6,22	6,15	6,18	6,28	6,54	6,41	6,41	6,28	6,34	6,31	31,30
I/830/P	8,31	8,97	8,64	8,71	9,59	9,15	9,37	9,24	9,31	9,03	64,08
I/870	5,92	6,10	6,01	6,32	6,28	6,30	6,10	6,15	6,12	6,15	29,66
I/870/P	7,03	7,07	7,05	9,15	9,81	9,48	9,28	10,26	9,77	8,77	60,38
I/910	6,15	5,97	6,06	6,45	6,28	6,37	5,84	5,92	5,88	6,10	29,23
I/910/P	9,59	9,73	9,66	9,04	9,81	9,43	9,42	10,48	9,95	9,68	73,55
I/960	6,06	6,28	6,17	6,01	6,23	6,12	6,01	6,10	6,06	6,12	29,37
I/960/P	7,52	7,60	7,56	7,16	7,21	7,18	6,76	7,16	6,96	7,24	41,12
I/996	9,33	8,49	8,91	7,16	7,34	7,25	6,81	6,76	6,79	7,65	45,94
I/996/P	9,28	9,37	9,33	8,71	8,09	8,40	7,12	7,12	7,12	8,28	53,87
I/1040	9,73	9,51	9,62	9,68	9,86	9,77	9,51	9,28	9,39	9,59	72,28
I/1040/P	11,05	11,36	11,21	11,10	11,32	11,21	11,32	11,67	11,49	11,30	100,33



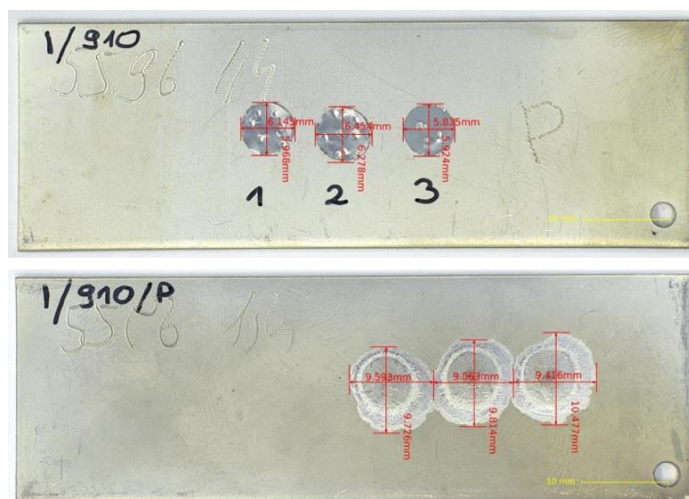
Rys. 94. Wyniki próby rozplywności lutu Palnicro 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania przerwany w temperaturze 790°C (I/790) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (I/790/P)



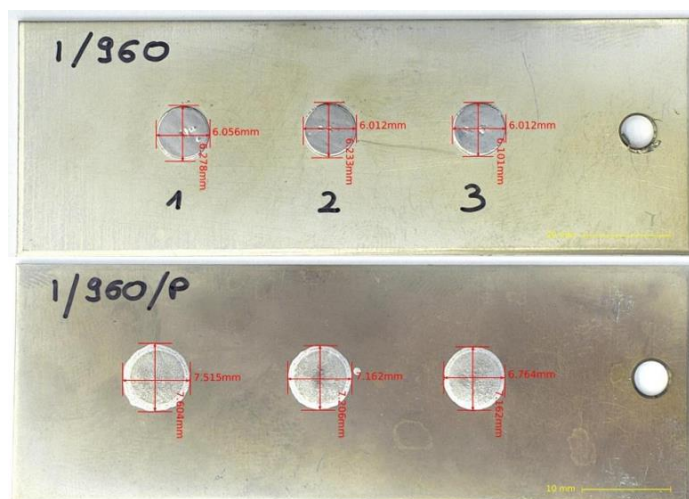
Rys. 95. Wyniki próby rozplywności lutu Palnicro 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania przerwany w temperaturze 830°C (I/830) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (I/830/P)



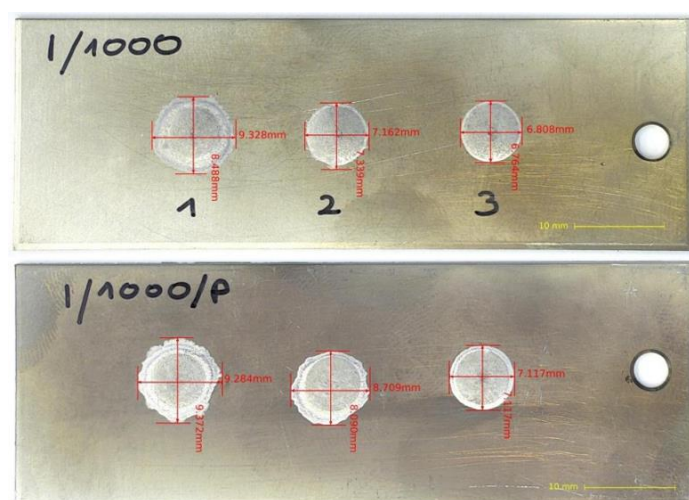
Rys. 96. Wyniki próby rozplywności lutu Palnicro 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania przerwany w temperaturze 870°C (I/870) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (I/870/P)



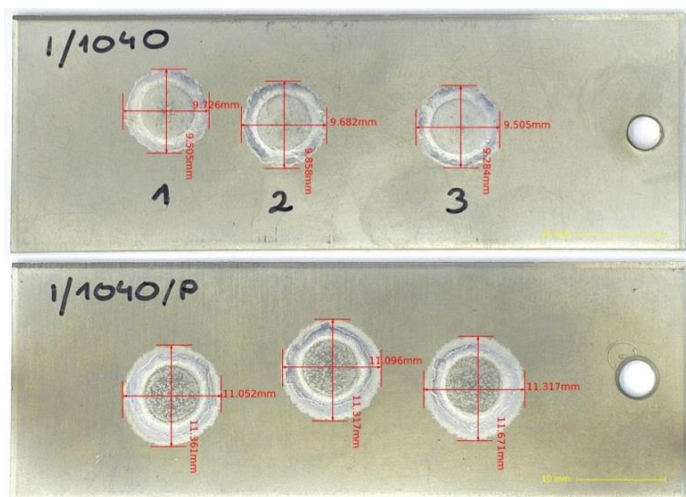
Rys. 97. Wyniki próby rozplywnosci lutu Palnico 36M na podlozu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania przerwany w temperaturze 910°C (I/910) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (I/910/P)



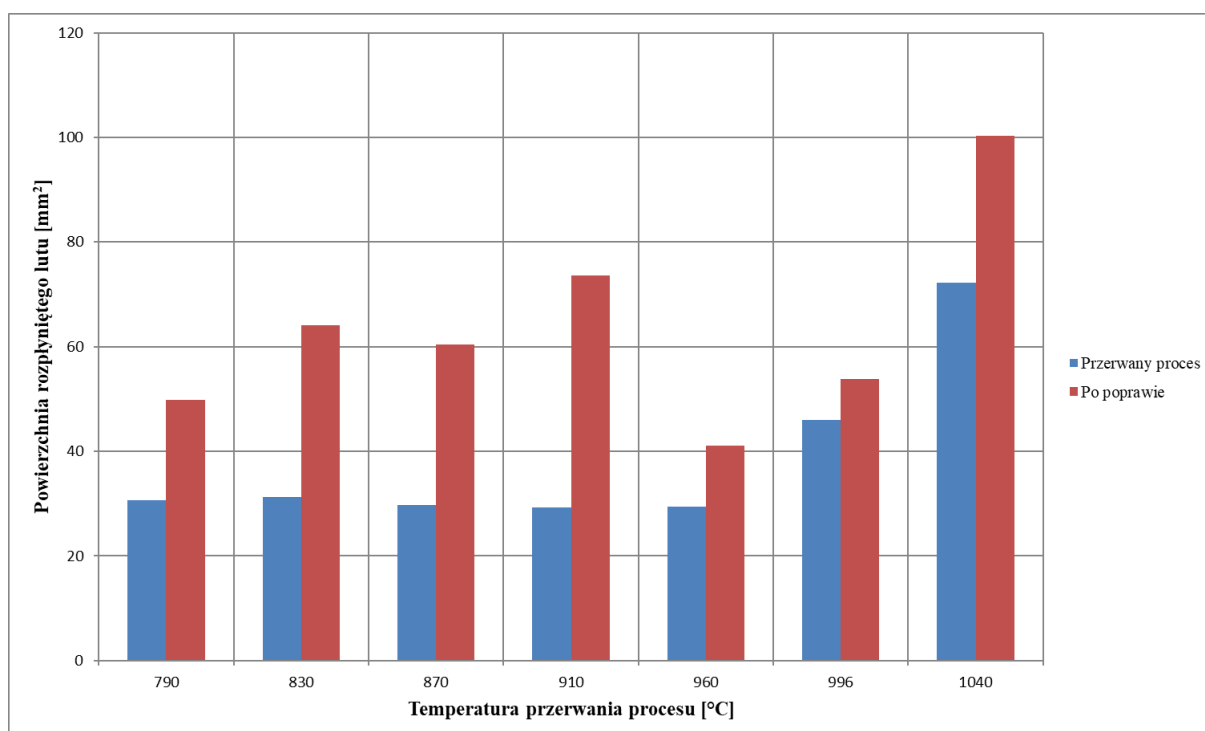
Rys. 98. Wyniki próby rozplywnosci lutu Palnico 36M na podlozu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania przerwany w temperaturze 960°C (I/960) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (I/960/P)



Rys. 99. Wyniki próby rozplywnosci lutu Palnico 36M na podlozu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania przerwany w temperaturze 996°C (I/996) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (I/996/P)



Rys. 100. Wyniki próby rozplývnošci lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania przerwanym w temperaturze 1040°C (I/1040) oraz po procesie poprawy lutowania w warunkach optymalnych (I/1040/P)



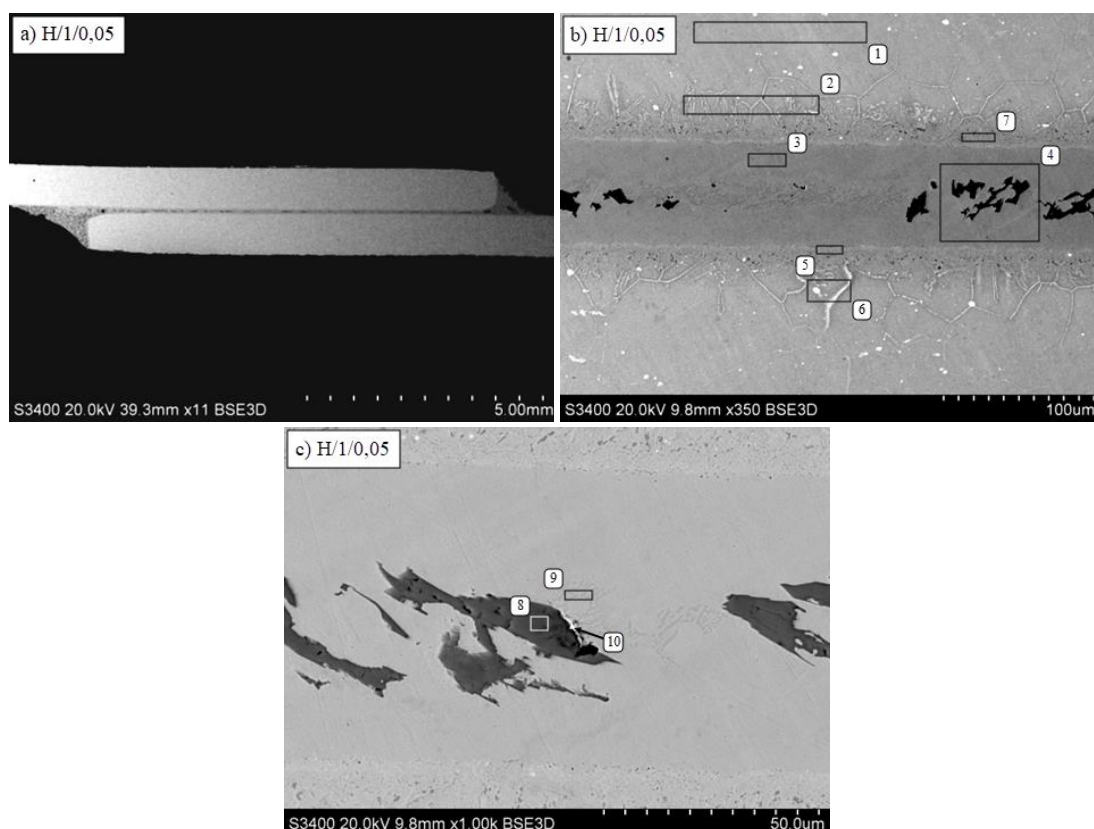
Rys. 101. Wpływ temperatury przerwania procesu lutowania konfiguracji Inconel 718/Palnico 36M na rozplývnošć lutu

5.2. Wpływ czasu wytrzymania na mikrostrukturę i właściwości złącza

5.2.1. Konfiguracja Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

5.2.1.1. Mikrostruktura

Analizę wpływu czasu (1-60 min) wygrzewania w temperaturze 1148°C na właściwości złącza przeprowadzono z użyciem próbek wytworzonych według stosowanej poprzednio procedury montażowej oraz przyjmując taką samą wartość nominalnej szerokości szczeliny lutowniczej (50 µm). Rzeczywista szerokość szczeliny lutowniczej w analizowanych złączach zawierała się jednak w przedziale 20-70 µm. We wszystkich przypadkach doszło do utworzenia złącza lutowanego na całej długości zakładki. Mikrostrukturę otrzymaną w złączu poddanemu najkrótszemu czasowi wygrzewania (1 min) cechuje duża niejednorodność (rys. 102b,c). W centralnej części lutu stwierdzono występowanie strefy krystalizacji atermicznej, w której można wyróżnić dwa główne składniki mikrostruktury: najprawdopodobniej borki (Cr – 88,1% at., B – 8% at., Mo – 3,1% at. – rys. 101c, obszar 8 – tab. 55) oraz mieszaninę o charakterze eutektyki (Ni – 79,8% at., Si – 13,9% at., Cr – 3,9% at., Fe – 2,4% at. – rys. 102c, obszar 9 – tab. 55) – nie wykluczone, że Ni-Si z wydzieleniami faz międzymetalicznych zawierających żelazo i chrom. Na granicy lut / materiał rodzimy obserwowano wąskie (< 10 µm) pasmo faz(y) Ni-Cr-Fe-Si (73/11,7/8,4/6,9% at. – rys. 102b, obszar 3 – tab. 55). W strefie DAZ stwierdzono występowanie 6,2% at. boru (rys. 102b, obszary 2 i 7 – tab. 55).



Rys. 102. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanego w czasie 1 min

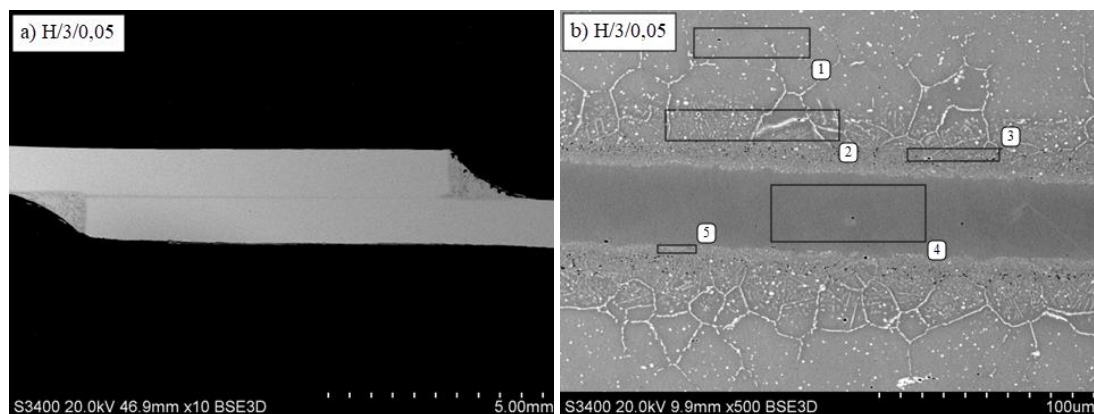
Mikrostrukturę pozostałych złączy wytworzonych w procesach z dłuższym czasem wygrzewania (3-60 min) cechuje znacznie większa jednorodność (rys. 103-108). Nie stwierdzono występowania strefy krystalizacji atermicznej w lutu, którego mikrostrukturę

tworzą ziarna roztworu stałego γ -Ni. Nie wykazano również znaczącego wpływu czasu wyżarzania w zakresie 3-60 min na skład chemiczny złączy w charakterystycznych strefach: lutu i DAZ (tab. 56-58, 60, 61). Zawartość Ni, Cr i Si jest zbliżona do wartości nominalnych stopu lutowniczego Vitta-Braze 1996 (tab. 11), za wyjątkiem boru, który dyfunduje do materiału rodzimego (DAZ). Odmiennym składem chemicznym charakteryzowało się złącze H/30/0,05 – mniejsza zawartość Ni i Si, a większa Fe (rys.106b, obszar 4 – tab. 59) – co wydaje się konsekwencją znacznie mniejszej szerokości szczeliny (ok. 20 μm).

We wszystkich złączach zaobserwowano wyraźnie zaznaczoną w materiale rodzimym strefę dyfuzyjną, typową dla lutowania stopami zawierającymi szybko dyfundujące dodatki obniżające temperaturę topnienia (zwłaszcza B). Głębokość strefy DAZ zwiększa się ze zwiększeniem czasu wygrzewania – od wartości ok 15 μm w złączu H/1/0,05 (1 min – rys. 102b) do rzędu 40 μm dla złączy H/45/0,05 (45 min – rys. 107b) i H/60/0,05 (60 min – rys. 108b).

Tabela 55. Skład chemiczny w mikroobszarach złączy H/1/0,05 (rys. 102b,c)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
[% mas.]							
H/1/0,05	1	-	0,6	22,6	19,3	48,9	8,6
	2	0,9	0,6	22,7	19,6	46,6	9,6
	3	-	4,3	11,0	7,0	77,7	-
	4	0,4	4,1	16,9	6,1	72,5	-
	5	1,7	1,6	19,9	15,2	52,1	9,5
	6	2,5	0,7	22,9	18,9	42,7	12,3
	7	1,0	1,1	22,3	17,1	48,5	10,0
	8	1,4	-	92,9	-	-	5,7
	9	-	7,2	3,7	2,5	86,6	-
	10	0,4	2,5	15,5	12,6	61,5	7,6
[% at.]							
H/1/0,05	1	-	1,2	25,2	20,1	48,3	5,2
	2	6,2	1,3	25,4	20,5	40,8	5,8
	3	-	8,4	11,7	6,9	73,0	-
	4	4,1	8,0	17,8	6,0	64,1	-
	5	3,2	3,3	22,1	15,8	49,9	5,7
	6	16,1	1,5	25,8	19,9	45,3	7,5
	7	6,2	2,2	24,9	17,8	29,2	6,1
	8	8,8	-	88,1	-	-	3,1
	9	-	13,9	3,9	2,4	79,8	-
	10	1,8	5,0	17,5	12,9	58,3	4,5

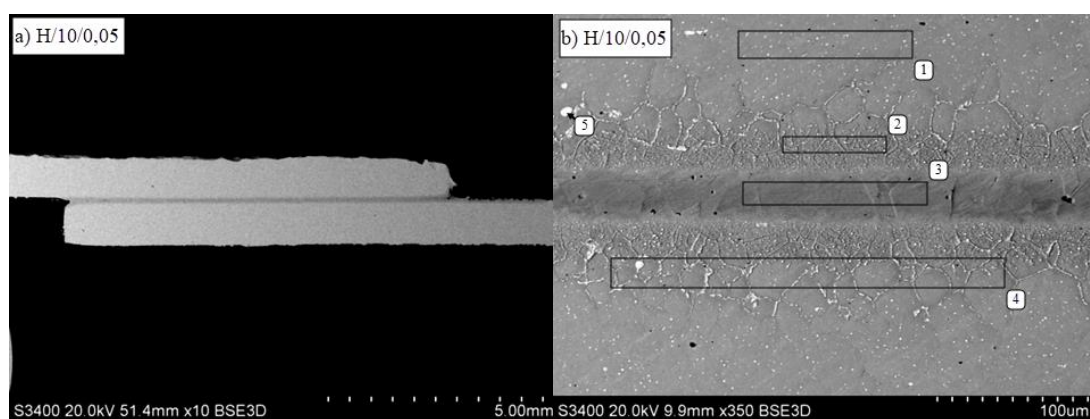


Rys. 103. Mikrostruktura złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanego w czasie 3 min

Analiza otrzymanych wyników pozwala stwierdzić, że dla szerokości szczeliny nieprzekraczającej 70 µm czas wygrzewania 3 min w temperaturze 1148°C jest wystarczający do stopienia lutu i ukształtowania jednorodnej mikrostruktury strefy lutu w złączach Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 (rys. 103b). Co więcej, mikrostrukturę tą cechuje duża stabilność – wydłużenie czasu lutowania do 60 min nie powoduje zmiany jej charakteru (rys. 104-108).

Tabela 56. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/3/0,05 (rys. 103b)

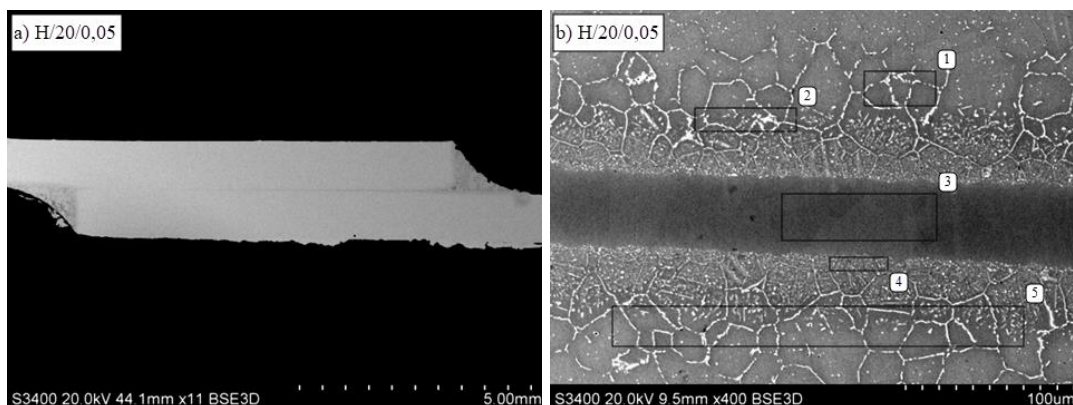
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
		[% mas.]					
H/3/0,05	1	-	-	23,7	20,1	49,0	7,2
	2	1,5	-	24,3	20,7	46,3	7,2
	3	1,7	0,7	23,3	20,5	47,0	6,8
	4	-	4,5	9,6	6,9	79,0	-
	5	0,3	2,2	17,0	13,6	62,1	4,7
		[% at.]					
H/3/0,05	1	-	-	26,7	21,1	47,8	4,4
	2	10,4	-	27,4	21,5	36,3	4,4
	3	9,8	1,4	25,7	21,1	36,0	4,0
	4	-	4,5	9,6	6,9	79,0	-
	5	3,1	4,5	18,6	14,1	56,9	2,8



Rys. 104. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanego w czasie 10 min

Tabela 57. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/10/0,05 (rys. 104b)

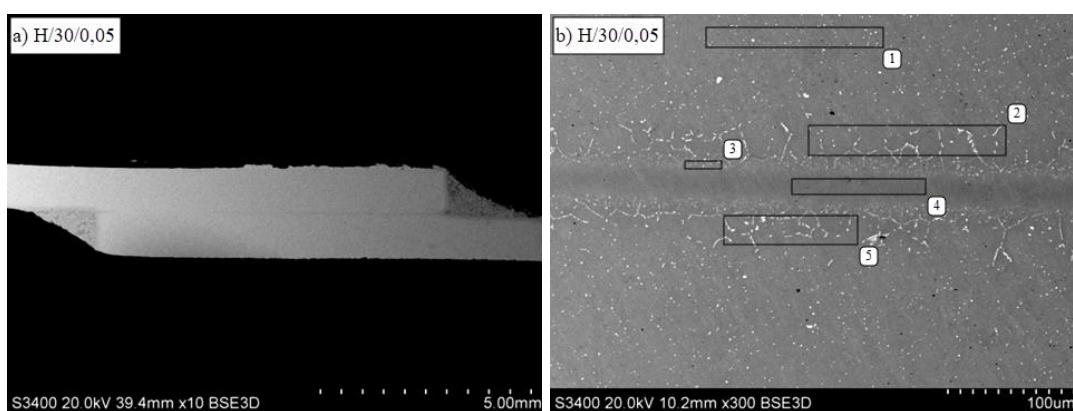
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
		[% mas.]					
H/10/0,05	1	0,9	0,5	24,0	20,4	45,9	8,2
	2	1,9	0,7	23,6	19,2	44,2	10,4
	3	0,9	4,0	11,2	8,6	74,5	0,8
	4	1,3	0,5	23,9	20,1	45,1	9,0
	5	-	3,2	19,5	9,3	22,0	46,0
		[% at.]					
H/10/0,05	1	4,6	1,1	25,7	20,4	43,5	4,8
	2	9,2	1,3	24,5	18,5	40,6	5,9
	3	4,3	7,6	11,5	8,3	67,9	0,5
	4	6,7	1,0	25,2	19,8	42,1	5,2
	5	-	7,6	24,9	11,0	24,8	31,7



Rys. 105. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanego w czasie 20 min

Tabela 58. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/20/0,05 (rys. 105b)

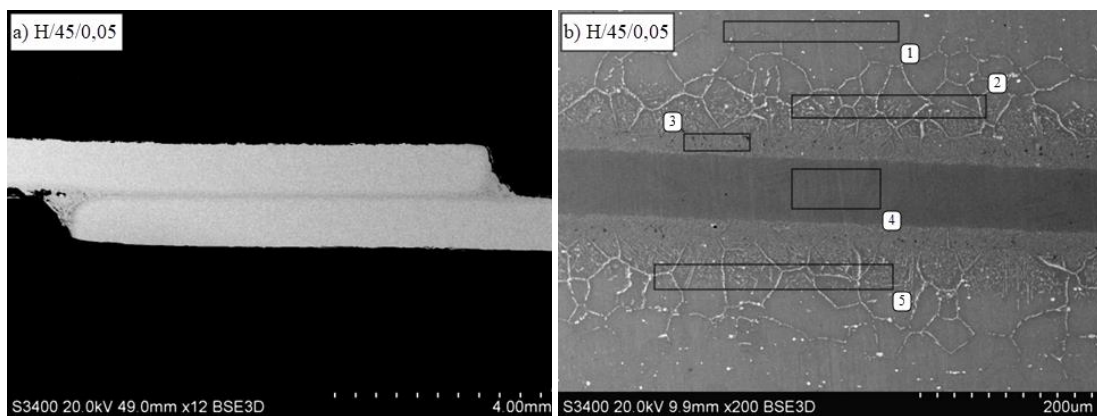
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka						
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	
[% mas.]								
H/20/0,05	1	0,5	0,6	24,1	20,3	45,4	9,2	
	2	1,7	0,6	24,0	20,3	44,3	9,1	
	3	-	3,6	11,6	9,8	73,5	1,5	
	4	0,9	1,7	18,5	15,0	56,5	7,5	
	5	1,0	0,5	24,1	20,5	45,6	8,3	
	[% at.]							
	1	4,1	1,2	26,8	21,0	41,3	5,6	
	2	10,4	1,3	26,7	21,1	35,0	5,5	
	3	-	7,2	12,5	9,7	69,8	0,9	
	4	8,3	3,5	20,4	15,4	47,9	4,5	
5	9,0	1,1	26,8	21,2	36,9	5,0		



Rys. 106. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanego w czasie 30 min

Tabela 59. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/30/0,05 (rys. 106b)

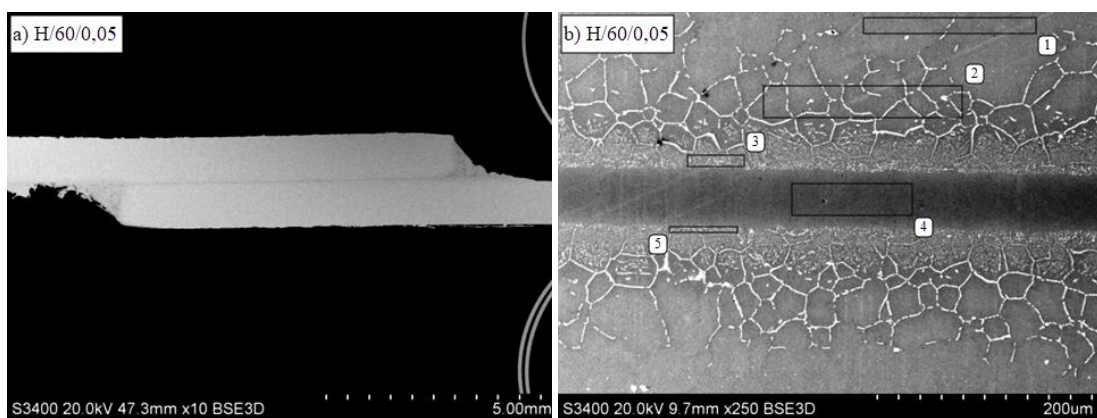
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka						
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	
[% mas.]								
H/30/0,05	1	-	0,6	23,9	20,4	48,6	6,5	
	2	0,4	0,7	24,2	20,6	46,9	7,2	
	3	0,5	1,1	22,4	19,3	49,7	7,1	
	4	-	1,5	19,9	16,9	57,4	4,3	
	5	0,6	0,6	24,3	20,6	47,9	7,0	
	[% at.]							
	1	-	1,3	26,4	21,0	47,4	3,9	
	2	4,2	1,5	26,7	21,2	42,1	4,3	
	3	6,4	2,2	24,7	19,8	42,7	4,2	
	4	-	3,1	21,7	17,2	55,5	2,5	
5	7,1	1,3	26,9	21,2	39,3	4,2		



Rys. 107. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanego w czasie 45 min

Tabela 60. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/45/0,05 (rys. 107b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka						
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	
H/45/0,05		[% mas.]						
	1	-	0,6	22,6	19,5	48,7	8,6	
	2	0,8	0,6	22,7	18,5	46,7	10,7	
	3	2,0	1,1	22,6	16,5	47,2	10,6	
	4	-	3,5	15,1	8,8	72,6	-	
	5	-	0,7	22,6	18,8	47,4	10,5	
			[% at.]					
	1	-	1,2	25,2	20,3	48,1	5,2	
	2	6,1	1,3	25,5	19,8	40,8	6,5	
	3	12,5	2,3	25,3	17,2	36,3	6,4	



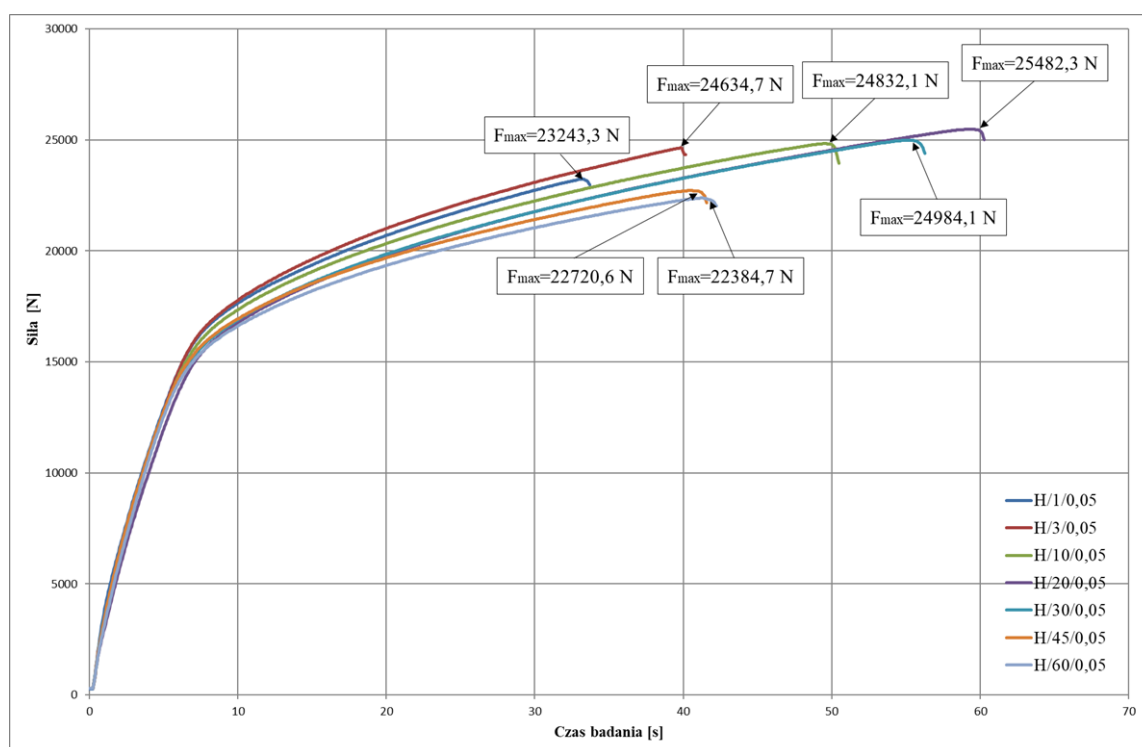
Rys. 108. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanego w czasie 60 min

Tabela 61. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/60/0,05 (rys. 108b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka						
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	
H/60/0,05		[% mas.]						
	1	-	0,6	22,4	19,8	48,8	8,4	
	2	1,2	0,6	22,4	19,6	46,8	9,4	
	3	0,5	1,0	21,2	18,0	49,9	9,4	
	4	0,2	3,7	14,2	9,2	72,7	-	
	5	1,7	1,8	18,2	14,5	55,2	8,6	
			[% at.]					
	1	-	1,3	24,9	20,6	48,1	5,1	
	2	9,1	1,3	25,0	20,4	38,5	5,7	
	3	5,7	2,2	23,6	18,7	44,1	5,7	

5.2.1.2. Badania wytrzymałościowe

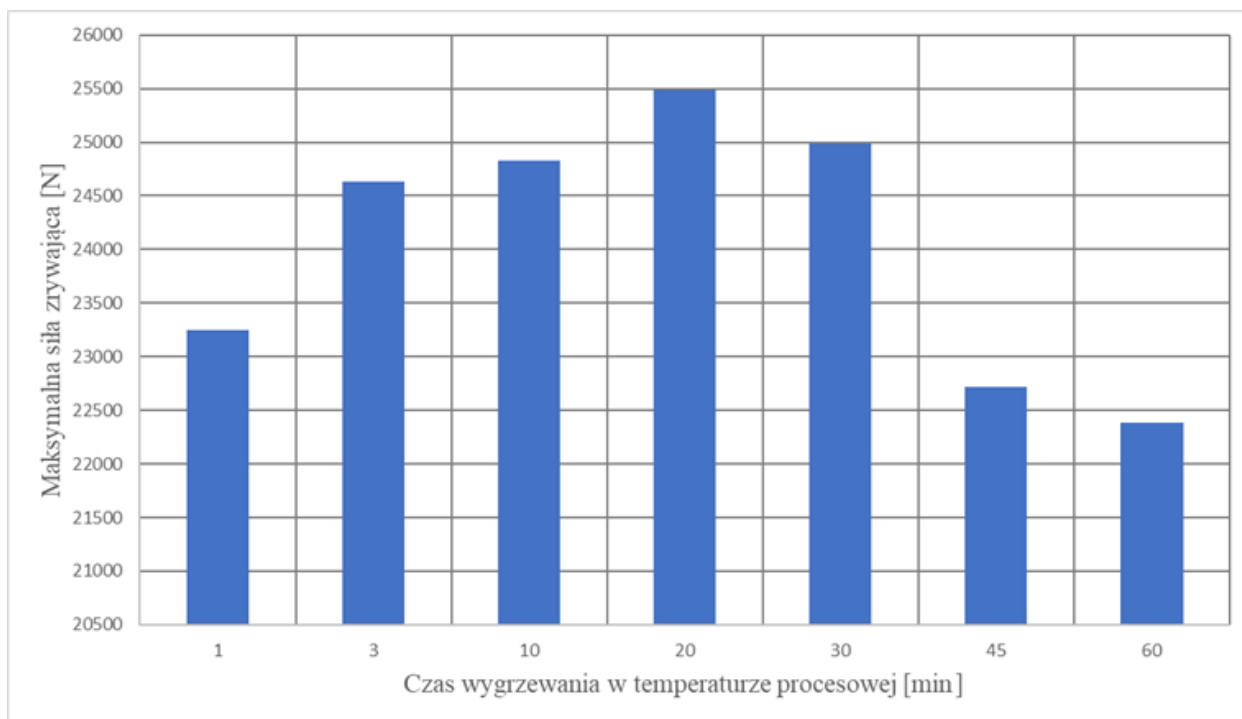
Próbki złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanych w czasie 1-60 min ulegały dekohezji w zakresie siły 22,4-25,5kN (tab. 62, rys. 109 i 110). Stwierdzone różnice wartości siły F_{max} i wytrzymałości na ścinanie nie pozwalają na jednoznaczną ocenę oddziaływania czasu wygrzewania na wytrzymałość złączy lutowanych. Zwraca uwagę najmniejsza wartość wydłużenia do zerwania (rys. 109) złącza wytworzonego w najkrótszym czasie lutowania – 1 min – z niejednorodną strefą lutu, zawierającą borki (rys. 102b,c). W każdym przypadku przełom był zlokalizowany w całości w złączu lutowanym, dlatego mniejsza wytrzymałość złączy H/45/0,05 i H/60/0,05 (tab. 62, rys. 109 i 110) może być efektem większej szerokości szczeliny lutowniczej (ok. 70 μm – rys. 107 i 108). Analiza uzyskanych wyników badań nie wykazała możliwości zwiększenia wytrzymałości na ścinanie złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 w wyniku zwiększenia czasu wyżarzania w zakresie 20-60 min (tab. 62, rys. 108), stąd jego wydłużanie jest nieuzasadnione, zarówno z technologicznego, jak również ekonomicznego punktu widzenia.



