液相拡散接合部の単結晶化挙動*

—Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合に関する研究 (第6報)—

西本 和俊**, 才田 一幸**, 金 大業***, 浅井 知****, 古川 康広****

Single-Crystallization Behavior in TLP-Bonded Interlayer*

—Transient Liquid Phase Bonding of Ni-Base Single Crystal Superalloy (Report 6)—

by Kazutoshi NISHIMOTO**, Kazuyoshi SAIDA**, Daeup KIM***, Satoru ASAI****
and Yasuhiro FURUKAWA****

Crystallographic orientation analysis over the bonded region in TLP-bonded joints of Ni-base single crystal superalloy, CMSX-2 was investigated three-dimensionally using the electron back scattering pattern (EBSP) method. The (200)-pole figure and the stereographic triangles for three directions indicated that each analyzed point was projected at the almost same location in the stereographic triangles for any directions. EBSP analyses for the specimen bonded at 1523 K for 1.8 ks when the isothermal solidification was complete, and for the specimen post-bond heat-treated were also conducted. All analyzed points possessed the almost same orientation across the joint interface and misorientation $\Delta\theta$ was negligibly small in as-bonded and post-bond heat-treated situations. HRTEM observation revealed that the atoms were arranged continuously across the bonded interface and were quite coherent at the bonded interface. It was confirmed that single-crystallization could be readily achieved during TLP-bonding. It followed that epitaxial growth of the solid phase occurred from the base metal substrates during isothermal solidification.

Key Words: Ni-base single crystal, TLP-bonding, Electron back scattering pattern, Isothermal solidification, Crystallographic orientation, Bonded interface, Lattice image, Epitaxial growth, Single-crystallization

1. 緒 言

本研究では、これまで Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合挙動やその特徴、接合継手の高温機械的特性について検討を加えてきた¹⁻⁵⁾。その結果、Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合現象は、これまでに知られている多結晶合金の接合現象と基本的には類似していることを示すとともに、単結晶超合金の接合現象の特徴として、接合現象に対する母材結晶粒界の効果について明らかにした。また、同方位の Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合継手は、接合部における合金元素の均一化が達成された場合、母材とほぼ同等の接合継手特性を有することを示した。

一方、単結晶超合金の接合に関しては、単結晶超合金は粒界強化元素が含まれていないため、この材料本来の特性と同等の機械的特性を得るためには接合部が母材と同様に単結晶化できるか否かが重要な鍵となる。液相拡散接合に

おいては等温凝固により母材と同一結晶方位の固相が晶出するエピタキシャル成長が期待できるため^{6,7)}、接合層が単結晶化できる可能性も高いと考えられる。これまでの研究によると⁸⁻¹⁰⁾、Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合継手においては接合温度および保持時間を制御することによって接合部の単結晶化が達成される可能性が示唆されているが、接合部における固相の生成および成長機構を含む単結晶化機構については、ほとんど検討がなされていないのが現状である。また、母材の結晶方位差による接合部の単結晶化状況の差異や接合後熱処理による接合部の単結晶化の可能性など、接合部の単結晶化に及ぼす諸因子の影響についても明確になっていない。

そこで、本報告では、Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合機構の特徴を解明することを目的とし、同方位および異方位接合継手における接合部の組織観察および結晶方位解析により、接合継手の単結晶化状況について調査した。特に、等温凝固相の成長過程における結晶方位および接合後熱処理による接合界面近傍の結晶方位変化について検討した。また、等温凝固過程における接合部の単結晶化機構について考察を加えるとともに、接合部の単結晶化達成のための条件について明らかにした。

*原稿受付 平成10年4月6日 平成9年度春季全国大会で発表

**正 員 大阪大学大学院工学研究科 Member, Osaka University

***学 生 員 同(現:現代宇宙航空(株)) Student member, Osaka University (Hyundai Space & Aircraft Co., Ltd.)

****正 員 (株)東芝 Member, Toshiba Co.

2. 供試材料および実験方法

2.1 供試材料

本実験に使用した母材は前報¹⁻⁵⁾と同様の Ni 基単結晶超合金の CMSX-2 である。単結晶母材は長手方向(鑄造方向)が $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ から 8° 以内のものを選択して供試した。また、インサート金属は Ni 基合金アモルファス箔である MBF-80 (厚さ: $40\ \mu\text{m}$) を用いた。これらの組成を Table 1 に示す。

