特集

金属ガラス接合技術の最前線

金属ガラスの摩擦攪拌接合*

平野 聡**, 朴 勝煥**

平野 聡

朴 勝煥

Friction Stir Welding of Metallic Glass*

by HIRANO Satoshi** and Seung Hwan C. Park**

キーワード 摩擦攪拌接合, 金属ガラス, ミクロ組織, 機械的特性

1. はじめに

金属ガラスはアモルファス金属と同様に高強度・高靱性, 高耐食性, 良好な軟磁性など, 結晶質金属材料には見られない特性を有する¹⁾。これに加え, 10³℃/秒以下の冷却速度で非晶質になることから, 金型鑄造で比較的大きな寸法の部材が作製でき, 優れた物理特性を有する構造部材の製造が期待できる。構造部材に適用する場合, 接合が生産技術として必要になるが, 金属ガラスを一般的な溶融溶接で接合すると溶融部に結晶相が形成され, 金属ガラスの特性が失われることが懸念される。これに対し, 摩擦攪拌接合²⁾(以下, FSW: Friction Stir Welding)は非溶融(固相)で接合するため, 結晶相の形成抑制が期待できる。本報告では金属ガラスをFSWで接合し, 接合部観察や機械的特性を評価して, FSW適用の可能性を検討した。

2. 材料特性調査

FSWは材料を固相状態で流動させるため, 塑性変形能を有する材料でないと接合が難しい。そこで, 接合技術開発に先駆けて, 高温硬さ計および加工フォーマスタ(通称)により, 金属ガラスの塑性変形能を調査した。高温硬さ計では, 厚み3mm, 幅5mm, 長さ10mmの試料を真空中(4×10⁻³ Pa)で昇温速度約20℃/分で所定の温度に加熱し, 5分間保持した後, 荷重4.9Nを30秒負荷して測定した。加工フォーマスタでは, 試験片はφ8×2.8の円柱状とし, 真空中で約100秒で所定の温度に昇温

図1 硬さの温度依存性

図2 平均変形抵抗の温度依存性

した後, 試験片軸方向に50% (2.8→1.4mm)の加工を加えた。加工後はHeガスで冷却速度20℃/sで冷却した。材料はZr₅₃-Al₁₂-Ni₁₀-Cu₂₀-Ti₅(以下, MG-Z1)とZr₅₅-Al₁₀-Ni₅-Cu₃₀(以下, MG-Z2)の2種類とした。

図1に硬さ測定結果を示す。硬さの温度依存性はMG-Z1, MG-Z2とも同様で, 300℃以上で急激な硬さ低下が見られた。硬さの水準はMG-Z2の方が全温度域で小さか

*原稿受付 平成21年2月11日

**正員 (株)日立製作所 日立研究所 Member, Hitachi, Ltd.

った。図中にアルミ合金の硬さ³⁾を併記したが、今回調査した金属ガラスは380~400℃でアルミ合金と同等の硬さである。図2にひずみ速度 10^{-3} (s⁻¹)で加工した際のひずみ20%までの平均変形抵抗の温度依存性を示す。温度の上昇に伴い変形抵抗は低下する傾向にあるが、420℃から460℃の領域で不連続性が認められた。MG-Z1の組成の金属ガラスでは結晶化温度が453℃である⁴⁾とされている。平均変形抵抗の不連続はこの温度範囲に近いことから、結晶化が平均変形抵抗に影響しているものと考えている。

図3 FSW装置外観写真

図4 継手形状

図5 接合部外観写真

(a) 攪拌部表層部

(b) 攪拌部中央部

図7 接合部断面ミクロ写真

図6 接合部断面マクロ写真

3. 接合技術

材料特性評価から、金属ガラスをFSW実績のあるアルミ合金のように接合するには、材料が軟化する300℃以上の温度域で接合するのが有効と考え、材料を加熱できる設備を導入した。図3に材料加熱装置を取り付けたFSW装置外観を示す。電気ヒータを内蔵したホットプレート、ホットプレートの熱が装置側に伝わらないようにする内部水冷式の冷却プレートで構成した。

