

超塑性中間材を用いた成形接合

東北大学工学部材料加工学科

教授 粉川博之

(平成7年度研究開発助成 AF-95024)

1. 緒言

固相拡散接合において、接合面同士の密着化過程は接合時間及び接合強度に大きな影響を与える。一般の拡散接合では良好な接合面密着化を得るために高温、高加圧力、長時間を費やしているが、接合面密着化がより容易かつ健全に完了にすることができれば時間的にも経済的にも非常に望ましい。それを実現する方法として超塑性固相接合法が考えられる。超塑性を示す材料の薄板を中間材として被接合母材間に挟んで接合することによって、より低温、低圧力、短時間で良好な接合が得られる可能性がある¹⁻⁴⁾。そこで本研究は、超塑性を示す鉄系及びチタン系合金の薄板を中間材としていくつかの材料を成形接合し、接合強度に及ぼす中間材組織ならびに接合条件の影響を調べ、この接合加工法の適用性を評価し、その接合機構について検討を行った。

2. 実験方法

中間材としてSUS329J1二相ステンレス鋼とチタン合金SP-700^{5,6)}を、被接合母材としてSUS329J1二相ステンレス鋼とTi-6Al-4Vチタン合金をそれぞれ用いた。その化学組成をTable1に示す。いずれの中間材も微細2相混合組織をもち超塑性挙動を示すことが報告^{1,5)}されている。SUS329J1は種々の圧延熱処理により、結晶粒径を変化させた。母材に厚さ0.5~1mmの中間材を挿入して、真空中で拡散接合を行った。接合条件は、SUS329J1の場合、圧力0.8~9.5MPa,温度1173~1373K,時間120s、SP-700の場合、圧力1.9~9.5MPa,温度973~1173K,時間0.3~3.6ksで行った。

Table 1 Chemical compositions of insert and base materials(mass%).

	C	Ni	Cr	Mo	N	Fe
SUS329J1	0.02	4.7	25.1	1.9	0.14	Bal.
	Al	V	Fe	Mo	Ti	
SP-700	4.4	3.0	2.0	1.9	Bal.	
Ti-6Al-4V	6.5	4.1	0.1	-	Bal.	

接合後、光学顕微鏡とSEMで接合欠陥検査を行い、さらに引張試験を行って、接合部の健全性及び接合強度の評価を行った。また、中間材のSEM及びTEM観察を行い、接合機構について検討を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 鉄系中間材SUS329J1^{7,8)}

圧延熱処理条件を変化させて、中間材の結晶粒径を変えた結果をFig.1に示す。圧下率が増すと共に結晶粒径が減少する。黒塗りの印はフェライト単相処理後圧延した中間材で、最も微細粒になっている。

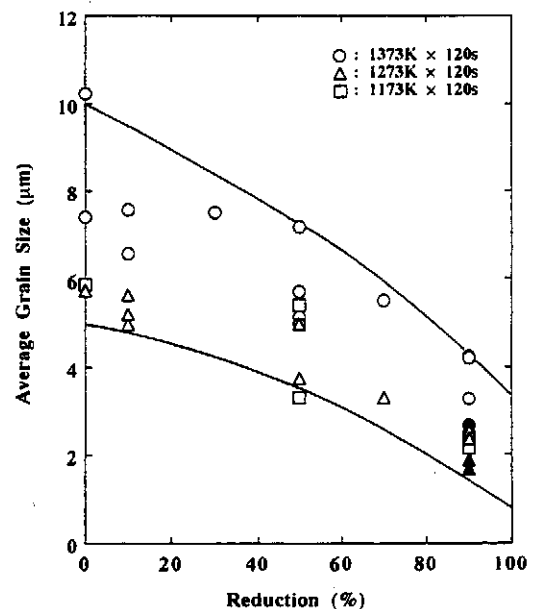


Fig.1 Relationship between grain size of insert material and roll-reduction.

