超微粒子を用いた Ti の接合

賀集誠一郎*・美原 康雄*・林 主税*

(受理1996年2月2日, 掲載決定1996年4月6日)

Titanium Brazing with Ultra Fine Particles

Seiichirou KASHU, Yasuo MIHARA and Chikara HAYASHI

(Vacuum Metallurgical Co., Ltd., 516 Yokota, Sanbu-machi, Sanbu-gun, Chiba)

(Received February 2, 1996, Accepted April 6, 1996)

1. ま え が き

Ti, Ti 合金のろう付接合では, ろう材として一般的に Ti-Cu-Ni 合金 (Ticuni と呼ばれており, 以後その名称を用いる) が使用されている. そのろう材の組成は重量比で Ti-15Cu-15Ni が最適とされており, その形状は箔状が多く, 通常厚さの最小は $50\mu\text{m}$ である. 近年, Ti はメガネ, 時計, カメラなどの実用品やゴルフクラブ, 釣具などのスポーツやレジャー用品, さらには生体内臓品にいたるまで, 幅広く日常生活に利用されている. それら製品の製造過程では, それぞれの部品の組み立て時の接合に, ろう材として前述の Ticuni が用いられるが, 接合時の Ti 材の高温でのガス吸収による汚染や結晶粒粗大による強度低下の防止から, できる限り低温かつ短時間の加熱による接合が望まれている. そのため, ろう材の厚さを薄くし, かつ低温で接合条件を満たす冶金的反応の行われるプロセスが望ましい. その見地から, ジェットプリンティング法^{*)}で Ti 上に $5\sim 10\mu\text{m}$ の厚さの Ni 超微粒子膜を形成してろう材とし, 小さい入熱で Ti の接合を行った.

ジェットプリンティング法による Ni 超微粒子膜にろう材の役目として期待したのは下記の理由による.

- ① Ti-Ni 状態図から低温 (Ti-24.5Ni で 1215 K) の共晶状態が存在する²⁾.

- ② $5\sim 10\mu\text{m}$ の厚膜の堆積にジェットプリンティング法が他のどの方法より優れており, その膜質も良好である.

- ③ Ni 超微粒子の低温での優れた焼結特性^{3), 4)}などである.

なお超弾性特性を示す NiTi 合金は, 最近 Ti と組み合わせて使用されるケースが多くなっており, 片側の試験片材質を NiTi 合金とし, Ti 試験片との接合について引張疲れ特性を測定した.

2. 試験片と接合法

試験片として Ti (JIS2 種: TP49) 厚さ 1 mm 板を幅 3 mm , 長さ 75 mm に切断して使用した. ろう材の役目をする Ni 超微粒子膜は Fig. 1 に示すジェットプリンティングと呼ばれる方法¹⁾で, 上述の Ti 試験片の片面に膜幅 3 mm の Ni 超微粒子堆積膜を $5\sim 10\mu\text{m}$ の厚さに堆積している. その Ti 試験片と Ni 超微粒子を堆積していない Ti 試験片を, Ni 超微粒子膜上に Fig. 2 のように重ねしろ 3 mm のせん断試験片として重ね, その重ね合わせ部を上下から直径 5 mm の抵抗溶接機の Cu 電極で押しつけ, 抵抗加熱によるスポット加熱で接合している. 抵抗溶接機では通電電流と通電時間の設定で接合部への入熱量を決めている. 今回の試験では, 設定範囲として, 通電電流は $3.4\sim 4.3\text{ kA}$, また通電時間は 0.1 お

* 真空冶金 (〒289-12 千葉県山武郡山武町横田516)

* 従来ガスデポジション法と呼んでいたが, その方法をわかり易くするためジェットプリンティングと呼び名を変えている.

Fig. 1 Deposition of Ni UFP on Ti test pieces by jet printing process.

Fig. 2 Shape of Ti test pieces and brazing process.

および0.14sである。電極間の加圧力は3kgで加熱時は電極と試験片をカバーしたケースの空間に、2l/minのArガスを流し込み、加熱されたTi接合部の酸化を防止している。

3. 接合の結果

3.1 接合部断面の観察

膜厚5 μ mのNi超微粒子膜をはさみこみ、通電電流3.6kA、通電時間0.1sでスポット加熱接合を行った。その接合部断面をSEM観察およびEPMA分析を行った。SEM写真およびEPMA線分析のチャートを対比してFig. 3に示す。またFig. 4にNiのK α 像およびTiのK α 像による面分析結果を示す。厚さ5 μ mのNi超微粒子堆積膜は接合部で重量比ではほぼ70Ti-30Niの組成を示し、Ti-Ni状態図の共晶点にはほぼ合致する。Tiの融点のほぼ60%の温度で接合が行われたと考えられる。Ticuni ろう材を使用し、同じ入熱量でスポット加熱した接合部断面のSEM写真およびEPMA線分析のチャ

Fig. 3 SEM photograph and line analysis of Ti-Ti brazed layer with Ni UFP deposited thick film.