ツールはショルダ径15.3mm、プローブ径6.1mm、プローブ長さ0.9mmとし、素材はpcBNのものを使用した。接合材料は厚み1mmのMG-Z2を使用し、360℃を目標に加熱した。加熱中および接合中は酸化防止のためにツール先端部からアルゴンガスを吹き付けた。図4に接合材料の継手形状を示す。金属ガラスの接合では表面に不規則なリップルマークが発生しやすく、この影響で厚み方向に切り欠き状の欠陥が発生しやすかった。そこで、カバープレートを乗せて接合し、接合後にカバープレートを切除することで表面のリップルマークの影響を防止した。

図5に接合部の外観写真を示す。ビード性状はアルミ合金のFSWなどで得られるものと比較して不規則であるが、明瞭な表面欠陥は認められない。

図6に断面マクロ組織を、図7に断面ミクロ組織をそれぞれ示す。エッチングにはフッ硝酸溶液（フッ酸：2mmL+硝酸：9mmL+水：9mmL）を使用した。マクロ組織観察では、攪拌部中央（B部）に未接合部は観察されなかったが、RS (Retreating Side) の下部には切り欠き状の欠陥が認められた。ミクロ組織では、直径1~2μm程度の結晶相（写真中の黒い点状のもの）と思われる

部分が観察された。この結晶相と思われる部分は母材でも同様の頻度で観察されたことから、接合に起因したものではないと考えている。

図8に母材および接合部のTEM観察結果を示す。TEM試料の作製には、FIB (Focused Ion Beam) を用いた。今回観察した部位に関して、攪拌部は母材と同様であり、攪拌部がガラス状態を維持していることが確認された。

図8 母材および接合部のTEM像

図9 接合部硬さ分布

図10 引張試験結果

4. 接合部の機械的特性

図9に前節で接合した材料(MG-Z2)の接合方向に垂直な断面、板厚方向中央の接合部とその近傍の硬さ分布測定結果⁹⁾を示す。攪拌部およびその近傍の硬さは同水準であり、攪拌部と母材部での顕著な差は認められなかった。攪拌部に結晶層が形成された場合、その領域の硬さが上昇する¹⁰⁾ことが報告されている。今回、そのような結果が認められないことから、接合部に結晶相が形成されず、ガラス相が維持されていると考えている。

図10に接合材および母材の引張試験結果を示す。試験片は接合材から短冊状(幅6mm、長さ80mm)に切出し、表裏面をそれぞれ0.2mm研削して、厚み0.5mmに仕上げた。接合材は10回の引張試験で147~564MPaのばらつきがあり、平均値は327MPaであった。母材は4回の引張試験で1121~1624MPaのばらつきがあり、平均値は1491MPaであった。接合材の場合、マクロ組織に見られたような切り欠き状の欠陥が発生しやすい。引張試験では、この欠陥を起点に破壊したと推察しており、このことが、接合材の引張強度が小さい原因と考えている。

5. おわりに

適正な接合条件を選定することで、FSWにより金属ガラスを接合できることを証明した。これにより、金属ガラスを構造部材として適用できる可能性を示せた。しかし、金属ガラスは延性に乏しいことから、僅かな切り欠きが存在すると亀裂が伝播して破壊に至る。母材と同等の強度を確保するには欠陥のない接合部を安定して形成できる接合技術開発が必要と考えている。

謝 辞

本研究は平成14年度より経済産業省の「革新的部材産業創出プログラム」に基づき、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)から財団法人次世代金属・複合材料研究開発協会(RIMCOF)が委託を受けた研究開発の一部を共同事業で実施した成果の一部であることを記し、謝意を表します。

参考文献

- 1) A. Inoue: Acta Mater., 48 (2000) 279-306.
- 2) 平野聡, 岡村久宜, 青田欣也, 岡本和孝, 稲垣正壽: 塑性と加工, 43-498 (2002) 596-601.
- 3) アルミニウム材料の基礎と工業技術, (社)軽金属協会, (1991), 126.
- 4) 1 金属ガラスの創製及び成形技術動向に関する調査研究報告書, (財)機械システム振興協会, (2001) 19.
- 5) 朴勝煥, 平野聡, 塚本武志: 溶接学会全国大会講演概要, 81 (2007), 158-159.
- 6) 平野聡, 岡本和孝, 稲垣正壽, 井上明久, 嶋貫雅一, 草道龍彦: 溶接学会全国大会講演概要, 73 (2003), 58-59.