



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114749746 A

(43) 申请公布日 2022.07.15

(21) 申请号 202210417072.0

(22) 申请日 2022.04.20

(71) 申请人 合肥工业大学

地址 230009 安徽省合肥市屯溪路193号

(72) 发明人 刘东光 张鹏 罗来马 吴玉程

(74) 专利代理机构 合肥信诚兆佳知识产权代理
事务所(特殊普通合伙)
34159

专利代理师 邓勇

(51) Int. Cl.

B23K 1/008 (2006.01)

B23K 1/20 (2006.01)

B23K 3/08 (2006.01)

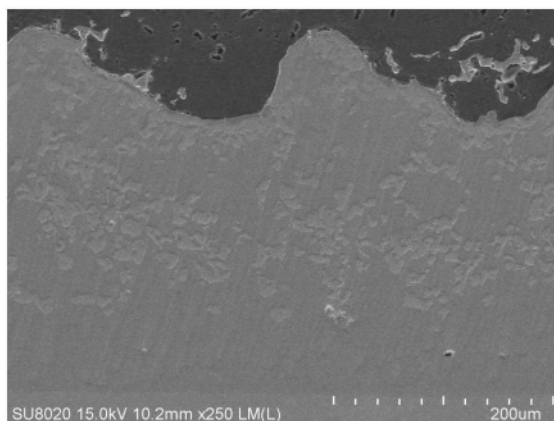
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

一种Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺

(57) 摘要

本发明涉及异种材料焊接技术领域,公开了一种Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,包括如下步骤:样品预处理、装配样品与模具以及反应钎焊,先对待焊接的钼合金、Ti箔和Zr箔作为各个样品,对各个样品的待焊接面进行打磨、抛光;将石墨的待焊接面进行沟道加工等步骤。本发明的反应钎焊工艺所得到的钼合金/石墨异种材料的焊接接头,使用钛箔和锆箔共同作为中间层,从而在低于钛和锆熔点的温度产生液相润湿石墨,得到了冶金结合良好的接头。相比较使用纯Ti箔,由于Zr和石墨的反应没有Ti和石墨反应剧烈,故不会产生大量的碳化物脆性相。相比较纯Zr箔,Ti和Mo可以无限固溶,不会产生大量Mo-Zr金属间化合物等脆性相,提高了钎焊接头的力学性能。



1. 一种Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,包括如下步骤:

S1: 样品预处理,取待焊接的钼合金、Ti箔和Zr箔作为各个样品,对各个样品的待焊接面进行打磨、抛光;将石墨的待焊接面进行沟道加工;将所有样品在有机溶液中超声清洗30min;

S2: 装配样品与模具,将经过预处理后的各个样品按照一定的装配顺序放入相同尺寸的石墨模具当中,以防止样品错位;

S3: 反应钎焊,先将装配有样品的石墨模具放入气压烧结炉的炉腔当中,抽真空使炉腔内的压力低于 1×10^{-3} pa后充入高纯氩气到使炉腔内维持一定压力;

再从20°C以50°C/min的速率使炉腔内升到1000°C,保温20min,使炉腔内温度均匀,防止温度梯度的发生;

然后以10°C/min的速率使炉腔内升到焊接温度,保温一定时间;

最后以10°C/min的速率使炉腔内降温到1000°C后随炉冷却到室温,即完成钼合金和石墨的接触反应钎焊。

2. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S1中,所述石墨的焊接面通过车床加工出三角形沟槽。

3. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S1中,所述Ti箔厚度为50-100um,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

4. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S1中,所述Zr箔厚度为100-200um,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

5. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S2中,各个样品的装配顺序为从上到下依次为钼合金、Ti箔、Zr箔、石墨。

6. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S3中,所述气压烧结炉在充入高纯氩气压力后,使其炉腔内的气压维持在10Kpa~20Kpa。

7. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S3中,在所述气压烧结炉的炉腔内采用热等静压的气体加压方式充入高纯氩气。

8. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S3中,所述气压烧结炉的炉腔内所充入高纯氩气的纯度 $\geq 99.99\%$ 。

9. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S3中,钼合金和石墨接触反应钎焊的焊接温度为1520~1600°C。

10. 如权利要求1所述的Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,其特征在於,所述的步骤S3中,钼合金和石墨之间上升至接触反应钎焊的相应焊接温度后,所需的保温时间为5-20min。

一种Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及异种材料焊接技术领域,尤其涉及一种Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺。

背景技术

[0002] 在现代核能、航空航天和医疗工程中,钼及其合金由于其优异的热力学和力学性能而具有广泛的应用。然而,由于钼合金的高密度、难加工和焊接等缺陷,难以制造复杂的产品。石墨是一种优良且廉价的散热材料,并且具备超高的熔点,在各种温度下具有高导热性和发射率。因此,一些X射线靶血管造影和计算机断层扫描(CT)机中通过将石墨盘钎焊到钼靶上以进行散热,从而提高X射线管的功率,并且石墨密度小,可以有效降低靶盘的质量。在所有的连接方式中,钎焊是制造耐高温接头的最简单方式。

[0003] 目前,关于石墨和金属的钎焊方式主要有两种:一种是对石墨表面进行金属化预处理,然后使用常规的钎料连接,但是这种方法生产效率低、操作复杂。第二种是使用添加强碳化物形成元素(Ti、Zr)的钎料连接石墨和钼合金,该方式简单快捷。目前,钎焊连接石墨和钼所用的商业活性钎料,有银铜钛、钛钨铜镍等,但是这些活性钎料熔点低,无法在高温下服役。而一些相关技术中所用钎料都是通过粉末冶金的方法制成,费时费力且成本较高。另一些相关技术中分别使用了Zr箔和Ti箔连接了石墨和钼,但是使用设备为真空热压炉,导致生产效率不高,无法规模化生产,并且钎焊温度在1600℃以上,造成能源浪费。此外还有相关技术使用放电等离子烧结炉连接石墨和钼合金,但是该设备价格昂贵,操作复杂,成本较高。

发明内容

[0004] 针对现有钼合金和石墨连接技术的不足,本发明目的是提供一种Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,利用Ti元素和Zr元素形成熔点小于等于1600℃的低共熔固溶体,解决了现有连接技术中单独使用Ti箔和Zr箔钎焊温度过高,损害钼合金力学性能的问题。

[0005] 本发明采用以下技术方案实现:一种Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,包括如下步骤:

[0006] S1:样品预处理,取待焊接的钼合金、Ti箔和Zr箔作为各个样品,对各个样品的待焊接面进行打磨、抛光;将石墨的待焊接面进行沟道加工;将所有样品在有机溶液中超声清洗30min;

[0007] S2:装配样品与模具,将经过预处理后的各个样品按照一定的装配顺序放入相同尺寸的石墨模具当中,以防止样品错位;

[0008] S3:反应钎焊,先将装配有样品的石墨模具放入气压烧结炉的炉腔当中,抽真空使炉腔内的压力低于 1×10^{-3} pa后充入高纯氩气到使炉腔内维持一定压力;

[0009] 再从20℃以50℃/min的速率使炉腔内升到1000℃,保温20min,使炉腔内温度均

匀,防止温度梯度的发生;

[0010] 然后以10°C/min的速率使炉腔内升到焊接温度,保温一定时间;

[0011] 最后以10°C/min的速率使炉腔内降温到1000°C后随炉冷却到室温,即完成铝合金和石墨的接触反应钎焊。

[0012] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S1中,所述石墨的焊接面通过车床加工出三角形沟槽。

[0013] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S1中,所述Ti箔厚度为50-100um,纯度 \geq 99.9%。

[0014] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S1中,所述Zr箔厚度为100-200um,纯度 \geq 99.9%。

[0015] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S2中,各个样品的装配顺序为从上到下依次为铝合金、Ti箔、Zr箔、石墨。

[0016] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S3中,所述气压烧结炉在充入高纯氩气压力后,使其炉腔内的气压维持在10Kpa~20Kpa。