Rys. 109. Wyniki próby ścinania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesach lutowania z czasem wygrzewania 1, 3, 10, 20, 30, 45 i 60 min

Tabela 62. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 wytworzonych w procesie lutowania dla różnych czasów wygrzewania

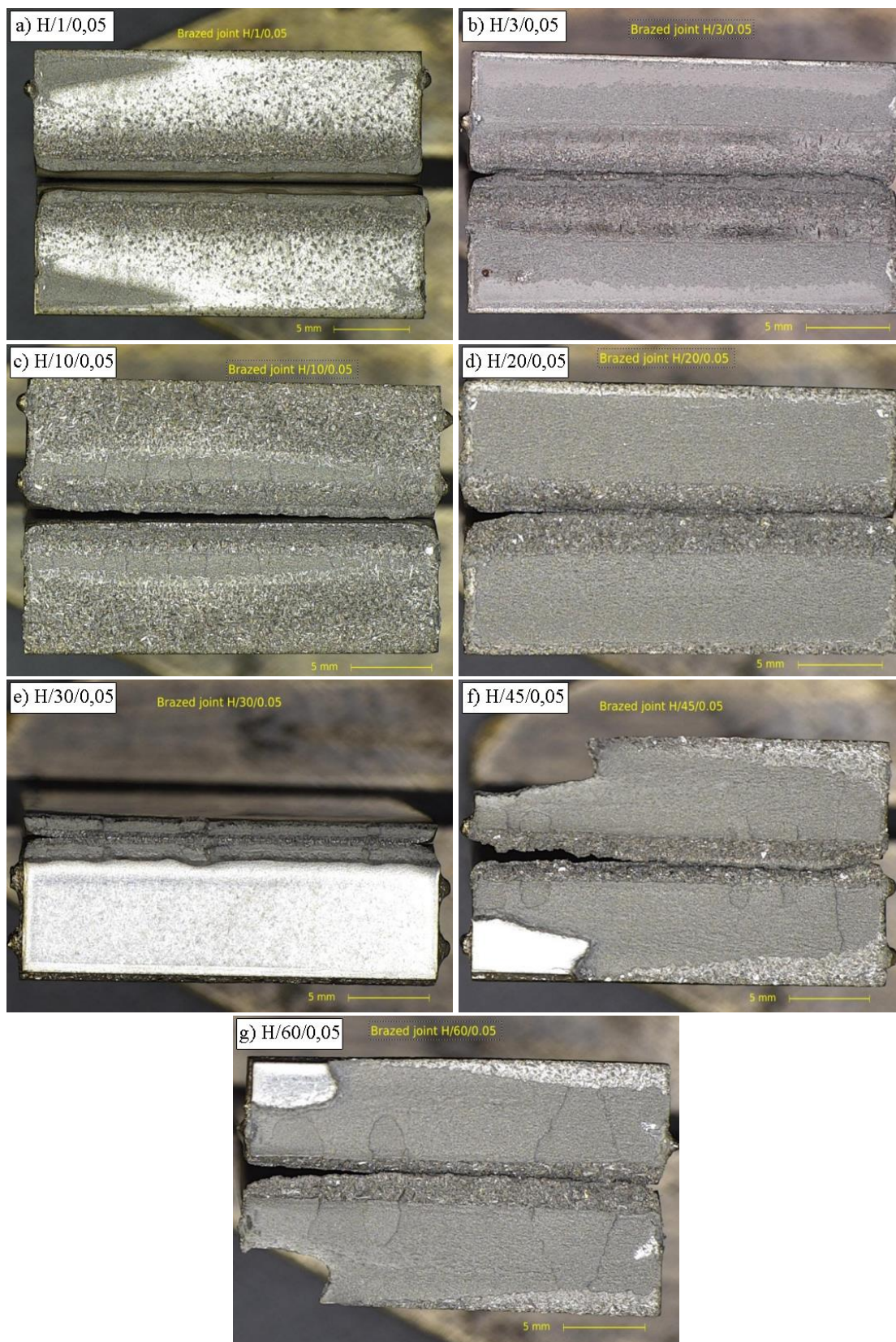
Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
H/1/0,05	23243	3,93	25,42	99,90	232
H/3/0,05	24635	4,03	25,61	103,21	238
H/10/0,05	24832	4,06	25,45	103,33	240
H/20/0,05	25482	4,11	25,57	105,09	242
H/30/0,05	24984	4,25	25,59	108,76	230
H/45/0,05	22721	3,91	25,47	99,59	228
H/60/0,05	22385	4,05	25,58	103,60	216



Rys. 110. Wpływ czasu wygrzewania w temperaturze lutowania na wartość maksymalnej siły zrywającej w próbie ścinania dla konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

5.2.1.3. Próba odrywania

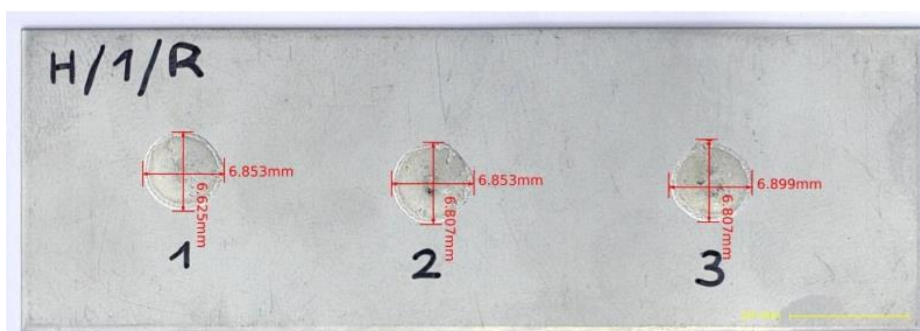
W próbie odrywania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 w każdym przypadku, niezależnie od czasu wygrzewania w zakresie 1-60 min, otrzymano 100% pokrycie powierzchni łączonych lutem (rys. 111). Stopień pokrycia lutem dla tych złączy określono zgodnie z procedurą opisaną w rozdz. 4.2.4. W przypadku złącza H/30/0,05 przełom był zlokalizowany w całości w materiale rodzimym (rys. 111e), natomiast w złączach H/45/0,05 oraz H/60/0,05 – częściowo w materiale rodzimym (rys. 111f,g). Brak przełomu w strefie lutu złącza H/30/0,05 może wynikać z małej szerokości szczeliny lutowniczej (rozdz. 5.2.1.1). Makrostruktura przełomu złącza lutowanego w czasie 1 min różni się od pozostałych (rys. 111). Wskazuje to na odmienny charakter dekohezji, związany z obecnością w strefie lutu strefy krystalizacji atermicznej złożonej z wydzieleni twardych i kruchych faz (rys. 102).



Rys. 111. Widok powierzchni blach po próbie odrywania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 utworzonych w procesie lutowania z czasem wygrzewania: a) 1, b) 3, c) 10, d) 20, e) 30, f) 45, g) 60 min

5.2.1.4. Rozpływność

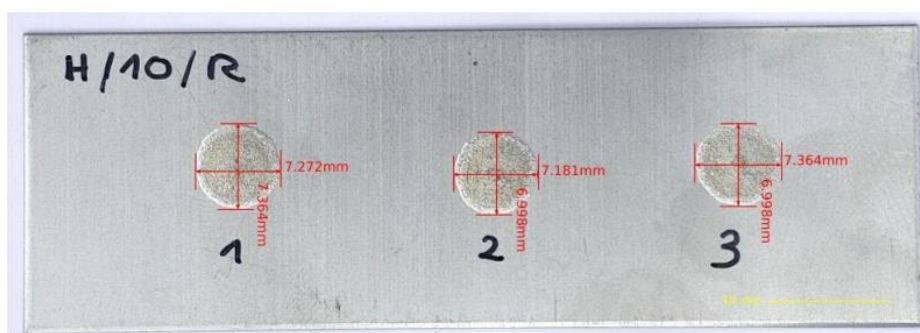
Analiza wyników rozpuszczalności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X w warunkach lutowania z różnym czasem wygrzewania w temperaturze procesu (rys. 112-118) jednoznacznie wskazuje na jej zwiększenie z wydłużeniem czasu wygrzewania do wartości 45 min (tab. 63, rys. 119). Dłuższe wygrzewanie – 60 min – nie zwiększa rozpuszczalności lutu w badanej konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996. Rozpuszczalność lutu we wszystkich analizowanych przypadkach jest wystarczająca dla wypełnienia szczeliny lutowniczej próbek o przyjętej długości zakładki lutowniczej 8 mm (rozdz. 5.2.1.1). Uzyskane wyniki są szczególnie istotne w kontekście doboru czasu wygrzewania w przypadku lutowania blach z dłuższymi zakładkami, gdzie zapewnienie lepszych warunków płynięcia lutu może być kluczowe dla otrzymania prawidłowego złącza.



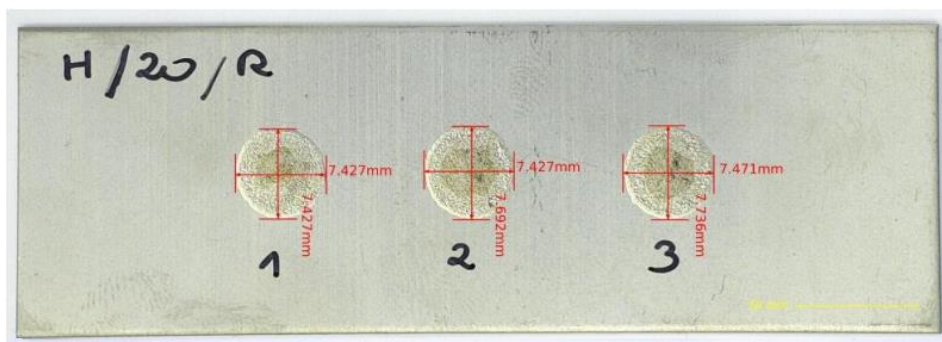
Rys. 112. Wyniki próby rozpuszczalności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania w czasie 1 min



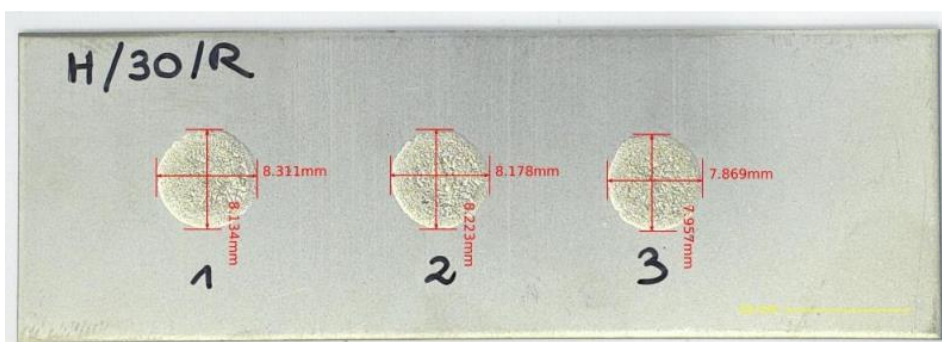
Rys. 113. Wyniki próby rozpuszczalności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania w czasie 3 min



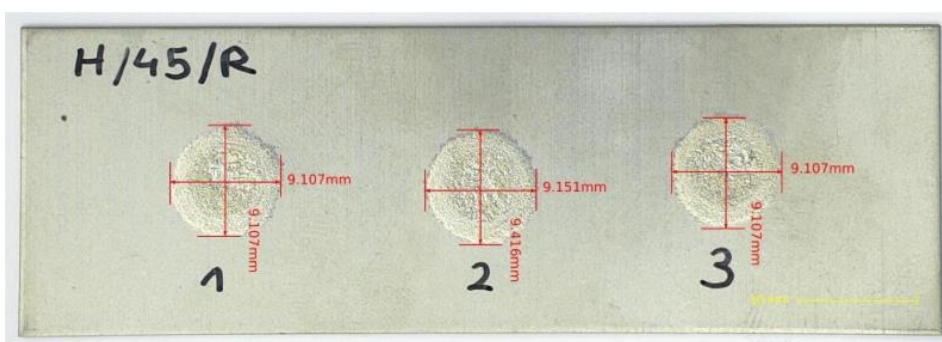
Rys. 114. Wyniki próby rozpuszczalności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania w czasie 10 min



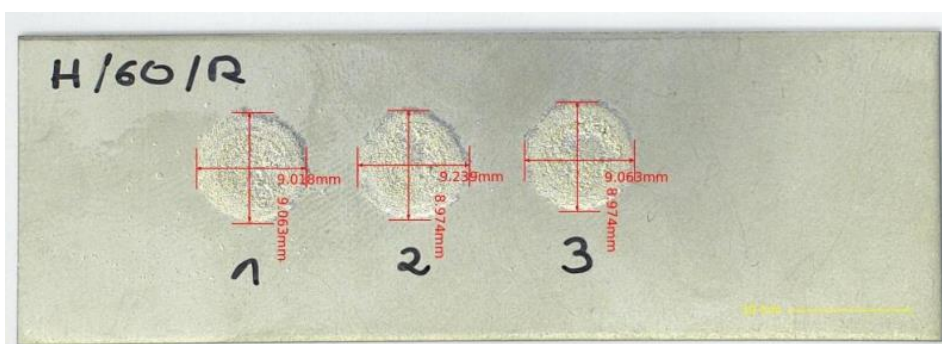
Rys. 115. Wyniki próby rozplywności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania w czasie 20 min



Rys. 116. Wyniki próby rozplywności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania w czasie 30 min



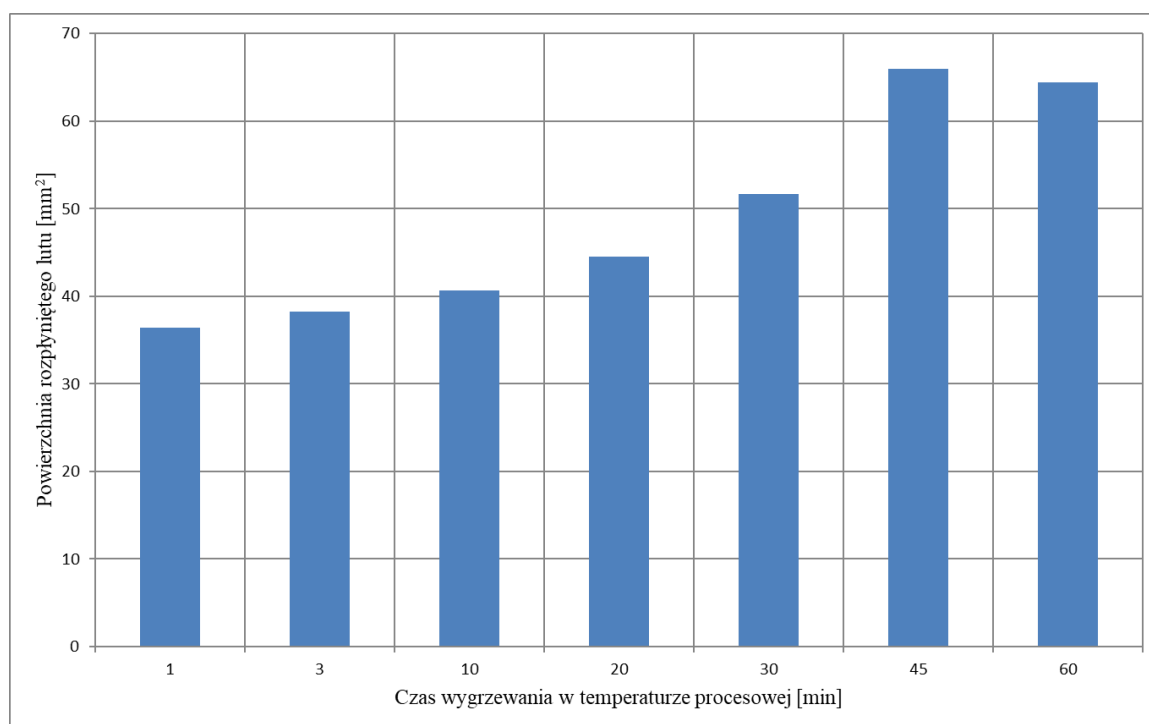
Rys. 117. Wyniki próby rozplywności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania w czasie 45 min



Rysunek 118. Wyniki próby rozplywności lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X po procesie lutowania w czasie 60 min

Tabela 63. Wyniki badań rozpląywności stopu lutowniczego Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X w procesach lutowania z czasem wygrzewania w zakresie 1-60 min, opracowane zgodnie z równaniami 4.1 i 4.2

Złącze	d ₁ [mm]	d ₂ [mm]	Średnia	d ₃ [mm]	d ₄ [mm]	Średnia	d ₅ [mm]	d ₆ [mm]	Średnia	\bar{d} [mm]	\bar{P}_p [mm ²]
H/1/0,05	6,85	6,63	6,74	6,85	6,81	6,83	6,90	6,81	6,85	6,81	36,40
H/3/0,05	7,04	7,04	7,04	7,09	6,95	7,02	6,91	6,86	6,88	6,98	38,30
H/10/0,05	7,27	7,36	7,32	7,18	7,00	7,09	7,36	7,00	7,18	7,20	40,67
H/20/0,05	7,43	7,43	7,43	7,43	7,69	7,56	7,47	7,74	7,60	7,53	44,53
H/30/0,05	8,31	8,13	8,22	8,18	8,22	8,20	7,87	7,96	7,91	8,11	51,68
H/45/0,05	9,11	9,11	9,11	9,15	9,42	9,28	9,11	9,11	9,11	9,17	65,98
H/60/0,05	9,02	9,06	9,04	9,24	8,97	9,11	9,06	8,97	9,02	9,06	64,40



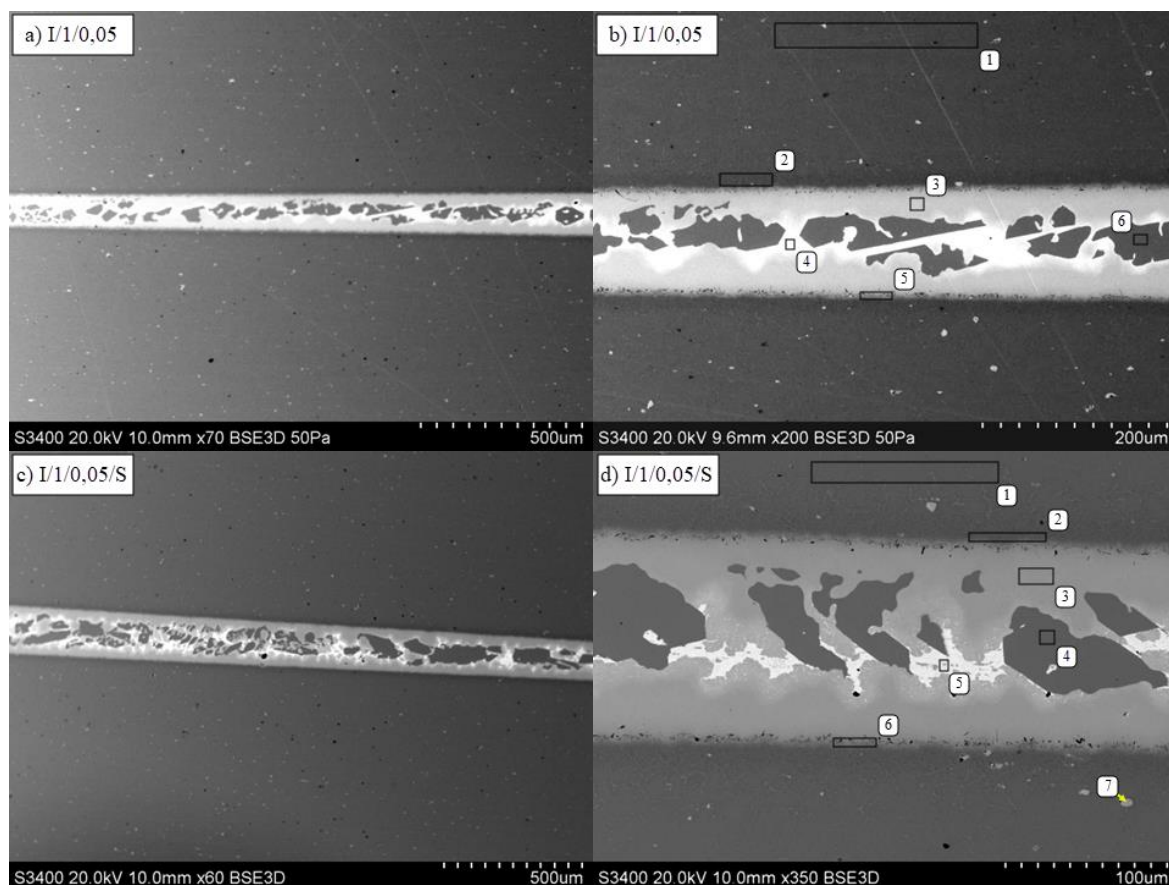
Rys. 119. Wpływ czasu wygrzewania w temperaturze lutowania na rozpląywność lutu Vitta-Braze 1996 na podłożu nadstopu Hastelloy X

5.2.2. Konfiguracja Inconel 718/Palnicro 36M

5.2.2.1. Mikrostruktura

Przemysłowy proces lutowania umacnianego wydzieleniowo nadstopu Inconel 718 obejmuje zwykle operację przesycania, co przyjęto za standard w niniejszej pracy. Dlatego w tej części badań, zwiększenie czasu (1-60 min) wygrzewania w temperaturze 996°C (przyjętej dla stopienia stopu lutowniczego Palnicro 36M) odbywa się kosztem zabiegu wygrzewania w temperaturze 954°C w operacji przesycania nadstopu (rozd. 4.2.2 – rys. 45 i tab. 15). Ponieważ łączny czas tych operacji wynosi 60 min, dla czasu wygrzewania 60 min przesycanie prowadzono z temperatury lutowania – tj. 996°C. Złącza poddawano analizie w stanie przesyconym oraz umocnionym wydzieleniowo (przesyconym i starzonym). W złączu lutowanym z czasem wygrzewania 1 min stwierdzono znaczną nierównomierność szczeliny lutowniczej wynikającą z nierównoległego pozycjonowania powierzchni łączonych blach. Do

analizy przyjęto obszar, w którym szerokość szczeliny była zbliżona do 100 μm (uznanej jako górna wartość szerokości szczeliny rekomendowanej przez normy AMS). W pozostałych złączach nie stwierdzono błędów w pozycjonowaniu blach, dzięki czemu uzyskano równomierne szczeliny o szerokości z zakresu 40-80 μm . Złącze I/1/0,05 cechowała wielofazowa mikrostruktura strefy lutu (rys. 120a,b). Stwierdzono występowanie strefy ASZ, złożonej z dwóch składników mikrostruktury o morfologii analogicznej do obserwowanej w I segmencie badań: fazy Ni-Pd-Cr-Fe (85,9/5/6,4/2,7% at. – rys. 120b, obszar 6 – tab. 64) oraz fazy Pd-Ni-Si-B (65/14,2/20,8/13,2% at. – rys. 120b, obszar 4 – tab. 64).



Rys. 120. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36M po lutowaniu w czasie 1 min z przesycaniem (a,b) oraz starzeniu (c,d)

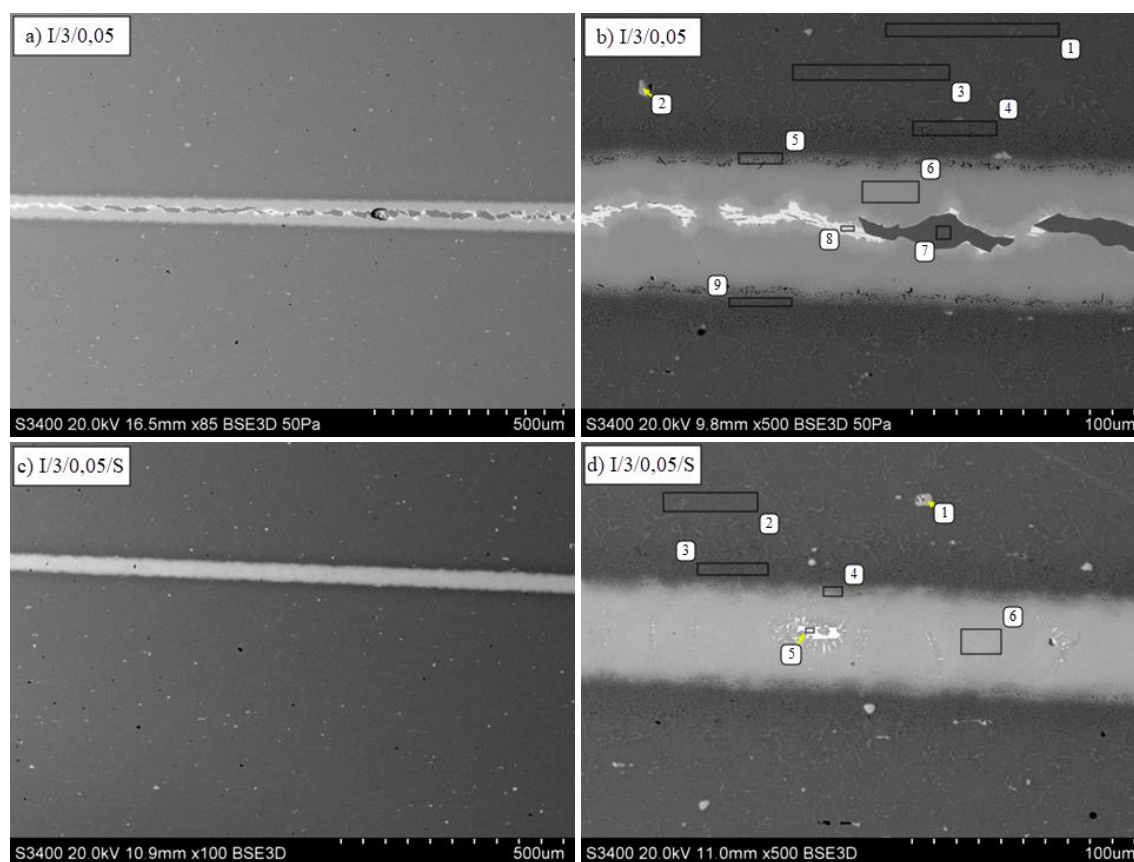
Tabela 64. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/1/0,05 (rys. 120b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/1/0,05	1	-	-	1,1	18,8	19,3	52,7	5,1	3,0	-	
	2	2,2	0,2	1,0	18,7	15,4	51,1	5,8	3,1	2,5	
	3	0,3	0,5	-	12,1	3,7	52,1	-	-	31,4	
	4	2,7	7,0	-	-	-	8,0	-	-	82,3	
	5	0,2	-	-	14,3	11,0	54,5	2,8	2,5	14,7	
	6	-	-	-	5,5	2,5	83,3	-	-	8,8	
	[% at.]										
	1	-	-	1,3	21,0	20,0	52,7	3,2	1,8	-	
	2	10,4	0,4	1,3	21,3	18,7	40,9	3,7	1,9	1,4	
	3	4,0	1,1	-	15,6	4,6	55,0	-	-	19,7	
	4	13,2	20,8	-	-	-	14,2	-	-	51,8	
	5	3,8	-	-	17,2	12,4	54,4	1,9	1,6	8,7	
6	-	-	-	6,4	2,7	85,9	-	-	5,0		

Tabela 65. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/1/0,05/S (rys. 120d)

Złącze	Obszar	Zwartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/1/0,05/S	1	-	-	1,1	18,9	19,5	52,1	5,5	2,9	-	
	2	2,0	-	1,0	19,6	18,8	48,9	6,2	3,5	-	
	3	-	0,5	-	12,0	-	50,1	-	-	37,4	
	4	-	-	-	3,0	-	88,9	-	-	8,1	
	5	1,4	6,9	-	-	-	6,6	-	-	85,1	
	6	0,4	-	-	17,5	11,8	53,0	3,8	3,1	10,3	
	7	3,5	-	9,0	-	-	-	86,2	1,3	-	
	[% at.]										
	1	-	-	1,3	21,1	20,3	52,1	3,5	1,7	-	
	2	12,1	-	1,2	22,1	19,7	38,9	3,9	2,1	-	
	3	-	1,3	-	15,8	-	58,7	-	-	24,2	
	4	-	-	-	3,5	-	91,9	-	-	4,6	
	5	10,1	21,0	-	-	-	9,5	-	-	59,4	
	6	4,0	-	-	20,7	13,0	51,9	2,5	2,0	5,9	
7	14,5	-	16,1	-	-	-	68,2	1,2	-		

W mikrostrukturze strefy lutu kolejnego złącza – po wygrzewaniu w czasie 3 min – zaobserwowano ASZ złożoną z wydzielen tych samych faz, przy czym o mniejszej objętości względnej w porównaniu do złącza lutowanego w czasie 1 min (rys. 121a,b). Skład chemiczny fazy Ni-Pd-Cr-Fe (84,5/4,9/7,3/3,4/ % at. – rys. 121b, obszar 7 – tab. 66) w złączu I/3/0,05 był porównywalny z określonym dla złącza po wygrzewaniu przez 1 min. Drugi składnik ASZ – faza Pd-Ni-Si-B – zawierał mniej palladu (32,6% at. – rys. 121b, obszar 8 – tab. 66), którego obecność w materiale rodzimym wskazuje na dyfuzję ze stopu lutowniczego.



Rys. 121. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36M po lutowaniu w czasie 3 min z przesycaniem (a,b) oraz starzeniu (c,d)

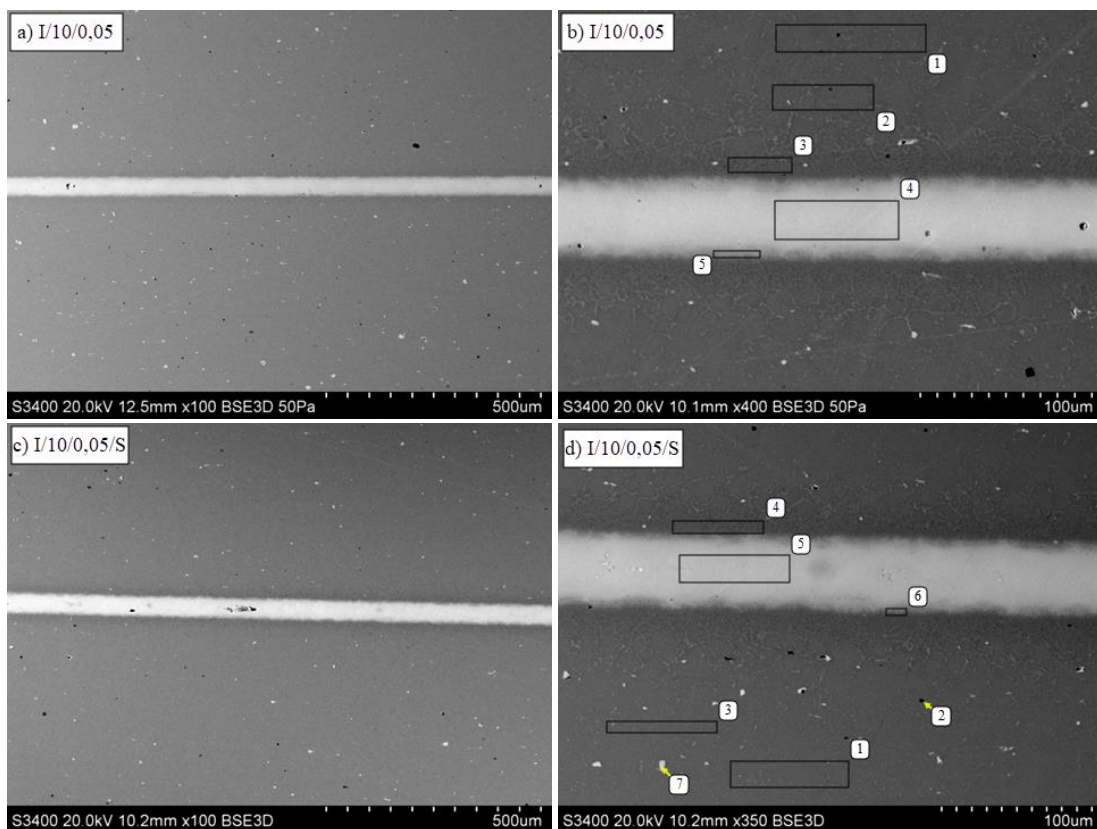
Tabela 66. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/3/0,05 (rys. 121b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/3/0,05	1	-	-	1,0	18,9	18,5	53,5	5,1	3,0	-	
	2	4,4	-	4,8	5,2	4,6	12,8	68,2	-	-	
	3	1,0	-	1,0	18,8	17,2	52,2	5,6	3,1	1,1	
	4	0,4	0,2	1,0	19,2	17,3	50,4	6,2	3,6	1,7	
	5	0,1	0,3	0,6	17,8	12,6	51,3	3,9	3,4	10,0	
	6	-	0,6	-	12,1	4,4	52,4	-	-	30,5	
	7	-	-	-	6,2	3,1	82,1	-	-	8,6	
	8	2,1	6,0	-	5,0	3,2	20,0	-	-	63,7	
	9	1,4	0,2	-	18,2	14,7	51,3	5,2	3,3	5,7	
	[% at.]										
	1	-	-	1,2	21,1	19,2	53,5	3,2	1,8	-	
	2	17,2	-	6,7	6,8	5,6	14,7	49,0	-	-	
	3	10,0	-	1,2	21,3	19,2	42,3	3,5	1,9	0,6	
	4	7,9	0,4	1,2	22,1	18,2	43,1	3,9	2,2	1,0	
	5	4,3	0,6	0,8	21,0	13,8	48,9	2,6	2,2	5,8	
	6	-	1,4	-	15,4	5,2	59,0	-	-	19,0	
	7	-	-	-	7,3	3,4	84,5	-	-	4,9	
	8	14,1	16,1	-	7,2	4,3	25,7	-	-	32,6	
9	10,8	0,4	-	21,5	15,9	42,7	3,4	2,1	3,2		

Tabela 67. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/3/0,05/S (rys. 121d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/3/0,05/S	1	3,4	-	10,8	-	-	-	85,8	-	-	
	2	-	-	1,1	18,9	18,6	53,0	5,3	3,1	-	
	3	0,9	-	1,0	19,4	17,9	50,8	6,3	3,7	-	
	4	-	0,3	-	14,9	9,7	55,5	2,0	2,9	14,8	
	5	1,9	5,7	-	2,6	-	17,1	-	-	72,7	
	6	-	0,8	-	10,2	1,6	51,9	-	-	35,4	
	[% at.]										
	1	16,2	-	17,4	-	-	--	66,4	-	-	
	2	-	-	1,3	21,1	19,4	53,0	3,3	1,9	-	
	3	8,8	-	1,2	22,4	18,8	42,6	4,0	2,2	-	
	4	-	0,7	-	17,8	10,8	58,9	1,3	1,9	8,7	
	5	9,7	16,4	-	4,1	-	23,3	-	-	46,5	
6	-	2,0	-	13,4	1,9	60,1	-	-	22,6		

W złączach lutowanych z czasem wygrzewania 10 (rys. 122a,b), 20 (rys. 123a,b) i 30 min (rys. 124a,b) min zaszła krystalizacja izotermiczna lutu, w wyniku której ukształtowała się jego jednofazowa mikrostruktura. Tworzą ją krystality roztworu stałego γ -Ni o zawartości niklu ok. 54% mas. (obszar 4 – tab. 68, 70 i obszar 5 – tab. 72). W złączach z najdłuższym czasem wygrzewania – 45 i 60 min – stwierdzono w strefie lutu występowanie produktów krystalizacji atermicznej (rys. 125a,b i 126a,b). W strefie ASZ złącza wytworzonego w procesie z wygrzewaniem 45 min dominowały wydzielania fazy Ni-Pd-Cr (91,7/4,3/4% at. – rys. 125b, obszar 5 – tab. 74), zlokalizowane w sąsiedztwie menisków lutu (rys. 125a). W przypadku złącza I/60/0,05 w strefa ta składała się z wydzielen fazy Ni-Pd-Cr (83/6,3/7,5% at. – rys. 126b, obszar 5 – tab. 76) oraz fazy Pd-Ni-Si-B-Cr (33,6/28,5/15,5/14,3/7,8% at. – rys. 126b, obszar 6 – tab. 76).



