特 集 号

研究論文

7475アルミニウム合金の拡散接合と
その接合強度および疲労強度の評価武藤 睦治* ・ 小林 勝**
館村 誠*** ・ 吉田 英雄****Diffusion bonding of 7475 aluminum alloy and evaluation
of bonding strength and fatigue strengthYoshiharu MUTOH*, Masaru KOBAYASHI**
Makoto TAKEMURA*** and Hideo YOSHIDA****

SPF/DB (Superplastic forming/Diffusion bonding) joints of 7475 aluminum alloy were produced, where various surface finishes and use of insert materials for removing surface oxide film were attempted. SPF/DB using a cryogenic rolling sheet of 7475 aluminum alloy brought better results of bonding and fatigue strength than that using a conventional cold rolling sheet. Surface finish was required to obtain high-quality bond, but Ag insert material was enable SPF/DB without surface finish for thin and weak oxide films. 5052 aluminum alloy was not effective as the insert material. From the results of fatigue life prediction based on the fracture mechanics analysis, it was considered that the fatigue strength of the cryogenic rolling sheet bonded specimen was almost equivalent to that of the bulk specimen.

Keywords: 7475 aluminum alloy, diffusion bonding, superplastic forming, bonding strength, fatigue strength

(Received June 10, 1991)

1. 緒 言

固相接合と組合わせた超塑性加工 (SPF/DB: Superplastic forming/Diffusion bonding) を用いることができれば、切削等による従来の加工法に比べ、経費および重量の大幅な低減が可能となる。このため、航空機構造物の製造においてはその利用が強く求められており、チタニウム合金についてはすでに実用化されている^{1)~3)}。一方、アルミニウム合金の場合、超塑性加工についてはすでに研究・開発が進み、実用化されつつあるが、SPF/DB 加工についてはまだ実用化の段階に至っていないのが現状である。アルミニウム合金の SPF/DB 加工の際の主たる障害は、通常の製造条件下では除くことが困難な安定な表面酸化膜の存在にある。この問題を克服す

るため、Ag⁴⁾,⁵⁾やZn⁶⁾等の挿入金属を用いる手法や、大きな塑性変形による酸化膜の破壊を利用する手法¹⁾等が試みられている。しかし、必ずしも十分な成果が得られておらず、表面の酸化膜を研磨等により機械的に除去することが必要なのが現状のようである。

SPF/DB 加工が従来の加工法に取って代わるためには、接合部が十分な機械的特性や疲労強度等を有していることが必須である。これまでの接合材の強度試験は主としてラップ継手試験片のせん断負荷により行われている^{7)~9)}。この試験方法は、板厚と接合部長さ、および接合部せん断強度と母材引張 (曲げ) 強度の複雑な相互関係で破壊部が決まっており、必ずしも接合面で破壊を生じるわけではない。すなわち、この試験方法による強度には寸法効果があり、相対比較に用いることはできる

* 長岡技術科学大学 (長岡市)。Nagaoka University of Technology (Nagaoka-shi, Niigata)。

** 千葉工業大学 (習志野市)。Chiba Institute of Technology (Narashino-shi, Chiba)。

*** (株)日立製作所 (横浜市)。Hitachi Ltd. (Yokohama-shi, Kanagawa)。

**** 住友軽金属工業(株) (名古屋市)。Sumitomo Light Metal Ind. Ltd. (Nagoya-shi, Aichi)。

Fig. 1 Rolling processes for 7475 aluminum alloy sheets.