接合後の光学顕微鏡観察で、母材と中間材の接合界面にポイド状の接合欠陥が認められるものがあった。Fig.2に、接合圧力、温度及び中間材の結晶粒径と接合欠陥の有無の関係を示す。図中、温度ごとに印を変えてあるが、いずれも黒塗りの印は接合欠陥が見られたもの、白抜きの印は見られなかったものである。各温度ごとに接合欠陥の有無の境界線を記入したが、健全な接合界面の得られる領域は、温度と圧力が増すほど拡がり、中間材の粒径が小さくなるほど拡がる傾向にある。単相処理後圧延によって得られる2µm程度以下の微細粒組織を持つ中間材を用いることによって、より低温、低加圧力で良好な

接合が可能である。なお、引張試験の結果、接合欠陥の認められなかった接合試料はいずれも未接合母材と同程度の引張強さで母材破断した。

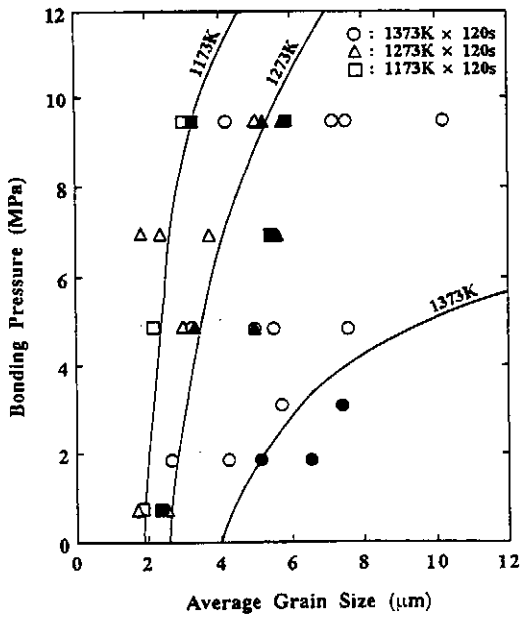


Fig.2 Effects of bonding pressure, temperature and grain size of insert material on the bonding property.

は少ない。結晶粒間の結晶方位関係は、フェライト/オーステナイト粒間はK-S関係に近いものもあるが、15度程度離れているものもある。フェライト粒界は30度以上の大角度粒界も存在した。フェライト/オーステナイト粒界のK-S関係からのずれ角度ならびにフェライト粒界の方位差は中間材の変形量が増すに伴い大きいものの数が増える傾向を示した。

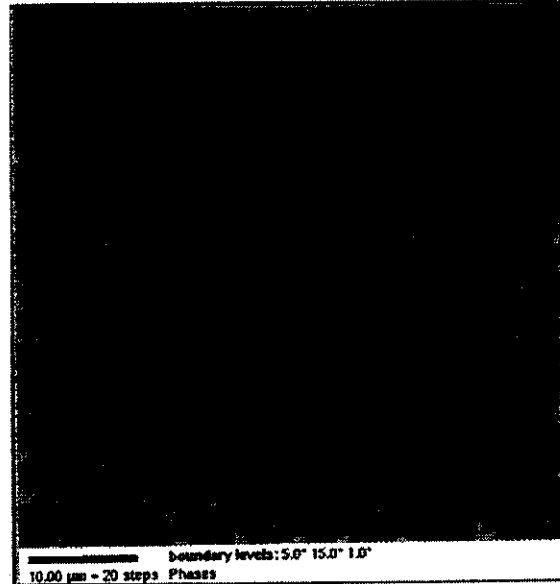


Fig.4 Orientation Image Map of insert material of the joint produced at 1373K and 1.9MPa.

