

# 氧化物弥散强化材料的搅拌摩擦焊分析

张 静, 常永勤, 贺建超, 万发荣

(北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京 100083)

**摘 要:** 为了探索搅拌摩擦焊技术应用于氧化物弥散强化材料的可焊接性及其基本特点, 文中对厚度为 4 mm 的氧化物弥散强化铜合金进行了焊接试验, 并对焊接接头的宏观形貌、微观组织、显微维氏硬度进行了分析. 发现焊接接头横截面由搅拌区、热力影响区、热影响区和母材区 4 部分组成. 前进侧热影响区与热力影响区形成明显的分界线, 后退侧则相对模糊. 搅拌区的组织为细小的等轴晶粒, 出现了洋葱环和 L 线, 热力影响区晶粒沿一定方向发生形变, 热影响区组织粗化. 沿焊缝横截面的显微维氏硬度呈 V 形分布, 其中搅拌区硬度值最低.

**关键词:** 氧化物弥散强化铜; 搅拌摩擦焊; 微观组织; 显微维氏硬度

**中图分类号:** TG 406 **文献标识码:** A **文章编号:** 0253-360X(2015)07-0063-04

## 0 序 言

氧化物弥散强化 (oxide dispersion strengthened, ODS) 材料是通过在金属基体中引入高度分散的热稳定性强的第二相质点来阻碍位错的移动, 以达到提高强度的目的. 目前常用的氧化物弥散强化粒子有  $Y_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$  等, 这些粒子硬度高、热力学和化学稳定性高、熔点高, 在接近基体材料熔点的温度下也不会明显粗化, 可以有效提高材料的高温强度和硬度<sup>[1,2]</sup>. 但目前仍存在许多重要的问题使得 ODS 材料无法达到实际应用的水平, 其中就包括焊接问题. 研究表明, 传统的熔焊方法会导致材料中纳米氧化物的损失, 并且会使纳米氧化物漂浮到熔融焊缝池的表面并发生聚集, 导致材料强度降低<sup>[3,4]</sup>. 1991 年英国焊接研究所发明的搅拌摩擦焊 (friction stir welding, FSW) 技术是一种纯机械化的固相连接方式, 避免了传统焊接过程中出现气孔、夹渣、合金成分损伤等问题, 被广泛应用于熔点较低的铝和铝合金的焊接研究中. 但是目前对于高熔点的 ODS 材料的搅拌摩擦焊技术研究报道的则非常少<sup>[3]</sup>.

文中以 ODS-Cu 为例来探讨 FSW 焊接氧化物弥散强化材料中的基本问题. 详细研究了 ODS-Cu 搅拌摩擦焊接头的宏观形貌、微观组织和显微维氏硬度, 为其它高熔点 ODS 材料的搅拌摩擦焊研究提供了先行试验基础.

## 1 试验方法

试验采用直径为 25 mm 的 ODS-Cu (弥散氧化物为  $Al_2O_3$ , 质量分数为 0.4%) 棒材, 焊接前进行锻造加工成厚度为 4 mm 的板材, 再对两块板材进行搅拌摩擦焊接, 接头形式为对接. 搅拌摩擦焊选用的搅拌针的长度为 3.6 mm, 直径为 5 mm, 轴肩直径为 10 mm, 单面焊接. 搅拌头的旋转速度为 500 r/min, 焊接速度为 80 mm/min.

ODS-Cu 经过搅拌摩擦焊接后无任何焊后热处理, 垂直于焊缝方向取样, 用 2 000 号碳化硅砂纸对断面进行打磨, 然后机械抛光至镜面亮度, 再用 1 g  $FeCl_3 + 20\text{ mL HCl} + 50\text{ mL}$  蒸馏水对试样进行腐蚀, 在光学显微镜和扫描电子显微镜下观察母材和 FSW 接头的显微组织, 用数字式显微维氏硬度计测量焊接接头的显微维氏硬度.