が、そのまま継手の設計に用いることには問題がある。また、航空機構造部材として重要な特性である疲労強度に関する報告は、チタニウム合金についても少ないが、アルミニウム合金についてはほとんどないのが現状である⁹⁾。

そこで本研究では、7475アルミニウム合金のSPF/DB性能の向上を目指し、超塑性に対し有効な極低温加工¹⁰⁾のSPF/DBに対する有効性を調べると共に、表面状態および中間挿入材の接合性に及ぼす影響について検討した。なお、接合強度および疲労強度試験片には、接合界面に沿って破壊を生ずることを意図すると共に、ハニカム構造の接合部を模擬した形状の試験片を用いた。

2. 実験方法

供試材は、Fig. 1に示す2種類の異なる加工工程により用意した厚さ1 mmの7475合金平板である。Fig. 1(a)は従来からの室温で圧延加工するいわゆる冷間圧延材を得る工程であり、(b)は超塑性特性改善のため著者の一人が開発した123 Kで圧延を行う極低温圧延材を得る工程である¹⁰⁾。接合に際しては、直接接合のほか、挿入金属の効果を調べるため、厚さ60 μm の5052アルミニウム合金箔および厚さ5 μm のAg箔も用いた。

接合強度および疲労強度試験片は、Fig. 2に示す形状

Fig. 2 Diffusion bonding specimen.

Fig. 3 Bonded part model of a honeycomb structure.

Fig. 4 Macroscopic view of the bonded edge.

寸法とした。この試験片はFig. 3に示すハニカム構造の接合部(スマッシング部)を模擬したものであるが、同時にラップ継手や突合わせ継手の場合にしばしば生じる接合界面以外での破壊を防ぎ、界面に沿って破壊を生じさせそこでの強度を評価することを意図している。試験片は、図に示すように10×60×0.95 mmの2枚の板を十字に重ね拡散接合により製作したが、一方の試験片にはハニカム構造の接合部端部の形状を模擬するため30°の面取りを施している。この部分の接合後の断面形状をFig. 4に示す。

拡散接合は、高周波電源(16 kW, 380 kHz)を用い真空($<10^{-3}$ Torr)中で行った。接合温度は、超塑性温度範囲にある790 K $\pm$ 2 Kとなるよう制御した。接合圧力および接合時間は、接合強度が1 h程度で飽和するといったこれまでの報告¹¹⁾ならびに、3.2で後述する今回行った条件設定のための予備実験の結果から、それぞれ0.3 MPaおよび1 hとした。この条件のときの接合部の圧縮率はおよそ20%であった。接合に及ぼす表面状態の影響を調べるため、圧延のまま、#220および#1500のエメリー紙で研磨仕上げした3種類の接合面を用意した。さらに、それらの直接接合に加え、挿入金属として、従来より検討されている5052合金およびAgを用いた接合

Fig. 5 Loading mode.

も試みた。なお、研磨後接合までの時間はできるだけ短くなるよう配慮したが、空気に触れており、若干の酸化膜が形成されているものと考えられる。

接合強度試験および疲労強度試験は、Fig. 5 に示すような負荷形式で、電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて行った。強度試験の際の負荷速度は100 N/min とした。疲労試験は繰返し速度20 Hz、応力比 ($R = P_{\min}/P_{\max}$) -1、荷重波形が正弦波の条件で行った。

3. 実験結果

3.1 接合部の組織

接合試験片接合部の光学顕微鏡による組織観察例をFig. 6 に示す。表面研磨を施さず圧延のままで接合した試験片は(c)に示すように、接合境界が明瞭に残っている

のに対して、表面研磨を施し接合した試験片は、(a)および(b)に示すように接合境界は完全ではないが、かなり消失しており、その様子には、2種類の表面研磨条件で相違は認められなかった。また、このような光学顕微鏡レベルでの観察による境界消失の様子には、通常の冷間圧延材と極低温圧延材の間にも明確な相違は認められなかった。表面研磨を施さず圧延のままの接合に挿入金属として5052合金を用いた場合には、挿入金属を用いない場合の(a)と同様に接合境界が明瞭に残っていた。一方、表面研磨を施した接合に挿入金属を用いた場合には、(d)に示すように、境界は不明瞭となっていた。なお、Ag の場合には、7475合金母相中に完全に拡散し、境界にAg 箔がそのまま残留することはなかった。