2.2 接合方法

同方位接合は前報¹⁻⁵⁾と同様の手順で実施し、接合面が $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ に対し垂直方向になるように配置し、両接合材の結晶方位を一致させて接合した。接合条件は接合温度 $1373\sim 1523\ \text{K}$ 、保持時間 $0\sim 19.6\ \text{ks}$ 、加圧力 $2.3\ \text{MPa}$ 一定である。また、異方位接合においては両接合材の結晶方位が識別できるように、母材側面に直線のけがき線を長手方向に描いた後、Fig. 1 に示すように接合面が $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ に対して垂直方向になるように軸方位を一致させ、軸を中心に回転させることによって接合方位を変化させた。本研究においては、この回転角をねじり角と呼ぶことにする。接合条件はいずれも $1523\ \text{K}\times 1.8\ \text{ks}\times 2.3\ \text{MPa}$ とし、ねじり角は $0\sim 20^\circ$ の範囲で変化させた。接合後には両接合材のけがき線の間隔を拡大投影機を用いて測定して角度に換算し、実際の接合面でのねじり角とした。なお、一部の接合

Fig. 1 Schematic illustration of specimen bonded with rotating angle, θ .

では、液相幅を一定するために直径 $50\ \mu\text{m}$ の W スペーサを使用した。

2.3 結晶方位の調査方法

母材および接合部の結晶方位は EBSD (Electron Back Scattering Pattern) 法¹¹⁾により調査した。EBSD 法は結晶による電子線回折現象を応用したもので、電子回折線の入射角から、得られた菊池線を利用して結晶方位解析を行う方法である。測定に際しては、接合部断面組織を現出した後、各分析位置において得られた EBSD 像をコンピュータに取り込み、対応する結晶面の指数を決定した。この結果を Fig. 2 に示すように、接合部に垂直な面 (Transverse Direction: TD)、接合部に平行な面 (Longitudinal Direction: LD) および試料表面 (Normal Direction: ND) に対してそれぞれステレオ投影を行い、各位置における結晶方位を三次元的に解析した。また、接合界面の両側における結晶方位差の調査においては、Fig. 3 に示すように接合界面に対して垂直方向に接合界面から両母材側へ $30\ \mu\text{m}$ 幅の測定範囲を設定し、 $2\ \mu\text{m}$ 間隔で結晶方位解析を行っ

Fig. 2 Schematic illustration of projected planes for the EBSD analysis.

Fig. 3 Schematic illustration of analyzed position in specimen for the EBSD analysis.

Table 1 Chemical compositions of CMSX-2 and insert metal used (mass%).

Material	Ni	B	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Ta
Base metal CMSX-2	Bal.	-	8.0	4.6	0.6	8.0	1.0	5.6	6.0
Insert metal MBF-80	Bal.	3.7	15.5	-	-	-	-	-	-

た。

2.4 接合界面の直接観察方法

接合界面直接観察用の薄膜試料は、接合界面に対して垂直方向に切り出して約50 μm まで機械研磨し、10%過塩素酸アルコール（過塩素酸：エチルアルコール= 1：9）を用いて電解ジェット研磨を行った後、イオンミリング（Ar⁺）により薄膜化して作製した。イオンミリングにおいては、0.27 mPa の真空中でビーム照射角度15°、加速電流0.5 mA、加速電圧4.5 kV とし、厚みの減少とともに加速電圧を2~3 kV に低下させ調節した。薄膜試料の観察は加速電圧200 kV の超高分解能透過型電子顕微鏡を用いて行った。