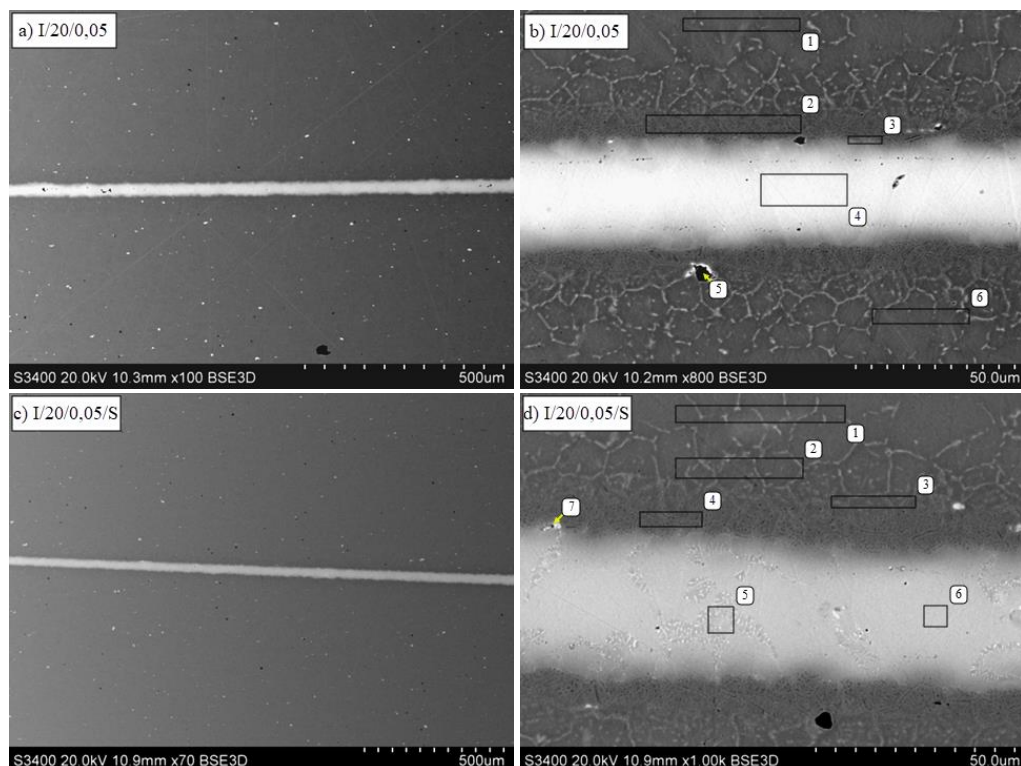
Rys. 122. Mikrostruktura złączy Inconel 718/Palnicro 36M po lutowaniu w czasie 10 min z przesycaniem (a,b) oraz starzeniu (c,d)

Tabela 68. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/10/0,05 (rys. 122b)

Złaczce	Obszar	Zawartość pierwiastka								
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L
[% mas.]										
I/10/0,05	1	-	-	1,0	19,1	18,5	53,1	5,2	3,1	-
	2	1,1	-	1,1	18,2	18,2	51,9	6,3	3,2	-
	3	2,1	0,2	0,9	18,9	16,6	51,6	5,5	3,1	1,1
	4	0,2	0,5	-	13,2	4,9	54,1	-	-	27,0
	5	0,4	0,4	-	15,2	12,1	67,1	2,6	2,3	-
[% at.]										
I/10/0,05	1	-	-	1,2	21,3	19,3	53,0	3,3	1,9	-
	2	10,2	-	1,4	21,0	19,0	42,5	4,0	1,9	-
	3	14,1	0,3	1,1	21,2	18,5	38,9	3,4	1,9	0,6
	4	3,9	1,2	-	16,5	5,7	56,2	-	-	16,5
	5	4,40	0,8	-	17,0	12,7	62,1	1,6	1,4	-

Tabela 69. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/10/0,05/S (rys. 122d)

Złaczce	Obszar	Zawartość pierwiastka								
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L
[% mas.]										
I/10/0,05/S	1	-	-	1,1	19,0	18,7	53,0	5,2	3,0	-
	2	-	-	78,5	-	-	-	21,5	-	-
	3	-	-	1,0	19,0	18,6	52,6	5,6	3,2	-
	4	2,5	-	1,0	18,1	17,2	51,9	5,9	3,5	-
	5	-	0,6	-	11,1	1,2	52,9	-	-	34,1
	6	-	0,2	-	16,8	10,8	53,7	3,0	2,9	12,6
	7	3,7	-	8,6	3,1	-	6,9	77,7	-	-
[% at.]										
I/10/0,05/S	1	-	-	1,3	21,2	19,4	53,1	3,2	1,8	-
	2	-	-	87,6	-	-	-	12,4	-	-
	3	-	-	1,2	21,2	19,4	52,8	3,5	1,9	-
	4	14,3	-	1,2	22,0	19,2	37,5	3,7	2,1	-
	5	-	1,5	-	14,4	1,5	60,8	-	-	21,7
	6	-	0,4	-	20,0	11,9	56,5	2,0	1,9	7,3
	7	16,1	-	12,4	4,2	-	8,1	59,1	-	-



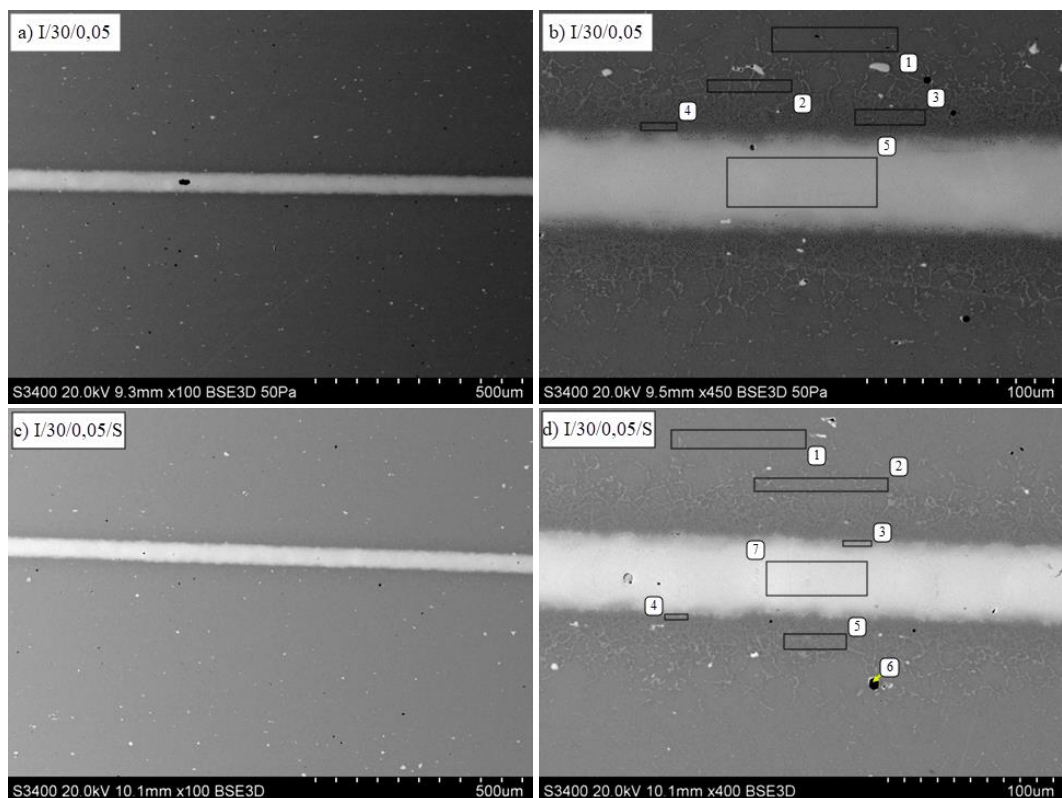
Rys. 123. Mikrostruktura złączy Inconel 718/Palnicro 36M po lutowaniu w czasie 20 min z przesycaniem (a,b) oraz starzeniu (c,d)

Tabela 70. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/20/0,05 (rys. 123b)

Złaczce	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/20/0,05	1	-	-	1,0	18,6	19,7	52,4	5,2	3,1	-	
	2	2,1	-	0,9	18,5	17,8	50,7	5,6	3,4	1,0	
	3	0,3	0,3	-	14,1	13,3	56,7	2,8	2,3	10,1	
	4	0,7	0,7	-	12,1	6,9	54,4	-	-	25,2	
	5	3,3	-	49,7	7,4	6,7	14,5	17,3	-	1,0	
	6	-	-	1,1	18,9	19,8	51,9	5,1	3,2	-	
	[% at.]										
	1	-	-	1,2	20,8	20,5	51,3	3,3	1,9	-	
	2	11,6	-	1,1	20,9	19,8	40,5	3,5	2,1	0,5	
	3	4,1	0,6	-	16,6	14,5	55,0	1,9	1,5	5,8	
	4	5,8	1,7	-	14,9	7,9	54,5	-	-	15,2	
	5	14,7	-	43,0	7,9	6,7	16,8	10,4	-	0,5	
6	-	-	1,3	21,1	20,5	52,0	3,2	1,9	-		

Tabela 71. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/20/0,05/S (rys. 123d)

Złaczce	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/20/0,05/S	1	-	-	1,0	19,0	19,2	51,7	5,8	3,3	-	
	2	2,1	0,2	1,0	18,7	19,4	50,7	5,2	2,7	-	
	3	1,7	0,1	1,0	18,6	19,2	50,4	5,7	3,3	-	
	4	0,6	-	1,0	19,6	17,3	49,7	6,8	4,0	1,0	
	5	0,8	0,6	-	11,7	4,2	49,9	0,9	-	31,9	
	6	-	0,7	-	11,7	2,9	51,5	-	-	33,2	
	7	2,0	0,5	3,3	3,9	2,8	35,8	31,3	1,5	18,9	
	[% at.]										
	1	-	-	1,2	21,3	20,0	51,9	3,6	2,0	-	
	2	13,1	0,3	1,2	20,8	20,1	39,7	3,2	1,6	-	
	3	11,9	0,2	1,2	20,8	20,0	40,3	3,6	2,0	-	
	4	6,8	-	1,2	22,3	18,2	44,2	4,3	2,4	0,6	
	5	7,2	1,5	-	15,1	5,1	50,3	0,7	-	20,1	
6	-	1,6	-	15,1	3,5	58,9	-	-	20,9		
7	13,9	1,2	5,0	5,4	3,6	32,7	24,3	1,1	12,8		



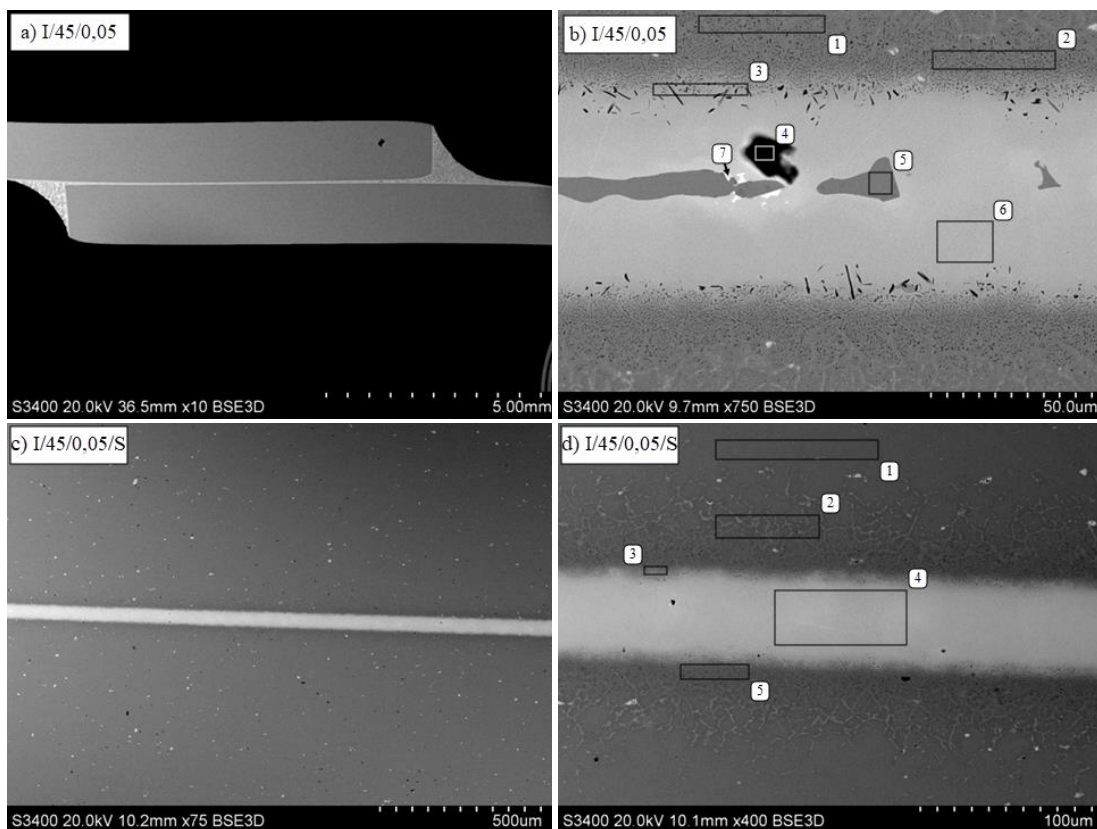
Rys. 124. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36M po lutowaniu w czasie 30 min z przesycaniem (a,b) oraz starzeniu (c,d)

Tabela 72. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/30/0,05 (rys. 124b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/30/0,05		[% mas.]									
	1	-	-	1,0	18,9	18,4	53,3	5,3	3,1	-	
	2	0,9	0,2	1,0	18,1	18,3	52,7	5,6	3,2	-	
	3	0,4	0,2	1,0	18,7	18,0	51,4	5,9	3,5	0,9	
	4	1,6	0,2	0,9	18,0	16,1	52,1	5,8	3,4	2,0	
	5	0,3	0,5	-	13,4	4,9	53,8	-	-	27,0	
			[% at.]								
	1	-	-	1,3	21,1	19,2	53,2	3,3	1,9	-	
	2	6,4	0,4	1,3	21,3	19,1	46,0	3,5	2,0	-	
	3	5,1	0,4	1,2	21,7	18,9	46,3	3,7	2,2	0,5	
4	9,9	0,4	1,0	21,6	17,6	42,6	3,7	2,1	1,1		
5	4,8	1,2	-	17,1	5,7	54,7	-	-	16,5		

Tabela 73. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/30/0,05/S (rys. 124d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/30/0,05/S		[% mas.]									
	1	-	-	1,0	19,0	18,7	52,9	5,3	3,1	-	
	2	0,9	-	1,0	19,0	18,7	51,8	5,6	3,1	-	
	3	0,6	0,3	-	13,9	11,3	55,4	2,7	2,6	13,2	
	4	1,4	0,2	0,9	19,2	16,0	50,4	6,4	3,7	1,7	
	5	2,0	-	1,0	17,1	18,4	52,0	5,9	3,5	-	
	6	-	-	79,1	-	-	-	20,9	-	-	
	7	-	0,4	-	13,1	2,1	51,6	-	-	32,9	
			[% at.]								
	1	-	-	1,2	21,2	19,5	52,9	3,3	1,9	-	
	2	8,2	-	1,2	21,4	19,6	44,2	3,5	1,9	-	
	3	7,7	0,6	-	16,6	12,5	51,4	1,8	1,7	7,7	
	4	9,5	0,5	1,1	21,9	17,0	42,6	4,1	2,3	1,0	
	5	14,1	-	1,2	21,4	19,2	38,3	3,7	2,1	-	
6	-	-	88,0	-	-	-	12,0	-	-		
7	-	1,0	-	16,9	2,5	58,9	-	-	20,7		



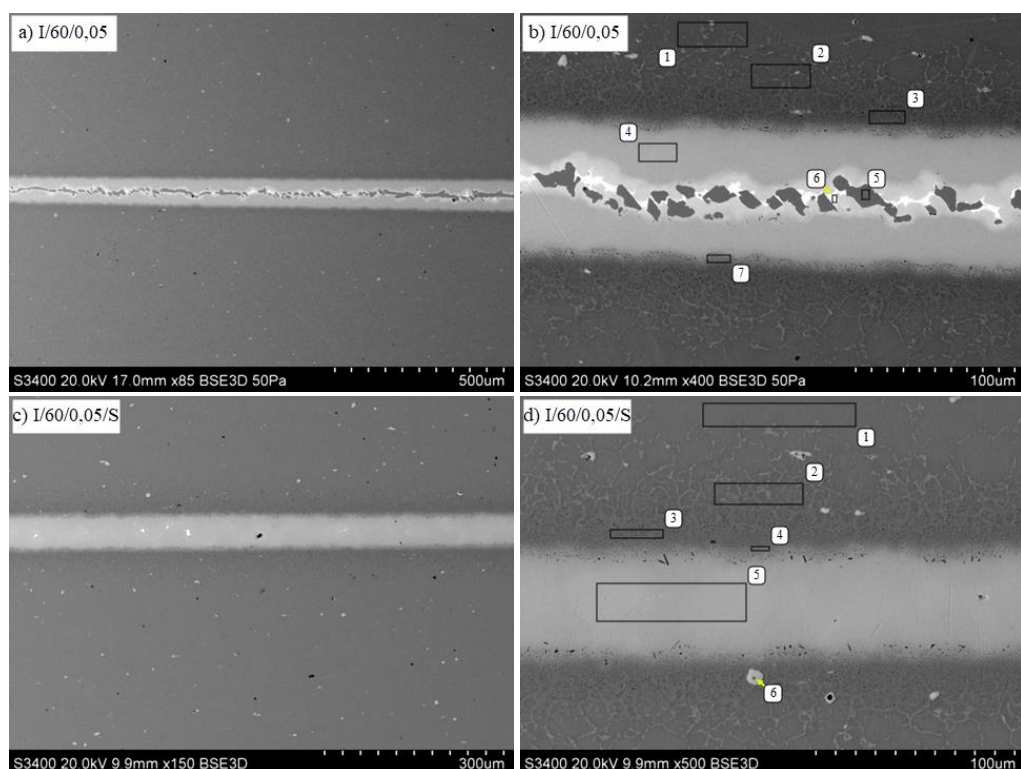
Rys. 125. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36M po lutowaniu w czasie 45 min z przesycaniem (a,b) oraz starzenia (c,d)

Tabela 74. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/45/0,05 (rys. 125b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastków									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/45/0,05	1	-	-	1,1	19,6	18,3	50,2	6,8	4,0	-	
	2	2,0	-	1,0	20,1	17,5	49,4	6,3	3,7	-	
	3	0,9	-	-	17,3	10,2	51,5	2,7	3,2	14,1	
	4	6,7	3,5	2,7	10,6	-	41,8	-	1,6	33,2	
	5	-	-	-	3,6	-	89,1	-	-	7,4	
	6	0,4	0,5	-	12,7	1,3	52,5	-	-	32,6	
	7	-	1,5	-	3,8	-	64,8	-	-	29,9	
	[% at.]										
	1	-	-	1,3	22,1	19,1	50,8	4,3	2,4	-	
	2	11,0	-	1,2	22,7	18,4	40,4	4,0	2,3	-	
	3	6,5	-	-	20,7	11,4	49,2	1,8	2,1	8,3	
	4	24,1	8,3	3,7	13,5	-	26,3	-	1,1	22,9	
	5	-	-	-	4,1	-	91,7	-	-	4,2	
	6	4,1	1,2	-	16,4	1,6	56,2	-	-	20,5	
7	-	3,6	-	4,8	-	73,0	-	-	18,6		

Tabela 75. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/45/0,05/S (rys. 125d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/45/0,05/S	1	-	-	-	19,2	18,8	53,5	5,3	3,2	-	
	2	0,7	-	1,1	19,1	18,7	51,1	5,8	3,4	-	
	3	-	0,2	-	16,9	10,8	52,9	3,0	3,0	13,1	
	4	0,3	0,6	-	12,1	1,6	53,1	-	-	32,4	
	5	1,8	0,2	-	18,6	17,4	52,3	6,1	3,6	-	
	[% at.]										
	1	-	-	-	21,6	19,7	53,3	3,3	2,0	-	
	2	8,8	-	1,4	21,5	19,7	51,7	3,7	2,1	-	
	3	-	0,5	-	20,1	12,0	55,8	2,0	1,9	7,6	
	4	5,2	1,4	-	15,6	1,9	60,5	-	-	20,6	
5	14,1	0,4	-	22,1	19,2	52,3	3,8	2,2	-		



Rys. 126. Mikrostruktura złączy Inconel 718/Palnicro 36M po lutowaniu w czasie 60 min z przesycaniem (a,b) oraz starzeniu (c,d)

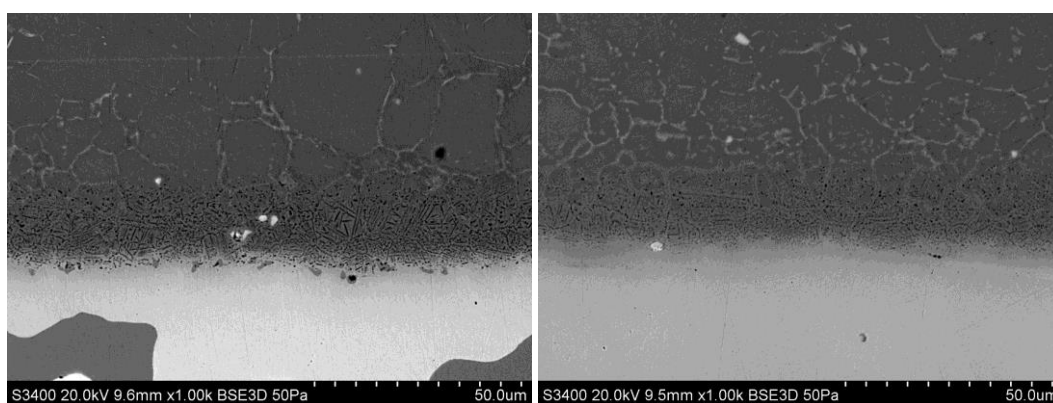
Tabela 76. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/60/0,05 (rys. 126b)

Złączy	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/60/0,05		[% mas.]									
	1	-	-	1,0	18,9	18,3	53,5	5,2	3,1	-	
	2	0,4	0,2	1,0	18,2	18,0	52,6	5,3	3,1	1,2	
	3	2,6	0,2	1,0	17,2	17,0	50,4	6,1	3,3	2,2	
	4	-	0,4	-	13,3	4,1	52,2	-	-	30,0	
	5	-	-	-	6,4	2,9	79,7	-	-	11,0	
	6	3,5	5,8	-	5,3	-	22,0	-	-	63,4	
	7	0,3	0,3	0,6	16,5	11,2	53,5	2,3	-	15,2	
			[% at.]								
	1	-	-	1,3	21,1	19,1	53,3	3,3	1,9	-	
	2	6,1	0,4	1,3	20,8	18,8	46,7	3,3	1,9	0,7	
	3	11,4	0,3	1,2	21,9	17,9	40,0	3,9	2,3	1,2	
	4	-	1,0	-	17,2	4,8	58,5	-	-	18,6	
	5	-	-	-	7,5	3,2	83,0	-	-	6,3	
6	14,3	15,8	-	7,8	-	28,5	-	-	33,6		
7	4,7	0,7	0,8	19,5	12,3	51,5	1,5	-	9,0		

Tabela 77. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/60/0,05/S (rys. 126d)

Złączy	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/60/0,05/S		[% mas.]									
	1	-	-	1,0	19,1	18,8	53,0	5,1	3,0	-	
	2	2,0	-	1,0	18,8	18,4	50,0	6,2	3,6	-	
	3	1,8	-	1,0	19,7	17,1	50,5	6,3	3,6	-	
	4	0,6	0,2	-	18,0	10,1	51,9	3,8	3,0	12,3	
	5	-	0,7	-	11,4	1,6	54,0	-	-	32,4	
	6	3,2	-	12,6	-	-	-	84,2	-	-	
			[% at.]								
	1	-	-	1,2	21,3	19,6	52,9	3,2	1,8	-	
	2	12,1	-	1,2	21,1	19,3	40,2	3,9	2,2	-	
	3	11,4	-	1,2	22,3	18,9	40,0	4,0	2,2	-	
	4	6,3	0,5	-	21,4	11,8	54,6	2,5	2,0	7,1	
	5	-	1,6	-	14,6	1,9	61,5	-	-	20,4	
	6	15,7	-	20,2	-	-	-	64,1	-	-	

Przyczyną powstania strefy ASZ w złączach wytworzonych w procesie z najdłuższym czasem wygrzewania – 45 i 60 min – wydaje się być znacznie większa szerokość szczeliny lutowniczej – 60 i 80 μm , w porównaniu z 50 μm dla złączy I/10/0,05, I/20/0,05 oraz I/30/0,05. Wskazuje to na znaczną wrażliwość lutu Palnico 36M na zmiany szerokości szczeliny lutowniczej. Skład chemiczny roztworu strefy krystalizacji izotermicznej w większości złączy był powtarzalny. Różnice zaobserwowano w stężeniu palladu, którego zawartość w strefie lutu o mikrostrukturze jednofazowej (złącza I/10/0,05, I/20/0,05, I/30/0,05) była o 3-4 % at. niższa niż w złączach ze strefą ASZ. W strefie dyfuzyjnej badanych złączy nie stwierdzono znaczących różnic – ani w jej głębokości, ani w morfologii tworzących ją składników. Niezależnie od czasu wygrzewania głębokość DAZ zawierała się w przedziale ok. 20-30 μm i składała się ona z bardzo drobnych, igłowych oraz globularnych wydzielen (rys. 127). Strefa DAZ w każdym przypadku posiadała zbliżony skład chemiczny, którego cechą charakterystyczną była duża zawartość boru, sugerując obecność wydzielen borków, jako dominującego składnika jej mikrostruktury.



Rys. 127. Mikrostruktura strefy dyfuzyjnej materiału rodzimego w złączach Inconel 718/Palnico 36 po wygrzewaniu w czasie (a) 1 min oraz (b) 30 min

W przeprowadzonych badaniach ponownie zaobserwowano zjawisko ujednorodnienia mikrostruktury złączy w wyniku starzenia (rys. 121-120), za wyjątkiem złącza I/1/0,05/S dla czasu wyżarzania 1 min (rys. 120). Obecność pojedynczych wydzielen fazy Pd-Ni-Si-B stwierdzono w strefie lutu złącza starzonego I/3/0,05/S (rys. 121d, obszar 5 – tab. 67). W złączach I/10/0,05/S i I/30/0,05/S z jednofazową strefą lutu po przesycaniu nie zaobserwowano wpływu starzenia na jej mikrostrukturę (rys. 122 i 124). Wyjątek stanowi złącze I/20/0,05/S, gdzie po starzeniu w mikrostrukturze lutu stwierdzono obecność obszarów wielofazowych (rys. 123d, obszar 5 – tab. 71), obserwowanych również w I segmencie badań w złączach po poprawie lutowania i starzeniu – np. I/996/P/S: Rys. 83f, obszar 2 – tab. 46). Efekt ten wydaje się cechować proces kształtowania mikrostruktury złączy Inconel 718/Palnico 36M w tym stanie obróbki, choć ze względu na rozbieżności w rzeczywistej szerokości szczeliny lutowniczej, trudno go wiązać z przyjętym czasem wygrzewania. Złącze I/45/0,05/S po starzeniu cechowała jednofazowa mikrostruktura strefy lutu, złożona z ziarn roztworu stałego γ -Ni (rys. 125c,d). W złączu I/60/0,05/S po starzeniu stwierdzono nierównomierność szczeliny lutowniczej. Na jej długości, gdzie szerokość wynosiła ok. 60 μm , obserwowano jednofazową mikrostrukturę strefy lutu (rys. 125d). W obszarze złącza gdzie szczelina miała większą szerokość, zaobserwowano pojedyncze wydzielenia stanowiące pozostałość strefy ASZ (rys. 125c). Potwierdza to decydujący wpływ szerokości szczeliny lutowniczej na kształtowanie mikrostruktury lutu, utrudniając ocenę roli czasu wygrzewania i operacji starzenia w tym procesie.

5.2.2.2. Badania wytrzymałościowe

Badania wytrzymałościowe złączy Inconel 718/Palnicro 36M lutowanych z różnym czasem wygrzewania przeprowadzono w stanie przesyconym (rys. 128, tab. 79) oraz starzonym (rys. 129, tab. 80). Wyniki maksymalnej siły zrywającej oraz obliczonej na jej podstawie wytrzymałości na ścinanie zestawiono na rysunkach 130 oraz 131, odpowiednio. Przełom każdej z próbek w całości zlokalizowany był w złączu. Wykazano, że zwiększenie czasu wygrzewania w zakresie 1-20 min powoduje zwiększenie maksymalnej siły zrywającej i wytrzymałości na ścinanie (rys. 128-131). Prawie dla wszystkich przyjętych czasów wygrzewania stwierdzono, że starzenie powoduje zwiększenie wartości F_{max} i wytrzymałości na ścinanie R_t (rys. 130 i 131). Wyjątek stanowią złącza lutowane z czasem wyżarzania 20 min – po przesycaeniu wartości F_{max} i R_t wynoszą odpowiednio ok. 3,9 kN i 360 MPa, będąc najwyższymi spośród wszystkich analizowanych złączy, natomiast po starzeniu są mniejsze – odpowiednio ok. 2,9 kN i 270 MPa. Dekohezja badanych próbek w obszarze złączy determinowana jest mikrostrukturą i właściwościami mechanicznymi lutu, podczas gdy procesy wydzieleniowe z założenia determinują wytrzymałość materiału rodzimego – nadstopu Inconel 718. Mniejsza wytrzymałość złącza I/20/0,05/S jest konsekwencją zmiany składu fazowego lutu po operacji starzenia (rozd. 5.2.2.1). Należy zwrócić uwagę, że wytrzymałość złączy starzonych w I segmencie badań, nawet o zbliżonej mikrostrukturze lutu, była zdecydowanie większa niż po przesycaeniu (rozd. 5.2.2.2). Z tego wniosek, że wytrzymałość badanych złączy po starzeniu determinuje więcej czynników niż tylko mikrostruktura – dla mniejszej szerokości szczeliny większą rolę w tym aspekcie pełnią właściwości mechaniczne materiału łączącego. Niezależnie od wątpliwości w ocenie takiego zachowania złączy Inconel 718/Palnicro 36M, oddziaływanie operacji starzenia materiału rodzimego na mikrostrukturę i wytrzymałość lutu powinno być uwzględniane w doborze warunków procesu technologicznego lutowania i wymaga dalszej, bardziej dogłębnej analizy.