X 線による元素の線分析結果によると、表面研磨した場合の接合部では、酸素の強度は界面と母相で差がなく一様であったが、研磨せず圧延のままで接合した場合には、その界面で酸素強度が高くなっており、表面酸化層が残留していた。表面研磨を施した接合に5052合金を挿入金属として用いた場合について行った、Zn とCu に関する線分析結果をFig. 7 に示す。図からわかるように、両元素とも接合部の位置によらずほぼ一様に分布しており、拡散が十分進行していることを示している。同様に、Ag を挿入金属として用いた場合には、接合界面でAg 強度がもっとも高く、界面から離れるに従い急速にその強度は低下していた。

Fig. 6 Micrographs of the bonded region for cryogenic rolling sheet specimens. Bars indicated outside of the pictures represent the bonding interface.

(a) Zn

(b) Cu

Fig. 7 X-ray line analysis for a specimen with insert material of 5052 aluminum alloy.

3.2 接合強度

本研究における接合条件は接合圧力0.3 MPa および接合時間1 h としているが、この接合条件を決めるために行った予備実験の結果から、表面研磨 (#1500) を施した場合の接合強度と接合時間の関係を Fig. 8 に示す。接合強度は接合時間と共に増加するが、約1時間で飽和しほぼ一定値を示すようになる。この傾向には、通常の冷間圧延材と極低温圧延材に差は認められないが、接合強度は極低温圧延材のほうが1.4倍程度高い値を示した。これら両母材に接合の際に同一の熱履歴を加えた後の機械的性質は、いずれも降伏応力が約140 MPa および引張強さが約345 MPa であり、ほとんど差がなかった。また、破壊はいずれも接合境界に沿って生じていた。したがって、極低温圧延材の接合強度が冷間圧延材の場合に比べて高いことは、すなわち界面はく離強度が高いことを意味していると考えてよい。

Fig. 9 に接合強度の高かった極低温圧延材について各種条件で接合した場合の接合強度を示す。表面研磨を施さず圧延のまま接合した場合の接合強度は、表面研磨を施した場合に比べ約4分の1と低い値を示した。一

Fig. 8 Effect of bonding time on bonding strength.

Fig. 9 Bonding strengths for cryogenic rolled sheet specimens.

方、#200および#1500のエメリー紙で表面研磨した場合の接合強度には差がなかった。両者の最大表面粗さ R_{max} はそれぞれ $4.7 \mu\text{m}$ および $1.8 \mu\text{m}$ と異なっているが、接合の際に生じる圧縮変形によりいずれも十分な接触状態となるため、接合部組織および接合強度に相違がなかったと考えられる。

表面研磨を施し挿入金属として5052合金を用いた場合の接合強度は、直接接合の場合に比べ40%以下と低かった。また、表面研磨を施さずに5052合金を挿入した場合も試みたが、良好な接合は行われず、接合強度もきわめて低かった。一方、表面研磨を施し挿入金属としてAgを用いた場合の接合強度は、直接接合の場合と同等かそれ以上であった。また、表面研磨を施さずにAgを挿入した場合の接合強度は挿入しない場合に比べ改善されているが、表面研磨を施した場合に比べ50%以下と、十分な強度を有するには至っていない。

3.3 疲労強度

Fig. 10 Fatigue strengths. Predicted line represents the predicted fatigue life obtained in Sec. 4. 3.

疲労試験結果より、Fig. 10に繰返し曲げモーメント振幅と破断繰返し数の関係を示す。図からわかるように、表面研磨を施した場合、極低温圧延材の疲労寿命は通常の冷間圧延材の場合の2~3倍の長寿命を示した。このように、極低温加工は接合強度と同様、疲労強度に対しても有効であることがわかる。表面研磨を施し5052合金を挿入した場合の疲労寿命は、挿入しない直接接合の場合に比べ1オーダー以上低下した。一方、Agを挿入した場合の疲労寿命は、挿入しない直接接合の場合と同等以上であったが、表面研磨を施さず圧延のままの状態ではAgを挿入した場合には、疲労寿命は1オーダー程度短くなった。このように、あらかじめ表面酸化膜を除去することが接合材の疲労強度の改善には必須と考えられる。しかし、#220と#1500のエメリー紙により表面研磨した場合の疲労強度には差がなかったことから、少なくともこの範囲程度では表面粗さの接合性への影響はほとんどなく、酸化膜除去の表面研磨工程は#200程度の粗さでの一回の工程で簡略に行うことができると考えられる。