3. 接合部の単結晶化状況

3.1 ねじり角による接合部の組織変化

接合部の単結晶化を調査するにあたって、同方位および

ねじり角を変化させた異方位接合継手に対して接合部の組織観察を行った。CMSX-2 を MBF-80 インサート金属を用いて同方位および異方位（ねじり角：5°、10°、15°）接合した場合の、接合のままの状態での接合部のマクロおよびミクロ組織を Fig. 4 にまとめて示す。接合条件はいずれも接合温度1523 K、保持時間1.8 ks、加圧力2.3 MPa である。マクロ組織では、いずれの接合継手においても接合部には最終凝固界面が観察され、ねじり角が増加するほど最終凝固界面が鮮明になる。さらに、最終凝固界面近傍のミクロ組織をみると、同方位接合継手では接合部の γ' 相は母材と同様に規則的に配列し、接合界面における γ' 相の配列および形態も一定していることから、接合部の単結晶化が達成されていることが推察される。しかしながら、ねじり角5°、10° および15° の異方位接合継手では、接合部の γ' 相はほぼ均一に配列するが、ねじり角が増加するに伴い接合界面の γ' 相の配列および形態が変化する様子が窺える。

一方、接合後熱処理を行った接合部のマクロおよびミクロ組織を Fig. 5 に示す。接合後熱処理は母材指定の溶体化

Fig. 4 Macro and microstructures of bonded interlayer with rotating angle in as-bonded situation.

Fig. 5 Macro and microstructures of bonded interlayer with rotating angle after heat treatment in Ar atmosphere.

処理 (1589 K×7.2 ks→水冷)、一次時効処理 (1353 K×14.4 ks→空冷) および二次時効処理 (1144 K×72 ks→空冷)の順に Ar 雰囲気中で行った。マクロ組織をみると、ねじり角を与えた接合継手においては、いずれも両接合面の結晶方位差によって腐食によるコントラストが異なり、特に、ねじり角15°の接合継手では接合後熱処理により、最終凝固界面で分離破断にまで至ったクラックが観察される。また、最終凝固界面近傍でのミクロ組織をみると、同方位接合継手では接合界面における γ' 相がほぼ均一に配列しているのに対して、異方位接合継手ではねじり角が増加するに伴い接合界面の γ' 相の配列が乱れている。これらの組織観察結果から、ねじり角が大きくなるに伴い最終凝固界面がより明瞭に観察されるようになり、接合部に粒界が形成していることが示唆され、接合部の単結晶化が達成されていない可能性が大きいことが推測される。

3.2 接合部の結晶方位解析

接合部の単結晶化状況を調査するために同方位接合継手の母材および接合部の結晶方位を EBSD 法を使用して三

次的に解析した。Fig. 6 および Fig. 7 は接合温度1523 Kにおける等温凝固途中 (保持時間：0.4 ks) および等温凝固完了後 (保持時間：3.6 ks) の接合部の組織および結晶方位解析結果を示したものである。それぞれの図において、母材部分が①および④であり、①から等温凝固した部分が②で、④から等温凝固した部分が③である。なお、母材①および④は同一結晶方位になるように接合している。①～④の各分析位置において、接合部に垂直な面 (TD)、接合部に平行な面 (LD) および試料表面 (ND) に対してのステレオ投影図および (200) 極図形を得た。これらの投影図において投影位置が同じであると、同一の結晶方位を有していることを意味する。等温凝固途中および等温凝固完了後において各位置での解析結果をみると、①と②および③と④の投影位置はいずれの面 (方向) もほぼ一点にプロットされる。すなわち、両接合母材の結晶方位を合わせると、接合部は母材とはほぼ同一結晶方位となることがわかる。

Fig. 6 Crystallographic orientation analyzed using the EBSD method in the bonded interlayer during isothermal solidification.

Fig. 7 Crystallographic orientation analyzed using the EBSD method in the bonded interlayer completed isothermal solidification.

4. 接合部における固相の成長現象

単結晶材の液相拡散接合において、等温凝固過程における両接合母材からの固相の成長機構を詳細に解明するために、同方位およびねじり角を有する接合継手に対して両側の母材から成長する固相の結晶方位の変化をEBSD法により調査した。なお、各分析位置での分解能は約 $0.2\ \mu\text{m}$ で、角度の誤差は約 $\pm 0.5^\circ$ である¹¹⁾。以下の検討結果において、 $\Delta\theta$ は接合界面での両接合材の平均結晶方位差を示している。Fig. 8(a)は $1523\ \text{K} \times 1.8\ \text{ks}$ の条件で接合した同方位接合継手に対し、接合のままおよび接合後熱処理を行った場合の接合界面の両側における結晶方位を解析した結果である。なお、接合後熱処理は前述の溶体化処理→一次時効処理→二次時効処理の順に行った。接合のままの状態においては、各解析位置での結晶方位には若干のパラッキはあるものの、両側の母材から成長した固相の結晶方位はほぼ同一方位となっている。また、接合後熱処理を行った場合においても、接合界面での結晶方位の変化はあまり認めら