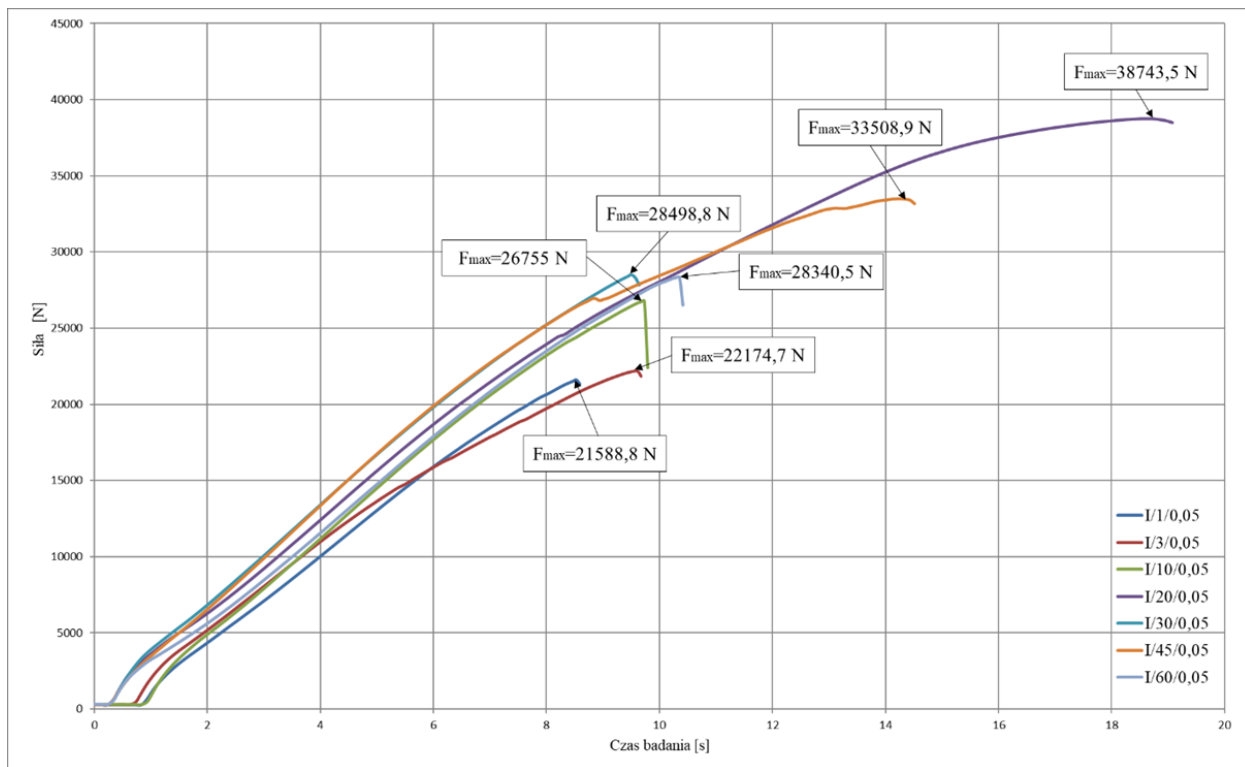
Tabela 78. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Inconel 718/Palnicro 36M w procesie lutowania z różnym czasem wygrzewania i przesycaeniem

Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
I/1/0,05	21588,82	4,16	25,48	106,00	203,67
I/3/0,05	22174,70	3,99	25,75	102,74	215,83
I/10/0,05	26755,04	3,87	25,54	98,84	270,69
I/20/0,05	38743,46	4,25	25,46	108,21	358,06
I/30/0,05	28498,83	3,81	25,60	97,54	292,19
I/45/0,05	33508,92	4,08	25,51	104,08	321,95
I/60/0,05	28340,49	3,90	25,58	99,76	284,08

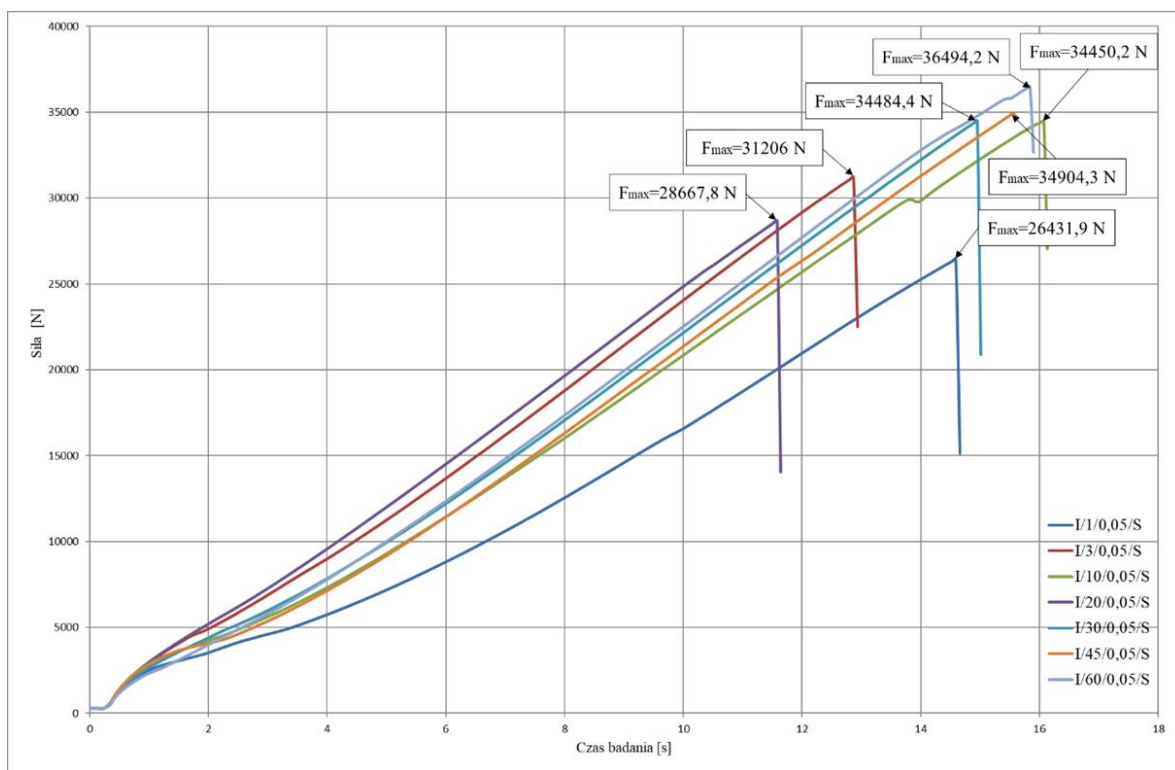
Tabela 79. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Inconel 718/Palnicro 36M w testach lutowania z różnym czasem wygrzewania, przesycaeniem i starzeniem

Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
I/1/0,05/S	26431,88	4,05	25,44	103,03	256,54
I/3/0,05/S	31205,98	4,12	25,47	104,94	297,38
I/10/0,05/S	34450,23	4,02	25,51	102,55	335,94
I/20/0,05/S	28667,76	4,22	25,52	107,69	266,20
I/30/0,05/S	34484,36	3,85	25,56	98,41	350,43
I/45/0,05/S	34904,30	4,12	25,54	105,22	331,71
I/60/0,05/S	36494,19	4,02	25,47	102,39	356,43

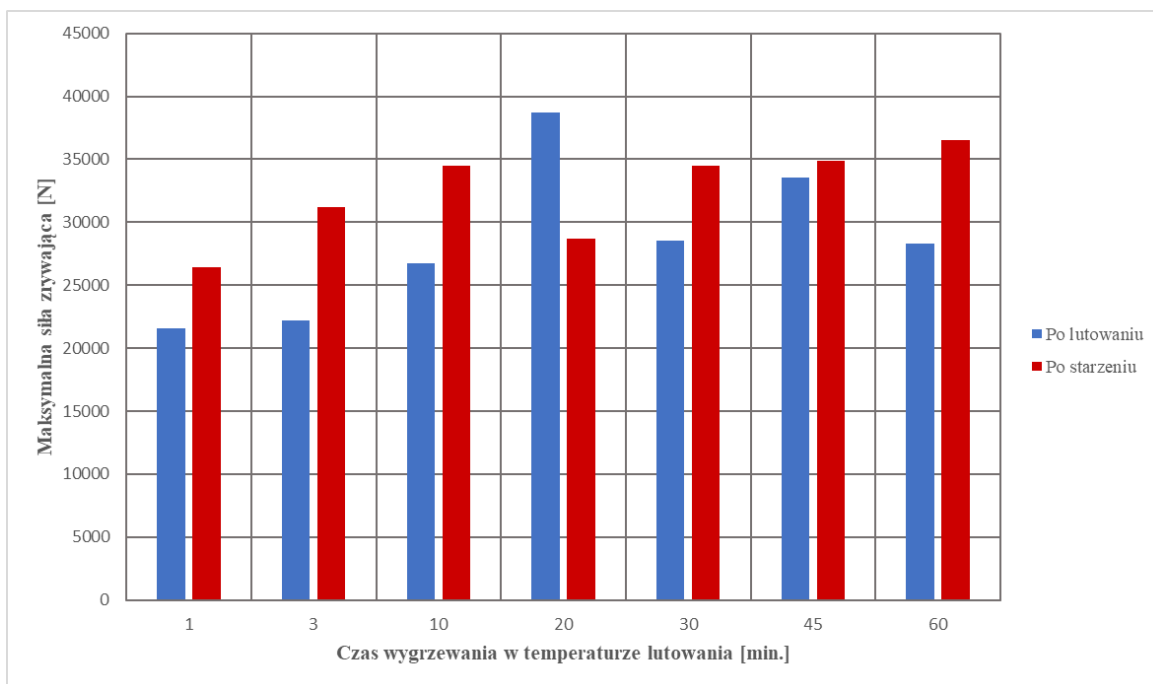
Analiza uzyskanych wyników badań wytrzymałościowych i mikrostruktury, pozwala stwierdzić, że czas wygrzewania 10 min w procesie lutowania złączy Inconel 718/Palnicro 36M jest optymalny z technologicznego punktu widzenia.



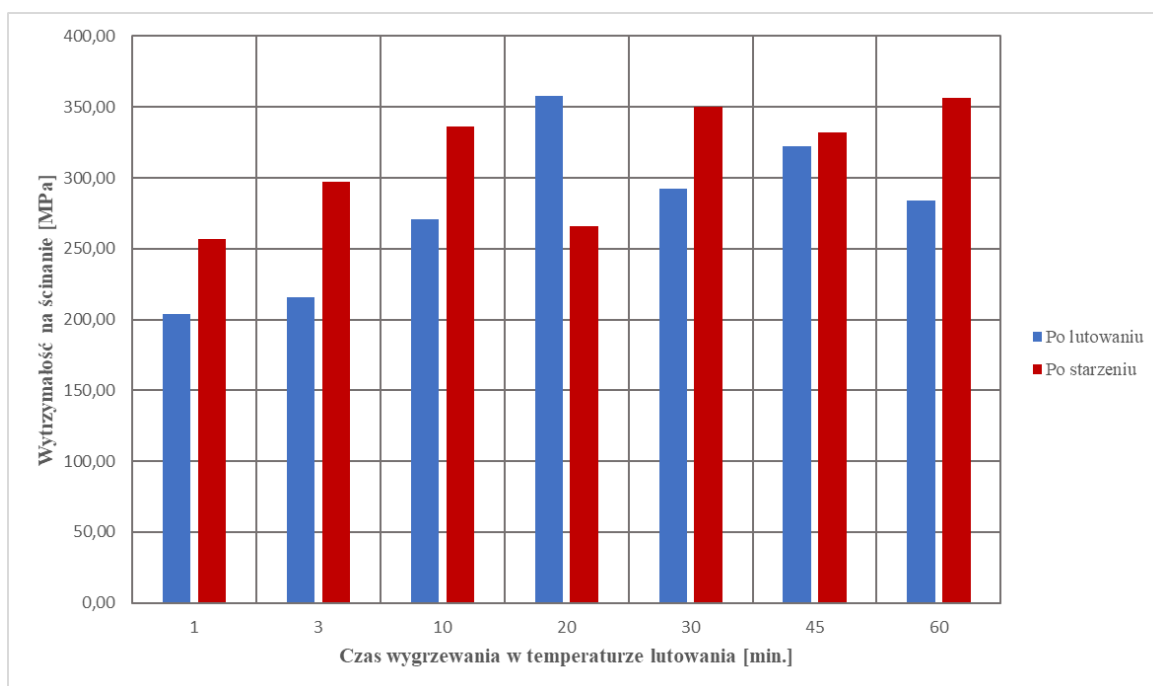
Rys. 128. Wyniki próby ścinania złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesach lutowania z przesycaniem z czasem wygrzewania: 1, 3, 10, 20, 30, 45 i 60 min



Rys. 129. Wyniki próby ścinania złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesach lutowania z przesycaniem z czasem wygrzewania: 1, 3, 10, 20, 30, 45 i 60 min i starzeniu



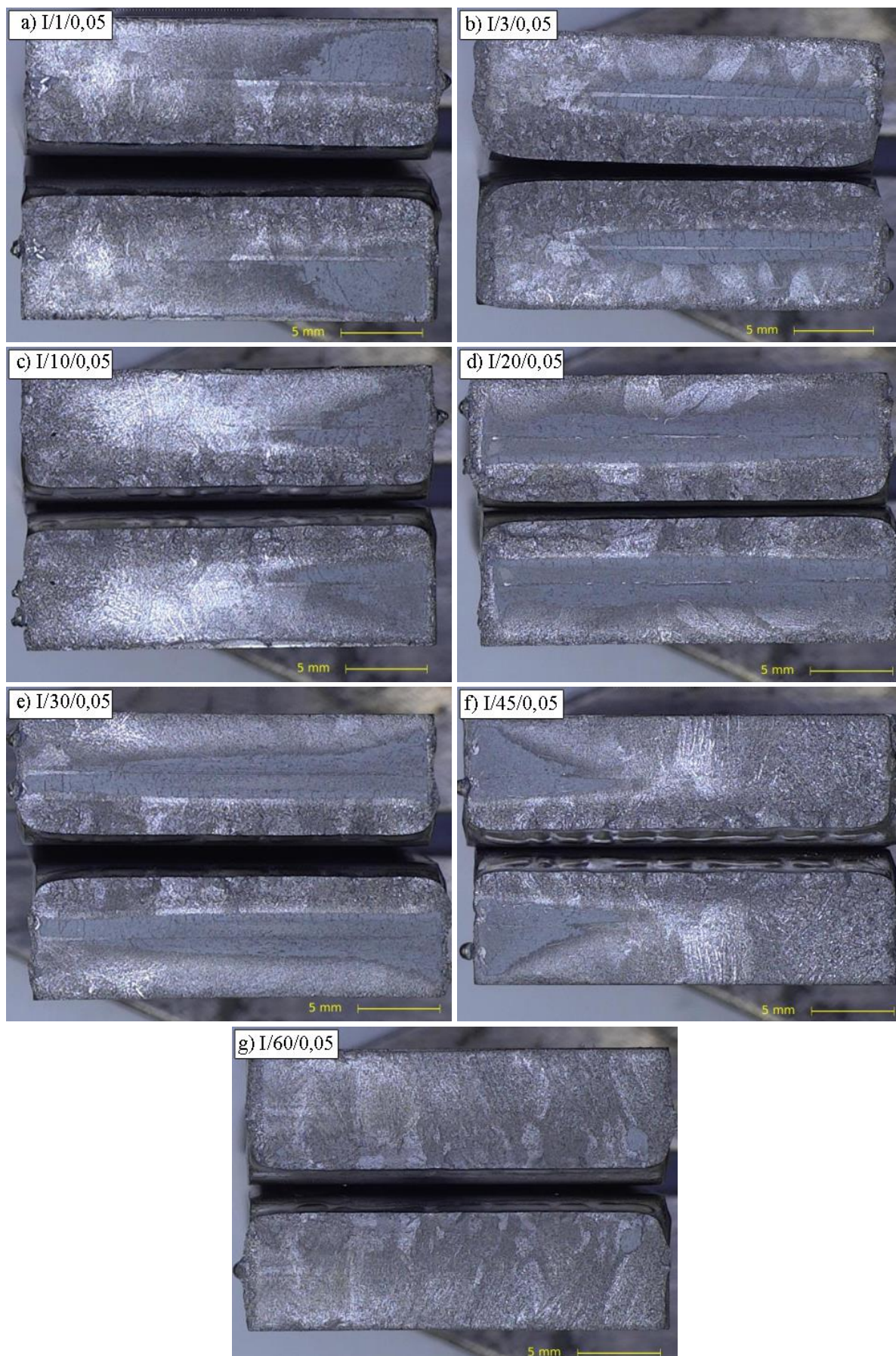
Rys. 130. Wpływ czasu wygrzewania w temperaturze lutowania na wartość maksymalnej siły zrywającej w próbie ścinania dla konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M



Rys. 131. Wpływ czasu wygrzewania w temperaturze lutowania na wytrzymałość na ścinanie dla konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M

5.2.2.3. Próba odrywania

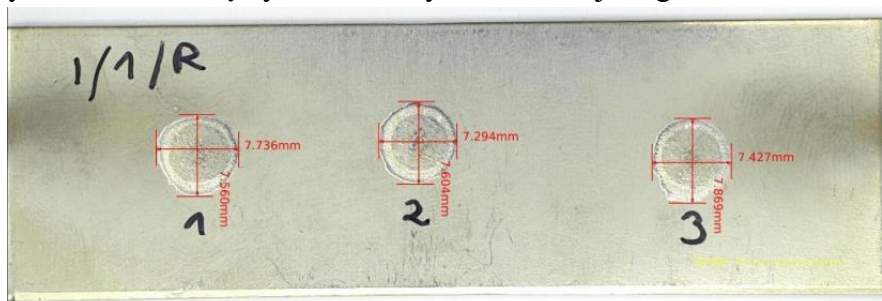
W próbie odrywania złączy Inconel 718/Palnicro 36M wytworzonych z różnym czasem wygrzewania w temperaturze procesu stwierdzono 100% pokrycie powierzchni łączonych lutem, dla wszystkich analizowanych wariantów lutowania (rys. 132). Otrzymane wyniki wskazują, że dla przyjętej zakładki lutowniczej (8 mm), każdy z analizowanych czasów wygrzewania jest wystarczający do całkowitego pokrycia powierzchni łączonych lutem.



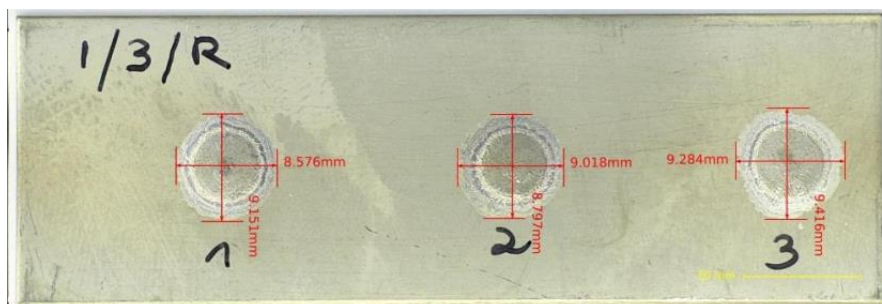
Rys. 132. Widok powierzchni blach po próbie odrywania złączy Inconel 718/Palnico 36M z procesów lutowania z różnym czasem wygrzewania: a) 1, b) 3, c) 10, d) 20, e) 30, f) 45, g) 60 min

5.2.2.4. Rozpływność

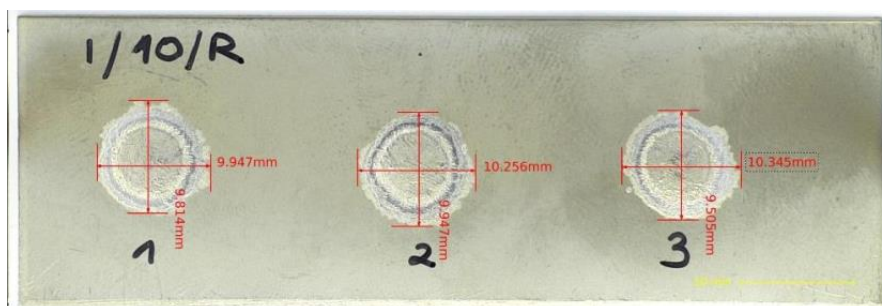
Podobnie jak w przypadku pierwszej z badanych konfiguracji materiałów, również dla lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 stwierdzono wzrost rozpływności wraz z wydłużeniem czasu lutowania połączonego z przesycaaniem (rys. 133-139). Zależność ta dotyczy zakresu czasu wyżarzania 1-20 min (rys. 140, tab. 80), gdzie pomiędzy skrajnymi wartościami zaobserwowano ponad dwukrotne zwiększenie wartości średniego pola powierzchni rozplyniętego lutu: z 45,15 mm² dla złącza lutowanego przez 1 min (rys. 133) do 98,12 mm² dla złącza lutowanego w czasie 20 min (Rys. 136). Wydłużenie czasu lutowania (30-60 min) nie powodowało zwiększenia rozpływności lutu (rys. 137-139, tab. 80). Pozwala to stwierdzić, że w kontekście płynięcia stopu lutowniczego Palnico 36M w procesie lutowania z przesycaaniem elementów z nadstopu Inconel 718, nie ma wskazań do stosowania dłuższego czasu lutowania niż 20 min. Podobnie jak w przypadku pierwszej z analizowanych konfiguracji materiałów (Hastelloy X/Vitta-Brze 1996), ma to szczególne znaczenie w procedurze doboru warunków technologicznych lutowania złączy zakładkowych dla różnej długości zakładki.



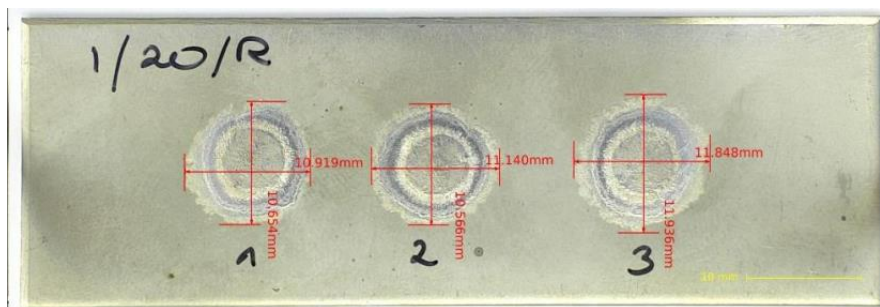
Rys. 133. Wyniki próby rozplywności lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania w czasie 1 min



Rys. 134. Wyniki próby rozplywności lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania w czasie 3 min



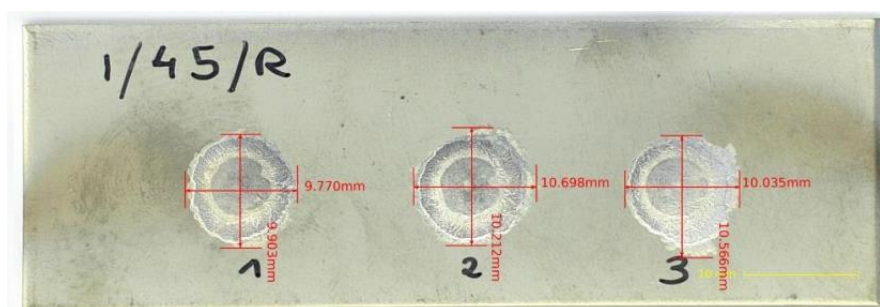
Rys. 135. Wyniki próby rozplywności lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania w czasie 10 min



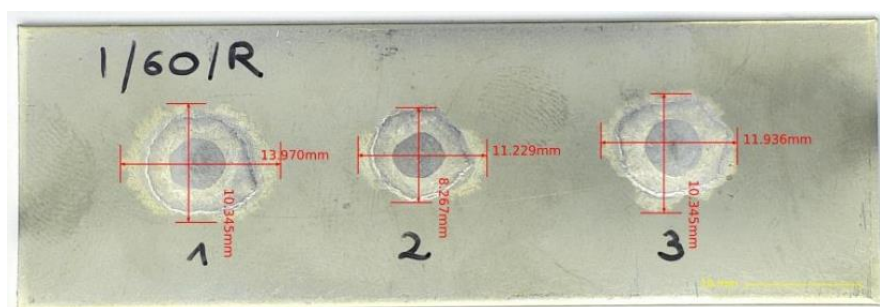
Rys. 136. Wyniki próby rozplywności lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania w czasie 20 min



Rys. 137. Wyniki próby rozplywności lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania w czasie 30 min



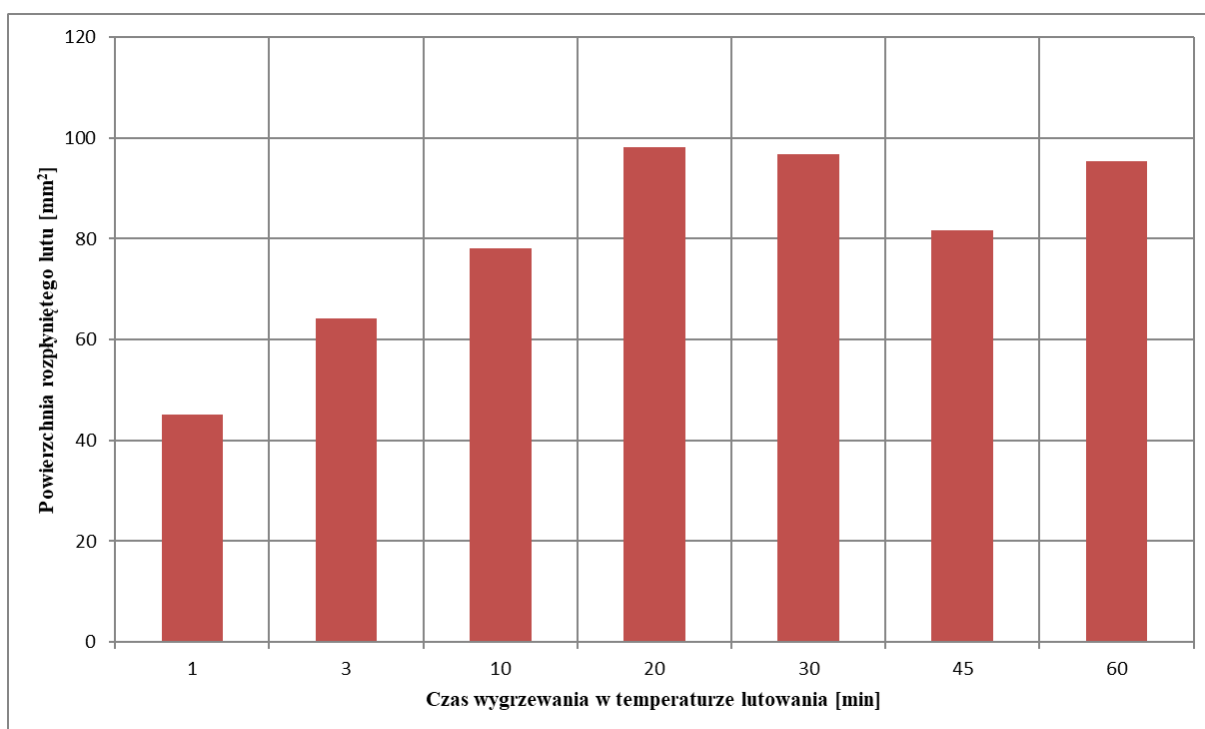
Rys. 138. Wyniki próby rozplywności lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania w czasie 45 min



Rys. 139. Wyniki próby rozplywności lutu Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 po procesie lutowania w czasie 60 min

Tabela 80. Wyniki badań rozpląwności stopu lutowniczego Palnico 36M na podłożu nadstopu Inconel 718 w procesie lutowania łączonego z przesycaaniem, z czasem wygrzewania w zakresie 1-60 min, opracowane zgodnie z równaniami 4.1 i 4.2

Złącze	d ₁ [mm]	d ₂ [mm]	Średnia	d ₃ [mm]	d ₄ [mm]	Średnia	d ₅ [mm]	d ₆ [mm]	Średnia	\bar{d} [mm]	\bar{P}_p [mm ²]
I/1/0,05	7,74	7,56	7,65	7,29	7,60	7,45	7,43	7,87	7,65	7,58	45,15
I/3/0,05	8,58	9,15	8,86	9,02	8,80	8,91	9,28	9,42	9,35	9,04	64,19
I/10/0,05	9,95	9,81	9,88	10,26	9,95	10,10	10,35	9,51	9,93	9,97	78,05
I/20/0,05	10,92	10,65	10,79	11,14	10,57	10,85	11,85	11,94	11,89	11,18	98,12
I/30/0,05	11,85	10,96	11,41	11,67	11,01	11,34	10,65	10,43	10,54	11,10	96,70
I/45/0,05	9,77	9,90	9,84	10,70	10,21	10,46	10,04	10,57	10,30	10,20	81,67
I/60/0,05	13,97	10,35	12,16	11,23	8,27	9,75	11,94	10,35	11,14	11,02	95,30



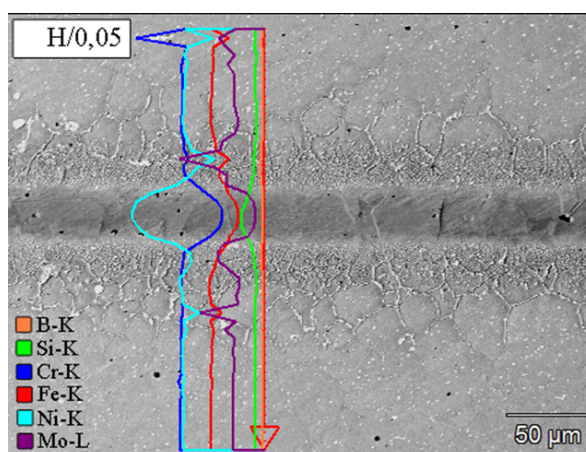
Rys. 140. Wpływ czasu wygrzewania w temperaturze lutowania na rozpląwność lutu Palnico 36 M na podłożu nadstopu Inconel 718

5.3. Wpływ szerokości szczeliny lutowniczej na mikrostrukturę i właściwości złącza

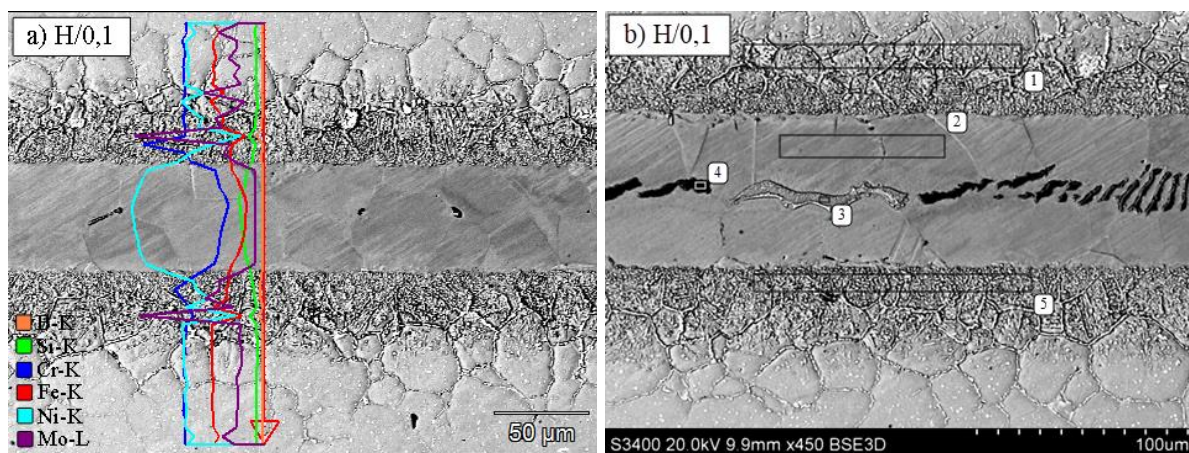
5.3.1. Konfiguracja Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

5.3.1.1. Mikrostruktura

Wyniki badań otrzymane w dwóch pierwszych segmentach badań, pomimo ukierunkowania na inne czynniki procesu, jednoznacznie wykazały dużą zależność mikrostruktury złącza od szerokości szczeliny lutowniczej. Dlatego w ostatnim segmencie badań ten aspekt konstrukcji złącza lutowanego poddano oddzielnej analizie. Z racji przyjętego zakresu szerokości szczeliny (0,05-0,5 mm), w celu lepszej oceny składu chemicznego na przekroju złącza, analizowano również liniowe rozmieszczenie poszczególnych pierwiastków. W złączu o najmniejszej szczelinie (tożsamym z H/10/0,05 – rozdz. 5.2.1.1, rys. 104, tab. 57) otrzymano jednofazową (γ -Ni) mikrostrukturę lutu, skryształizowanego izotermicznie w całej objętości szczeliny (rys. 141). Liniowe rozmieszczenie pierwiastków w poprzek złącza wskazuje na maksymalne stężenia niklu i krzemu w osi wzdłużnej strefy lutu, natomiast minimalne chromu i żelaza – zgodnie z odpowiednio mniejszą i większą ich zawartością w materiale rodzimym (tab. 10 i 11, rozdz. 4.1). Molibden, ponadto, koncentruje się w strefie DAZ materiału rodzimego (rys. 141).



Rys. 141. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 dla szerokości szczeliny 0,05 mm z zaznaczoną linią analizy składu chemicznego



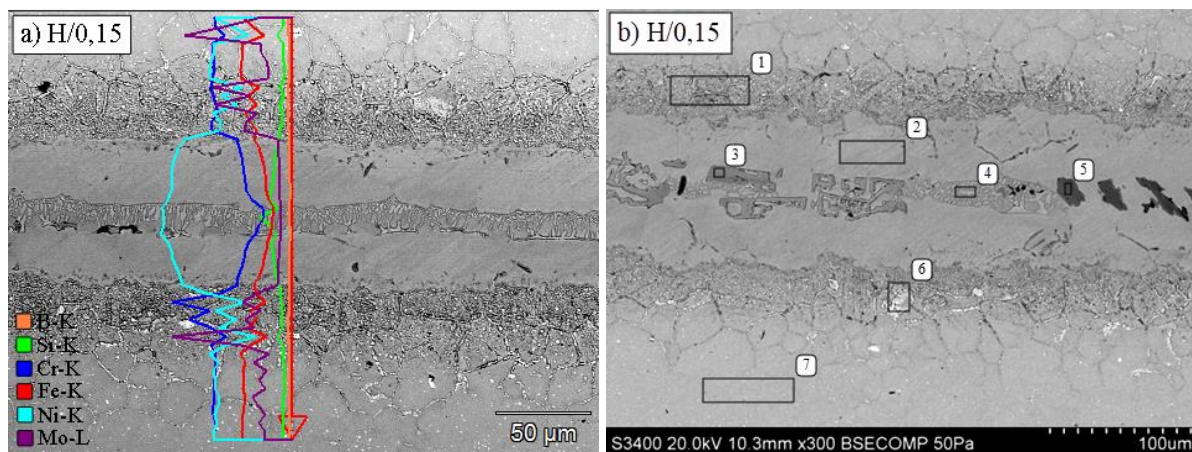
Rys. 142. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 dla szerokości szczeliny 0,1 mm z zaznaczoną linią (a) i mikroobszarami (b) analizy składu chemicznego

Zwiększenie szerokości szczeliny do 0,1 mm (H/0,1) skutkuje utworzeniem w mikrostrukturze lutu strefy krystalizacji atermicznej, złożonej z wydzieleni faz: Ni-B-Si-Cr-Fe (73/11,3/8,9/4,1/2,8% at. – rys. 141b, obszar 3 – tab. 81) oraz Cr-B-Ni-Mo-Si (66,4/16,5/9,3/5,5/1% at. – rys. 141b, obszar 4 – tab. 81). Charakter liniowego rozmieszczenia pierwiastków w złączu jest podobny jak w H/0,05, z tym że poza molibdenem, zwiększenie zawartości w DAZ dotyczy również chromu (rys. 142a).

Tabela 81. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/0,1 (rys. 142b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka						
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	
		[% mas.]						
H/0,1	1	1,9	0,6	24,6	18,6	41,1	13,1	
	2	0,8	3,5	13,7	8,1	73,4	0,5	
	3	2,4	5,0	4,2	3,1	85,3	-	
	4	3,7	0,6	71,8	1,6	11,4	10,9	
	5	2,5	1,0	27,6	14,6	41,0	13,2	
			[% at.]					
	1	9,7	1,1	25,7	18,1	38,0	7,4	
	2	4,2	6,7	14,1	7,8	67,0	0,3	
	3	11,3	8,9	4,1	2,8	73,0	-	
	4	16,5	1,0	66,4	1,4	9,3	5,5	
5	12,4	1,9	27,9	13,8	36,8	7,2		

W złączu o jeszcze szerszej szczelinie lutowniczej – 0,15 mm – stwierdzono zwiększenie objętości względnej strefy ASZ (rys. 143), która w wybranych obszarach ma charakter ciągły (143a). Tworzą ją, podobnie jak w przypadku złącza H/0,1, wydzielania faz: na osnowie niklu Ni-Si-Cr-B-Fe (71,5/9,5/7,3/5,7/5,2% at. – rys. 143b, obszar 4 – tab. 82) oraz na osnowie chromu Cr-Ni-B-Mo-Fe-Si (52,6/20/12,6/8,1/5,3/1,4% at. – rys. 143b, średnie wartości określonych dla obszarów 3 i 5 – tab. 82). W DAZ złącza H/0,15 analiza liniowa wykazała zwiększenie stężenia molibdenu, chromu i krzemu (rys. 143a).