4. 考 察

4.1 極低温加工による接合性の改善

Fig. 8およびFig. 10に示したように、極低温圧延材を用いた場合の接合強度および疲労強度は通常の冷間圧延材を用いた場合に比べ向上した。Fig. 1(b)に示す工程で製造した極低温圧延材の組織観察結果¹⁰⁾によると、平均結晶粒度はFig. 1(a)に示した通常の冷間圧延材と顕著な差はなく12 μm 程度であるが、粒内の転位密度が高くなり、1 μm 程度の微細セル組織が形成されると共に、数 μm の微細再結晶粒が局所的に発生する。一方、拡散接合の際に生じる拡散には大別して結晶粒内の粒内拡散と結晶粒界の粒界拡散がある。粒界拡散に対し粒内拡散の活性化エネルギーは10倍以上であり¹²⁾、拡散接合性は粒界拡散に大きく依存する。極低温圧延材の接合性

Fig. 11 Finite element model.

Fig. 12 Stress distribution near the bonded edge.

が良好なのは、極低温加工により形成された高転位密度を有するセル構造部が拡散に対し粒界と類似の役割を果たし、冷間圧延材に比べ、拡散の進行がより容易に行われているためと推察される。

4.2 挿入金属の効果

5052合金箔の挿入は、ZnやCu等の母材との濃度差を駆動力とした拡散の促進を目指したものである。Fig. 6およびFig. 7に示したように、表面研磨を施した場合には十分に拡散が行われていたが、この場合でも接合強度および疲労強度は低く、挿入金属としては適切でないようである。一方、Ag箔の挿入は、加熱中に等温融解により液相となり、同時に加圧により塊状の液相部分の収縮・消滅と酸化膜の破壊を生じ、その後母材中に拡散して濃度が低下し、接合部は等温凝固して接合が完了するという、一時的な液相を利用する方法¹³⁾である。圧延のままの状態では、753 K 5 minの熱処理工程により表面に強固な酸化膜が形成されていると考えられ、Agによる酸化膜の破壊は十分に起こしえず、別な方法

による酸化膜の除去が必要であると考えられる。表面研磨した場合についても、大気中での研磨後接合までの間に酸化膜が形成されていることが考えられる。この場合の接合強度および疲労強度とも Ag を挿入しない直接接合の場合と同等かより高いので、Ag 箔挿入によるその程度の酸化膜の除去効果は期待できると思われる。

4.3 接合材の疲労寿命の推定

今回用いたハニカム構造接合部を模擬した接合試験片の形状は複雑であるので、弾塑性有限要素法解析によりき裂発生部である切欠き部近傍の応力・ひずみ状態を調べた。用いた有限要素モデルは Fig. 11 に示すとおりである。使用した要素は 8 節点、平面ひずみ要素であり、要素数 1142、総節点数 3595 である。なお、切欠き先端は鋭角で応力は特異性を示すので、最近接の要素には 1/4 節点法に基づく特異要素を用いた。計算には汎用構造解析プログラム MARC を用いた。計算結果から、Fig. 12 に切欠き先端からき裂進展方向への距離 r と進展方向に垂直方向 y の応力 σ_y の関係を示す。図からわかるように、応力 σ_y は $r^{-1/2}$ に比例して変化している。このことは、開き角が小さく先端が鋭い切欠きはき裂と同等の応力の特異性を有することを示している。そこで、この切欠きをき裂とみなし、破壊力学に基づく疲労寿命の推定を試みる。切欠きをき裂に置き換えると、このときの応力拡大係数 K は次式で与えられる¹⁴⁾。

$$K = Pc / \sqrt{2bI(1-\nu^2)} \quad (1)$$

ここで、 P は荷重荷重、 c は荷重点からき裂先端までの長さ、 b は板幅、 I は断面 2 次モーメントおよび ν はポアソン比である。7475 合金のき裂伝ば速度は、次式の応力比の影響を考慮したフォーマン則で与えられている¹⁵⁾。

$$dc/dN = C(\Delta K)^m / \{(1-R)K_f - \Delta K\} \quad (2)$$

($C = 2.97 \times 10^{-6}$, $m = 2.98$, $K_f = 82.6$)