## 2 试验结果与分析

### 2.1 宏观形貌与显微组织分析

#### 2.1.1 金相显微组织和洋葱环及 L 线形成原因分析

沿焊缝区横向取样, 其焊缝截面形貌如图 1 所示. ODS-Cu 的焊缝截面共包括 4 个区域, 即焊缝中部洋葱环形状的搅拌区 (stir zone, SZ)、紧邻焊核区的热力影响区 (thermo-mechanically affected zone, TMAZ)、热影响区 (heat affected zone, HAZ) 和未受影响的母材区 (base material, BM). 由图 1 还可以看出前进侧的焊缝边界较后退侧明显, 出现这种现象

可能与焊接过程中两侧金属的塑性流动状态和温度的差别有关<sup>[5,6]</sup>,并且明显的焊缝边界可能对力学性能有一定的影响<sup>[7]</sup>.

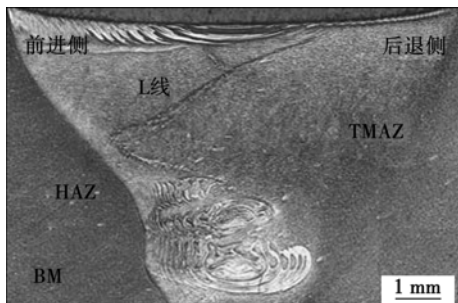
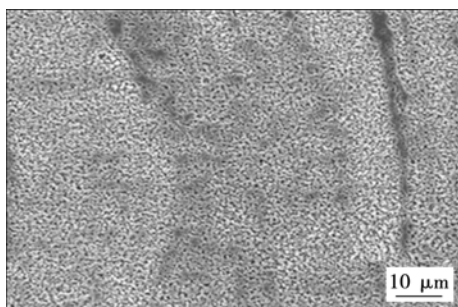


图 1 ODS-Cu 焊接接头的金相组织形貌

Fig. 1 Morphology in welded joint of ODS-Cu sample

由图 1 还可以看出搅拌区呈现出明显的洋葱环形状,并且洋葱环位于搅拌区的底部.图 2 所示为洋葱环的 SEM 形貌和 O 元素的面分布.



(a) 洋葱环特征位置的 SEM 形貌



(b) O 元素面分布 EDS 图像

图 2 ODS-Cu 搅拌摩擦焊接头组织中的洋葱环

Fig. 2 Onion rings in welded joint of ODS-Cu sample

据文献[8-10]报道,洋葱环的产生可能有以下 4 方面的原因:(1)搅拌针几何因素的影响.(2)晶粒尺寸的变化.(3)第二相与夹杂物的富集.(4)焊接工艺参数的选择.如图 2a 所示,洋葱环的黑带区域是由发生再结晶不完全的晶粒串与周围的细小等轴晶形成明显的差别造成的,并且在接头处并没有

发现第二相颗粒和氧化物富集的现象,如图 2b 所示.因此形成 ODS-Cu 洋葱环的主要原因与第二相和夹杂物的富集没有关系,与晶粒尺寸的变化、金属塑性变形和焊接温度有关.搅拌针旋转前进时带动的软化层与上一软化层塑性金属间产生相对移动摩擦和叠加,由于搅拌针区域摩擦热输入不足,层间新生成的晶核呈弥散分布,层间与层内晶粒形状不同,从宏观上看,接头横剖面上就形成了独特的洋葱环结构<sup>[11]</sup>.

由图 1 还可以看出,试验中 ODS-Cu 经 FSW 焊接后出现了 L 线.此 L 线与铝合金中形成的 S 线有很大区别<sup>[12]</sup>.图 3 所示为 L 线位置的 SEM 形貌,由图 3 可以看出 L 线主要由较大的、不完全再结晶晶粒组成.形成 L 线的主要原因是再结晶晶粒与周围细小晶粒差别所致.在 L 线中形成较大的不完全再结晶晶粒与该处金属在搅拌摩擦焊接过程中同时受到高温和剧烈变形作用有关.