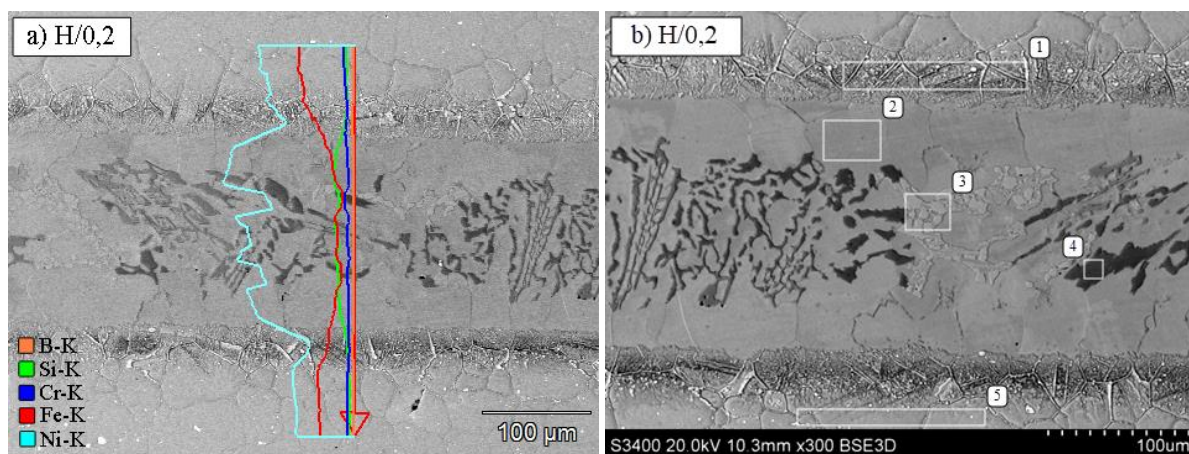
Rys. 143. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 dla szerokości szczeliny 0,15 mm z zaznaczoną linią (a) i mikroobszarami (b) analizy składu chemicznego

W złączu ze szczeliną o szerokości 0,2 mm strefa ASZ stanowiła przeważającą część mikrostruktury lutu (rys. 144). Zaobserwowano również wyraźną zmianę morfologii tworzących ją wydzieleni. Cały czas są jednak wydzielania faz bogatych w nikiel Ni-Si-B-Cr-Fe 73,1/10,8/9,2/3,7/3,2% at. – rys. 144b, obszar 3 – tab. 83) i chrom Cr-B-Mo-Ni 75,7/13,1/7,5/3,7% at. – rys. 144b, obszar 4 – tab. 83). Mały zakres zmiany stężenia składników materiału rodzimego i lutu wykazany analizą liniową – poza nikiem (rys. 144a) – nie pozwolił na

ocenę różnic w składzie chemicznych strefy DAZ materiału rodzimego. Potwierdziły je jednak wyniki analizy w mikroobszarach, sugerując dyfuzję boru i krzemu ze stopu lutowniczego (rys. 144b, obszar 1 – tab. 83).

Tabela 82. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/0,15 (rys. 143b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka						
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	
[% mas.]								
H/0,15	1	2,5	0,8	25,1	17,8	41,4	12,3	
	2	1,0	3,1	14,8	10,0	68,8	2,3	
	3	2,3	0,8	47,5	6,6	26,9	15,9	
	4	1,2	5,0	7,2	5,5	79,6	1,5	
	5	3,0	0,7	58,8	4,8	18,5	14,3	
	6	2,7	0,8	25,5	15,9	37,9	17,2	
	7	1,0	0,6	24,0	20,0	46,5	7,9	
	[% at.]							
	1	12,4	1,5	25,4	16,8	37,2	6,8	
	2	4,9	5,9	15,2	9,6	63,0	1,3	
	3	11,4	1,6	48,0	6,2	24,1	8,7	
	4	5,7	9,5	7,3	5,2	71,5	0,8	
	5	13,8	1,2	57,1	4,3	16,0	7,5	
	6	13,2	1,6	26,1	15,1	34,4	9,6	
7	5,1	1,2	25,5	19,8	43,8	4,6		

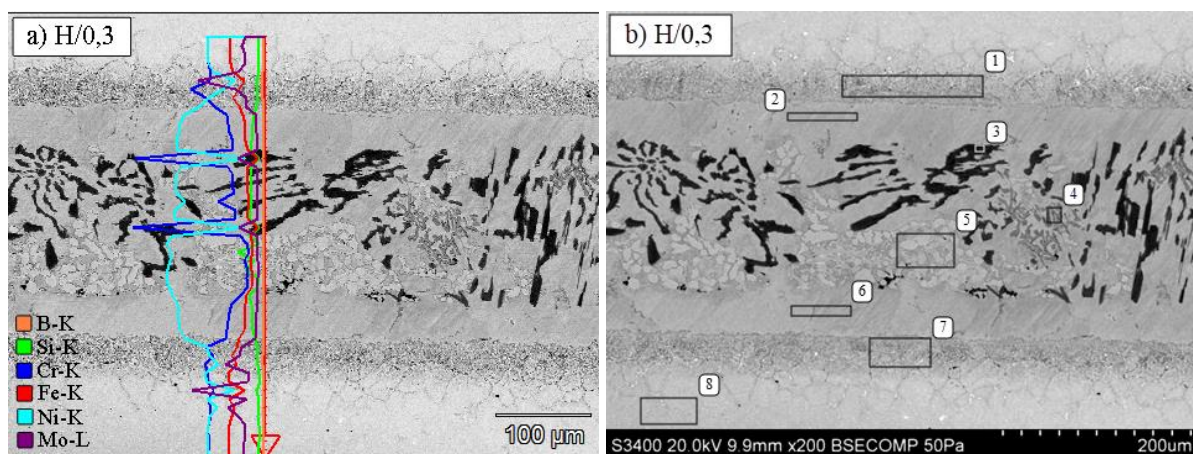


Rys. 144. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 dla szerokości szczeliny 0,2 mm z zaznaczoną linią (a) i mikroobszarami (b) analizy składu chemicznego

Tabela 83. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/0,2 (rys. 144b)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka						
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	
[% mas.]								
H/0,2	1	2,4	0,9	27,1	15,3	36,7	17,6	
	2	-	3,6	13,3	8,3	74,8	-	
	3	3,0	5,5	3,5	3,2	84,8	-	
	4	4,5	-	78,6	-	3,9	13,0	
	5	-	-	23,2	18,7	49,1	9,0	
	[% at.]							
	1	4,7	2,0	31,4	16,6	34,4	10,9	
	2	-	7,0	14,6	8,4	70,0	-	
	3	9,2	10,8	3,7	3,2	73,1	-	
	4	13,1	-	75,7	-	3,7	7,5	
5	-	-	26,0	19,6	48,9	5,5		

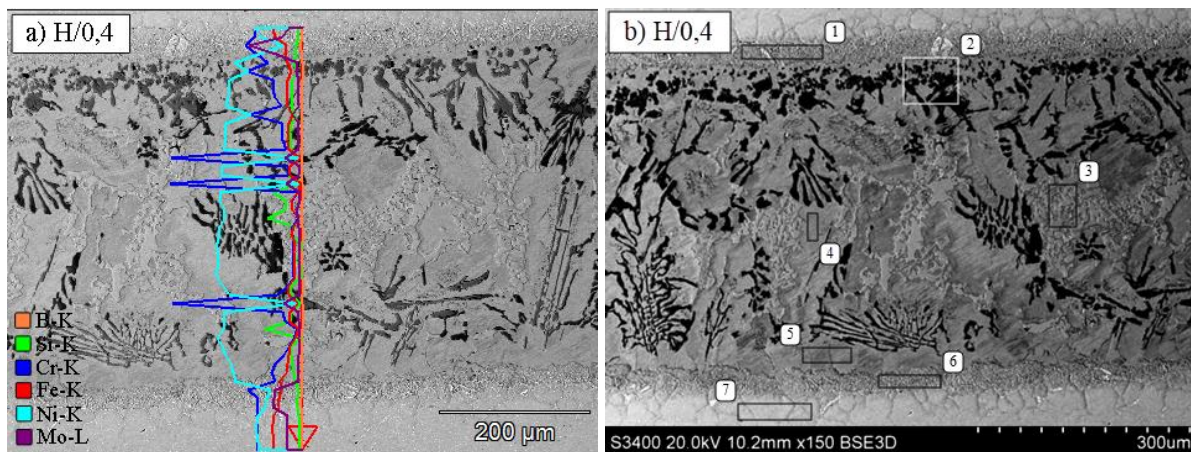
Mikrostruktura złącza o szerokości szczeliny z górnego zakresu wartości – 0,3- 0,5 mm – kształtuje się w podobny sposób jak w złączu H/0,2 (rys. 145-147). Wraz ze wzrostem szerokości szczeliny zwiększa się objętość względna strefy ASZ – dla wartości 0,4 (rys. 146) i 0,5 mm (rys. 147) wypełnia ją całkowicie. W mikrostrukturze lutu w tych dwóch przypadkach zaobserwowano koncentrowanie się wydzieleni fazy Cr-Ni-B-Fe-Si-Mo (40,4/39,3/8,2/6,3/3,6/2,2% at. – rys. 146b, obszar 2 – tab. 84 oraz 42,5/37,6/9,2/5,2/3,7/1,9% at. – rys. 147b, obszar 6 – tab. 85). Strefę DAZ materiału rodzimego tych złączy wzbogaca chrom, molibden, bor i krzem (rys. 145-147, tab. 84-86).



Rys. 145. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vita-Braze 1996 dla szerokości szczeliny 0,3 mm z zaznaczoną linią (a) i mikroobszarami (b) analizy składu chemicznego

Tabela 84. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/0,3 (rys. 145)

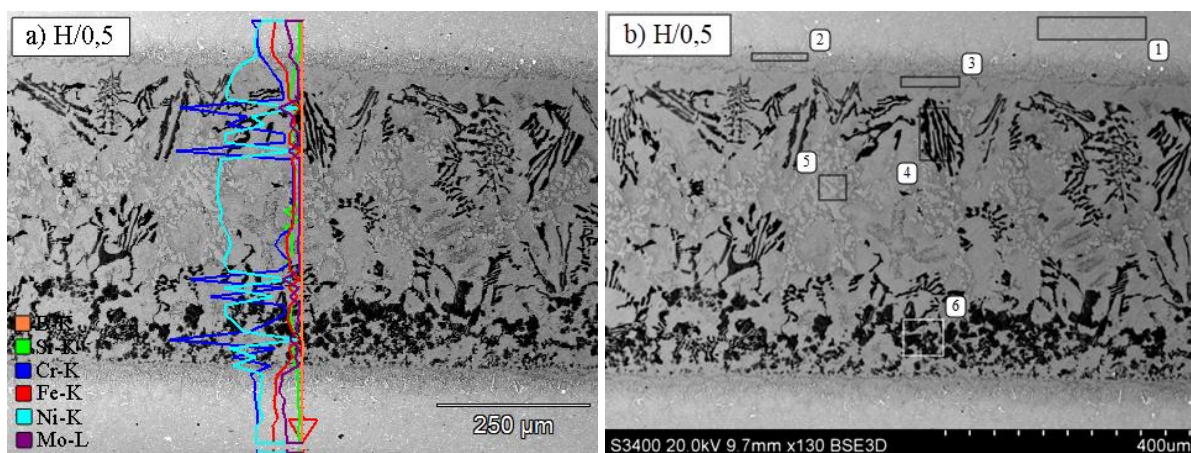
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
[% mas.]							
H/0,3	1	2,2	0,8	24,8	17,4	43,1	11,6
	2	0,9	3,3	13,9	9,7	70,4	1,8
	3	3,0	1,1	55,5	5,1	25,7	9,6
	4	1,5	2,8	24,4	7,6	58,8	4,8
	5	1,3	4,7	6,3	5,6	81,1	1,1
	6	0,9	3,2	13,7	9,5	71,0	1,7
	7	2,3	0,9	25,2	16,8	43,6	11,1
	8	1,0	0,6	23,8	19,9	47,0	7,8
[% at.]							
H/0,3	1	10,9	1,5	25,4	16,6	39,1	6,4
	2	4,6	6,2	14,4	9,3	64,4	1,0
	3	13,7	2,0	53,0	4,5	21,8	5,0
	4	7,5	5,3	24,7	7,2	52,7	2,6
	5	6,3	8,8	6,4	5,2	72,8	0,6
	6	4,6	6,2	14,1	9,2	65,0	0,9
	7	11,3	1,7	25,6	15,9	39,3	6,1
	8	4,9	1,2	25,3	19,7	44,3	4,5



Rys. 146. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vita-Braze 1996 dla szerokości szczeliny 0,4 mm z zaznaczoną linią (a) i mikroobszarami (b) analizy składu chemicznego

Tabela 85. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/0,4 (rys. 146)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka					
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
[% mas.]							
H/0,4	1	2,6	1,0	25,3	16,9	43,5	10,8
	2	1,7	2,0	40,7	6,8	44,8	4,0
	3	2,2	5,4	3,6	4,5	84,3	-
	4	1,6	4,1	9,8	8,5	76,0	-
	5	0,8	3,5	12,3	8,8	74,0	0,6
	6	1,8	0,7	25,5	18,4	41,9	11,8
	7	-	0,5	24,3	20,6	46,5	8,1
[% at.]							
H/0,4	1	12,6	1,8	25,3	15,7	38,7	5,8
	2	8,2	3,6	40,4	6,3	39,3	2,2
	3	10,1	9,7	3,5	4,1	72,5	-
	4	7,5	7,5	9,8	7,9	67,2	-
	5	4,0	6,7	12,7	8,4	67,8	0,4
	6	8,8	1,3	26,6	17,9	38,7	6,7
	7	-	1,0	27,0	21,3	45,8	4,9



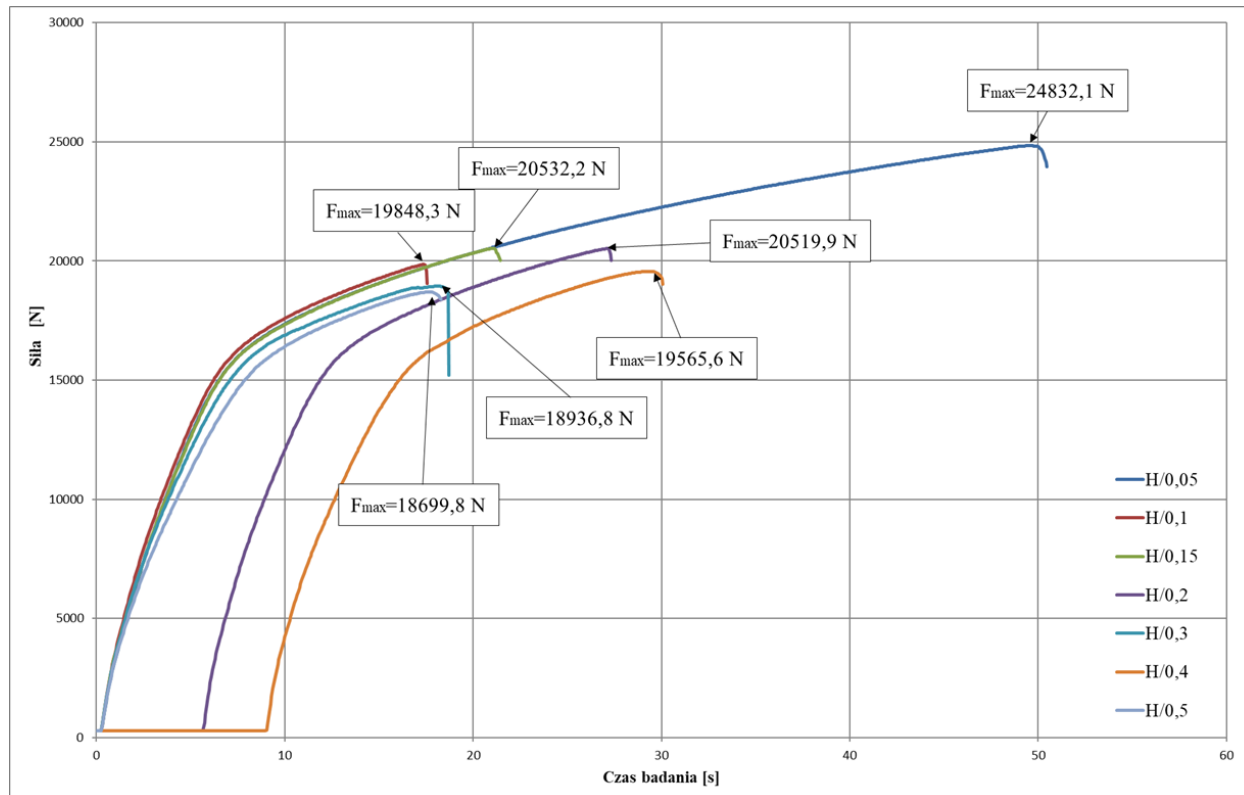
Rys. 147. Mikrostruktura złącza Hastelloy X/Vita-Braze 1996 dla szerokości szczeliny 0,5 mm z zaznaczoną linią (a) i mikroobszarami (b) analizy składu chemicznego

Tabela 86. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza H/0,5 (rys. 147)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka						
		B-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L	
		[% mas.]						
H/0,5	1	1,0	0,6	24,2	20,4	45,8	8,1	
	2	1,9	0,6	24,7	19,1	43,1	10,6	
	3	0,8	3,3	14,0	9,5	71,7	0,6	
	4	2,5	2,4	38,2	5,5	45,9	5,5	
	5	2,4	4,3	3,5	4,6	85,3	-	
	6	2,0	2,0	43,4	5,7	43,4	3,5	
			[% at.]					
	1	5,0	1,1	25,7	20,2	43,2	4,7	
	2	9,5	1,2	25,5	18,4	39,4	6,0	
	3	4,1	6,3	14,4	9,2	65,6	0,4	
	4	11,7	4,3	36,9	5,0	39,3	2,9	
	5	11,2	7,7	3,4	4,1	73,6	-	
6	9,2	3,7	42,5	5,2	37,6	1,9		

5.3.1.2. Badania wytrzymałościowe

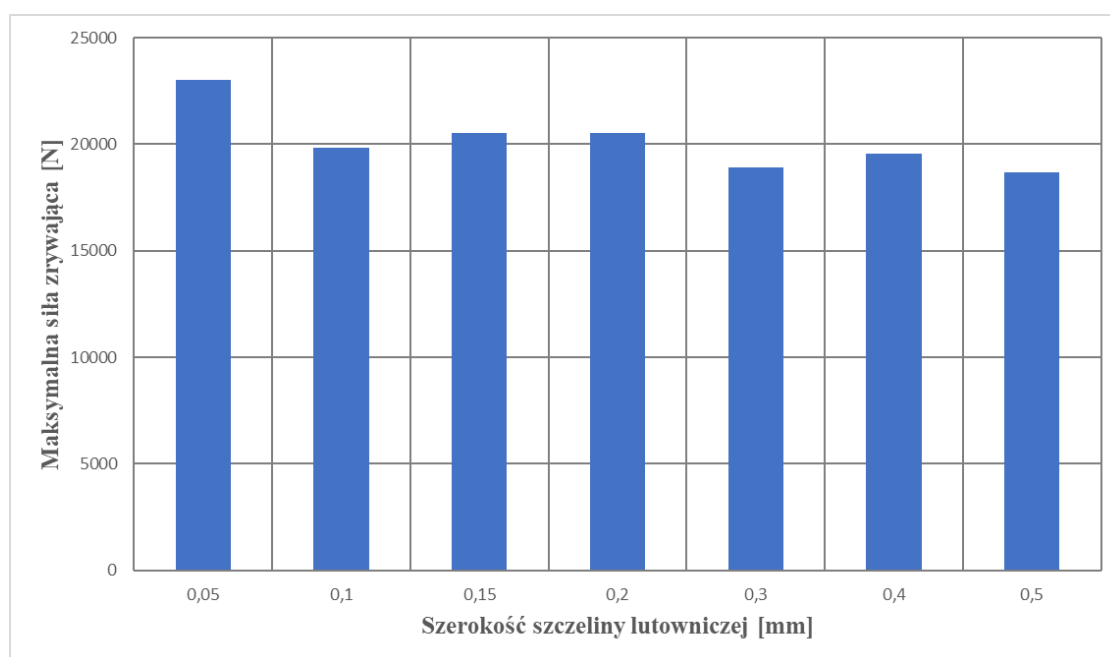
Wyniki próby ścinania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 w tym segmencie (rys. 148) jednoznacznie wskazują na pogorszenie ich właściwości mechanicznych wraz ze zwiększeniem szerokości szczeliny lutowniczej (tab. 87, rys. 149). Złącze o najmniejszej szczelinie – 0,05 mm – uległo zerwaniu przy obciążeniu siłą 23 kN (rys. 148 i 149, tab. 87), odpowiadającą wytrzymałości na ścinanie $R_t = 235,2$ MPa (tab. 88). Analiza uzyskanych wyników badań w tym zakresie pozwala stwierdzić, że w złączach Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 o szerokości szczeliny $>0,05$ mm skokowo zmniejsza się ich wytrzymałość na ścinanie, w sumie o ok. 20%.



Rysunek 148. Wyniki próby ścinania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesach lutowania ze szczeliną lutowniczą o szerokości 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,3; 0,4 i 0,5 mm

Tabela 87. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 w procesach lutowania z różną szerokością szczeliny lutowniczej

Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
H/0,05	24832,1	4,06	25,45	103,33	240,3
H/0,1	19848,3	3,73	25,44	94,89	209,2
H/0,15	20532,2	3,83	25,52	97,74	210,1
H/0,2	20519,9	3,90	25,40	99,06	207,2
H/0,3	18936,8	3,64	25,39	92,42	204,9
H/0,4	19565,6	3,87	25,40	98,30	199
H/0,5	18699,8	3,78	25,49	96,35	194,1



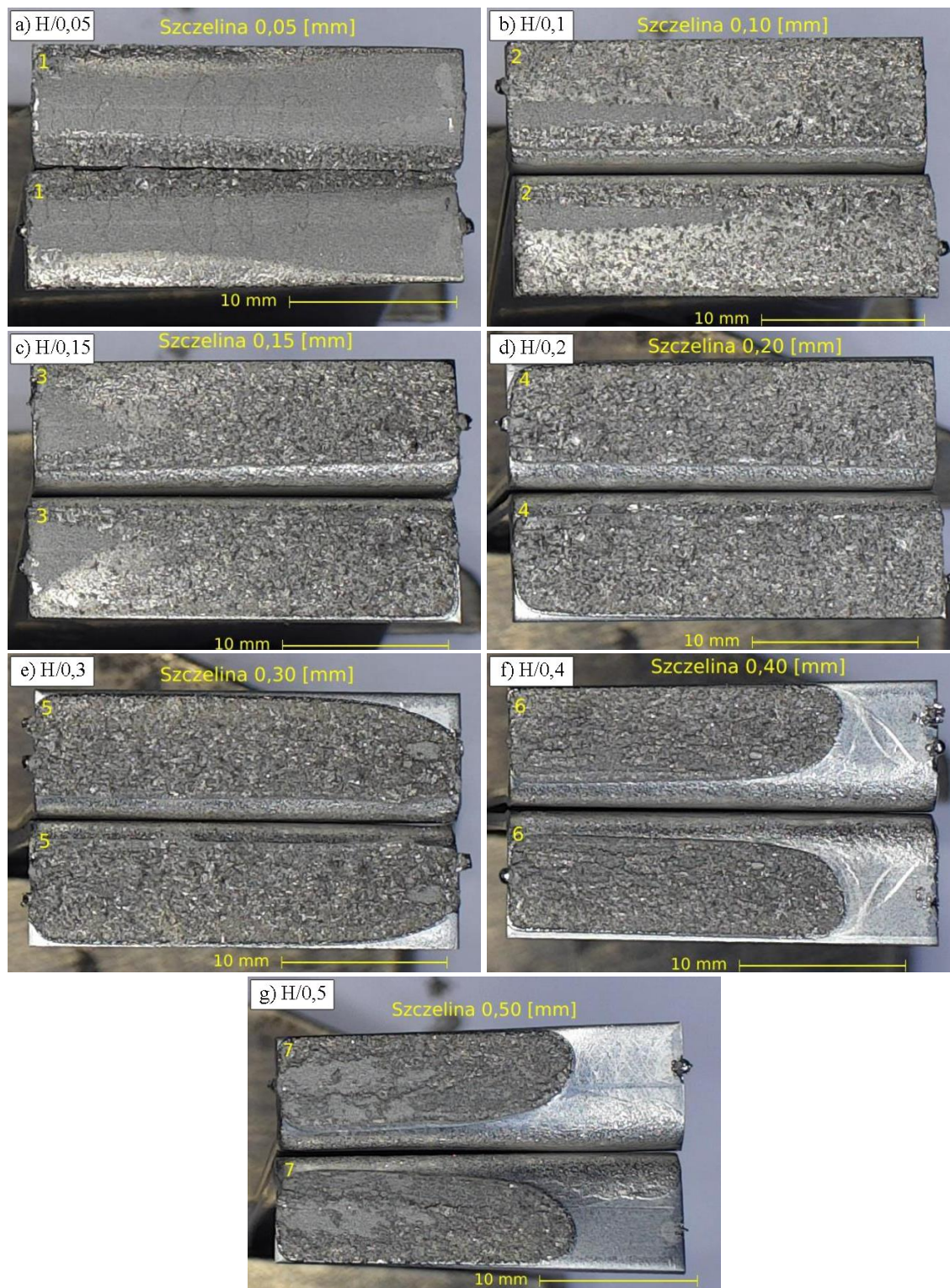
Rys. 149. Wpływ szczeliny na wartość maksymalnej siły zrywającej w próbie ścinania dla konfiguracji materiałów Hastelloy X/Vitta-Braze 1996

5.3.1.3. Próba odrywania

Wyniki prób odrywania złączy lutowanych ze zmienną szczeliną lutowniczą zebrano w tabeli 88. Całkowite pokrycie powierzchni łączonych lutem otrzymano jedynie w przypadku najcieńszych szczelin – 0,05 oraz 0,1 mm (rys. 150a,b). Zwiększenie szerokości szczeliny, powoduje redukcję stopnia pokrycia lutem (tab. 88). Najmniejszy stopień pokrycia stwierdzono w złączach H/0,4 (rys. 150e) i H/0,5 (rys. 150f), które okazały się nieciągłe. Dwie największe szczeliny skutkowały otrzymaniem nieciągłego złącza z przelotowymi pustkami oraz pokryciem równym 72% w przypadku szczeliny 0,4 mm (Rys. 149f) oraz 60% w przypadku szczeliny 0,5 mm (Rys. 149g). Otrzymane wyniki korespondują z wynikami badań wytrzymałościowych, gdzie ograniczenie rzeczywistej powierzchni złącza znajduje potwierdzenie w obniżonych właściwościach wytrzymałościowych.

Tabela 88. Wyniki prób odrywania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 po procesach lutowania z różną szerokością szczeliny lutowniczej w zakresie 0,05-0,5 mm

Szerokość szczeliny lutowniczej [mm]	0,05	0,1	0,15	0,2	0,3	0,4	0,5
Pokrycie [% , +/-5%]	100	100	>99	98	94	72	60

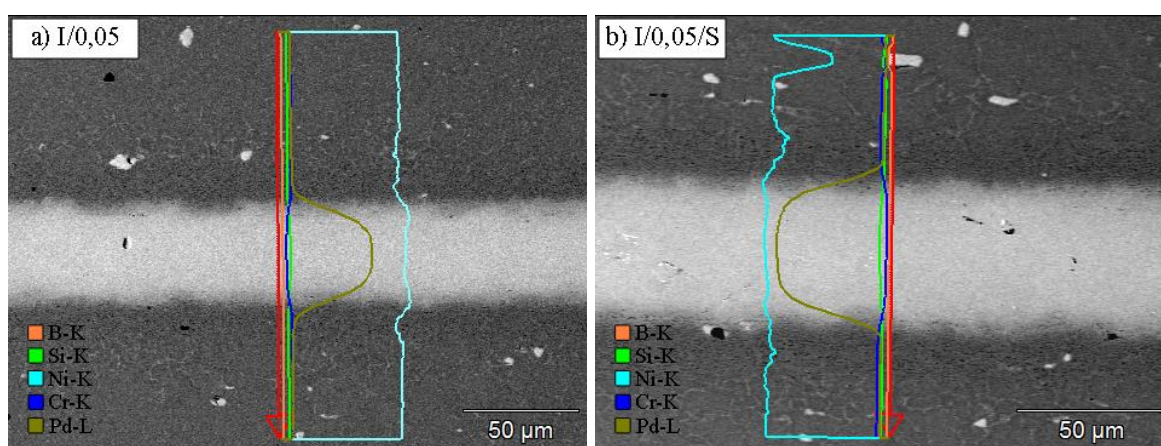


Rys. 150. Widok powierzchni blach po próbie odrywania złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 z procesów lutowania z szerokością szczeliny: a) 0,05, b) 0,1, c) 0,15, d) 0,2, e) 0,3, f) 0,4, g) 0,5 mm

5.3.2. Konfiguracja Inconel 718/Palnicro 36M

5.3.2.1. Mikrostruktura

Analiza wyników złączy Inconel 718/Palnicro 36M uzyskanych w dwóch poprzednich segmentach badań, podobnie jak w przypadku konfiguracji Hastelloy X/Vitta-Braze 1996, również wykazała korelację zmian mikrostruktury z szerokością szczeliny lutowniczej. Złącza o najmniejszej analizowanej szczelinie (0,05 mm) po procesie lutowania z przesycaniem oraz starzeniu I/10/0,05 oraz I/10/0,05/S analizowano w rozdz. 5.2.2.1 (rys. 122, tab. 68 i 69). Mikrostruktura lutu w obu stanach obróbki cieplnej jest jednofazowa, złożona z roztworu stałego γ -Ni, bez strefy krystalizacji atermicznej (rys. 151). Wyniki liniowej analizy zawartości pierwiastków nie wnoszą dodatkowych informacji w porównaniu z analizą w mikroobszarach (rys. 122, tab. 68 i 69) – obrazują przede wszystkim zmianę stężenia palladu, jako głównego składnika stopu Panlicro 36M.

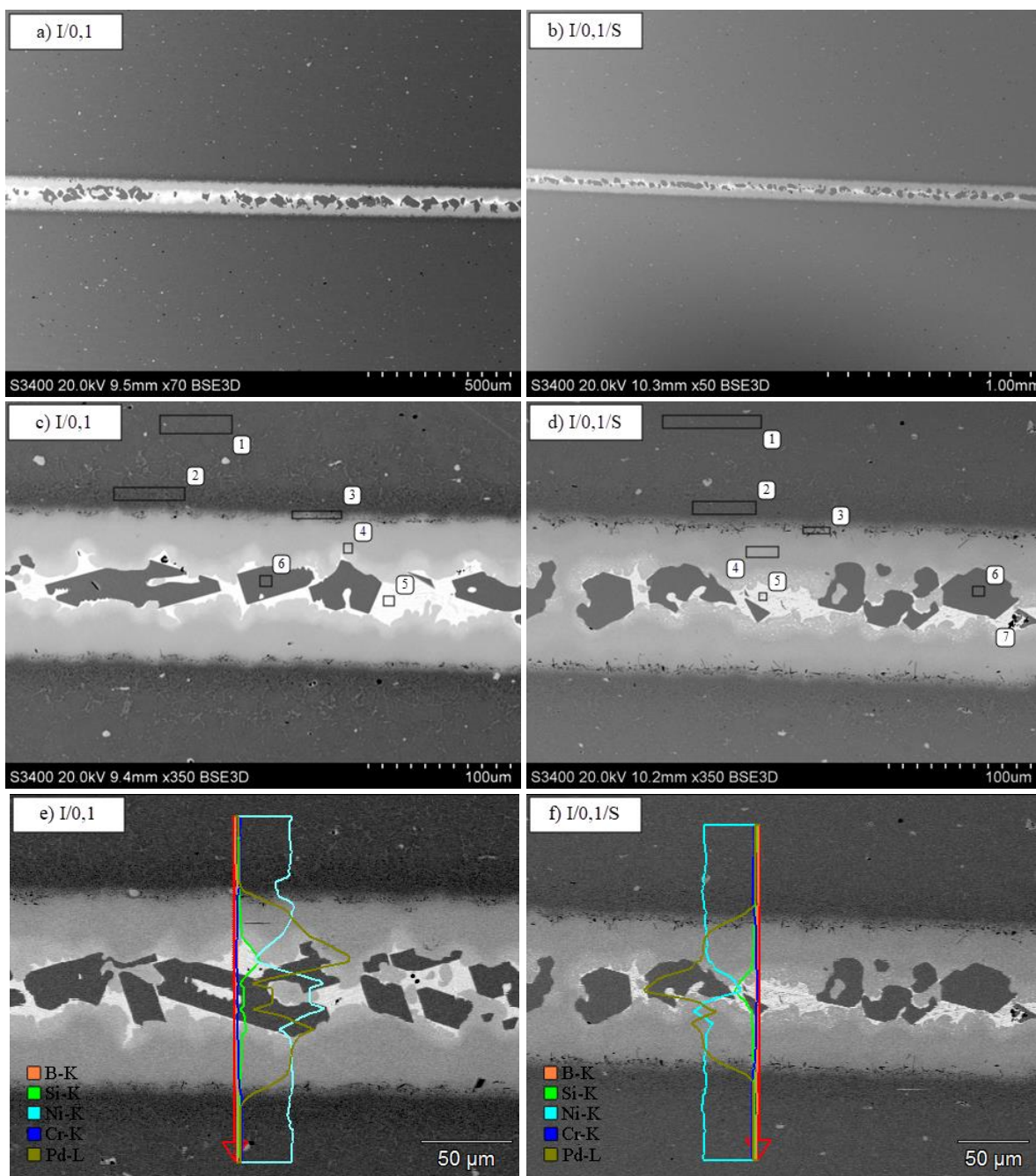


Rys. 151. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36 M dla szerokości szczeliny 0,05 mm po lutowaniu z przesycaniem (a) oraz starzeniu (b) z zaznaczonymi liniami analizy składu chemicznego

Tabela 89. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,1 (rys. 152c)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka								
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L
[% mas.]										
I/0,1	1	-	-	1,1	19,1	18,5	52,7	5,4	3,2	-
	2	1,0	-	1,2	18,9	18,1	50,9	6,4	3,5	-
	3	0,3	0,2	-	15,2	9,6	55,5	2,7	2,9	13,6
	4	0,4	0,8	-	10,1	1,4	44,1	-	-	43,1
	5	2,2	6,4	-	-	-	14,4	-	-	77,0
	6	-	-	-	3,1	-	88,8	-	-	8,1
[% at.]										
I/0,1	1	-	-	1,3	21,3	19,2	52,9	3,4	1,9	-
	2	7,2	-	1,4	22,5	19,1	43,7	4,0	2,1	-
	3	3,9	0,5	-	18,2	10,6	55,1	1,8	1,9	8,0
	4	4,1	2,0	-	13,8	1,8	49,4	-	-	28,9
	5	9,8	18,7	-	-	-	20,3	-	-	51,2
	6	-	-	-	3,6	-	91,7	-	-	4,6

Zwiększenie szerokości szeliny do wartości 0,1 mm sprzyja krystalizacji atermicznej w centralnej części strefy lutu (rys. 152). Tworzą ją wydzielenia faz Ni-Pd-Cr (91,7/4,6/3,6% at. – rys. 151c, obszar 5 – tab. 89) oraz Pd-Ni-Si-B (51,2/20,3/18,7/9,8% at. – rys. 151c, obszar 5 – tab. 89) – obserwowane w poprzednich segmentach badań. W strefie ISZ, złożonej z roztworu stałego γ -Ni, w obszarze przyległym do materiału rodzimego stwierdzono występowanie drobnych wydzielań w pasmie zawierającym Ni, Cr, Fe, Pd, B, Mo i Nb (odpowienio: 55,1; 18,2; 10,6; 8,0; 3,9; 1,9; 1,8 –rys. 151c, obszar 3 – tab. 89). Po starzeniu nie stwierdzono istotnych różnic w mikrostrukturze złącza o szerokości szczeliny lutowniczej 0,1 mm, ani w składzie chemicznych korelujących mikroobszarów i linii analizy (rys. 152b,d,f – tab. 90).