[0017] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S3中,在所述气压烧结炉的炉腔内采用热等静压的气体加压方式充入高纯氩气。

[0018] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S3中,所述气压烧结炉的炉腔内所充入高纯氩气的纯度 \geq 99.99%。

[0019] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S3中,铝合金和石墨接触反应钎焊的焊接温度为1520~1600°C。

[0020] 作为上述方案的进一步改进,所述的步骤S3中,铝合金和石墨之间上升至接触反应钎焊的相应焊接温度后,所需的保温时间为5-20min。

[0021] 本发明的有益效果为:

[0022] 1、本发明的反应钎焊工艺所得到的铝合金/石墨异种材料的焊接接头,使用钛箔和锆箔共同作为中间层,从而在低于钛和锆熔点的温度产生液相润湿石墨,得到了冶金结合良好的接头。相比较使用纯Ti箔,由于Zr和石墨的反应没有Ti和石墨反应剧烈,故不会产生大量的碳化物脆性相。相比较纯Zr箔,Ti和Mo可以无限固溶,不会产生大量Mo-Zr金属间化合物等脆性相,提高了钎焊接头的力学性能。

[0023] 2、本发明的接触反应钎焊原理属于Ti和Zr形成低共熔固溶体,而不是形成共晶体,可以起到固溶强化的作用。因此石墨/铝合金接头具有结合强度高,服役温度高,散热性能好等优点。

[0024] 3、本发明使用的纯Ti箔和Zr箔价格低廉,获得渠道多,简单打磨氧化层后可以直接使用,适合工厂规模化使用。而气压烧结炉由于是气体加压,整个炉腔内的各处都具有相同的压力,可以同时生产多个样品,生产效率高。

附图说明

[0025] 图1为本发明提供的反应钎焊工艺的工件的装配示意图;

[0026] 图2为本发明提供的Ti和Zr的二元相图;

[0027] 图3为本发明提供的本发明实施例2提供的工件装配后的扫描电镜图;

- [0028] 图4为本发明提供的C的线扫能谱图；
[0029] 图5为本发明提供的Ti的线扫能谱图；
[0030] 图6为本发明提供的Zr的线扫能谱图；
[0031] 图7为本发明提供的Mo的线扫能谱图。
[0032] 主要符号说明：
[0033] 1、钼合金；2、石墨；3、Ti箔；4、Zr箔。

具体实施方式

[0034] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白，以下结合附图及实施例，对本发明进行进一步详细说明。应当理解，此处所描述的具体实施例仅用以解释本发明，并不用于限定本发明。

[0035] 实施例1

[0036] Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺，包括如下步骤：

[0037] S1：样品预处理，将待焊接的钼合金、50umTi箔和150umZr箔作为各个样品，对各个样品的焊接面使用金相砂纸打磨除去表面氧化层，再使用W2.5 的金刚石研磨膏将各个样品经打磨后的焊接面抛光到镜面。将石墨的待焊接面进行沟道加工，即在石墨的焊接面通过车床加工出三角形沟槽。

[0038] 将所有样品在有机溶液中超声清洗30min，本实施例中采用的有机溶液可为丙酮。

[0039] S2：装配样品与模具，取石墨模具，将经过预处理后的各个样品按照一定的装配顺序放入相同尺寸的石墨模具中，请结合图1，本实施例各个样品的装配顺序为从上到下依次为钼合金、50umTi箔、150umZr箔、石墨，以防止样品错位。

[0040] S3：反应钎焊，先将装配好的石墨模具放入气压烧结炉的炉腔当中，抽真空使炉腔内的压力低于 10^{-3} pa，采用热等静压的气体加压方式向炉腔内充入纯度 $\geq 99.99\%$ 的高纯氩气，使炉腔内的气压维持在10Kpa。