れない。また、ねじり角を 5° 、 10° 、 15° および 20° とし、接合のままおよび接合後熱処理を行った場合の接合界面の両側における結晶方位を解析した結果をそれぞれFig. 8(b)~(e)に示す。いずれの接合継手においても、固相の成長はそれぞれの母材の結晶方位をそのまま維持して最終凝固界面である接合界面に至るまで変化しないことがわかる。その結果、接合界面を挟んで両接合部の結晶方位は異なっており、接合界面には結晶粒界が形成されていることを裏付けている。また、いずれのねじり角においても、接合のままの状態と接合後熱処理後では結晶方位にほとんど変化が認められない。

同方位およびねじり角を有する異方位接合継手に対して、実際の接合時のねじり角と接合界面での等温凝固相間の結晶方位差($\Delta\theta$)の関係を整理した結果をFig. 9に示す。接合のままおよび接合後熱処理を施した場合のいずれの接合継手においても、接合界面での結晶方位差は接合時に与えたねじり角と大差がなく、 $\pm 1.2^\circ$ 以内の範囲でよく一致していることがわかる。このことは、最終凝固界面に形成される粒界は、接合前の両母材の結晶方位差を反映した粒

Fig. 8 Misorientation analyzed by the EBSD method across the bonded interlayer with various rotating angles.
(a) Rotating angle: 0 degree
(b) Rotating angle: 5 degree
(c) Rotating angle: 10 degree
(d) Rotating angle: 15 degree
(e) Rotating angle: 20 degree

Fig. 9 Relation between the misorientation analyzed by the EBSD method and rotating angle during TLP-bonding.

界構造を呈し、接合後熱処理によっても粒界（接合界面）の傾角を変化させることが困難であることを意味している。

以上のことより、単結晶材の液相拡散接合部において等温凝固過程中的の固相の成長は、反対側の母材からの固相成長の影響を受けることなく、接合時にそれぞれの母材の結晶方位を維持したまま成長する。すなわち、母材と同一結晶方位の固相が両接合母材側からエピタキシャル成長したものといえる。一方、一般に高温での熱処理を施した場合、粒界がより安定な構造に変化することが知られていることから、ねじり角を有する異方位接合継手においても、接合後熱処理を施した場合には、接合したままの状態に比べて接合界面近傍において結晶方位が変化したり、結晶方位差が緩和されることも予想される。しかしながら、本検討結果の範囲では、接合後熱処理を施した場合においても接合過程でエピタキシャル成長した固相の結晶方位からほとんど変化せず、接合部に明瞭な粒界が形成し、単結晶化が達成できないことが判明した。

5. 接合界面の直接観察

単結晶材の液相拡散接合部において、最終凝固界面（接合界面）ごく近傍の単結晶化状況をより詳細に解明するために、等温凝固完了時における両母材からエピタキシャル成長した固相同士のマッチング状態を調査した。同方位および異方位の液相拡散接合継手から接合界面を含む薄膜試料を作製し、超高分解能透過型電子顕微鏡を用いて接合界面近傍の格子像を観察することにより、原子レベルでの接合界面結晶構造を直接観察した。また、得られた電子線回折結果をもとに結晶解析を行い、接合界面部の結晶方位関係について検討した。Fig. 10は1523 K×1.8 ksの条件で接合した同方位接合継手に対して、接合したままの状態における接合界面近傍の格子像、両側から得られた電子線回折パターンおよびその結晶方位解析結果を示したものである。なお、図中の接合界面の位置は、観察倍率を変化させた明視野像より慎重に決定している。電子線回折パターンを解析した結果、試料表面は両側ともに(0 0 1)面であり、接合界面に対して平行方向に並んでいる原子配列面は(2 0 0)面、接合界面に対して垂直方向に並んでいる原子配列面は(0 2 0)面であることが同定された。接合界面に対して平行方向に(2 0 0)面の格子面があることは、接合時の接合面が(1 0 0)面であることと一致する。なお、(2 0 0)面および(0 2 0)面の格子間隔は0.183 nmである。接合界面に平行方向の(2 0 0)面の原子配列およびこれと垂直方向の(0 2 0)面の原子配列とともに最終凝固界面である接合界面を跨いでほぼ同一方向に並んでおり、接合界面は原子レベルではほぼ整合している。一方、ねじり角15°を有する異方位接合継手(接合条件：1523 K×1.8 ks)の接合ままの状態における接合界面近傍の格子像および電子線回折パター