Fig. 4 Ti and Ni distribution analyzed by EPMA K α image.

Fig. 5 SEM photograph and line analysis of Ti-Ti joint brazed with Ticuni filler.

ートを Fig. 5 に示した。Ticuni ろう材は箔状の Ti, Cu および Ni の積層構造をしているが、ろう材の中央部の Ti が未熔融であるのは、すべてのろう材の熔融にさらに入熱が必要であることを示している。

3.2 セン断強さ

接合部のせん断強さを Fig. 6 に示す。同じ入熱量の接合では、Ni 超微粒子堆積膜は Ticuni ろう材より大きい破断強さを示している。いづれのろう材も用いない Ti 板同士のスポット加熱による接合では、十分な強度を保つためには、ナゲット**の形成が必要であり、Ni 超微粒子堆積膜を用いた場合より約 60% 多い入熱でほぼ同レベルの破断強度が示されている。

3.3 引張疲れ強さ

Ti と組み合わせて使用される超弾性特性をもつ NiTi 合金は熔融、ろう接などの接合が難しく、接合方法が種々検討されている。NiTi 合金試験片（厚さ 1 mm × 幅 2 mm）を前述の Ti 試験片に厚さ 5 μm の Ni 超微粒子

Mark	Brazing filler	Heating time (s)
●	Ni UFP	0.1
□	Ticuni	0.1
○	Unused	0.14

↑ : Fracture on base metal

Fig. 6 Tensile shear strength of Ti-Ti brazed joint.

Table 1 Tensile shear fatigue strength of NiTi alloy-Ti brazed joint

Test pieces	Stress × Cycle (Result)	Fractured position
1	20 kg × 10,000 (No fracture) ↓ 40 kg × 7,614 (Fracture)	NiTi alloyed base metal
2	30 kg × 10,000 (No fracture) ↓ 40 kg × 394 (Fracture)	

堆積膜をはさんで通電電流 3.8 kA、通電時間 0.1 s でスポット加熱接合をし、2 接合試験片について引張疲れ試験を行った。その結果を Table 1 に示す。

試験条件として応力 20 kg で 1×10^4 回のサイクルを設定した。2 試験片ともにこの設定条件をクリアしており、さらに大きい応力テストで破断位置は NiTi 合金材であった。

4. ま と め

ジェットプリンティングによる Ni 超微粒子堆積膜を Ti および NiTi 合金のスポット加熱による抵抗溶接機のろう材として使用した接合で、下記のことが判明した。

- ① 膜厚 5 μm の Ni 超微粒子堆積膜は、スポット加熱で数 μm の厚さの Ti-24.5Ni の共晶を形成し、低温での接合が可能である。
- ② スポット加熱抵抗溶接で、従来用いられている Ti ろう材の Ticuni より小さい電流で接合され、接合部のせん断強さが大きい。

** Nugget, 重ね抵抗溶接で、接合部が熔融、凝固して碁石の形になった部分。

- ③ Ni 超微粒子堆積膜を用いた NiTi 合金と Ti 接合部の引張疲れ特性は、応力 20 kg で 1×10^4 サイクルの繰り返し引っ張り荷重をクリアした。

以上の結果から、スポット加熱による接合では、厚さ 5~10 μm の Ni 超微粒子堆積膜は従来から Ti 用ろう材として使用されている Ticuni より優れている。

前述のように、Ti, Ti 合金を日常の広い分野での製品としての利用は進められており、接合法について新しい技術の開発が望まれている。今後、超微粒子のろう材としての利用についてさらに検討を加えていく。

なお、NiTi 合金試験片は(株)ホリカワ殿から支給され、また引張疲れ試験は千葉県機械金属試験所主任研究員鈴

木泰夫氏により測定された。メガネなど Ti 部品の接合についてはタイゴールド(株)三留勝得氏から情報の提供を受けた。

文 献

- 1) 淵田英嗣, 小田正明, 林主税; 日本金属学会会報, 34 (1995) 455.
- 2) T. B. Massalski; Binary Alloy Phase Diagrams, ASM International, Vol. 3 (1992) 2874.
- 3) 林宏爾, 江藤浩之; 日本金属学会誌, 53 (1989) 221.
- 4) 林宏爾, 江藤浩之, 木原弘; 日本金属学会誌, 53 (1989) 273.