[0041] 再将气压烧结炉从20℃以50℃/min的速率升到1000℃，保温20min，使炉内温度均匀，防止存在温度梯度。

[0042] 然后以10℃/min的速率升到钼合金与石墨的接触反应钎焊1520℃，并保温10min。

[0043] 最后以10℃/min的速率降温到1000℃后随炉冷却到室温，即完成钼合金和石墨的接触反应钎焊。

[0044] 在钎焊后通过剪切试验可知，剪切强度相对较高，达到20.3Mpa，而使用纯钛箔焊接的接头强度仅有15Mpa，表明本发明具有更广泛的应用领域。

[0045] 再结合图2，本实施例利用Ti元素和Zr元素形成熔点为1520℃的低共熔固溶体，解决了相关技术中单独使用Ti箔和Zr箔钎焊温度过高，损害钼合金力学性能的问题。

[0046] 实施例2

[0047] Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺，包括如下步骤：

[0048] S1：样品预处理，将待焊接的钼合金、100umTi箔和100umZr箔作为各个样品，对各个样品的焊接面使用金相砂纸打磨除去表面氧化层，再使用W2.5 的金刚石研磨膏将各个样品经打磨后的焊接面抛光到镜面。将石墨的待焊接面进行沟道加工，即在石墨的焊接面

通过车床加工出三角形沟槽。

[0049] 将所有样品在有机溶液中超声清洗30min,本实施例中所采用的有机溶液可为丙酮。

[0050] S2:装配样品与模具,取石墨模具,将经过预处理后的各个样品按照一定的装配顺序放入相同尺寸的石墨模具中,请结合图1,本实施例各个样品的装配顺序为从上到下依次为钼合金、100umTi箔、100umZr箔、石墨,以防止样品错位。

[0051] S3:反应钎焊,先将装配好的石墨模具放入气压烧结炉的炉腔当中,抽真空使炉腔内的压力低于 10^{-3} pa,采用热等静压的气体加压方式向炉腔内充入纯度 $\geq 99.99\%$ 的高纯氩气,使炉腔内的气压维持在15Kpa。

[0052] 再将气压烧结炉从20℃以50℃/min的速率升到1000℃,保温20min,使炉内温度均匀,防止存在温度梯度。

[0053] 然后以10℃/min的速率升到钼合金与石墨的接触反应钎焊1560℃,并保温10min。

[0054] 最后以10℃/min的速率降温到1000℃后随炉冷却到室温,即完成钼合金和石墨的接触反应钎焊。

[0055] 在钎焊后通过剪切试验可知,剪切强度相对较高,为28.2Mpa,而使用纯钛箔焊接的接头强度仅有15Mpa,表明本发明具有更广泛的应用领域。

[0056] 在本实施例中,通过图3观察到Ti箔和Zr箔所组成的中间层与钼合金和石墨所作为的两边母材结合紧密,没有明显裂纹,并且有大量Ti-Zr固溶体弥散在中间层内部。通过图4观察到C元素没有明显向钎料内部扩散,故不会生成大量的碳化物脆性相。通过图5和图6可观察到在Ti箔和Zr箔所组成的中间层中,Ti、Zr元素发生了明显的互扩散现象,消除了两个单独箔片的间隙。再通过图5则看出Mo元素显著的向钎料中扩散,表明了钼合金和钎料层形成了良好的冶金结合。

[0057] 实施例3

[0058] Ti/Zr箔连接石墨和钼合金的反应钎焊工艺,包括如下步骤:

[0059] S1:样品预处理,将待焊接的钼合金、100umTi箔和200umZr箔作为各个样品,对各个样品的焊接面使用金相砂纸打磨除去表面氧化层,再使用W2.5的金刚石研磨膏将各个样品经打磨后的焊接面抛光到镜面。将石墨的待焊接面进行沟道加工,即在石墨的焊接面通过车床加工出三角形沟槽。

[0060] 将所有样品在有机溶液中超声清洗30min,本实施例中所采用的有机溶液可为丙酮。

[0061] S2:装配样品与模具,取石墨模具,将经过预处理后的各个样品按照一定的装配顺序放入相同尺寸的石墨模具中,请结合图1,本实施例各个样品的装配顺序为从上到下依次为钼合金、100umTi箔、200umZr箔、石墨,以防止样品错位。