Fig. 10 Lattice image of bonded interface in TLP-bonded joint with rotating angle of 0 degree by high resolution electron microscopy (HRTEM).

ンに基づく結晶方位解析結果を Fig. 11 に示す。なお、両接合材は軸方位 $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ を中心に回転したことから、接合界面から上面では三方向の原子配列が明瞭に観察されるが、下面では接合界面に対して平行方向の原子配列だけが認められる。電子線回折パターンによる結晶方位解析結果では、接合界面から上の面の観察試料面は $(\bar{1}\ 1\ 0)$ 面であり、下の面のそれは初期に与えたねじり角から、ほぼ $(4\ \bar{7}\ 0)$ 面に相当するものと推定される。上の面においては、接合界面に対して平行方向に(0 0 2)面の原子が配列し、接合界面に対して約55°方向に(2 2 2)面および(2 2 $\bar{2}$)面の原子が配列している。また、下の面においては、接合界面に対して平行方向に(0 0 2)面の原子が配列している。なお、(0 0 2)面の格子間隔は0.183 nmで、(2 2 2)面および(2 2 $\bar{2}$)面の格子間隔は0.223 nmである。接合界面での両側の原子配列をみると、ねじり角を有する異方位接合部では接合界面に平行方向の(0 0 2)面の原子配列は同一方向に並んでいるものの、それ以外の方向では上の面にみられる(2 2 2)面および(2 2 $\bar{2}$)面の原子配列は下の面では見えない。接合界面を挟んで両側の原子配列が異なっているのは明確であり、接合界面ごく近傍においても原子配列の乱れ（緩和構造）などが形成された明瞭な形跡は認められない。

以上のように格子像による原子レベルでの接合界面結晶構造の直接観察および結晶方位解析結果から、等温凝固過

Fig. 11 Lattice image of bonded interface in TLP-bonded joint with rotating angle of 15 degree by high resolution electron microscopy (HRTEM).

程中に両母材側から成長した固相は等温凝固完了まで両側の母材の結晶方位を維持したままエピタキシャル成長し、両固相の会合部である最終凝固界面ではほぼ原子オーダーのマッチングをとりながら凝固が完了することが明らかとなった。

6. 接合部の単結晶化機構に関する考察

これまでに得られた単結晶超合金の液相拡散接合現象^{2,3)}および本報告の接合部の単結晶化挙動に関する検討結果より、液相拡散接合した単結晶材の接合部における単結晶化機構に関する考察を加える。

これまでの研究によると、Cu単結晶材の固相拡散接合では接合により多結晶体となり、単結晶のまま接合することは困難であることが報告されている¹²⁾。また、Ni基単結晶超合金(Ni-6.6Cr-12.6W-7.6Ta-4.9Al)の液相拡散接合では接合温度および保持時間などの接合条件を制御しないと接合面の再結晶によって接合部の単結晶化は達成できないとされている⁹⁾。単結晶材を接合する際の接合部の単結晶化を阻害する要因に関してみると、①接合面の表面加工層の再結晶あるいは表面酸化による多結晶化、②接合層中での生成相の生成による多結晶化、③ casting 材特有の元素の偏析あるいは小傾角粒界の存在による接合時の多結晶化などが考えられる。①に関しては、第1報¹⁾において述べたように、本実験に用いたNi基単結晶超合金の再結晶感受性はあまり高くなく、本研究で選定した接合前処理条件の表面研磨では再結晶は発生しない。また、接合面に表面加工