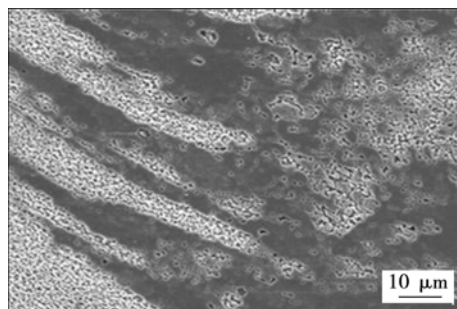


图 3 ODS-Cu 焊接接头组织中 L 线位置的 SEM 形貌

Fig. 3 SEM image of L line in welded joint of ODS-Cu sample

### 2.1.2 微观组织分析

图 4 为对应图 1 不同焊缝区的 SEM 微观组织形貌.其中图 4a 为搅拌区的下层组织,晶粒非常细小,平均晶粒小于 3 μm,没有明显的方向性.这是由于在焊接过程中,搅拌区受到了摩擦热、机械搅拌和塑性变形的综合作用,经历了大的塑性变形及较高温度的热循环作用,组织发生动态再结晶,母材原始的组织被破碎,在摩擦热和机械搅拌的共同作用下,转变为细小的等轴再结晶组织.图 4b 为搅拌区的上层组织,与下层搅拌区晶粒的方向和均匀程度略有区别,搅拌区上层内的晶粒具有一定方向性和形变,其形变方向如图 4b 中箭头方向,发生形变是由于此区域不仅受到搅拌针的搅拌作用,同时受到轴肩的挤压作用造成的.图 4c,d 所示分别为前进侧和后退侧的热力影响区的微观组织形貌.热力影响区紧靠焊核区,其组织在焊接过程中同样受到机械

搅拌和焊接热循环的双重作用,因此这部分组织同样发生了较大程度的变形和回复. 比较图 4c, d 可知,前进侧有明显的变形,变形方向如图 4c 箭头所示,而后退侧则没有发现明显的变形. 这是由于前进侧的金属塑性流动方向大致相同,而后退侧的金属的流动大致分为两部分,一部分是由前进侧旋转绕流而来的,而另一部分则与绕流金属的流动方向相反. 这两部分流动金属在后退侧区域发生会流和相互的碰撞,导致后退侧的金属流动没有前进侧的那么有秩序,在相反的速度流的作用下,后退侧塑性金属的流动没有前进侧剧烈,最终导致后退侧区域的晶粒表现出的流变特点没有前进侧明显<sup>[13]</sup>. 图 4e, f 所示分别为热影响区和母材区的微观组织形貌. 热影响区仅受到热循环的作用,因此没有发生变形,仅仅是发生了不同程度的回复反应,整体上保留了母材的组织形貌,只是稍微有些粗化.