[0062] S3:反应钎焊,先将装配好的石墨模具放入气压烧结炉的炉腔当中,抽真空使炉腔内的压力低于 10^{-3} pa,采用热等静压的气体加压方式向炉腔内充入纯度 $\geq 99.99\%$ 的高纯氩气,使炉腔内的气压维持在20Kpa。

[0063] 再将气压烧结炉从20℃以50℃/min的速率升到1000℃,保温20min,使炉内温度均匀,防止存在温度梯度。

[0064] 然后以10℃/min的速率升到钼合金与石墨的接触反应钎焊1600℃,并保温20min。

[0065] 最后以10°C/min的速率降温到1000°C后随炉冷却到室温,即完成铝合金和石墨的接触反应钎焊。

[0066] 将钎焊后通过剪切试验可知,剪切强度相对较高,为25.3Mpa,而使用纯钛箔焊接的接头强度仅有15Mpa,表明本发明具有更广泛的应用领域。

[0067] 以上仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

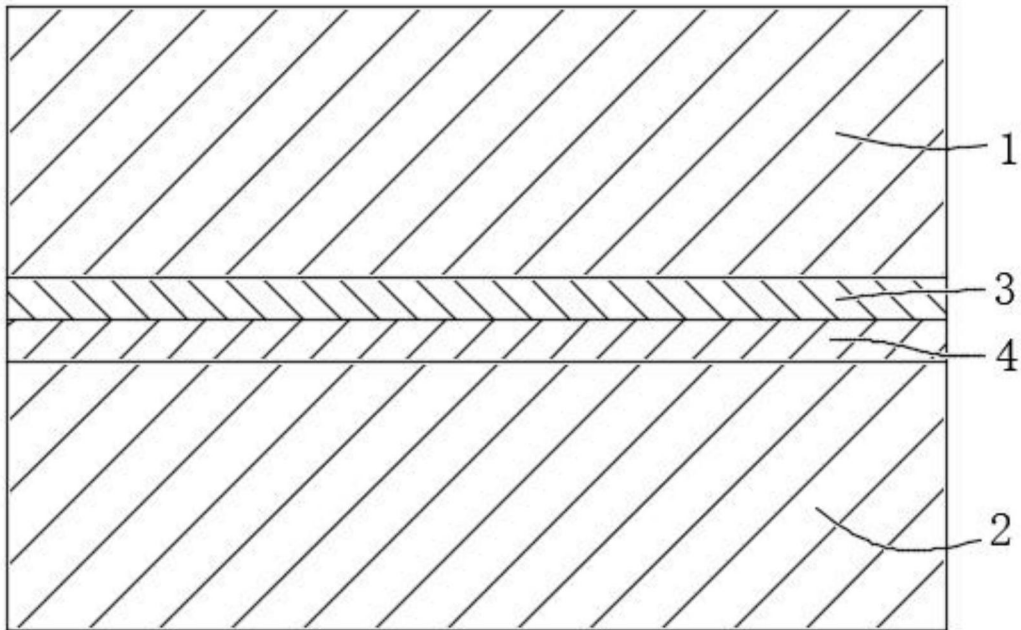


图1

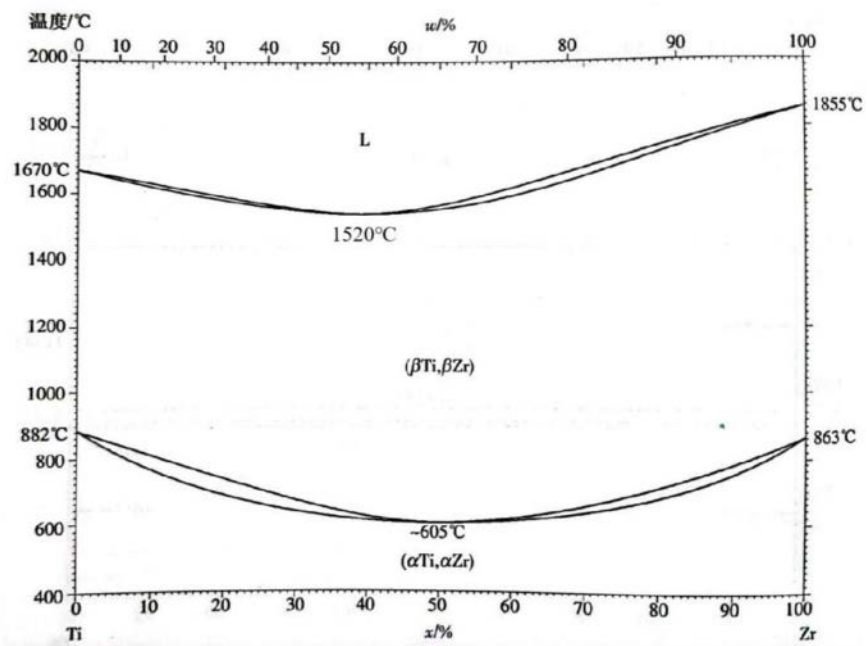