層や酸化皮膜が存在したとしても、母材の溶融過程において接合層に十分な液相が形成された時には、加工層が溶融除去^{1,8)}あるいは酸化皮膜が分解・消失^{1,2)}できるものと考えられる。したがって、過度な再結晶や酸化が生じるような前処理条件を除くと、これらに起因する接合部の多結晶化はあまり大きな問題とならないものと推察される。②に関しては、第2報²⁾で接合部近傍における生成相の挙動に関して述べたように、接合条件によっては接合部近傍では生成相が生成する場合がある。接合層内に生成相が残留すると、これを核とした多結晶化が生じ、接合部の単結晶化が達成できない可能性が考えられ、適正な接合条件の選定が必須であるといえる。本研究においては、CMSX-2にMBF-80インサート金属を用いた場合は1503 K以上で接合を行うと、等温凝固完了時に生成相のない継手が得られることは第2報²⁾において示した通りである。したがって、本研究での適正接合条件では接合層に生成相は存在しないことから、生成相の生成に起因する多結晶化は生じないものと判断される。一方、③の母材中の凝固偏析および小傾角粒界による接合時の多結晶化の可能性については、本研究では十分な検討を加えるに至っていない。しかしながら、SEMおよびTEMによる母材組織観察において、母材に小傾角粒界は見られるものの、 casting 時の凝固偏析はあまり観察されないようである。また、前述したように、組織観察および結晶方位解析結果、接合部の単結晶化に対する母材の凝固偏析および小傾角粒界の影響は明確には認められなかった。したがって、本研究の範囲内ではこれらの要因による接合部の多結晶化は接合界面のごく局所的な領域に

Fig. 12 Schematic illustrations showing the growth phenomena of solid phase during isothermal solidification process.

とどまるものと想像される。

これまでに得られた知見をまとめると、同方位および異方位液相拡散接合の等温凝固過程における固相の成長機構は、模式的に Fig. 12 のように示される。液相拡散接合過程では、熔融インサート金属が固相母材との反応により母材が溶融した後、融点低下元素が液相から母材側へ拡散流出することによって等温凝固が進行する。等温凝固初期段階では母材と同一結晶方位の固相が両接合母材から液相に向けてエピタキシャルに成長を開始する。等温凝固進行中においても両母材からエピタキシャル成長した固相は、反対側の母材からの固相成長の影響を受けることなく、それぞれの固相の結晶方位を維持したまま成長を続ける。その結果、等温凝固完了時に至るまで、固相は母材の結晶方位を維持したままエピタキシャル成長し、両固相の会合部である最終凝固界面で固相の成長が完了する。最終的には会合部においてもほぼ原子オーダーの格子マッチングが達成される。

一方、ねじり角を有する異方位接合継手においても、等温凝固初期から等温凝固完了段階まで等温凝固固相がそれぞれの両母材側からエピタキシャル成長し、結晶方位を維持したまま最終凝固界面で固相の成長が完了する。したがって、最終凝固界面である接合界面では接合時に与えた接合面でのねじり角とほぼ等しい結晶方位差が残存し、結果として接合界面には結晶粒界が形成されるものといえる。ま

た、接合後熱処理を施した場合においても、接合界面近傍の結晶方位はほとんど変化しなかったことから、接合界面に結晶粒界が一度形成されると、その粒界は極めて安定であり、その後の熱処理によっても接合部を単結晶化させることは、ほぼ不可能であることが示唆される。

以上のことをまとめると、本実験に用いた CMSX-2 単結晶超合金の液相拡散接合においては、同方位および異方位接合継手のいずれの場合においても、等温凝固初期段階から完了まで両接合母材からエピタキシャルに固相が成長する。したがって、接合部の単結晶化の達成のためには、両接合母材の結晶方位を合わせることが必須条件となるといえる。すなわち、接合母材間にわずかでも結晶方位差があると、原理的には接合界面において小傾角粒界が形成され、接合部の単結晶化が完全に達成されないことになる。このことは、粒界構造の根幹に関わる重要な問題点のひとつであり、接合方位差に起因する最終凝固界面(接合界面)構造の詳細な解明は今後の検討課題としたい。

7. 結 言

本報告では、Ni 基単結晶超合金 CMSX-2 に MBF-80 インサート金属を用いて液相拡散接合を行い、同方位および異方位接合継手における接合部の組織観察および結晶方位解析により接合部の単結晶化挙動について調査した。また、等温凝固過程における固相の成長現象について検討するとともに、接合部の単結晶化機構について考察を加えた。以下に得られた結果を要約する。