Rys. 152. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36 M dla szerokości szczeliny 0,1 mm po lutowaniu z przesycaniem (a,c,e) oraz starzeniu (b,d,f) – zaznaczone mikroobszary (c,d) i linie (e,f) analizy składu chemicznego

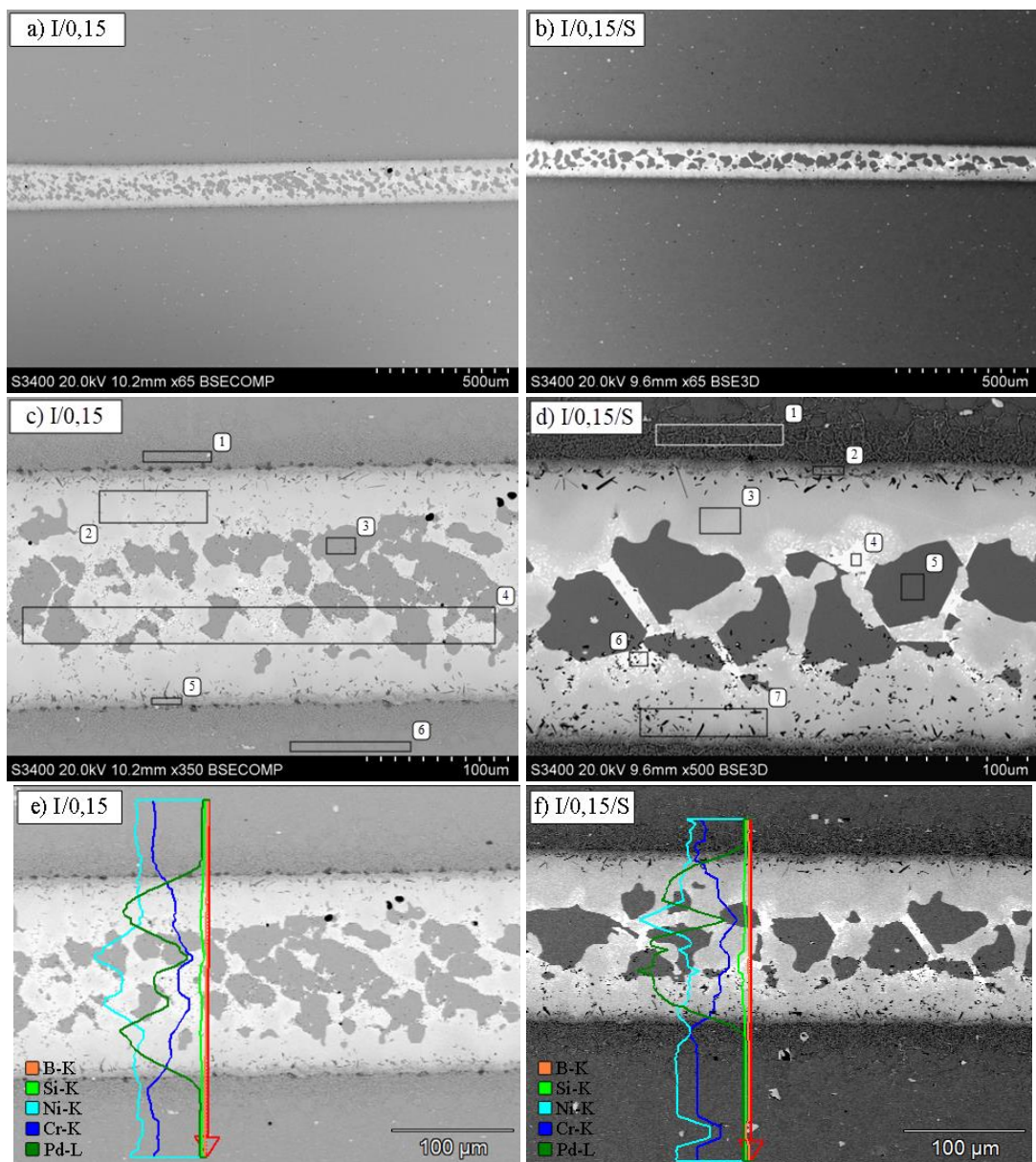
Tabela 90. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,1/S (rys. 152d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/0,1/S	1	-	-	1,0	19,0	18,6	53,0	5,5	2,9	-	
	2	2,1	-	1,0	19,4	16,4	51,4	6,1	3,6	-	
	3	0,7	0,3	-	16,0	8,6	53,3	2,3	2,5	16,4	
	4	-	0,5	-	11,8	1,2	48,2	-	-	38,4	
	5	3,1	6,6	-	-	-	9,7	-	-	80,5	
	6	-	-	-	4,1	-	87,8	-	-	8,2	
	7	2,0	-	94,4	-	-	-	3,6	-	-	
	[% at.]										
	1	-	-	1,2	21,2	19,4	52,9	3,5	1,8	-	
	2	9,8	-	1,3	21,8	19,3	41,8	3,8	2,2	-	
	3	6,2	0,6	-	19,2	10,4	50,7	1,6	1,7	9,6	
	4	-	1,1	-	15,6	1,4	56,6	-	-	25,0	
	5	13,7	19,9	-	-	-	14,1	-	-	52,3	
	6	-	-	-	4,7	-	90,6	-	-	4,7	
7	12,3	-	85,7	-	-	-	2,0	-	-		

W złączach Inconel 718/Palnicro 36M o szczelinie w zakresie szerokości 0,15-0,5 mm stwierdzono podobną mikrostrukturę oraz powtarzający się schemat jej kształtowania (rys. 153-157). Obserwowano ciągłe pasma strefy ISZ przy granicy z materiałem rodzimym oraz strefy ASZ w centralnej części szczeliny. Dominującym składnikiem fazowym tej strefy były wydzielenia fazy Ni-Cr-Pd, współistniejące z wydzieleniami fazy Pd-Ni-Cr-Si-B (tab. 91-100). Objętość względna strefy ASZ zwiększa się ze wzrostem szerokości szczeliny, wypełniając ją niemal całkowicie po przekroczeniu wartości 0,3 mm (rys. 155-157). Większa objętość strefy ASZ sprzyja zwiększeniu stopnia dyspersji wydzieleni faz Ni-Cr-Pd i Pd-Ni-Cr-Si-B. Liniowa analiza zawartości pierwiastków uzupełnienia wyniki analizy w mikroobszarach, czyniąc je podstawą dalszego, bardziej szczegółowego opisu składników mikrostruktury przetopionego i ponownie skryształizowanego lutu. Bez wątpliwa przyczyni się to do rozszerzenia wiedzy w zakresie kształtowania mikrostruktury złączy lutowanych konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M, choć jego znaczenie praktyczne jest drugorzędne – podstawowym kryterium kontroli jakości tych złączy jest uzyskanie mikrostruktury jednofazowej w szczelinie nieprzekraczającej 0,05 mm.

Tabela 91. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,15 (rys. 153c)

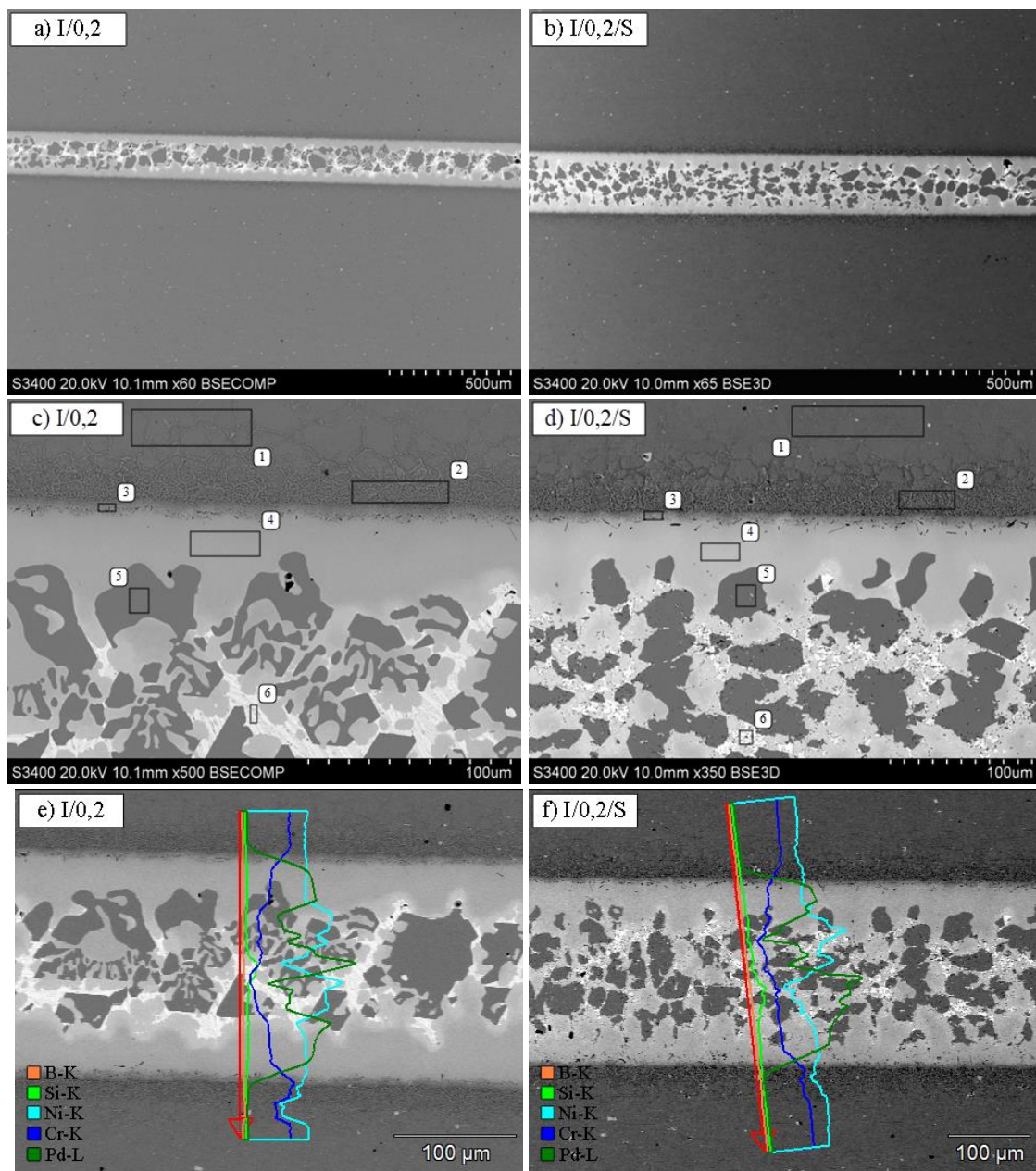
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/0,15	1	2,0	0,1	1,0	19,7	17,2	48,2	8,1	3,7	-	
	2	0,4	0,6	-	13,5	-	46,3	-	-	39,3	
	3	0,2	-	-	5,4	-	85,8	-	-	8,5	
	4	0,5	0,9	-	11,1	-	53,4	-	-	34,0	
	5	0,4	0,2	0,5	17,7	9,9	51,9	3,7	2,9	12,8	
	6	0,7	0,1	1,0	18,8	18,6	52,7	5,1	3,0	-	
	[% at.]										
	1	10,1	0,2	1,1	20,4	16,6	43,8	4,7	2,1	-	
	2	2,3	1,4	-	17,6	-	53,6	-	-	25,1	
	3	1,4	-	-	6,3	-	87,6	-	-	4,8	
	4	3,1	2,2	-	14,1	-	59,7	-	-	21,0	
	5	2,5	0,4	0,6	20,6	10,8	53,5	2,4	1,9	7,3	
6	3,6	0,3	1,2	20,3	18,8	49,9	3,1	1,8	-		



Rys. 153. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36 M dla szerokości szczeliny 0,15 mm po lutowaniu z przesycaaniem (a,c,e) oraz starzeniu (b,d,f) – zaznaczone mikroobszary (c,d) i linie (e,f) analizy składu chemicznego

Tabela 92. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,15/S (rys. 153d)

Złaczce	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
[% mas.]											
I/0,15/S	1	0,5	-	1,1	19,5	18,2	50,5	6,6	3,6	-	
	2	0,9	-	-	17,0	18,4	52,0	2,9	3,2	5,6	
	3	-	-	-	12,4	-	50,2	-	-	37,4	
	4	-	7,0	-	-	-	6,9	-	-	86,1	
	5	-	-	-	4,3	-	87,9	-	-	7,8	
	6	-	4,5	-	11,5	-	18,2	-	-	65,9	
	7	-	0,4	-	14,7	4,7	49,9	-	-	30,3	
	[% at.]										
	1	1,1	-	1,3	22,1	19,0	50,1	4,1	2,2	-	
	2	1,9	-	-	20,3	11,6	54,1	2,0	2,1	8,0	
	3	-	-	-	16,3	-	60,0	-	-	23,7	
	4	-	21,1	-	-	-	8,7	-	-	70,2	
	5	-	-	-	5,0	-	90,5	-	-	4,4	
	6	-	12,2	-	16,9	-	23,6	-	-	47,3	
7	-	0,9	-	18,7	5,5	56,1	-	-	18,8		



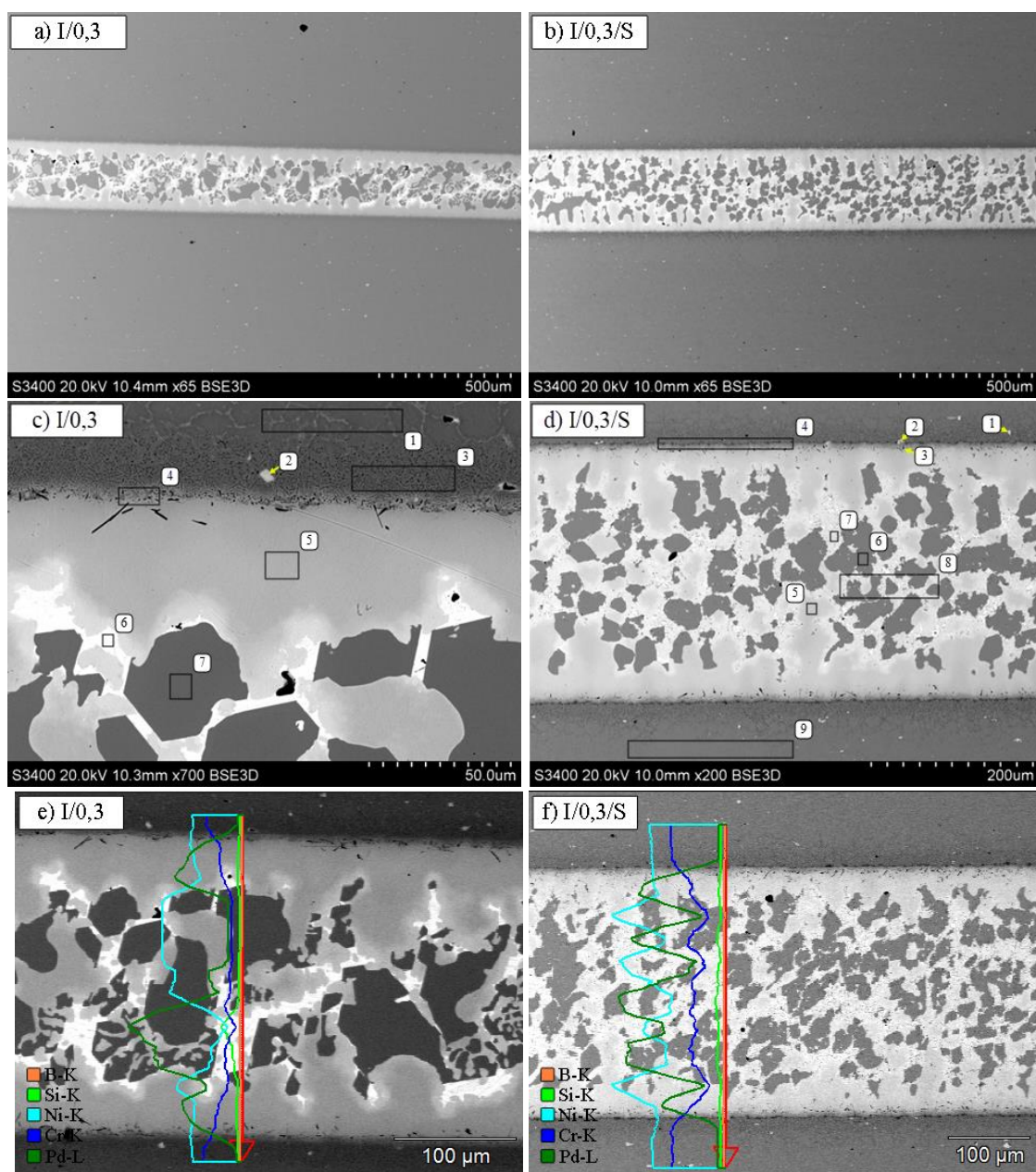
Rys. 154. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36 M dla szerokości szczeliny 0,2 mm po lutowaniu z przesycaniem (a,c,e) oraz starzeniu (b,d,f) – zaznaczone mikroobszary (c,d) i linie (e,f) analizy składu chemicznego

Tabela 93. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,2 (rys. 154c)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/0,2		[% mas.]									
		1		0,1	1,1	18,9	19,4	51,9	5,6	3,0	-
		2	2,1	0,1	1,0	20,1	18,1	48,3	6,5	3,8	-
		3	1,1	0,2	-	17,7	11,4	50,6	2,6	3,1	13,3
		4	0,2	0,6	-	12,0	-	50,4	-	-	36,8
		5	1,1	-	-	4,1	-	87,4	-	-	7,4
		6	-	6,1	-	2,0	-	13,6	-	-	78,4
			[% at.]								
		1	-	0,3	1,3	21,1	20,1	51,9	3,5	1,8	-
		2	10,2	0,3	1,1	20,7	17,4	44,5	3,7	2,1	-
		3	6,1	0,5	-	20,0	11,9	50,6	1,6	1,9	7,3
		4	1,4	1,4	-	15,6	-	58,1	-	-	23,4
	5	6,0	-	-	4,5	-	85,5	-	-	4,0	
	6	-	17,7	-	3,1	-	18,9	-	-	60,3	

Tabela 94. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,2/S (rys. 154d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/0,2/S		[% mas.]									
	1	-	-	1,1	18,8	18,5	52,7	6,0	2,9	-	
	2	0,9	-	1,0	20,0	17,0	51,0	6,3	3,8	-	
	3	1,8	-	-	19,2	11,1	50,5	4,6	3,5	9,3	
	4	-	-	-	12,0	-	48,6	-	-	39,5	
	5	-	-	-	5,3	-	84,7	-	-	10,0	
	6	-	5,9	--	11,2	-	9,8	-	-	73,1	
			[% at.]								
	1	-	-	1,3	21,1	19,3	52,8	3,7	1,8	-	
	2	3,8	-	1,2	22,5	19,1	47,1	4,0	2,3	-	
	3	5,4	-	-	22,5	13,3	48,3	3,0	2,2	5,3	
	4	-	-	-	15,9	-	59,3	-	-	24,8	
5	-	-	-	6,3	-	88,0	-	-	5,7		
6	-	16,3	-	16,9	-	13,0	-	-	53,7		



Rys. 155. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36 M dla szerokości szczeliny 0,3 mm po lutowaniu z przesycaniem (a,c,e) oraz starzeniu (b,d,f) – zaznaczone mikroobszary (c,d) i linie (e,f) analizy składu chemicznego

Tabela 95. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,3 (rys. 155c)

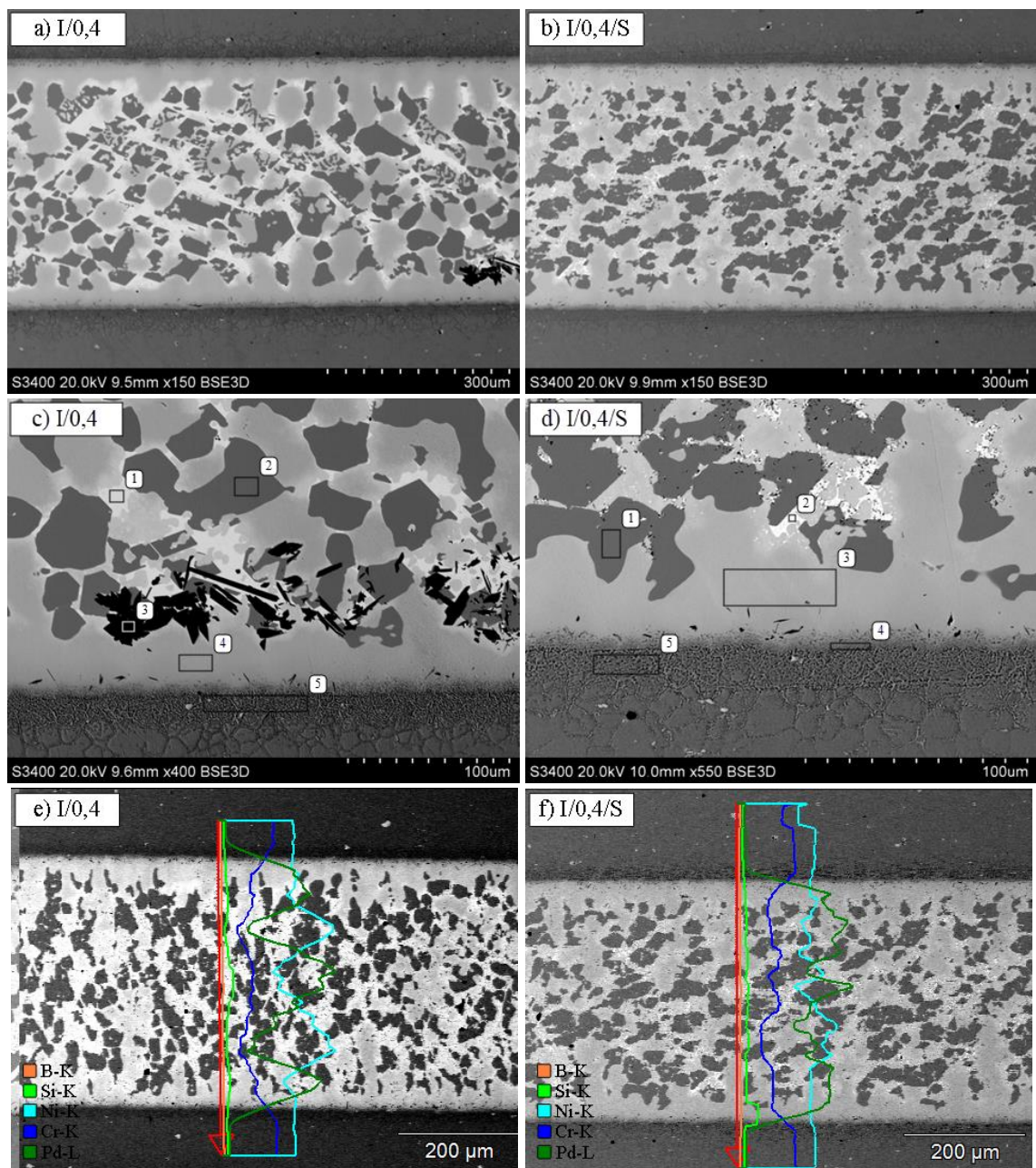
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/0,3		[% mas.]									
	1	-	-	1,0	18,8	19,3	52,6	5,2	3,1	-	
	2	1,8	-	5,1	-	-	-	93,1	-	-	
	3	1,5	-	1,0	20,1	19,2	53,0	5,2	-	-	
	4	0,3	0,2	-	15,8	10,5	55,0	2,7	2,7	12,8	
	5	0,3	0,5	-	12,1	1,6	48,4	-	-	37,0	
	6	-	6,1	-	2,4	-	13,8	-	-	77,7	
	7	0,2	-	-	4,6	-	87,3	-	-	7,9	
			[% at.]								
	1	-	-	1,2	21,0	20,1	52,5	3,3	1,9	-	
	2	13,2	-	8,3	-	-	-	78,4	-	-	
	3	7,2	-	1,1	20,8	18,5	49,4	3,0	-	-	
	4	1,5	0,5	-	18,5	11,5	57,2	1,7	1,7	7,4	
	5	1,9	1,3	-	15,7	2,0	55,6	-	-	23,5	
6	-	17,7	-	3,8	-	19,1	-	-	59,4		
7	1,1	-	-	5,3	-	89,2	-	-	4,5		

Tabela 96. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,3/S (rys. 155d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/0,3/S		[% mas.]									
	1	0,9	-	-	15,6	20,5	59,1	2,4	1,5	-	
	2	3,5	-	-	11,6	18,0	63,8	1,8	1,3	-	
	3	0,5	-	-	10,8	12,7	60,6	2,2	1,4	11,8	
	4	1,2	0,3	0,7	16,6	9,8	48,7	3,4	2,4	16,9	
	5	-	0,6	-	11,6	-	45,9	-	-	42,0	
	6	-	-	-	4,2	-	87,7	-	-	8,1	
	7	-	6,1	-	8,0	-	12,0	-	-	73,9	
	8	-	1,1	-	10,1	-	55,1	-	-	33,7	
	9	-	-	1,1	18,8	19,4	51,8	5,8	3,1	-	
			[% at.]								
	1	9,0	-	-	17,2	21,0	50,4	1,5	0,9	-	
	2	20,1	-	-	12,8	21,0	44,2	1,1	0,8	-	
	3	8,7	-	-	12,6	13,8	55,9	1,5	0,9	6,6	
	4	4,9	0,7	0,9	20,1	11,0	48,6	2,3	1,5	10,0	
	5	-	1,4	-	15,7	-	55,1	-	-	27,8	
	6	-	-	-	4,9	-	90,5	-	-	4,6	
	7	-	17,2	-	12,1	-	16,0	-	-	54,6	
	8	-	2,7	-	13,0	-	63,0	-	-	21,3	
9	-	-	1,3	21,1	20,2	51,9	3,6	1,9	-		

Tabela 97. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,4 (rys. 156c)

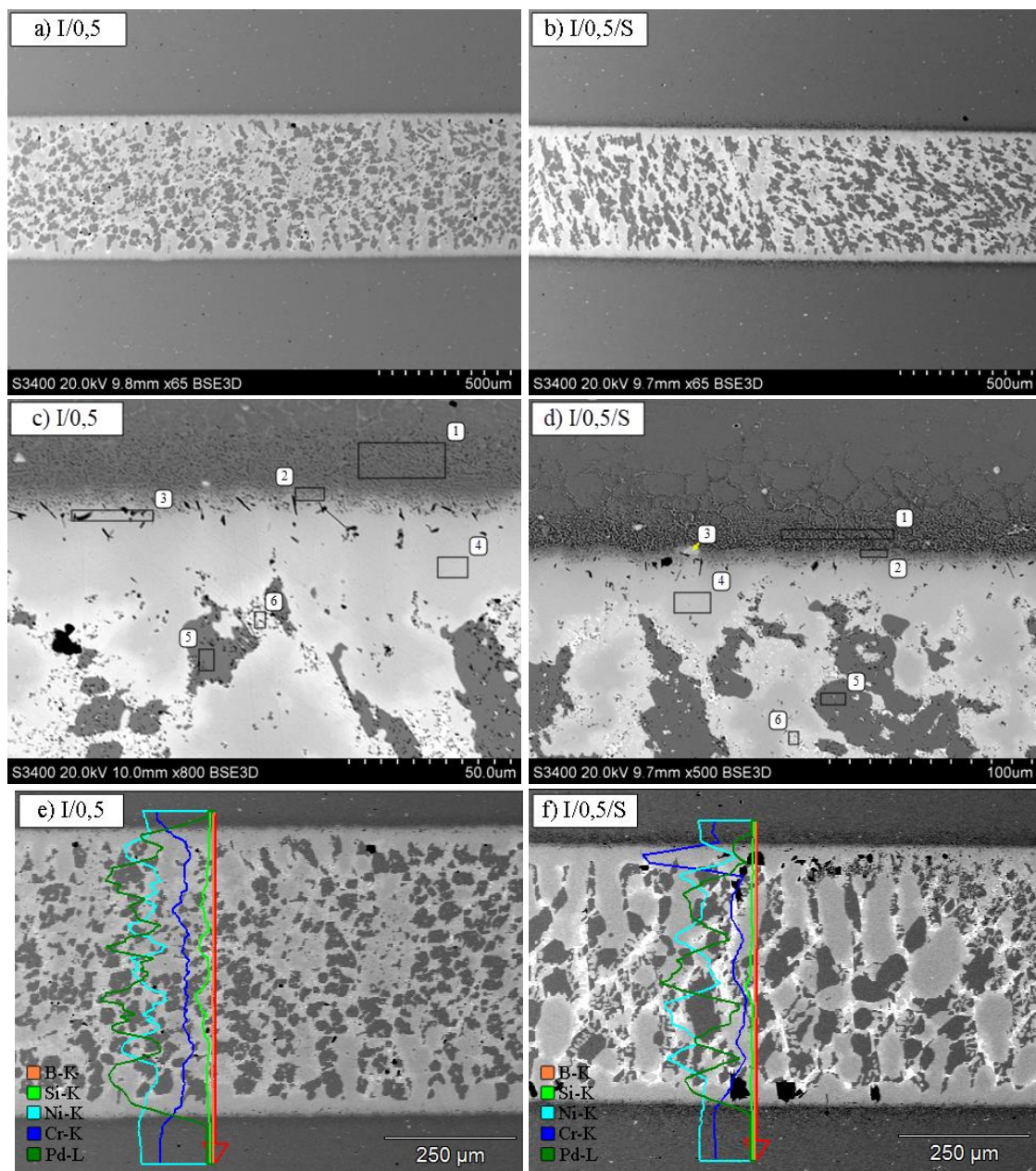
Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/0,4		[% mas.]									
	1	-	6,2	-	-	-	14,6	-	-	79,2	
	2	-	-	-	4,2	-	87,8	-	-	8,0	
	3	-	-	-	95,2	-	-	-	4,1	0,7	
	4	-	0,5	-	11,8	2,4	48,5	-	-	36,8	
	5	1,7	0,2	-	25,9	19,5	52,5	-	-	0,2	
			[% at.]								
	1	-	18,2	-	-	-	20,5	-	-	61,3	
	2	-	-	-	4,9	-	90,5	-	-	4,6	
	3	-	-	-	97,4	-	-	-	2,3	0,3	
4	-	1,2	-	15,6	2,9	56,6	-	-	23,7		
5	8,2	0,4	-	26,1	18,3	46,9	-	-	0,1		



Rys. 156. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36 M dla szerokości szczeliny 0,4 mm po lutowaniu z przesycaniem (a,c,e) oraz starzeniu (b,d,f) – zaznaczone mikroobszary (c,d) i linie (e,f) analizy składu chemicznego

Tabela 98. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,4/S (rys. 156d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/0,4/S	1	-	-	-	4,1	-	87,7	-	-	8,2	
	2	-	5,0	-	4,5	-	18,2	-	-	72,3	
	3	-	0,5	-	12,0	1,7	47,1	-	-	38,7	
	4	1,7	-	-	18,3	11,7	50,1	4,0	3,5	10,7	
	5	1,0	-	1,1	20,5	18,7	49,2	5,8	3,7	-	
			[% at.]								
		1	-	-	-	4,8	-	90,5	-	-	4,7
		2	-	14,1	-	7,0	-	24,7	-	-	54,2
		3	-	1,3	-	16,0	2,1	55,5	-	-	25,1
		4	10,1	-	-	21,7	13,5	43,7	2,6	2,2	6,2
	5	9,0	-	1,3	22,9	19,5	41,5	3,6	2,2	-	



Rys. 157. Mikrostruktura złącza Inconel 718/Palnicro 36 M dla szerokości szczeliny 0,5 mm po lutowaniu z przesycaniem (a,c,e) oraz starzeniu (b,d,f) – zaznaczone mikroobszary (c,d) i linie (e,f) analizy składu chemicznego

Tabela 99. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,5 (rys. 157c)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/0,5		[% mas.]									
		1	1,9	-	1,0	19,4	17,9	50,4	6,2	3,3	-
		2	0,4	-	-	18,2	11,5	51,8	3,0	3,3	11,9
		3	0,7	0,3	-	17,1	6,3	48,3	0,9	-	26,4
		4	0,1	0,5	-	11,9	1,6	47,1	-	-	38,9
		5	0,1	-	-	4,7	-	86,9	-	-	8,3
		6	0,5	2,1	-	18,4	1,0	26,7	-	-	51,3
			[% at.]								
		1	9,3	-	1,2	20,2	17,4	46,5	3,6	1,8	-
		2	2,0	-	-	21,2	12,5	53,5	1,9	2,1	6,8
		3	4,2	0,8	-	20,5	7,0	51,4	0,6	-	15,5
		4	0,7	1,3	-	15,7	1,9	55,2	-	-	25,1
	5	0,8	-	-	5,4	-	89,1	-	-	4,7	
	6	3,4	5,1	-	24,7	1,3	31,8	-	-	33,7	

Tabela 100. Skład chemiczny w mikroobszarach złącza I/0,5/S (rys. 157d)

Złącze	Obszar	Zawartość pierwiastka									
		B-K	Si-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Nb-L	Mo-L	Pd-L	
I/0,5/S		[% mas.]									
	1	1,0	0,2	1,0	20,9	18,6	48,4	6,2	3,9	-	
	2	2,1	0,1	0,7	19,0	13,0	48,5	4,8	3,5	8,3	
	3	4,6	-	11,1	-	-	-	84,3	-	-	
	4	-	0,5	-	12,0	-	47,5	-	-	40,0	
	5	-	-	-	5,9	-	84,3	-	-	9,8	
	6	-	2,4	-	14,2	-	27,7	-	-	55,7	
			[% at.]								
	1	9,3	0,4	1,2	23,4	19,4	40,1	3,9	2,3	-	
	2	10,1	0,3	0,8	22,1	14,1	42,5	3,2	2,2	4,7	
	3	21,5	-	17,5	-	-	-	61,0	-	-	
	4	-	1,2	-	16,2	-	56,4	-	-	26,2	
5	-	-	-	6,9	-	87,5	-	-	5,6		
6	-	6,3	-	20,1	-	34,8	-	-	38,7		

5.3.2.2. Badania wytrzymałościowe

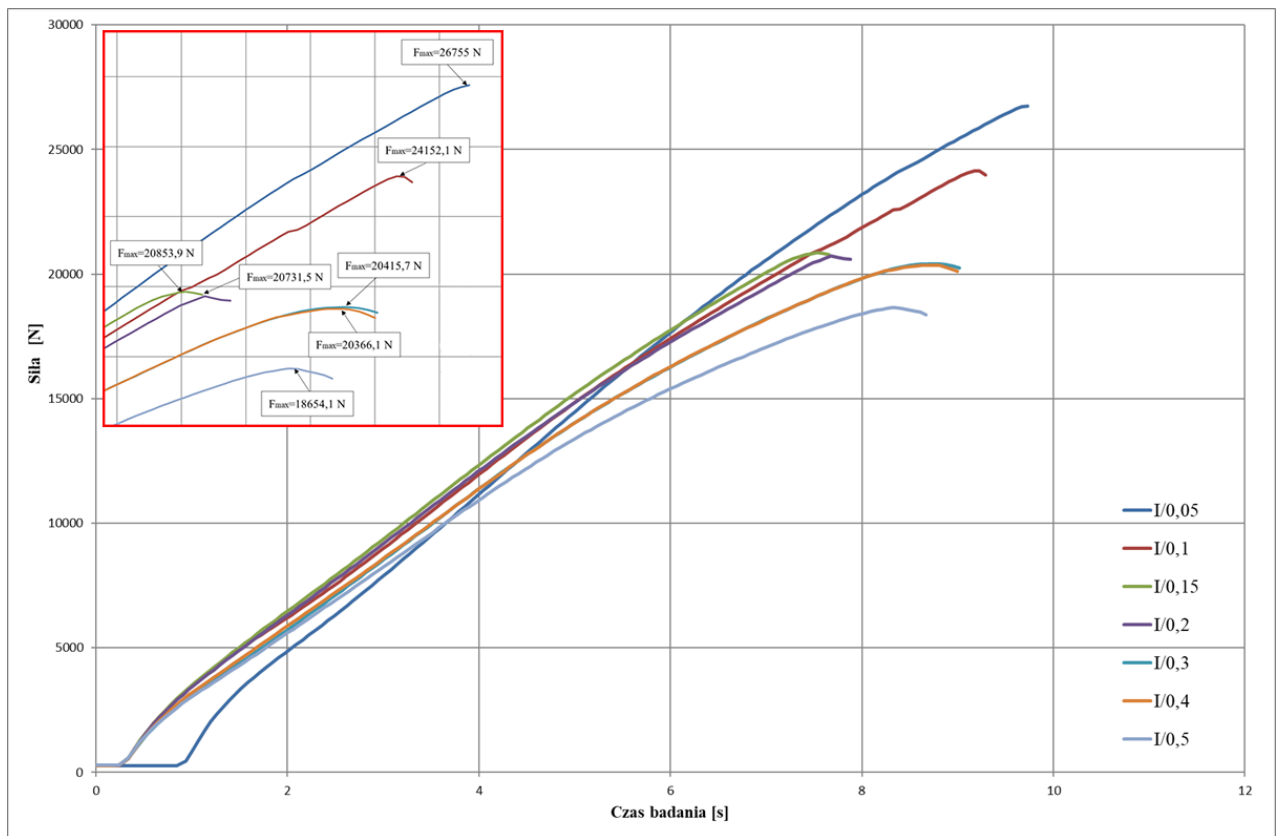
Wyniki badań wytrzymałościowych konfiguracji Inconel 718/Palnicro 36M, w obydwu stanach obróbki cieplnej, wykazały najlepszą wytrzymałość złączy o najmniejszej szczelinie lutowniczej (tab. 101 i 102, rys. 158-160). Wytrzymałość na ścinanie złączy przesycałym maleje ze zwiększeniem szerokości szczeliny – z wartości $R_t = 271$ MPa dla szczeliny 0,05 mm do 179 MPa dla szczeliny 0,5 mm (tab. 101). Złącza starzone cechuje większa wytrzymałość – $R_t = 336$ MPa dla szczeliny 0,05 mm – która maleje ze zwiększeniem szerokości szczeliny – 201 MPa dla szczeliny 0,5 mm (tab. 102). Trend ten nie jest jednoznaczny w zakresie szerokości szczeliny 0,15-0,4 mm, co wymaga bardziej szczegółowych prób, popartych analizą statystyczną.