图2

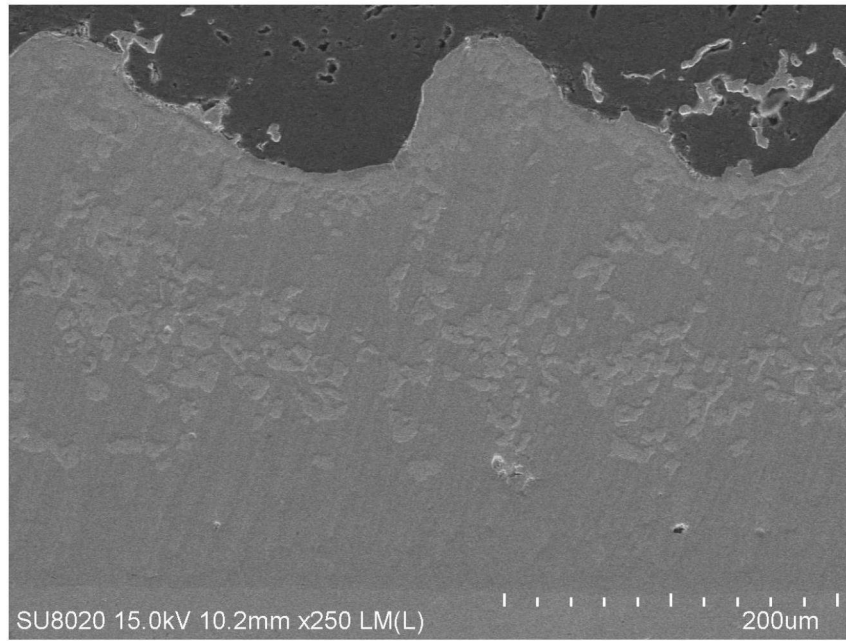


图3

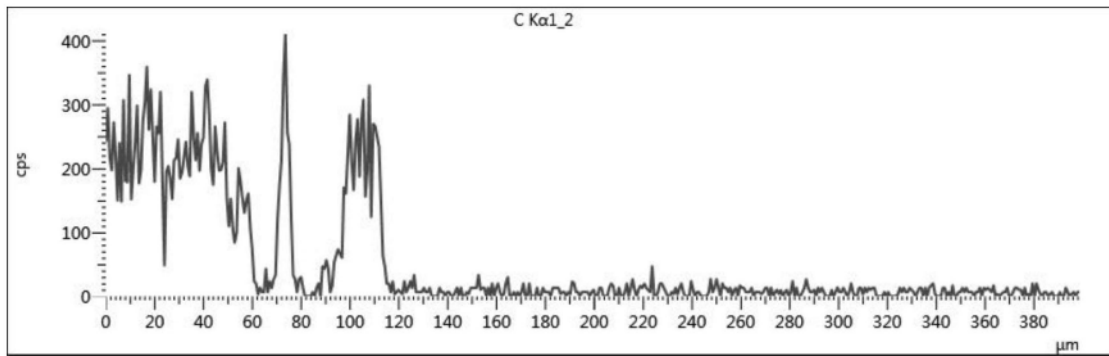


图4

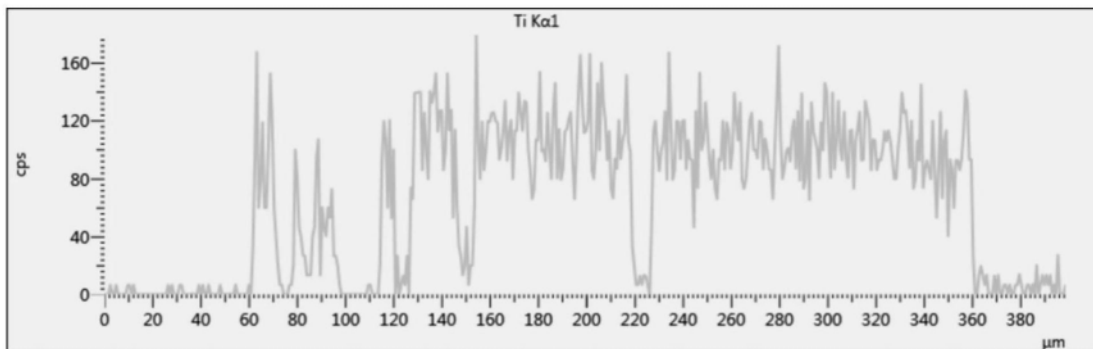


图5

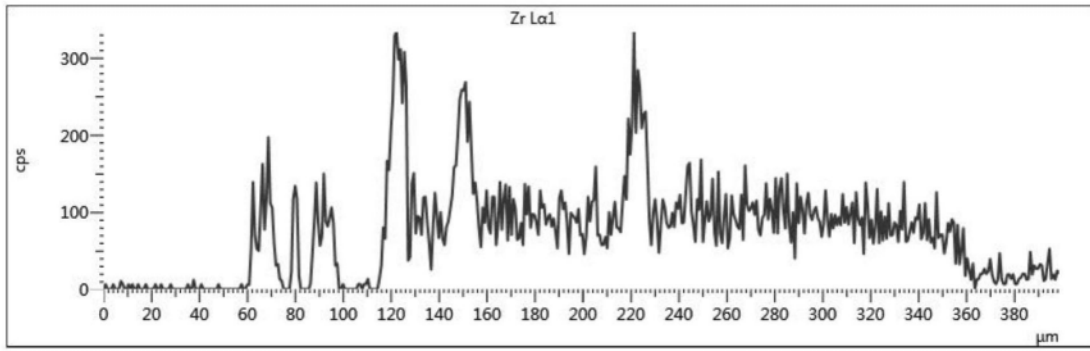


图6

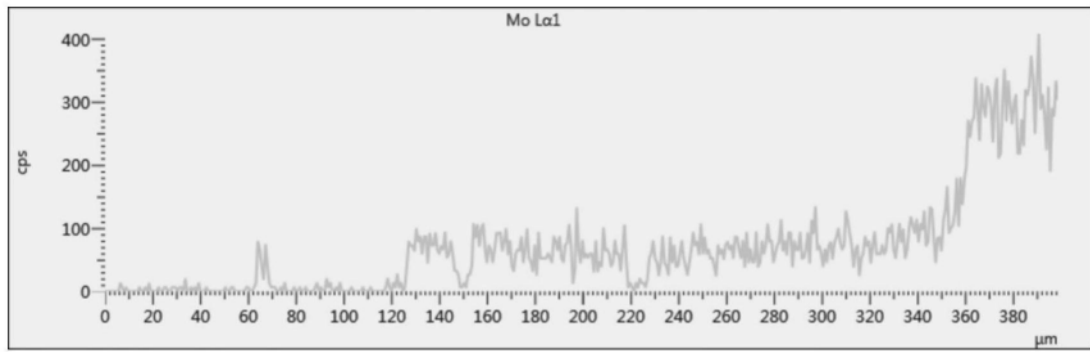


图7