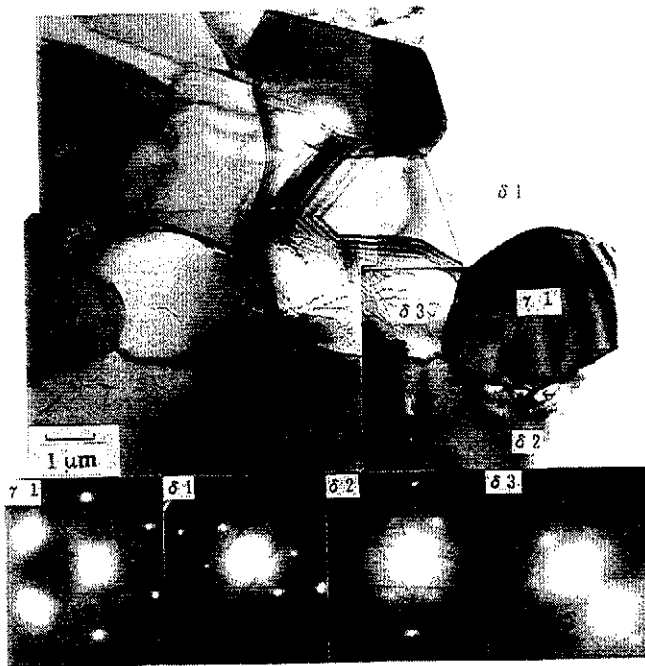


Fig.3 TEM structure in the insert material of the joint produced at 1373K and 9.5MPa.

接合機構を検討する目的で、単相処理後圧延した中間材の接合界面付近をSEMおよびTEM観察した。Fig.3は、9.5MPa,1373Kで接合した接合界面付近の中間材のTEM組織である。等軸のフェライト+オーステナイト粒混合組織を呈し、結晶粒内の転位

Fig.4は、単相処理後圧延した中間材を用いて1.9MPa,1373Kで接合した接合界面付近の中間材の結晶方位マップ(OIM)をSEM/EBSPで描いたものである。フェライト/オーステナイト粒間のK-S関係からのずれは10度以内のものが多いが、フェライト粒界は高角度粒界も多いことがわかった。

以上のことから、接合時に接合界面付近の中間材がフェライト粒界での粒界すべり、あるいはフェライト粒内での変形と動的再結晶に基づく超塑性的挙動が、接合界面の密着化を促進しているのではないかと推測される。

3.2 チタン系中間材SP-700⁹⁾

Fig.5に、1023Kで300sの接合を行った時の、母材と中間材の変形率と接合圧力の関係を示すが、接合時の変形のほとんどが中間材で生じていることがわかる。Fig.6に接合前後の中間材のTEM組織を示すが、接合時にも微細結晶粒超塑性に適した微細二相混合組織が維持されている。また、一般に二相混合組織合金の微細結晶粒超塑性が $10^{-2} \sim 10^{-4}/s$ 付近の歪み速度で発現すると言われているが、本実験の接合条件における中間材の歪み速度はほぼその範囲内であると推測されることから、接合過程に中間

材が超塑性変形しているものと考えられる。従って、中間材の超塑性変形により接合界面の密着化過程が速やかに進行し、良好な接合が得られることが期待される。また、この接合温度範囲では接合体の変形の大部分が中間材で生じることから、母材を変形を小さく抑えることができ、高い接合精度が期待される。

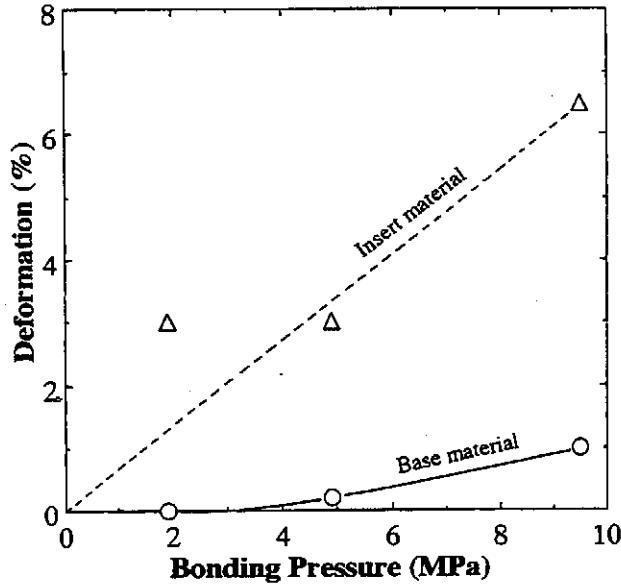


Fig.5 Effect of bonding pressure on deformation of insert and base materials.



Fig.6 TEM structures in insert material (a) before and (b) after bonding.