Tabela 101. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Inconel 718/Palnicro 36M w procesach lutowania ze różną szerokością szczeliny lutowniczej po procesie lutowania z przesycaaniem

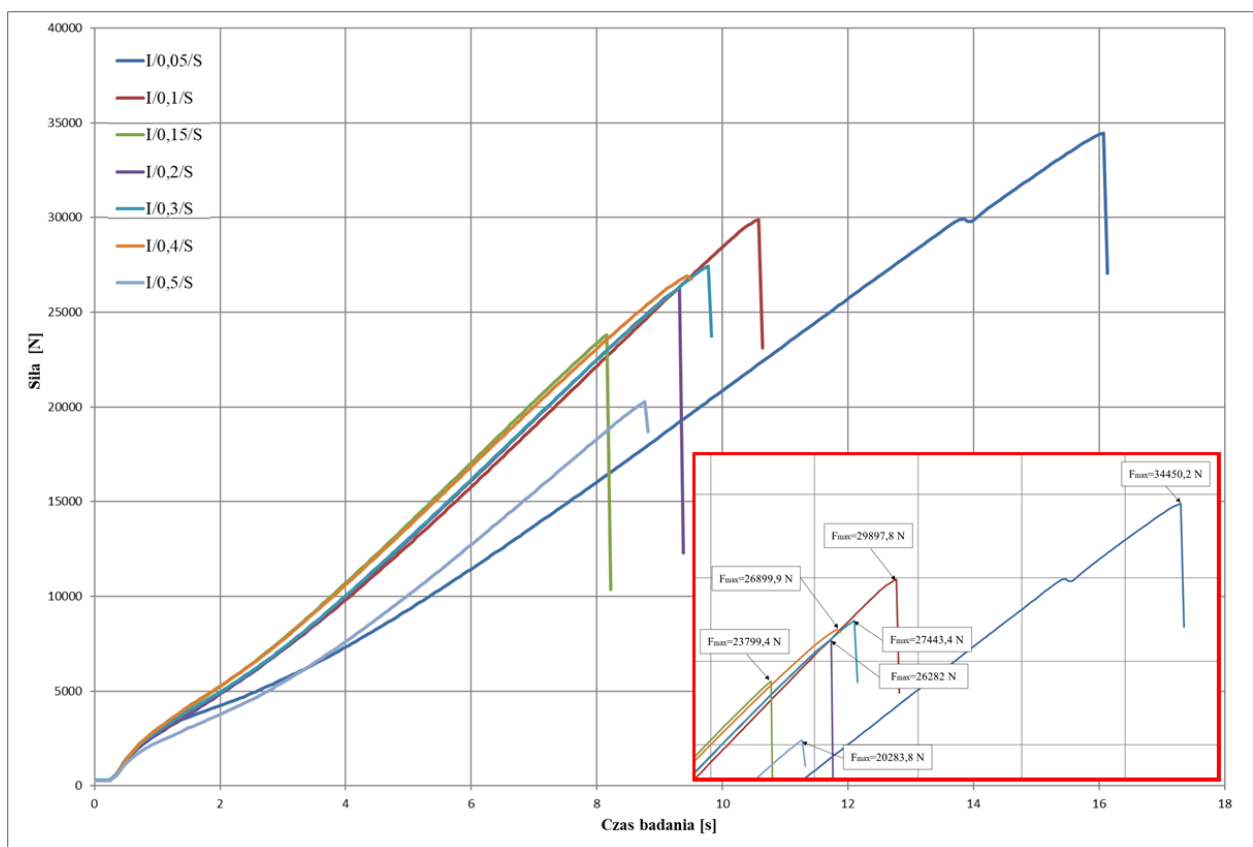
Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
I/0,05	26755	3,87	25,54	98,84	270,69
I/0,1	24152,1	3,98	25,50	101,49	237,97
I/0,15	20853,9	4,14	25,47	105,45	197,77
I/0,2	20731,5	4,15	25,49	105,78	195,98
I/0,3	20415,7	4,09	25,46	104,13	196,06
I/0,4	20366,1	4,17	25,47	106,21	191,75
I/0,5	18654,1	4,08	25,49	104,00	179,37

Tabela 102. Wyniki badań wytrzymałościowych złączy Inconel 718/Palnicro 36M w procesach lutowania z różną szerokością szczeliny lutowniczej po procesie lutowania z przesycaaniem i starzeniu

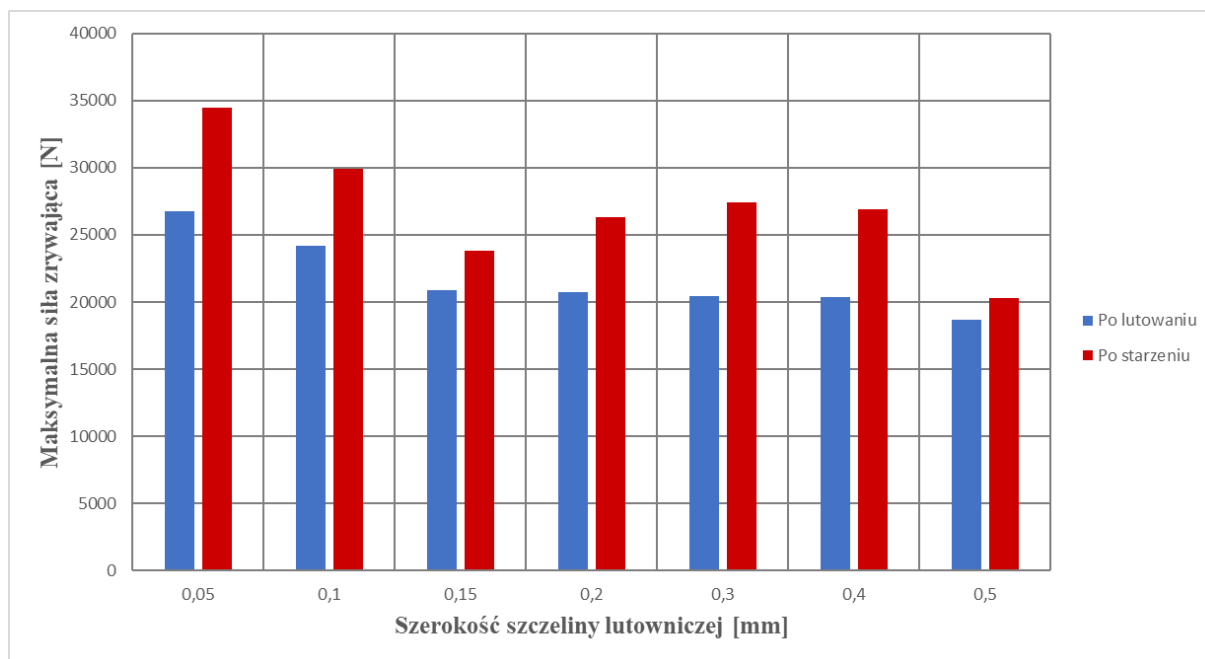
Oznaczenie złącza	F_{max} [N]	Długość zakładki [mm]	Szerokość złącza [mm]	Pole powierzchni złącza [mm ²]	Wytrzymałość na ścinanie R_t [MPa]
I/0,05/S	34450,2	4,02	25,51	102,55	335,94
I/0,1/S	29897,9	4,06	25,47	103,41	289,12
I/0,15/S	23799,4	3,96	25,41	100,62	236,52
I/0,2/S	26282	4,19	25,58	107,18	245,21
I/0,3/S	27443,4	4,07	25,43	103,50	265,15
I/0,4/S	26899,9	4,05	25,53	103,40	260,16
I/0,5/S	20283,8	3,97	25,42	100,92	200,99



Rys. 158. Przebieg próby ścinania złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesach lutowania z przesycaaniem ze szczeliną lutowniczą o szerokości: 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,3; 0,4 i 0,5 mm



Rys. 159. Przebieg próby ścinania złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesach lutowania z przesycaaniem i starzeniu, ze szczeliną lutowniczą o szerokości 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,3; 0,4 i 0,5 mm



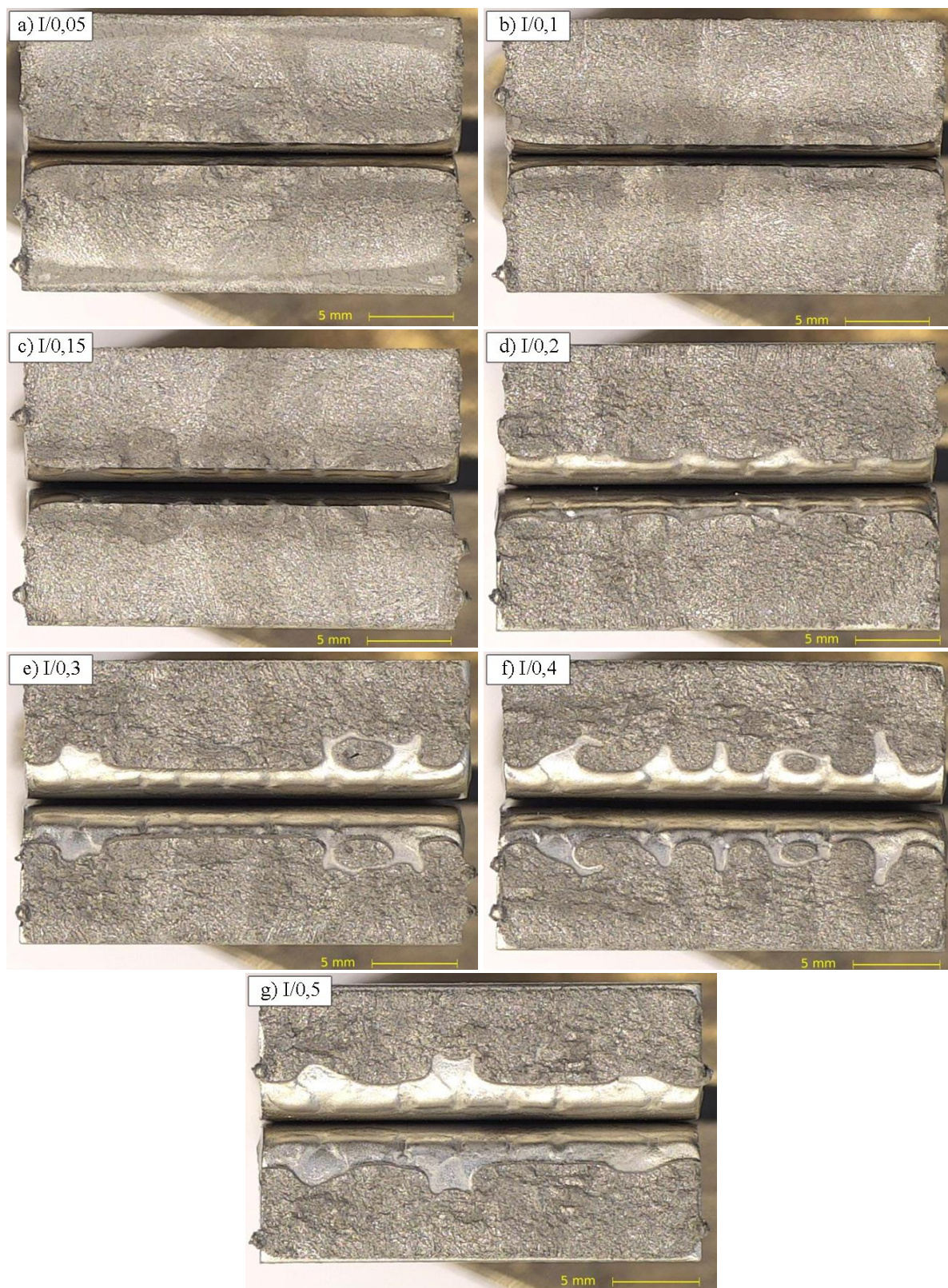
Rys. 160. Wpływ szerokości szczeliny lutowniczej w złączach Inconel 718/Palnicro 36M na wartość maksymalnej siły zrywającej w próbie ich ścinania

5.3.2.3. Próba odrywania

W próbie odrywania złączy Inconel 718/Palnicro 36M, w przyjętym zakresie szerokości szczeliny lutowniczej, stwierdzono całkowite, 100% pokrycie powierzchni łączonych dla najmniejszych wartości: 0,05 (rys. 161a); 0,1 (rys. 161b) oraz 0,15 mm (rys. 161c) (tab. 103). W przypadku zwiększania szerokości szczeliny obserwowano stopniowo zmniejszające się pokrycie, od 88% dla złącza I/0,2 (rys. 1621) do 70% złącza I/0,5 (rys. 162g) (tab. 103). Zwraca uwagę inna lokalizacja obszarów niepokrytych lutem niż w przypadku pierwszej z badanych konfiguracji materiałów (rozdz. 5.3.1.3. W złączach Inconel 718/Palnicro 36M powierzchnie uznane za niepokryte lutem znajdują się w sąsiedztwie miejsca aplikacji pasty lutowniczej. Można zauważyć, że powierzchnie te były zwilżane przez ciekły lut – są nim pokryte (rys. 161d-g), nie tworząc jednak połączenia pomiędzy nimi. Ponieważ próba odrywania ma na celu wyznaczenie procentowego udziału powierzchni złącza, na której doszło do utworzenia ciągłego połączenia pomiędzy spajanymi elementami, obszary te zaklasyfikowano jako niepokryte lutem. Wyniki próby odrywania wskazują szerokość szczeliny 0,15 mm jako wartość graniczną wartość, dla której możliwe jest 100% pokrycie powierzchni łączonych blach z nadstopu Inconel 718 za pomocą lutu Palnicro 36M (tab. 103).

Tabela 103. Wyniki prób odrywania złączy Inconel 718/Palnicro 36M po procesach lutowania ze zmienną szerokością szczeliny lutowniczej w zakresie 0,05-0,5 mm

Szerokość szczeliny lutowniczej [mm]	0,05	0,1	0,15	0,2	0,3	0,4	0,5
Pokrycie [% , +/-5%]	100	100	100	88	82	75	70



Rys. 161. Widok złączy Inconel 718/Palnico 36M z procesów lutowania ze zmienną szczeliną po próbie odrywania. Szerokość szczeliny a) 0,05, b) 0,1, c) 0,15, d) 0,2, e) 0,3, f) 0,4, g) 0,5 mm

6. PODSUMOWANIE

W ramach niniejszej pracy przeprowadzono badania mające na celu analizę wpływu zmian kluczowych parametrów procesu lutowania na mikrostrukturę i właściwości złącza lutowanego. Do badań przyjęto dwie konfiguracje materiałowe – nadstop niklu Hastelloy X lutowany stopem Vitta-Braze 1996 (Ni-13Cr-4,5Fe-4,5Si-2,7B) oraz nadstop niklu Inconel 718 lutowany stopem Palnico 36M (Ni-36Pd-10,5Cr-3B-0,5Si). Dobrano je w drodze analizy procesów produkcyjnych, jako reprezentatywne wobec największej populacji zespołów lutowniczych produkowanych w ramach działalności Pratt & Whitney Rzeszów. Przegląd literatury oraz danych jakościowych umożliwił natomiast wytypowanie trzech newralgicznych czynników procesu: jego przerwania na różnych etapach, czas wygrzewania w temperaturze lutowania oraz szerokość szczeliny lutowniczej. Sporządzenie charakterystyki ich oddziaływania wymagało podzielenia planu badań na trzy segmenty.

W pierwszym segmencie badań analizie poddano wpływ przerwania procesu lutowania w trakcie nagrzewania. Zakres temperatury przerywania oryginalnego procesu lutowania dobrano tak, aby uwzględnić skutki zakłócenia nagrzewania poniżej temperatury solidus lutu, aż do temperatury znacznie wyższej niż zalecana dla danego lutu, odpowiadającej przegrzaniu wsadu powyżej założonej tolerancji. Metodą skaningowej kalorymetrii różnicowej (DSC) przeprowadzono badania przebiegu topnienia obydwu lutów w formie folii i pasty. W przypadku stopu lutowniczego Vitta-Braze 1996 stwierdzono różnice w zakresie temperatury jego topnienia w postaci folii (966,9-1097,6°C) oraz pasty (989 – 1130,2°C). Ustalono, że dla małych i średnich prędkości nagrzewania może to mieć znaczące konsekwencje dla efektywności zwilżania powierzchni łączonych z jednoczesnym użyciem obu postaci lutu. Podobnych rozbieżności nie stwierdzono w przypadku stopu Palnico 36M, dla którego zakresy temperatury topnienia obydwu postaci lutu były bardzo zbliżone. W przypadku tego materiału zwrócono natomiast uwagę na występowanie zjawiska krystalizacji w trakcie nagrzewania pasty lutowniczej, co wskazuje na jego amorficzną strukturę. Przy użyciu tej samej metody porównano również przebiegi nagrzewania par lut/nadstop niklu: ciągłego, przerywanego w temperaturze niższej od solidus lutu oraz przerywanego i ponownie realizowanego. Dla obydwu konfiguracji materiałów (rodzajów złączy) nie zaobserwowano istotnych zmian charakteru krzywych DSC ponownego nagrzewania i referencyjnego. Na podstawie wyników obserwacji makrostruktury ustalono, że złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996, mimo przerywania nagrzewania w temperaturze 1148°C i wyższej, spełniają wymogi kontroli wizualnej. Dla drugiej konfiguracji materiałów zaobserwowano większą zależność makrostruktury złączy od temperatury przerywania procesu. Wymagania kontroli wizualnej zostały spełnione tylko po przerywaniu procesu w najwyższej analizowanej temperaturze (1140°C). Po poprawie lutowania wszystkie złącza te wymogi spełniały.

Analiza mikrostruktury złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 z procesów zakłóconych wykazała, że częściowe płynięcie lutu w obrębie szczeliny lutowniczej ma miejsce po przerywaniu nagrzewania w temperaturze 1050°C, natomiast utworzenie złącza na pełnej długości zakładki jest możliwe gdy temperatura przerywania wyniesie 1127°C. Mikrostrukturę lutu cechowała niejednorodna budowa pasmowa, z tzw. strefą krystalizacji atermicznej (ASZ) w centralnej jej części (typowa dla warunków niewystarczających do izotermicznej krystalizacji całej objętości ciekłego lutu). W złączach Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 strefę ASZ tworzy mieszanina

wydziałen fazy Cr-Ni-B domieszkowanej Mo oraz pasmowych wydziałen o mikrostrukturze eutektycznej, złożonej głównie z Ni, Cr, Si i Fe. Obydwa te składniki fazowe cechuje bardzo duża twardość – powyżej 1000 HV. Osnowę mikrostruktury strefy lutu w złączach z przerwanych procesów stanowił roztwór γ -Ni – produkt krystalizacji izotermicznej. Objętość względna strefy ASZ zmniejszała się wraz ze zwiększeniem temperatury przerwania procesu lutowania, jak również jej morfologia – od ciągłego pasma, do pojedynczych wydziałen. Wykazano, że temperatura przerwania lutowania ma wpływ na mikrostrukturę złącza po jego poprawie – mikrostruktura lutu o mniejszej objętości względnej strefy ASZ po przerwaniu procesu cechował większy stopień ujednorodnienia po ponownym lutowaniu. Analiza zawartości pierwiastków w poszczególnych strefach złączy jednoznacznie wskazuje na decydującą rolę ich dyfuzji w kształtowaniu mikrostruktury strefy lutu i strefy dyfuzyjnej (DAZ) materiału rodzimego. na drodze procesów dyfuzyjnych.

W złączach Inconel 718/Palnicro 36M topnienie lutu i wypełnienie szczeliny lutowniczej zaobserwowano po procesie przerwaniem w temperaturze 960°C, gdzie doszło do wypełnienia ok. połowy zakładki. Strefę lutu charakteryzowała niejednorodna, pasmowa mikrostruktura. Strefę ASZ w złączach Inconel 718/Palnicro 36 tworzą wydziałenia faz Ni-Pd-Cr oraz Pd-Ni-Si-B. Wydziałenia Ni-Pd-Cr cechowała duża twardość, zbliżona do 1000 HV. Osnowę mikrostruktury lutu, szczególnie w strefie krystalizacji izotermicznej (ISZ), podobnie jak w przypadku pierwszej z badanych konfiguracji materiałów, tworzył roztwór stały γ -Ni. W strefie lutu, w sąsiedztwie materiału rodzimego, identyfikowano ponadto drobne wydziałenia borków chromu. Stwierdzono, że objętość względna poszczególnych składników mikrostruktury lutu silnie zależy od temperatury przerwania procesu lutowania. Po poprawie lutowania następowało ujednorodnienie mikrostruktury złączy, polegające głównie na zmniejszeniu liczby i rozmiaru wydziałen faz Ni-Pd-Cr oraz r Pd-Ni-Si-B. Nie stwierdzono jednoznacznego oddziaływania starzenia złączy na mikrostrukturę lutu.

Rozmiar i geometria próbek badanych złączy stanowiły istotne ograniczenie badań metodą dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego (XRD). Szczegółowa analiza fazowa w poszczególnych strefach złączy okazała się niemożliwa, stąd identyfikowano refleksy od faz dominujących w mikrostrukturze materiału rodzimego (głównie fazy γ -Ni). Wyniki badań wytrzymałościowych wykazały wzrost wytrzymałości na ścinanie złączy ze zwiększeniem temperatury przerwania procesu lutowania. Po jego poprawie (a w przypadku złączy Inconel 718/Palnicro 36M również w stanie umocnionym wydziałeniowo) nie stwierdzono zależności wytrzymałości złączy od historii procesu ich wytwarzania. Wyniki o podobnym charakterze wynikają z prób odrywania, gdzie częściowe pokrycie powierzchni łączonych lutem lub całkowity jego brak po przerwaniu procesie, nie skutkowało pogorszeniem płynięcia lutu w trakcie ponownego lutowania – dla wszystkich „poprawianych złączy stwierdzono pokrycie lutem wynoszące lub zbliżone do 100% powierzchni. Wyniki badań rozpląwności obydwu lutów potwierdziły jej zależność od temperatury przerwania procesu lutowania i pozwoliły wytypować zakres temperatury rekomendowanej dla analizowanych konfiguracji materiałów. Za istotne w kontekście planowania procesów produkcyjnych, należy uznać stwierdzenie braku negatywnego oddziaływania zakłócenia procesu lutowania, niezależnie od temperatury jego przerwania, na rozpląwność obu badanych lutów w trakcie ponownego lutowania.

Kolejnym parametrem procesu technologicznego poddanym analizie, w ramach drugiego segmentu badań, był czas wygrzewania w temperaturze lutowania. Ustalono, że dla pełnego przyjętego zakresu – 1-60 min – dochodziło do utworzenia pełnego wypełnienia szczeliny lutowniczej. W złączach Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 tylko po czasie wygrzewania 1 min lut posiadał niejednorodną mikrostrukturę (ze strefą ASZ). W pozostałych przypadkach strefę lutu tworzyły krystality roztworu stałego γ -Ni. Wydłużenie czasu wyżarzania sprzyja dyfuzji przede wszystkim składników stopu lutowniczego (np. B i Si) do materiału rodzimego, zwiększając głębokość strefy DAZ. W złączach Inconel 718/Palnicro 36 jednorodną mikrostrukturę lutu uzyskano dla czasu wygrzewania 10 min. W pozostałych przypadkach obserwowano fazy typowe dla strefy ASZ. Większe ujednorodnienie mikrostruktury strefy lutu stwierdzono w złączach umocnionych wydzieleniowo, choć rola starzenia w tym procesie jest trudna do oceny. Analiza wyników badań rozpląwności lutu Vitta-Braze 1996 wykazała jej zwiększanie rozpląwności z wydłużeniem czasu wygrzewania, natomiast w przypadku lutu Palnicro 36M podobną zależność obserwowano w zakresie 1-20 min, powyżej którego rozpląwność lutu nie ulegała znaczącej zmianie. W próbie odrywania wykazano, że stopień pokrycia powierzchni łączonych lutem nie zależy od czasu lutowania w przyjętym zakresie wartości. Wyniki badań wytrzymałościowych, w połączeniu z wynikami innych badań, zwłaszcza obserwacji mikrostruktury, stanowiły podstawę wytypowania optymalnego, z technologicznego oraz ekonomicznego punktu widzenia, zakresu czasu wygrzewania w procesie lutowania złączy badanych konfiguracji materiałów.

Przedmiotem ostatniego segmentu badań była analiza wpływu szerokości szczeliny lutowniczej – krytycznego parametru procesu lutowania, jak wykazały wyniki wcześniejszych badań. Stwierdzono, że ukształtowanie jednofazowej mikrostruktury strefy lutu w złączach Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 jest możliwe dla szczeliny 0,05 mm. W złączach z większą szczeliną w mikrostrukturze lutu występuje strefa ASZ, której objętość względna zwiększa się z szerokością szczeliny – dla wartości $> 0,3$ mm stanowi prawie całą objętość strefy lutu. Podobne relacje zaobserwowano w złączach Inconel 718/Palnicro 36M. Jednofazową mikrostrukturę lutu uzyskano tylko w szczelinie o szerokości 0,05 mm, natomiast jej zwiększenie skutkowało zwiększeniem objętości względnej strefy ASZ. Podobnie jak w poprzednim segmencie badań, nie ustalono wpływu starzenia na zjawisko ujednorodniania mikrostruktury strefy lutu. Bardziej prawdopodobne wydaje się wydzielenie podczas tej operacji innych faz, jak np. borków chromu, które obserwowano głównie w sąsiedztwie materiału rodzimego. Wyniki próby odrywania wykazały zmniejszenie stopnia pokrycia powierzchni łączonych lutem dla szczeliny $\geq 0,15$ mm – złącza Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 – oraz $\geq 0,2$ mm – złącza Inconel 718/Palnicro 36M. Zwiększenie szerokości szczeliny wpływa również na pogorszenie wytrzymałości na ścinanie badanych złączy, co jednoznacznie wykazała analiza wyników przeprowadzonych badań wytrzymałościowych.

7. WNIOSKI

Na podstawie analizy przeprowadzonych badań złączy blach z nadstopów niklu Hastelloy X oraz Inconel 718, wytworzonych w procesie lutowania próżniowego z użyciem dedykowanych stopów lutowniczych, sformułowano następujące wnioski:

1. Zakres temperatury topnienia stopu lutowniczego Vitta-Braze 1996 zależy do jego postaci – dla folii wynosi 966,9-1097,6°C i jest niższy w porównaniu z pastą – 989-1130,2°C. Jednoczesne stosowanie obydwu tych form w jednym złączu, praktykowane w produkcji przemysłowej, może skutkować nierównomiernym topnieniem lutu, zaburzając jego płynięcie w szczelinie lutowniczej. Podobnej rozbieżności nie stwierdzono dla stopu lutowniczego Palnico 36M.
2. W warunkach uniemożliwiających krystalizację izotermiczną lutu w całej objętości szczeliny lutowniczej, w obu rodzajach złączy ma również miejsce krystalizacja atermiczna.
3. Strefę krystalizacji atermicznej w złączach Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 tworzą wydzielenia fazy Cr-Ni-B oraz mieszanina eutektyczna zawierająca nikiel, krzem, chrom i żelazo. Obydwa składniki mikrostruktury cechuje bardzo duża twardość, znacznie przekraczająca 1000 HV.
4. W analogicznych warunkach, w szczelinie lutowniczej złączy Inconel 718/Palnico 36M dochodzi do utworzenia strefy ASZ składającej się z bardzo twardych (>1000HV) wydzieleni fazy Ni-Pd-Cr oraz fazy Pd-Ni-Si-B.
5. Złącza z przerwanych procesów lutowania, nawet jeżeli spełniają wymogi kontroli wizualnej, wymagają przeprowadzenia poprawy lutowania, ponieważ w mikrostrukturze lutu występuje strefa krystalizacji atermicznej, zawierająca bardzo twarde i najprawdopodobniej kruche fazy.
6. Temperatura przerwania lutowania determinuje proces kształtowania mikrostruktury złączy podczas jego poprawy. Przerwanie nagrzewania w temperaturze wyższej zwiększa prawdopodobieństwo uzyskania jednorodnej mikrostruktury strefy lutu po ponownym lutowaniu.
7. Niezależnie od temperatury przerwania procesu lutowania, w trakcie jego poprawy dochodzi do ponownego płynięcia stopu lutowniczego.
8. Starzenie złączy Inconel 718/Palnico 36M powoduje zwiększenie ich wytrzymałości na ścinanie (umocnienie wydzieleniowe materiału rodzimego). Ocena jego oddziaływania na mikrostrukturę strefy lutu wymaga dalszych badań z użyciem próbek zapewniających większą powtarzalność szerokości szczeliny lutowniczej.
9. Nie wykazano wpływu przerwania procesu lutowania na stopień pokrycia powierzchni łączonych lutem w próbie odrywania, jak również na wytrzymałość na ścinanie obu rodzajów złączy po poprawie lutowania.
10. Rekomendowany czas wygrzewania w temperaturze lutowania wynosi: 3-20 min dla złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 o szerokości szczeliny $\leq 70 \mu\text{m}$ oraz 10 min dla złączy Inconel 718/Palnico 36M ze szczeliną $\leq 50 \mu\text{m}$.

11. W obu rodzajach złączy zwiększenie szerokości szczeliny lutowniczej skutkuje zwiększeniem objętości względnej strefy ASZ oraz zmniejszeniem stopnia pokrycia powierzchni łączonych lutem – wpływa zatem na pogorszenie ich właściwości wytrzymałościowych.

Przeprowadzenie planu badań w ramach pracy doktorskiej umożliwiło ocenę stopnia oddziaływania zmiany wybranych parametrów przemysłowego procesu lutowania elementów konstrukcji silników lotniczych z nadstopów niklu na jakość wytworzonych złączy. Otrzymane wyniki stanowią podstawę opracowania procedur jakościowo-technologicznych, wdrożonych do praktyki produkcyjnej w celu ustandaryzowania postępowania w przypadku wystąpienia zdarzeń zakłócających przebieg procesu spajania. Ponadto, zdobyta wiedza i doświadczenie w trakcie realizacji badań umożliwi przygotowanie materiałów szkoleniowych dla kadry inżyniersko-technicznej nadzorującej technologiczną obsługę procesów wysokotemperaturowego lutowania próżniowego w Pratt & Whitney Rzeszów S.A.

8. BIBLIOGRAFIA

- [1] Mouritz, A.P. (ed.): *Introduction to Aerospace Materials*. Woodhead Publishing, Cambridge 2012.
- [2] Hetmańczyk, M., Swadźba, L., Mendala, B.: Advanced materials and protective coatings in aero-engines application. *Journal of Achievements of Materials and Manufacturing Engineering* **24**(2007)1, 372-381.
- [3] Akca, E., Gürsel, A.: A review on superalloys and IN718 nickel-based INCONEL superalloy. *Periodicals of Engineering and Natural Sciences* **3**(2015)1, 15-27.
- [4] Reed, R.C: *The Superalloys. Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, Cambridge 2006.
- [5] Schafrik R., Sprague R.: Saga of gas turbine materials: Part I. *Advanced Materials & Processes* **162**(2004)3, 33-36.
- [6] Pollock, T.M., Tin, S. Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure and properties. *Journal of Propulsion and Power* **22**(2006)2, 361-374.
- [7] Jena, A.K., Chaturvedi, M.C.: The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys. *Journal of Materials Science* **19**(1984)4, 3121-3139.
- [8] Stępniewska, E.: Wpływ długotrwałego wyżarzania na mikrostrukturę i własności stopu Ni-25Mo-8Cr. Rozprawa doktorska, Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków 2013.
- [9] Eiselstein, H.L., Tillack, D.J.: The invention and definition of alloy 625. *Superalloys* (1991), 1-14.
- [10] Karta charakterystyki nadstopu Inconel 718 – https://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/inconel_alloy_718.pdf (data dostępu: 26.04.2021).
- [11] Knorovsky, G.A., Cieslak, M.J., Headley, T.J., Romig, A.D., Hammett, W.F.: INCONEL 718: A solidification diagram. *Metallurgical Transactions A* **20**(1989), 2149-2158.
- [12] Chaturvedi, M.C., Han, Y-F.: Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy. *Metal Science* **17**(1983), 145-149.
- [13] Thomasa, A., El-Wahabi, M., Cabrera, J. M., Prado, J.M.: High temperature deformation of Inconel 718. *Journal of Materials Processing Technology* **177**(2006)1, 469-472.
- [14] Maj, P., Adamczyk-Cieślak, B., Slesik, M., Mizera, J., Pieja, T., Sieniawski, J., Gancarczyk, T., Dudek, S.: The precipitation processes and mechanical properties of aged Inconel 718 alloy after annealing. *Archives of Metallurgy and Materials* **62**(2017)3, 1695-1702.
- [15] El-Bagoury, N., Hessien, M.M., Alsawat, M., Mahmoud, M.H.H., Alanazi, A.K., Alshanbari, N.A.: Optimization of microstructure and mechanical properties of hipped Inconel 718 by various heat treatment processes. *Metallography, Microstructure and Analysis* **8**(2019)5, 642–655.