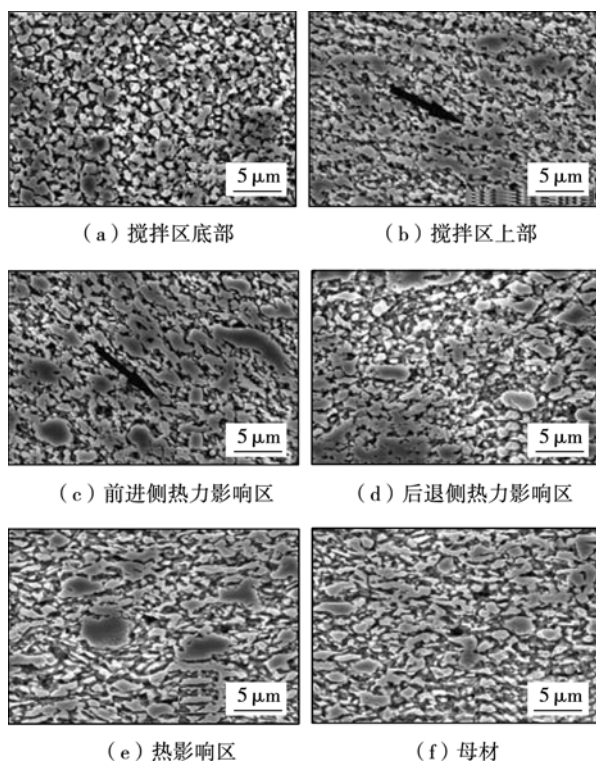


图4 ODS-Cu 搅拌摩擦焊接头的微观组织

Fig. 4 SEM images of welded joint of ODS-Cu sample

## 2.2 焊接接头显微硬度分析

沿焊缝区横向取样,用显微维氏硬度计 401MAD 对焊缝接头底部进行了显微硬度测量,图 5 显示了接头水平方向的硬度分布情况,横坐标的点代表距离焊缝的位置. 焊缝区域的宽度约为 10 mm,焊缝中心区域宽度约为 4 mm,硬度为 130 HV 左右,母材区的硬度为 150 HV 左右. 由图 5 可以看

出搅拌区为硬度值最低的区域,这是由于搅拌区经历了焊接过程中较高温度的热循环,发生了回复再结晶,并在搅拌针的作用下,发生了塑性变形. 搅拌区硬度的变化是回复再结晶和形变硬化这两种机制相互竞争的结果. 回复再结晶的过程使位错密度显著下降,导致硬度的降低,形变使位错密度增大,晶粒尺寸变小,导致硬度上升. 由检测的结果显示,ODS-Cu 在 FSW 过程中搅拌区受到热循环作用发生回复再结晶的影响要大于搅拌针的形变作用,从而最终导致搅拌区硬度的下降.

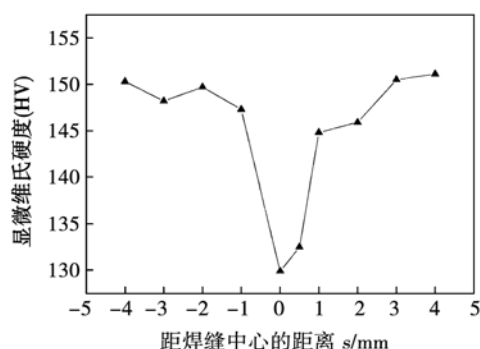


图5 焊缝的显微维氏硬度分布

Fig. 5 Micro-hardness distribution for welded joint of ODS-Cu sample

由显微维氏硬度分布曲线还可以看出,热影响区前进侧的硬度约为 148 HV,后退侧的硬度约为 145 HV,前进侧的硬度要略高于后退侧的,这与区域温度高低及材料塑性流动方向相关,后退侧的热输入量比前进侧多,峰值温度高,导致硬度变低.

## 3 结 论

(1) 首次采用搅拌摩擦焊成功焊接了 4 mm 厚的 ODS-Cu 板,焊缝平整、致密、背部焊合良好.

(2) ODS-Cu 焊接接头横截面宏观形貌有明显的分层结构,出现了洋葱环和 L 线,形成洋葱环和 L 线的主要原因是由晶粒的大小差异所致.

(3) 焊接接头分为 4 个区域,分别为搅拌区、热力影响区、热影响区、母材区. 其中热影响区与热力影响区在前进侧形成明显分界线,后退侧则相对模糊. 搅拌区发生回复再结晶,形成细小的等轴回复再结晶晶粒,热力影响区的前进侧晶粒有明显的变形.

(4) 沿焊缝横截面的显微硬度的分布呈 V 形. ODS-Cu 焊接接头区硬度值低于母材区,其中搅拌区的硬度值最低.