(1) 1523 K×1.8 ks の条件で接合した同方位およびねじり角を変化させた異方位接合継手に対して、接合部の組織観察を行ったところ、ねじり角が大きくなるに伴い最終凝固界面が明瞭に観察された。

(2) 等温凝固途中および等温凝固完了後の母材および接合部の結晶方位を EBSD 法を使用して解析した結果、接合母材の結晶方位を一致させると、接合部は母材とほぼ同一の結晶方位を有することが明らかとなった。

(3) 単結晶材の液相拡散接合部において等温凝固過程の固相の成長は、反対側の母材からの固相成長の影響を受けることなく、それぞれの母材の結晶方位を維持したままエピタキシャル成長することがわかった。

(4) 接合界面の結晶構造を超高分解能透過型電子顕微鏡を用いて直接観察した結果、等温凝固固相は等温凝固完了まで母材とエピタキシャル関係を維持し、同方位接合継手では、両固相の会合部である最終凝固界面ごく近傍においても、ほぼ原子オーダーのマッチングがとれた状態で固相の成長が完了することが判明した。また、異方位接合継手では、接合時に与えたねじり角とほぼ等しい結晶方位差を有する結晶粒界が形成されることがわかった。

(5) 同方位および異方位接合継手のいずれも、接合後熱処理を施しても接合層内の結晶方位は接合のままの状態か

らほとんど変化しない。このため、接合部の単結晶化の達成のためには、両接合母材の結晶方位を一致させることが必須条件となるものと推論された。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、御協力頂いた三輪恵一工学士(現 働東芝)および篠原康浩工学修士(現 新日鐵株)に対して厚く御礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 金, 才田, 西本, 浅井, 古川, 中尾: “Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合に関する研究(第 1 報)”, 溶接学会論文集, 14-4 (1996), 723.
- 2) 西本, 金, 才田, 浅井, 古川, 中尾: “Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合に関する研究(第 2 報)”, 溶接学会論文集, 14-4 (1996), 731.
- 3) 西本, 才田, 金, 浅井, 古川, 中尾: “Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合に関する研究(第 3 報)”, 溶接学会論文集, 15-2 (1997), 321.
- 4) 西本, 才田, 金, 浅井, 古川, 中尾: “Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合に関する研究(第 4 報)”, 溶接学会論文集, 15-3 (1997), 509.
- 5) 西本, 才田, 金, 浅井, 古川, 中尾: “Ni 基単結晶超合金の液相拡散接合に関する研究(第 5 報)”, 溶接学会論文集, 15-3 (1997), 515.
- 6) 中尾, 西本, 篠崎, 姜, 堀: “Ni 基超耐熱製造合金の液相インサート金属拡散接合に関する研究(第 3 報)”, 溶接学会論文集, 7-3 (1989), 367.
- 7) 才田, 周, T.H. North: “Ni の液相拡散接合における等温凝固挙動”, 日本金属学会誌, 58-7 (1994), 810.
- 8) S. Kamohara, T. Funamoto, K. Yasuda, A. Yoshinari and T. Shibayanagi: “Liquid-Phase Diffusion-Welding of Single-Crystal Nickel-Base Superalloy”, International Trends in Welding Science and Technology, Proc. of the 3rd Int. Conf. on Trends in Welding Research, Gatlinburg, Tennessee, USA, (1992), 1089.
- 9) 蒲原, 舟木, 和知, 安田, 柴柳: “単結晶 Ni 基超合金の液相拡散接合”, 溶接学会全国大会講演概要, 第 52 集, 310 (1993) 182.
- 10) 平根, 吉成, 森本: “Ni 基超合金単結晶の液相拡散接合界面”, 鉄と鋼, 72-13 (1986), S1607.
- 11) B.L. Adams, S.I. Wright and K. Kunze: “Orientation Imaging: The Emergence of a New Microscopy”, Metall. Trans., 24A (1993), 819.
- 12) 桃野, 井川: “銅多結晶および単結晶の固相接合界面の挙動”, 日本金属学会誌, 42-3 (1978), 211.