接合後、接合界面のSEM観察により接合欠陥であるポイドが観察されるものがあったので、接合界面長さに対するポイド長さの割合をポイド率として、各接合条件におけるポイド率を測定した。接合時間300s一定の場合における接合界面のポイド率に及ぼす温度と圧力の影響をFig.7に示すが、ポイド率は温度及び圧力の増加と共に減少しポイドが消滅する。ポイド率が0となる温度は、圧力が大きくなるほど低い。また、ポイド率は、接合時間の増加と共に減少した。

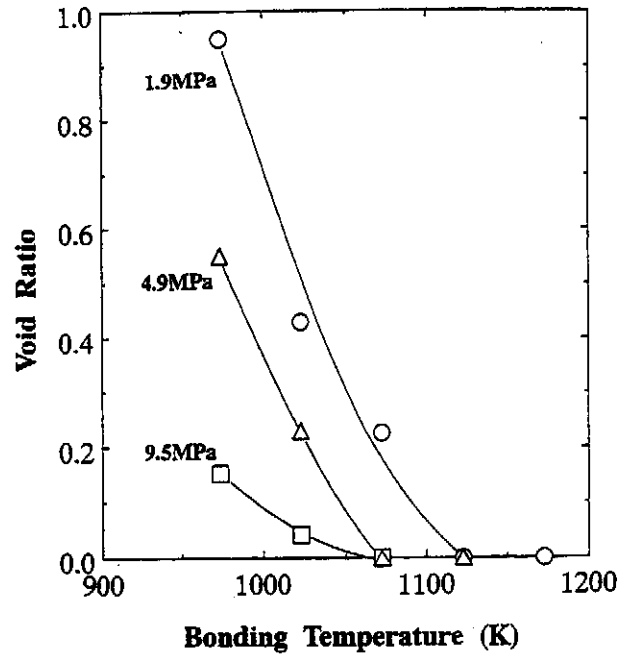


Fig.7 Effects of bonding temperature and pressure on the void ratio.

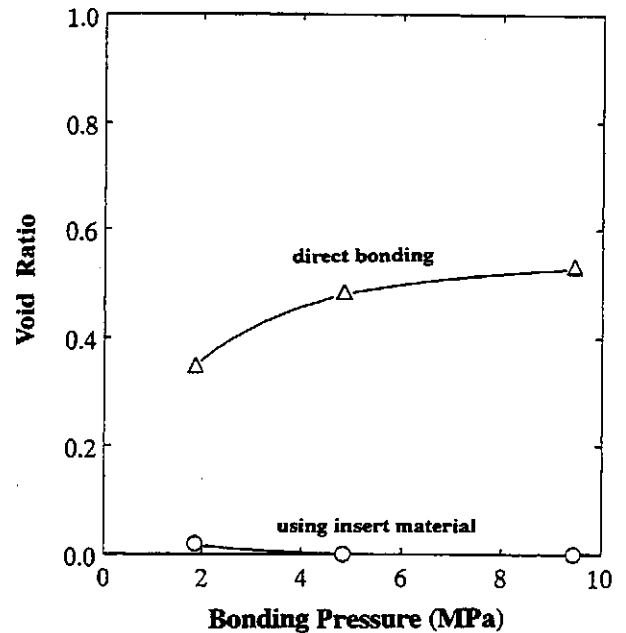


Fig.8 Effects of insert material and bonding pressure on the void ratio (1073K, 300s).

Fig.8に、1073K,300sでの接合で、ポイド率に及ぼす中間材の有無を接合圧力を変えて示した。母材同士を直接接合した場合は接合圧力を上げてても40%程度のポイド率で減少しないが、中間材を用いるとほとんどポイドが見られないことから、中間材を用いることによるポイド減少効果は明らかである。