## 参考文献:

- [1] Park J W, Jang J S, Kim T K, *et al.* Formation of nanostructures in Ni-22Cr-11Fe-1X (X =  $Y_2O_3$ ,  $TiO_2$ ) alloys by high-energy ball-milling[J]. Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 2011, 11(7): 6213 – 6218.
- [2] Cadek J, Kucharova K. Novel interpretation of high temperature creep in an ODS Cu-ZrO<sub>2</sub> alloy[J]. Kovove Materialy-Metallic Materials, 2002, 40(3): 133 – 145.
- [3] Chen C L, Tatlock G J, Jones A R. Microstructural evolution in friction stir welding of nanostructured ODS alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 504(1): s460 – s466.
- [4] Chen C L, Dong Y M, Fu S M. Strain heterogeneity, recovery and recrystallization of nanostructured ODS alloys during cold deformation[J]. Materials Transactions, 2012, 53(10): 1795 – 1800.
- [5] 邢 丽, 柯黎明, 刘鸽平, 等. 铝合金 LD10 的搅拌摩擦焊组织及性能分析[J]. 焊接学报, 2002, 23(6): 55 – 58.  
Xing Li, Ke Liming, Liu Geping, *et al.* Analysis of organization and properties for friction stir welding of LD10 aluminum alloy[J]. Transactions of the China Welding Institution, 2002, 23(6): 55 – 58.
- [6] 傅志红, 贺地球, 周鹏展, 等. 7A52 铝合金搅拌摩擦焊焊缝的组织分析[J]. 焊接学报, 2006, 27(5): 65 – 68.  
Fu Zhihong, He Diqu, Zhou Pengzhan, *et al.* Analysis of the organization for friction stir welding of 7A52 aluminum alloy[J]. Transactions of the China Welding Institution, 2006, 27(5): 65 – 68.
- [7] 郭晓娟, 李 光, 董春林, 等. 1420 铝锂合金搅拌摩擦焊接力学性能[J]. 焊接学报, 2009, 30(4): 45 – 48.  
Guo Xiaojuan, Li Guang, Dong Chunlin, *et al.* Mechanical properties of 1420 aluminum-lithium alloy friction stir welding[J]. Transactions of the China Welding Institution, 2009, 30(4): 45 – 48.
- [8] Rose A R, Manisekar K, Balasubramanian V. Effect of axial force on microstructure and tensile properties of friction stir welded AZ61A magnesium alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2011, 21(5): 974 – 984.
- [9] Liu P, Shi Q Y, Wang W, *et al.* Microstructure and XRD analysis of FSW joints for copper T2/aluminium 5A06 dissimilar materials[J]. Materials Letters, 2008, 62(25): 4106 – 4108.
- [10] 李宝华, 唐众民, 鄢江武, 等. 搅拌头形状对搅拌摩擦焊接头中洋葱环形成影响[J]. 热加工工艺, 2010, 39(19): 156 – 158.  
Li Baohua, Tang Zhongmin, Yan Jingwu, *et al.* Influence of tool shape on morphology of onion rings in welded joint during friction stir welding[J]. Casting Forging Welding, 2010, 39(19): 156 – 158.
- [11] 王希靖, 达朝炳, 李 晶, 等. 搅拌摩擦焊缝中的洋葱环形成分析[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(10): 1672 – 1677.  
Wang Xijing, Da Chaobing, Li Jing, *et al.* Analysis of formation of onion rings in friction stir welding[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(10): 1672 – 1677.
- [12] Liu H J, Chen Y C, Feng J C. Effect of zigzag line on the mechanical properties of friction stir welded joints of an Al-Cu alloy[J]. Scripta Materialia, 2006, 55(3): 231 – 234.
- [13] Rajesh S R, Bang H S, Chang W S, *et al.* Numerical determination of residual stress in friction stir weld using 3D-analytical model of stir zone[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 187 – 188: 224 – 226.

**作者简介:** 张 静,女,1986 年出生,博士研究生. 主要从事核电材料的辐照性、搅拌摩擦焊工艺和机理方面的研究. 发表论文 3 篇.  
Email: zhangjing11221021@163.com

**通讯作者:** 常永勤,女,教授. Email: chang@ustb.edu.cn