- [16] Paulonis, D.F., Schirra, J.J.: Alloy 718 at Pratt & Whitney: historical perspective and future challenges. *Superalloys* (2001), 13–23.
- [17] Schafrik, R.E., Ward, D.D., Groh, J.R.: Application of alloy 718 in GE aircraft engines: past, present and next five years. *Superalloys* (2001), 1-12.
- [18] Karta charakterystyki nadstopu Hastelloy X – https://haynesintl.com/docs/default-source/pdfs/new-alloy-brochures/high-temperature-alloys/brochures/x-brochure.pdf?sfvrsn=15b829d4_40 (data dostępu: 26.04.2021).
- [19] Marchese, G., Basile, G., Bassini, E., Aversa, A., Lombardi, M., Ugues, D., Fino, P., Biamino, S.: Study of the microstructure and cracking mechanisms of Hastelloy X produced by laser powder bed fusion. *Materials* **11**(2018)1, 106.
- [20] Kirchhöfer, H., Schubert, F., Nickel, H.: Precipitation behavior of Ni–Cr–22Fe–18Mo (Hastelloy-X) and Ni-Cr-22Co-12Mo (Inconel-617) after isothermal aging. *Nuclear Technology* **66**(1984)1, 139-148.
- [21] Zhao, J-C., Henry, M.: The Thermodynamic prediction of phase stability in multi-component superalloys. *JOM* **54**(2002)1, 37-41.
- [22] Tawancy, H.M.: Long-term ageing characteristics of Hastelloy alloy X. *Journal of Materials Science* **18**(1983), 2976–2986.
- [23] Zhao, J.C., Larsen, M., Ravikumar, V.: Phase precipitation and time–temperature-transformation diagram of Hastelloy X. *Materials Science and Engineering: A* **293**(2000)1-2, 112–119.
- [24] Matsukawa, C., Hayashia, S., Yakuwa, H., Kishikawa, T., Narita, T., Ukai, S.: High-temperature carburization behaviour of HASTELLOY X in CH₄. *Corrosion Science* **53**(2011)10, 3131-3138.
- [25] Davis, J.R.: ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys, ASM International, Russell Township, 2000.
- [26] Krystek, K., Dul, I., Motyka, M.: Influence of vacuum brazing temperature on the microstructure of an Inconel 783 superalloy joint with a honeycomb sealing made of Hastelloy X superalloy. *Welding Technology Review* **91**(2019)9, 27-37.
- [27] Jacobson, D.M., Humpston, G.: *Principles of Brazing*. ASM International, Materials Park OH 2005.
- [28] Nowacki, J., Chudziński, M., Zmitrowicz, P.: *Lutowanie w budowie maszyn*. WNT, Warszawa 2007.
- [29] American Welding Society (AWS) Committee on Brazing and Soldering: *Brazing Handbook* (5th ed.). American Welding Society, Miami FL 2007.
- [30] Novosadov, V.S., Assessment of the effect of fillets and special features of technology on the mechanical properties of brazed joints. *Welding International* **31**(2017)10, 802-808.

- [31] Eustathopoulos, N., Hodaj, F., Kozlova, O.: The wetting process in brazing [in:] Sekulić, D.P. (ed.): *Advances in Brazing. Science, Technology and Applications*. Woodhead Publishing, Cambridge 2013, pp. 3-30.
- [32] Eustathopoulos, N., Nicholas, M.G., Drevet, B.: *Wettability at High Temperatures* (1st ed.), Pergamon, Amsterdam 1999.
- [33] Kumar G., Prabhu K.N: Review of non-reactive and reactive wetting of liquids on surfaces. *Advances in Colloid and Interface Science* **133**(2007), 61–89.
- [34] Eustathopoulos, N.: Wetting by liquid metals – application in materials processing: the contribution of the Grenoble Group. *Metals* **5**(2015)1, 350-370.
- [35] Yin, L., Murray, B., Su, S., Sun, Y., Efraim, Y., Taitelbaum, H., Singler, T.: Reactive wetting in metal-metal systems. *Journal of Physics Condensed Matter* **21**(2009)46.
- [36] Huang, X., Miglietti, W.: Wide gap braze repair of gas turbine blades and vanes - a review. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power* **134**(2012)1.
- [37] Cheng, Z., Li, X., Zhang, M., Qu, S., Li, H.: Wide-gap brazing of K417G alloy assisted by in situ precipitation of M₃B₂ boride particles. *Materials* **13**(2020)14, 3140.
- [38] Way, M., Willingham, J., Goodall, R.: Brazing filler metals. *International Materials Reviews* **65**(2020)5, 257-285.
- [39] Ahn, B.: Recent advances in brazing fillers for joining of dissimilar materials. *Metals* **11**(2021)7, 1037.
- [40] Norma AWS A5.8/A5.8M:2004 – Specification for Filler Metals for Brazing and Braze Welding.
- [41] Elrefaey, A.: High-temperature brazing in aerospace engineering [in:] Chaturvedi, M.C. (ed.): *Welding and Joining of Aerospace Materials*. Woodhead Publishing, Cambridge 2012, pp. 345-383.
- [42] Rabinkin, A.: High-temperature brazing: filler metals and processing [in:] Sekulić, D.P. (ed.): *Advances in Brazing. Science, Technology and Applications*. Woodhead Publishing, Cambridge 2013, pp. 121-159.
- [43] Ghasemi, A., Pouranvari, M.: Intermetallic phase formation during brazing of a nickel alloy using a Ni–Cr–Si–Fe–B quinary filler alloy. *Science and Technology of Welding and Joining* **24**(2018)4, 1-10.
- [44] Tung, S.K., Lim, L.C., Lai, M.O.: Solidification phenomena in nickel base brazes containing boron and silicon. *Scripta Materialia* **34**(1996)5, 763-769.
- [45] Centeno, D. M. A., Carvalho Jr., C., Brandi, S. D.: Brazing of UNS S32101 and UNS S32304 lean duplex stainless steels and UNS S32750 super duplex with AWS A5.3 BNi-7 (Ni–Cr–P) filler metal. *Welding International* **29**(2015)12, 937-945.
- [46] Ghasemi, A., Pouranvari, M.: Microstructural evolution mechanism during brazing of Hastelloy X superalloy using Ni–Si–B filler metal. *Science and Technology of Welding and Joining* **23**(2018)5, 441-448.

- [47] Pouranvari, M., Ekrami, A., Kokabi, A.H.: Diffusion brazing metallurgy of IN718/Ni-Cr-Si-B-Fe/IN718. *Welding Journal* **93**(2014)2, 60-68.
- [48] Ojo, O.A., Richards, N.L., Chaturvedi, M.C.: Effect of gap size and process parameters on diffusion brazing of Inconel 738. *Science and Technology of Welding and Joining* **9**(2004)3, 209-220.
- [49] Chaturvedi, M.C., Ojo, O.A., Richards, N.L.: Diffusion brazing of cast Inconel 738 superalloy. *Advances in Technology of Materials and Materials Processing* **6**(2004)2, 206-213.
- [50] Yuan, X., Kim, M.B., Kang, C.Y.: Microstructure and XRD analysis of brazing joint for duplex stainless steel using a Ni-Si-B filler metal. *Materials Characterization* **60**(2009)6, 923-931.
- [51] Schwarz, M.M. *Brazing* (2nd ed.), ASM International, Materials Park OH 2003.
- [52] Mirski, Z., Piwowarczyk, T.: Wettability of hardmetal surfaces prepared for brazing with various methods. *Archives of Civil and Mechanical Engineering* **11**(2011)2, 411-419.
- [53] Oete, M., Wiesner, S., Bobzin, K.: Investigation of the effect of contaminations and cleaning processes on the surface properties of brazing surfaces. *IOP Conference Series Materials Science and Engineering* **181**(2017)1.
- [55] Sekulić, D.P.: Wetting and spreading of liquid metals through open microgrooves and surface alterations. *Heat Transfer Engineering* **32**(2011)7-8, 648-657.
- [56] Zaharinie, T., Huda, Z., Izuan, M.F., Hamdi, M.: Development of optimum process parameters and a study of the effects of surface roughness on brazing of copper. *Applied Surface Science* **331**(2015), 127-131.
- [57] Amirnasiri, A., Parvin, N., Haghshenas, M.S.: Investigation of surface roughness parameter in dissimilar diffusion brazing of WC-Co to AISI 4145 steel. *Welding in the World* **63**(2019)6, 1833-1840.
- [58] Lankiewicz, K., Baranowski, M., Babul, T., Kowalski, S.: The study of the impact of surface preparation methods of Inconel 625 and 718 nickel-base alloys on wettability by BNi-2 and BNi-3 brazing filler metals. *Archives of Metallurgy and Materials* **60**(2015)1, 159-165.
- [59] Hebda, M., Kaczor, P., Miernik, K.: Vacuum brazing of stainless steel depending on the surface preparation method and temperature of the process. *Archives of Metallurgy and Materials* **64**(2019)1, 5-11.
- [60] Majewski, D., Winiowski, A.: Rozwój topników do lutowania twardego. *Welding Technology Review* **85**(2013)8, 23-27.
- [61] Wang, B., Long, W., Wang, M., Yin, P., Guan, S., Zhong, S., Xue, S.: Research progress in relation to composite brazing materials with flux. *Crystals* **11**(2021)9, 1045.
- [62] Ramirez, J.E., Liu, S.: Diffusion brazing in the nickel-boron system. *Welding Journal* **71**(1992), 365-375.

- [63] Cook, G.O., Sorensen, C.D.: Overview of transient liquid phase and partial transient liquid phase bonding. *Journal of Materials Science* **46**(2011), 5305-5323.
- [64] Gale, W.F., Butts, D.A.: Transient liquid phase bonding. *Science and Technology of Welding and Joining* **9**(2004)4, 283–300.
- [65] Pouranvari, M., Ekrami, A., Kokabi, A.H.: Diffusion brazing of cast INCONEL 718 superalloy utilising standard heat treatment cycle. *Materials Science and Technology* **30**(2013)1, 109–115.
- [66] Jamaloei, A.D., Khorram, A., Jafari, A.: Characterization of microstructure and mechanical properties of dissimilar TLP bonding between IN718/IN600 with BNi-2 interlayer. *Journal of Manufacturing Processes* **29**(2017), 447–457.
- [67] Doroudi, A., Dastgheib, A., Omidvar, H.: The bonding temperature effect of the diffusion brazing Inconel 625 superalloy on the microstructure changes, corrosion resistance, and mechanical properties. *Journal of Manufacturing Processes* **53**(2020), 213-222.
- [68] Paidar, M., Ashraff Ali, K.S., Ojo, O.O., Mohanavel, V., Vairamuthu, J., Ravichandran, M.: Diffusion brazing of Inconel 617 and 321 stainless steel by using AMS 4772 Ag interlayer. *Journal of Manufacturing Processes* **61**(2021), 383-395.
- [69] Paidar, M., Bokov, D., Nasution, M.K.M., Mehrez, S., Ojo, O.O., Cooke, K.O.: Diffusion brazing of IN738 to SiC ceramic with Ag-Cu-Ti powder: effect of bonding time on metallurgical and mechanical properties. *Results in Physics* **31**(2021).
- [70] Elrefaey, A., Tillmann, W.: Effect of brazing parameters on microstructure and mechanical properties of titanium joints. *Journal of Materials Processing Technology* **209**(2009)10, 4842–4849.
- [71] Kay, D.: Liquation of Brazing filler metals—Good or Bad? [in:] Gourley, R., Walker, C. (eds.): *Brazing and Soldering 2012: Proc. 5th Int. Brazing and Soldering Conf.*, ASM International, Materials Park OH 2012, pp. 402-409.
- [72] Róžański, M.: Kontrola jakości połączeń lutowanych. *Welding Technology Review* **85**(2013)9, 27-37.
- [73] Duan, P., Wang, D., Zhou, G., Tu, S.: Experimental study on peeling performance of T-type brazing joints. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* **172**(2019), 70-78.
- [74] Norma AWS C3.2M/A3.2:2019 – Standard Method for Evaluating the Strength of Brazed Joints.
- [75] Krishnaja, D., Cheepu, M., Venkatswarlu, D.: A review of research progress on dissimilar laser weld-brazing of automotive applications. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **330**(2017).
- [76] Li, Y., Chen, C., Yi, R., Ouyang, Y.: Review: special brazing and soldering. *Journal of Manufacturing Processes* **60**(2020), 608–635.

- [77] Jin, Y., Jiahao, S., Chenkai, G., Yixuan, Z., Hongbing, L., Oliveira, J.P., Caiwang, T., Zhishui, Y.: Effect of heat input on interfacial microstructure, tensile and bending properties of dissimilar Al/steel lap joints by laser welding-brazing. *Optics & Laser Technology* **142**(2021), 107218.
- [78] Li, P., Lei, Z., Zhang, X., Liu, J., Chen, Y.: Effects of laser power on the interfacial intermetallic compounds and mechanical properties of dual-spot laser welded–brazed Ti/Al butt joint. *Optics & Laser Technology* **124**(2020), 105987.
- [79] Filliard, G., El Mansori, M., De Metz-Noblat, M., Bremont, C., Reullier, A., Tirado, L.: Influence of process parameters on thermal cycle and intermetallic compounds formation in high speed laser weld-brazing of aluminium-steel angle joints. *Procedia Manufacturing* **26**(2018), 690-699.
- [80] Long, W., Liu, D., Wu, A., Wang, D., Huang, G.: Influence of laser scanning speed on the formation property of laser brazing diamond coating. *Diamond and Related Materials* **110**(2020), 108085.
- [81] Yang, J., Oliveira, J.P., Li, Y., Tan, C., Gao, C., Zhao, Y., Yu, Z.: Laser techniques for dissimilar joining of aluminum alloys to steels: A critical review. *Journal of Materials Processing Technology* **301**(2022), 117443.
- [82] Wallerstein, D., Solla, E.L., Lusquiños, F., Comesaña, R., del Val, J., Riveiro, A., Pou, J.: Advanced characterization of intermetallic compounds in dissimilar aluminum-steel joints obtained by laser welding-brazing with Al-Si filler metals. *Materials Characterization* **179**(2021), 111345.
- [83] Slobodyan, M.: Dissimilar welding and brazing of zirconium and its alloys: Methods, parameters, metallurgy and properties of joints. *Journal of Manufacturing Processes* **75**(2022)4, 928-1002.
- [84] Zhang, Z., Huang, J., Fu, J., Nie, P., Zhang, S.: Microstructure and mechanical properties of laser welded-brazed titanium/aluminum joints assisted by titanium mesh interlayer. *Journal of Materials Processing Technology* **302**(2022), 117502.
- [85] Zeng, H., Yu, D., Zhang, Y. Zhou, J., Chen, Y.: Microstructure and mechanical properties of laser indirect brazed titanium/steel composite joint with a CuZn filler metal. *Materials Science and Technology* **38** (2022), 1403-1417.
- [86] Zhang, L.: Filler metals, brazing processing and reliability for diamond tools brazing: A review. *Journal of Manufacturing Processes* **66**(2021), 651–668.
- [87] Mishra, S., Sharma, A., Jung, D.H., Jung, J.P.: Recent advances in active metal brazing of ceramics and process. *Metals and Materials International* **26**(2019)8, 1087-1098.
- [88] Peng, H. Brazing of oxide, carbide, nitride and composite ceramics [in:] Sekulić, D.P. (ed.): *Advances in Brazing. Science, Technology and Applications*. Woodhead Publishing, Cambridge 2013, pp. 194-220.

- [89] Asthana, R., Singh, M.: Active metal brazing of advanced ceramic composites to metallic systems [in:] Sekulić, D.P. (ed.): *Advances in Brazing. Science, Technology and Applications*. Woodhead Publishing, Cambridge 2013, pp. 323-360.
- [90] Fernandez, J.M., Asthana, R., Singh, M., Valera, F.M.: Active metal brazing of silicon nitride ceramics using a Cu-based alloy and refractory metal interlayers. *Ceramics International* **42**(2015)4, 5447-5454.
- [91] Yin, X., Ma, Q., Cui, B., Zhang, L., Xue, X., Zhong, S., Xu, D.: Current review on the research status of cemented carbide brazing: filler materials and mechanical properties. *Metals and Materials International* **27**(2020)4, 571-583.
- [92] Li, H., Liu, X., Huang, H.: Microstructure and properties of ZrO₂ ceramic and Ti-6Al-4V alloy vacuum brazed by Ti-28Ni filler metal. *Welding Technology Review* **91**(2019)10, 35-41.
- [93] Zheng, K., Yang, Z.W., Wang, Y., Wang, D.P.: Microstructure and mechanical properties of the C/C composite and Nb joints brazed with an active Ag-based filler metal. *Ceramics International* **48**(2022)7, 9621-9630.
- [94] Song, Y., Liu, D., Li, X., Song, X., Long, W., Cao, J.: Microstructure and mechanical properties of Cf/SiC composite/GH99 joints brazed with BNi₂-Ti composite filler. *Journal of Manufacturing Processes* **58**(2020), 905–913.
- [95] Yi, R., Chen, C., Shi, C., Li, Y., Li, H., Ma, Y.: Research advances in residual thermal stress of ceramic/metal brazes. *Ceramics International* **47**(2021)15, 20807-20820.
- [96] Yeh, J.W., Chen, S.K., Lin, S.J., Gan, J.Y., Chin, T.S., Shun, T.T., Chang, S.Y.: Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes. *Advanced Engineering Materials* **6**(2004)5, 299–303.
- [97] Cantor, B., Chang, I.T.H., Knight, P., Vincent, A.J.B.: Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Materials Science and Engineering: A* **375-377**(2004), 213–218.
- [98] Ye, Y.F., Wang, Q., Lu, J., Liu, C.T., Yang, Y.: High-entropy alloy: challenges and prospects. *Materials Today* **19**(2016)6, 349-362.
- [99] Tsai, M. H., Yeh, J. W.: High-entropy alloys: a critical review. *Materials Research Letters* **2**(2014)3, 107–123.
- [100] Li, W., Xie, D., Li, D., Zhang, Y., Gao, Y., Liaw, P.K.: Mechanical behavior of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science* **118**(2021).
- [101] Gao, M., Schneiderman, B., Gilbert, S.M., Yu, Z.: Microstructural evolution and mechanical properties of nickel-base superalloy brazed joints using a MPCA filler. *Metallurgical and Materials Transactions A* **50**(2019), 5117–5127.
- [102] Bridges, D., Zhang, S., Lang, S., Gao, M., Yu, Z., Feng, Z., Hu, A.: Laser brazing of a nickel-based superalloy using a Ni-Mn-Fe-Co-Cu high entropy alloy filler metal. *Materials Letters* **215**(2018), 11-14.

- [103] Tillmann, W., Ulitzka, T., Wojarski, L., Manka, M., Ulitzka, H., Wagstyl, D.: Development of high entropy alloys for brazing applications. *Welding in the World* **64**(2020), 201–208.
- [104] Wang, G., Yang, Y., He, R., Tan, C., Huttula, M., Cao, W.: A novel high entropy CoFeCrNiCu alloy filler to braze SiC ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* **40**(2020)9, 3391-3398.
- [105] Yang, Y., Wang, G., He, R., Shu, D., Tan, C., Cao, W.: Microstructure and mechanical properties of ZrB₂-SiC/Nb joints brazed with CoFeNiCrCuTi_x high-entropy alloy filler. *Journal of the American Ceramic Society* **104**(2021), 2992-3003.
- [106] Hardwick, L., Rodgers, P., Pickering, E., Goodall, R.: Development of a novel Ni-based multi-principal element alloy filler metal, using an alternative melting point depressant. *Metallurgical and Materials Transactions A* **52**(2021), 2534–2548.
- [107] Dinkel, M.K., Heinz, P., Pyczak, F., Volek, A., Ott, M., Affeldt, E., Vossberg, A., Göken, M., Singer, R.F: New boron and silicon free single crystal-diffusion brazing alloys [in:] Reed, R., Green, K., Caron, P. (eds.): *Superalloys 2008*, TMS, Warrendale PA 2008, pp. 211-220.
- [108] Heinz, P., Volek, A., Singer, R. F., Dinkel, M., Pyczak, F., Göken, M., Vossberg, A.: Diffusion brazing of single crystalline nickel base superalloys using boron free nickel base braze alloys. *Defect and Diffusion Forum* **273-276**(2008), 294–299.
- [109] Niu, Z., Huang, J., Chen, S., Zhao, X.: Effects of germanium additions on microstructures and properties of Al–Si filler metals for brazing aluminum. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* **26**(2016)3, 775-782.
- [110] Chang, S.Y., Tsao, L.C., Lei, Y.H., Mao, S.M., Huang, C.H.: Brazing of 6061 aluminum alloy/Ti–6Al–4V using Al–Si–Cu–Ge filler metals. *Journal of Materials Processing Technology* **212**(2012)1, 8-14.
- [111] Ivannikov, A.A., Kalin, B.A., Sevryukov, O.N., Penyaz, M.A., Fedotov, I.V., Misnikov, V.E., Tarasova, M.S.: Study of the Ni–Si–Be system as a base to create boron-free brazing filler metals. *Science and Technology of Welding and Joining* **23**(2017)3, 187-197.
- [112] Ma, Y., Li, H., Bridges, D., Peng, P., Lawrie, B., Feng, Z., Hu, A.: Zero-dimensional to three-dimensional nanojoining: current status and potential applications. *RSC Advances* **6**(2016), 75916–75936.
- [113] Bridges, D.: Nanobrazing of Inconel 718 and Ti-6Al-4V. Rozprawa doktorska, University of Tennessee, Knoxville TN 2019.
- [114] Bridges, D., Nielsen, B., Zhang, L., Zhang, S., Xu, R., Hu, A.: Wettability, diffusion behaviors, and modeling of Ni nanoparticles and nanowires in brazing Inconel 718. *Advanced Engineering Materials* **23**(2020)3.

- [115] Bridges, D., Ma, C., Zhang, S., Xue, S., Feng, Z., Hu, A.: Diffusion and wetting behaviors of Ag nanoparticle and Ag nanowire pastes for laser brazing of Inconel 718. *Welding in the World* **62**(2017), 169–176.
- [116] Hu, A., Bridges, D., Zhang, S.: Nanobrazing for turbine blade and vane repair. *Advanced Materials and Processes Technical Articles* **175**(2017)7, 25-29.
- [117] Huang, X., Miglietti, W.: Wide gap braze repair of gas turbine blades and vanes – a review. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power* **134**(2012)1, 010801.
- [118] Wu, X., Chandel, R., Seow, H., Li, H.: Wide gap brazing of stainless steel to nickel-based superalloy. *Journal of Materials Processing Technology* **113**(2001)1-3, 215–221.
- [119] Zandifar, A., Amirjan, M., Parvin, N.: Preparation and characterization of nickel-based brazing powder and paste for wide gap repair on IN738 alloy. *Journal of Material Engineering and Performance* **32** (2023), 4777-4786.
- [120] Alinaghian, H., Farzadi, A., Marashi, P., Pouranvari, M.: Wide gap brazing of Inconel 738LC nickel-based superalloy: metallurgical and mechanical characteristics. *Metallurgical and Materials Transactions A* **51**(2020), 6283–6293.
- [121] Cheng, Z., Li, X., Wang, B., Qu, S., Li, H.: M₃B₂-type borides effect on the wide gap brazing of K417G alloy with mixed powder. *Journal of Alloys and Compounds* **821**(2020)1, 153431.
- [122] Li, X., Cheng, Z., Qu, S., Zhu, D., Li, H.: Effect of filler metal on the microstructural evolution and mechanical properties of wide gap brazed K417G superalloy joints. *Vacuum* **184**(2021)10, 109967.
- [123] Hawk, C., Liu, S., Kottilingam, S.: Effect of processing parameters on the microstructure and mechanical properties of wide-gap braze repairs on nickel-superalloy René 108. *Welding in the World* **61**(2017)2, 391–404.
- [124] Henhoeffler, T., Huang, X., Yand, S., Au, P., Nagy, D.: Microstructure and high temperature tensile properties of wide gap brazed cobalt based superalloy X-40. *Materials Science and Technology* **26**(2010)4, 431–439.
- [125] Biswas, S., Ramachandra, S., Hans, P., Kumar, S.P.S.: Materials for gas turbine engines: present status, future trends and indigenous efforts. *Journal of the Indian Institute of Science* **102**(2022)1, 297–309.
- [126] Ulan kyzy, S., Völkl, R., Munz, O., Fisher, T., Glatzel, U.: The effect of brazing on microstructure of honeycomb liner material Hastelloy X. *Journal of Materials Engineering and Performance* **28**(2019)4, 1909–1913.
- [127] Krystek, K., Dul, I., Motyka, M.: Influence of vacuum brazing temperature on the microstructure of an Inconel 783 superalloy joint with a honeycomb sealing made of Hastelloy X superalloy. *Welding Technology Review* **91**(2019)9, 27-37.
- [128] Klimczuk, P.: Repairability analysis of the energy gas turbine rotor blade second stage shroud by high-temperature brazing. *Welding Technology Review* **93**(2021)2, 23-31.

- [129] Thévenot, M., Wagner, V., Paris, J.Y., Dessein, G., Denape, J., Harzallah, M., Brunet, A., Chantrait, T.: Thermomechanical phenomena and wear flow mechanisms during high speed contact of abradable materials. *Wear* **426–427**(2019), 1102-1109.
- [130] Ghasemi, A., Pouranvari, M.: Thermal processing strategies enabling boride dissolution and gamma prime precipitation in dissimilar nickel-based superalloys transient liquid phase bond. *Materials & Design* **182**(2019), 108008.
- [131] Pouranvari, M., Ghasemi, A., Salmasi, A.: On the inability of the moving interface model to predict isothermal solidification time during transient liquid phase (TLP) bonding of Ni-based superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* **53**(2022)1, 126–135.
- [132] Malekan, A., Farvizi, M., Mirsalehi, S.E., Saito, N., Nakashima, K.: Effect of bonding temperature on the microstructure and mechanical properties of Hastelloy X superalloy joints bonded with a Ni–Cr–B–Si–Fe interlayer. *Journal of Manufacturing Processes* **47**(2019), 129-140.
- [133] Baranowski, M., Senkara, J.: Brazing of selected heat-resisting alloys using Ni-Pd filler metal. *Welding Technology Review* **91**(2019)10, 51-58.
- [134] Baranowski, M., Moszczyńska, D., Panasiuk, T.: Phase analysis of phase boundary zone for Hastelloy X with Palnicro 36M brazed joint. *Welding Technology Review* **90**(2018)2, 26-30.
- [135] Baranowski, M., Bober, M., Kudyba, A., Sobczak, N.: The effect of surface condition on wetting of HASTELLOY® X by brazing filler metal of Ni-Pd-Cr-B-Si system. *Journal of Materials Engineering and Performance* **28**(2019)2, 3950–3959.
- [136] Azadian, S., Wei, L.Y., Warren, R.: Delta phase precipitation in Inconel 718. *Materials Characterization* **53**(2004)1, 7–16.
- [137] Zhang, S.H., Zhang, H.Y., Cheng, M. Tensile deformation and fracture characteristics of delta-processed Inconel 718 alloy at elevated temperature. *Materials Science and Engineering: A* **528**(2011)19, 6253–6258.
- [138] Dul, I., Senkara, J., Bober, M., Jakubowski, J.: Wpływ wysokotemperaturowego wygrzewania próżniowego na lutowność Inconelu 718 lutem Palnicro 36, *Welding Technology Review* **85**(2013)9, 15-19.
- [139] Lankiewicz, K., Baranowski, M., Babul, T., Kowalski, S.: The study of the impact of surface preparation methods of Inconel 625 and 718 nickel-base alloys on wettability by BNi-2 and BNi-3 brazing filler metals. *Archives of Metallurgy and Materials* **60**(2015)1, 159-165.
- [140] Pouranvari, M.: Solid solution strengthening of transient liquid phase bonded nickel based superalloy. *Materials Science and Technology* **31**(2015)14, 1773–1780.
- [141] Pouranvari, M., Ekrami, A., Kokabi, A.H.: Diffusion brazing of cast INCONEL 718 superalloy utilising standard heat treatment cycle. *Materials Science and Technology* **30**(2013)1, 109–115.

- [142] Yan, G., Bhowmik, A., Nagarajan, B., Song, X., Tan, S.C., Tan, M.J.: Bonding temperature effects on the wide gap transient liquid phase bonding of Inconel 718 using BNi-2 paste filler metal. *Applied Surface Science* **484**(2019), 1223-1233.
- [143] Yan, G., Bhowmik, A., Nagarajan, B., Song, X., Tan, S.C., Tan, M.J.: Post-bond heat treatment effects on the wide gap transient liquid phase bonding of Inconel 718 with BNi-2 paste filler metal. *Materials Science and Engineering: A* **766**(2019), 138267.
- [144] Ghaderi, S., Karimzadeh, F., Ashrafi, A.: Evaluation of microstructure and mechanical properties of transient liquid phase bonding of Inconel 718 and nano/ultrafine-grained 304L stainless steel. *Journal of Manufacturing Processes* **49**(2020), 162–174.
- [145] Yu, Z.S., Li, R.F., Shi, K.: Vacuum brazing of Inconel 718 to Waspaloy superalloy using BNi2 brazing filler. *Applied Mechanics and Materials* **236-237**(2012), 26–30.
- [146] Arafin, M.A., Medraj, M., Turner, D.P., Bocher, P.: Transient liquid phase bonding of Inconel 718 and Inconel 625 with BNi-2: modeling and experimental investigations. *Materials Science and Engineering: A* **447**(2007)1-2, 125–133.
- [147] Norma AMS5536P – Corrosion and Heat-Resistant, Sheet, Strip, and Plate 47.5Ni-22Cr-1.5Co-9.0Mo-0.60W-18.5Fe Solution Heat Treated.
- [148] Norma AMS5596N – Nickel Alloy, Corrosion- and Heat-Resistant, Sheet, Strip, Foil and Plate 52.5Ni-19Cr-3.0Mo-5.1Cb (Nb)-0.90Ti-0.50Al-18Fe Consumable Electrode Remelted or Vacuum Induction Melted 1775 °F (968 °C) Solution Heat Treated.
- [149] Karta charakterystyki lutu Vitta-Braze 1996 – <https://vitta.co.uk/?mdocs-file=961> (data dostępu: 21.03.2023).
- [150] Karta charakterystyki lutu Palnicro 36M – https://www.morganbrazealloys.com/media/6971/wesgo_palnicro-36m_technical-data-sheet-2018.pdf (data dostępu: 21.03.2023).
- [151] Karta charakterystyki nadstopu Inconel 718 – <https://www.specialmetals.com/documents/technical-bulletins/inconel/inconel-alloy-718.pdf> (data dostępu: 21.03.2023).
- [152] Baranowski, M., Senkara, J.: Mechanical properties of structural components in Hastelloy X joints brazed with Ni-Pd-Cr-B-Si alloy. *Materials* **16** (2023)3, 1115.

Oddziaływanie warunków procesu lutowania na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne połączeń elementów konstrukcji silników lotniczych

STRESZCZENIE

W pracy zrealizowano badania umożliwiające analizę wpływu zmian kluczowych parametrów procesu lutowania piecowego elementów blaszanych z nadstopów niklu na mikrostrukturę oraz właściwości wytworzonych złączy. Do badań przyjęto dwa nadstopy niklu – Hastelloy X oraz Inconel 718 – lutowane stopami lutowniczymi na osnowie niklu – Vitta-Braze 1996 (Ni-13Cr-4,5Fe-4,5Si-2,7B) oraz Palnicro 36M (Ni-36Pd-10,5Cr-3B-0,5Si), odpowiednio. Proces lutowania prowadzono w warunkach przemysłowych. Wytypowano trzy najbardziej newralgiczne czynniki mogące zakłócić jego prawidłowy przebieg: przerwanie operacji nagrzewania na różnych jego etapach, zmiana czasu wygrzewania w temperaturze lutowania oraz zmiana szerokości szczeliny lutowniczej. Plan badawczy podzielono na trzy segmenty, dedykowane jednemu z wymienionych czynników. Do badań przyjęto ustandaryzowany pakiet próbek, które montowano z blach, wg założeń opracowanych dla złączy zakładkowych.

W pierwszym segmencie badań procesy lutowania przerywano na wybranych etapach nagrzewania, po czym wsad chłodzono do temperatury pokojowej, a następnie poddawano go ponownemu lutowaniu. Badano złącza po przerwaniu lutowania oraz po jego poprawie. Kolejną część planu badawczego dotyczyła oceny wpływu czasu lutowania (w zakresie 1-60 min) na proces kształtowania mikrostruktury i właściwości fizycznych złączy badanych konfiguracji materiałów. Natomiast w trzecim segmencie badań analizie poddano oddziaływanie szerokości szczeliny lutowniczej (w zakresie 0,05-0,5 mm) na wybrane cechy złączy. W każdym segmencie badań, w przypadku nadstopu Inconel 718 uwzględniano również jego stan umocniony wydzieleniowo. Przeprowadzone badania obejmowały obserwacje makro- i mikrostruktury (SEM), analizę składu chemicznego w mikroobszarach (SEM/EDS), próby ścinania i odrywania złączy, a także próby rozplątności lutu. Podjęto się również analizy składu fazowego metodą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) oraz oceny zjawisk cieplnych występujących podczas nagrzewania lutu oraz pary materiałowej lut/materiał rodzimy metodą skaningowej kalorymetrii różnicowej (DSC).

Zrealizowany program badawczy pozwolił zgromadzić dane umożliwiające ocenę zmian mikrostruktury oraz właściwości użytkowych złączy lutowanych próżniowo blach z nadstopów Hastelloy X i Inconel 718, w zmiennych warunkach procesu technologicznego. Dokonano charakterystyki ewolucji mikrostruktury złączy w zależności od zmiany kluczowych parametrów i przebiegu lutowania, z uwzględnieniem opisu składników fazowych poszczególnych stref mikrostruktury materiału rodzimego i lutu (dyfuzyjnej, krystalizacji izo- i atermicznej). Przeprowadzono również ocenę wpływu parametrów procesu na warunki płynięcia lutu oraz właściwości mechaniczne złączy. Otrzymane wyniki stanowią podstawę opracowania procedur jakościowo-technologicznych, wdrożonych do praktyki produkcyjnej w celu ustandaryzowania postępowania w przypadku wystąpienia zdarzeń zakłócających przebieg procesu lutowania podzespołów silników lotniczych.

Słowa kluczowe: nadstopy, lutowanie próżniowe, umacniane wydzieleniowe, mikrostruktura, silniki lotnicze

Influence of brazing process conditions on the microstructure and mechanical properties of joints of aircraft engine structure components

ABSTRACT

In this study, research was carried out on the analysis of the effect of changes in key parameters of the furnace brazing process of sheet metal components made of nickel superalloys on the microstructure and properties of produced joints. Two nickel superalloys were adopted for the study – Hastelloy X and Inconel 718 – brazed with nickel based filler metals – Vitta-Braze 1996 (Ni-13Cr-4.5Fe-4.5Si-2.7B) and Palnico 36M (Ni-36Pd-10.5Cr-3B-0.5Si), respectively. The brazing process was carried out under industrial conditions. Three most crucial factors that could disrupt its proper course were investigated: interruption of the heating operation at its various stages, a change in the soak time at the brazing temperature and a change in the width of the brazing clearance. The research plan was divided into three segments, each dedicated to one of the mentioned factors. A standardized package of specimens, assembled from the sheet metal samples in accordance with developed assumptions for lap joints, was used.

In the first segment of the study, brazing processes were interrupted at selected stages of heating, subsequently load was cooled to the room temperature and then subjected to rebrazing. The joints were tested after process interruption and after rebrazing. Next part of the research plan was aimed at evaluating the effect of soak time at brazing temperature (in the range of 1-60 minutes) on the process of joints microstructure and physical properties evolution for both analyzed materials configurations. In the third segment of the study, the impact analysis of the brazing clearance change in range of 0,05-0,5 mm on selected joints characteristics was done. In each segment of the study, in the case of Inconel 718 superalloy, properties after precipitation hardening was taken into consideration. Conducted tests included observations of macro- and microstructure (SEM), chemical composition analysis in micro-areas (SEM/EDS), shear and peel tests of the joints, as well as filler metal spreadability tests. Attempts of phase analysis using X-ray diffraction (XRD) and evaluation of thermal phenomena occurring during the heating of the filler metals and filler/base metal couples by differential scanning calorimetry (DSC) were made.

The conducted research allowed to obtain data to evaluate changes in the microstructure and functional properties of vacuum brazed joints of sheet metal components made of Hastelloy X and Inconel 718 superalloys, under varying process conditions. A characterization of the joints microstructure evolution, depending on the change of key parameters and the course of brazing cycle, including a description of the phase components in the particular zones of the base metal and the joint (diffusion, iso- and athermal crystallization zones), was done. An evaluation of the effect of process parameters on liquid filler metal flow conditions and mechanical properties of the joints was also carried out. Results were used as a basis for developing the quality and technological procedures dedicated for industrial usage.

Keywords: superalloys, vacuum brazing, precipitation hardening, microstructure, aircraft engines