初期き裂長さからき裂が接合長さの半分まで進展したとき破壊するとし、式(1)を式(2)に代入し積分することにより疲労寿命を求めた。その結果を Fig. 10 に示した。図からわかるように、推定した疲労寿命は、表面研磨し接合した極低温圧延材の場合の実験結果とよく一致しており、本接合材の疲労強度が接合していない鋭い切欠きを有する母材の疲労強度に匹敵していることを示している。また、ハニカム構造の接合部のような形状を有する部材の疲労寿命推定は、本節のような破壊力学的手法によって可能と考えられる。

5. 結 言

7475 アルミニウム合金の拡散接合を試みると共に接合材の接合強度および疲労強度を調べた。得られた主たる結論を要約する以下のごとくである。

(1) 従来の冷間圧延材に比べ極低温圧延材の接合性は優れており、接合強度および疲労強度とも高かった。

(2) 拡散接合に際しては、表面に形成されている酸化膜をあらかじめ除去することが必要であり、圧延のままで表面研磨を施さずに 5052 アルミニウム合金や Ag 等の挿入金属を用いても良好な接合を行うことは困難であった。

(3) 本研究で用いたハニカム構造の接合部を模擬した試験片は接合界面に沿って破壊を生じるので、界面のはく離強度や疲労強度をより正確に評価することができる。

(4) 破壊力学に基づく疲労寿命の推定結果によれば、極低温圧延材の接合部の疲労強度は鋭い切欠きを有する母材の疲労強度にほぼ等しく、疲労に対しても十分良好な接合が行われていると考えられる。

参 考 文 献

- 1) P. J. Winkler: Superplasticity and Superplastic Forming, (ed. C. H. Hamilton and N. E. Paton), TMS (1988), 491.
- 2) B. Rolland: *ibid*, 601.
- 3) H. E. Friedrich, R. Furlan and M. Kullick: *ibid*, 649.
- 4) J. Harrey, P. G. Partridge and C. L. Snooke: J. Mat. Sci., **20** (1985), 1009.
- 5) A. E. Dray and E. R. Wallach: Diffusion Bonding, (ed. R. Pearce), Cranfield School of Industrial Science, (1987), 125.
- 6) N. Ridler, J. Pilling, A. Tekin and Z. X. Guo: *ibid*, 129.
- 7) R. A. Ricks, J. Ball, H. Stoklossa, P. J. Winkler and R. Grimes: Superplasticity and Superplastic Forming, (ed. C. H. Hamilton and N. E. Paton), TMS (1988), 557.
- 8) J. Pilling and N. Ridler: Mater. Sci. and Tech., **3** (1987), 353.
- 9) J. Kennedy: Superplasticity and Superplastic Forming, (ed. C. H. Hamilton and N. E. Paton), TMS (1988), 523.
- 10) 小林 勝, 弘津禎彦, 大谷吉春, 高橋 健, 館村 誠: 軽金属, **39** (1989), 776.
- 11) T. D. Byun and R. B. Vastava: Joining Technologies for the 1990s, Hampton, Virginia, (1984), 226.
- 12) 幸田成康: 金属物理学序論, コロナ社, (1964), 111.
- 13) W. A. Owczarski: Physical Metallurgy of Metal Joining, AIME, (1980), 166.
- 14) B. M. Malyshev and R. L. Salganik: Int. J. Fract. Mech., **1** (1965), 114.
- 15) "Material Data of High-Strength Aluminium Alloys for Durability Evaluation of Structures" Aluminium-Verlag, Dusseldorf, (1988), 115.