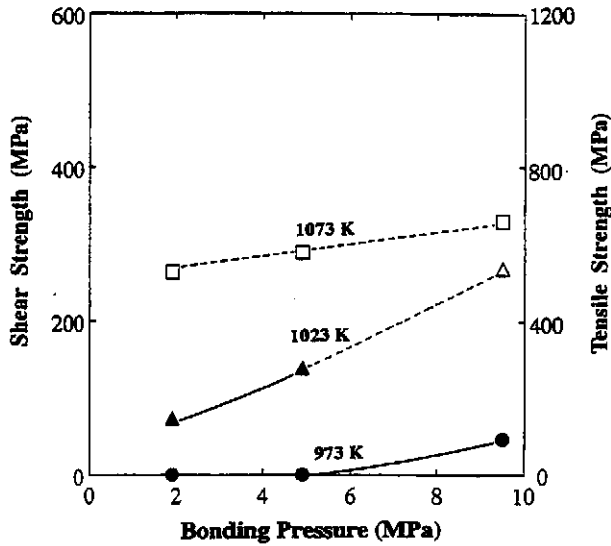


Fig.9 Effects of pressure and temperature on the bonding strength(300s).

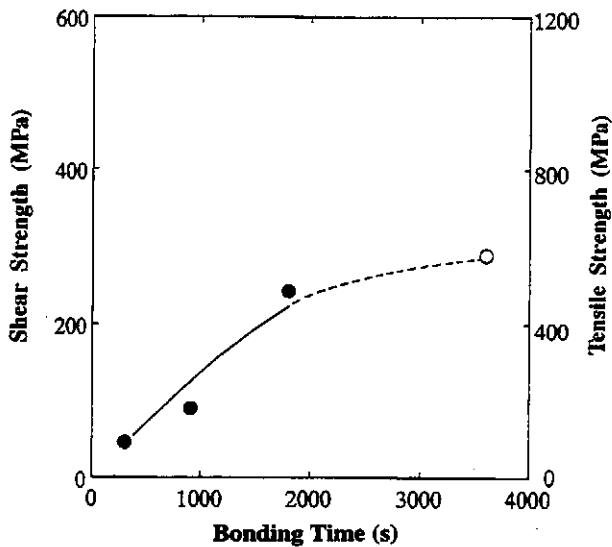


Fig.10 Effect of bonding time on the bonding strength(973K, 9.5MPa).

引張試験機を用いて重ね継手の強度試験を行った結果をFig.9~11に示す。いずれの図においても、黒塗りの印は接合界面でせん断破壊した場合でそのせん断強度を示し、白抜きの印は母材破断をした場合でその引張強さを示しており、縦軸はいずれの破壊様式の場合でも破断荷重が等しくなるよう目盛りを合わせてある。Fig.9は、接合時間300sの場合の接合強度に及ぼす接合温度と圧力の影響を示す。接

合強度は温度及び圧力の増加と共に上昇し、破壊様式が接合界面でのせん断破壊から母材破断へと移行している。Fig.10に、973K,9.5MPa一定の場合の、接合強度と時間の関係を示す。接合時間が短い場合は接合界面でのせん断破壊でせん断強度も低い、接合時間の増加と共にせん断強度が上昇し母材破断を示している。Fig.11は、1073K,300sで、接合強度に及ぼす中間材の有無を接合圧力を変えて示したものである。母材同士を直接接合した場合は接合圧力を上げてても接合界面でのせん断破壊でせん断強度も低い、中間材を用いた場合はいずれも母材破断を示していることから、中間材を用いることによって接合強度が高くなることは明らかである。

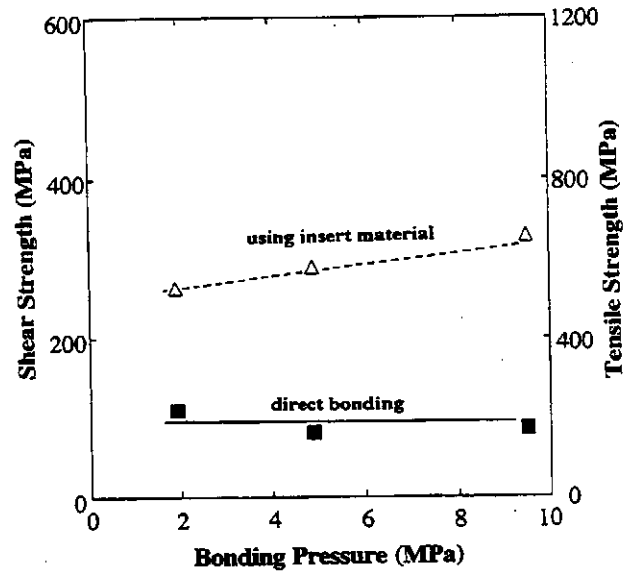


Fig.11 Effects of insert material and pressure on the bonding strength(1073K, 300s).

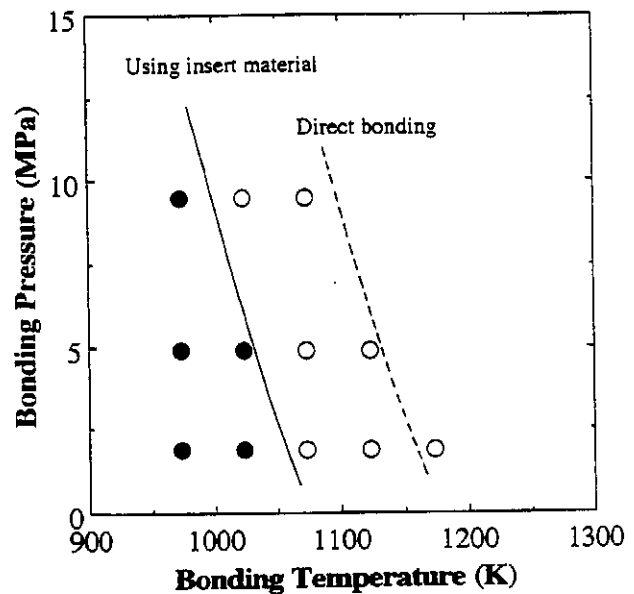


Fig.12 Effect of insert material on bondability (1073K, 300s).

Fig.12は、接合時間300s一定の場合の、破壊様式（接合界面でのせん断破壊か母材破断か）と接合温度及び接合圧力の関係を示したものである。黒丸は接合界面破壊、白丸は母材破断に対応し、接合界面破壊の領域は接合温度が高く、接合圧力が高いほど狭くなる。中間材を用いた場合の両者の境界を実線で示してあるが、用いない場合（破線）より低温、低圧力で良好な接合強度が得られることがわかる。

4. 結 言

(1)初期組織の異なる二相ステンレス鋼中間材を用いて、接合温度と圧力を変化させて拡散接合を行い、接合性に及ぼす中間材の粒径及び組織の影響を調べた結果、等軸微細粒組織を持つ中間材の場合により低温低圧力で良好な接合性が得られた。また、中間材のフェライト粒界での粒界すべりあるいはフェライト粒内での変形と動的再結晶に基づく超塑性的挙動が、接合界面の密着化を促進しているものと推察される。

(2)優れた超塑性特性を示すチタン合金SP-700を中間材としてTi-6Al-4V合金の拡散接合を行い、接合欠陥の発生状況、接合強度等を調べた結果、母材同士の直接接合よりも中間材を用いた方が、低い接合温度、低い接合圧力、短い接合時間で、ポイドが少なく接合強度の高い接合が実現した。

謝 辞

本研究に対して研究開発助成を賜りました(財)天田金属加工機械技術振興財団に深く感謝致します。

参考文献

- 1)前原泰裕: 塑性と加工, 28(1987),1115.
- 2)小溝裕一,前原泰裕:鉄と鋼,74(1988), 139.
- 3)Y. Maehara, Y. Komizo and T. G. Langdon: Mater.Sci.Technol., 4(1988),669.
- 4)Y. Komizo and Y. Maehara: Trans.JWS, 19(1988),83.
- 5)石川操, 小川厚, 高橋和秀, 皆川邦典, 大内千秋: 日本金属学会会報, 31(1992),559.
- 6)大内千秋: チタニウム・ジルコニウム, 39(1991),134.
- 7)H. Kokawa, T. Tsuzuki and T. Kuwana: ISIJ Intern, 35(1995),1291.
- 8)H. Kokawa, Y. S. Sato and D. Nakata: unpublished work.
- 9)H. Kokawa, E. Nagashima, T. Kuwana, I. Aoshima and K. Arato: Sci.Technol.Weld. Join., 1(1996),29.