IN 738 LC 接合面への CO₂ レーザによる 低融点合金層形成法の検討*

—接合面合金化による拡散接合法の研究 (第1報)—

舟本孝雄**, 小倉 慧**, 和知 弘**, 加藤光雄***, 志田朝彦***, 稲垣正寿***

A Study on Formation of Alloyed Layer of Low Melting Temperature on Bonding Surface of IN738LC with CO₂ Laser*

—Study on Diffusion Welding Alloyed Layer on Bonding Surface (Report 1)—

by Takao Funamoto**, Satoshi Kokura**, Hiroshi Wachi**, Mitsuo Kato***,
Tomohiko Shida** and Masahisa Inagaki**

Diffusion welding method using alloyed layer of low melting temperature on bonding surface of IN 738LC with CO₂ laser has been studied.

In this report, effect of laser beam irradiating condition on formation of alloyed layer, measurement of melting temperature and boride precipitates of the alloyed layer were investigated.

The results indicated that homogeneous alloyed layer was obtained by irradiating linearly focused laser beam (Output: 1.8 kW, Scanning Speed: 0.3 m/min) on bonding surface coated with BNi-2 powder (grain size: 74—105 μm). The alloyed layer was about 300 μm in thickness, melting temperature of the alloyed layer was about 1170°C.

1. 緒 言

Ni 基超合金等からなる複雑構造物の接合には、接合面に低融点のインサート金属を挿入して等温凝固させ接合を行う液相拡散接合が行われている^{1,2)}。この方法ではインサート金属は融点降下元素である B を含む Ni 合金であり薄い箔や粉末の形で供給される。

しかし、接合される Ni 基超合金の接合面を直接 B 元素で合金化し局部的に融点の降下した層が作れば、低圧力で接合が可能と考えられる。しかもこの層は Ni 基超合金の成分を含有する層なので接合後の拡散処理による組成均一化が容易と考えられる。以上から接合面の合金化には表面焼入れや合金化用に検討されているレーザービームを熱源として用いた、B を含有する粉末を接合面に塗布後 CO₂ レーザビームを照射し接合面の粉末と Ni 基超合金を溶融し低融点の合金層を形成しその低融点の合金層と Ni 基超合金を対面させ拡散接合を行う方法を検討した。本報では、レーザー照射条件と低融点の合

金層形成状況についての検討結果を報告する。

2. 供試材及び実験方法

Table 1 は、供試母材の化学組成を示す。γ' 析出強化型 Ni 基超合金の IN 738 LC 材である。Table 2 は、塗布粉末の化学組成を示す。B を 3% 含む粉末で Ni-Si-B 三元共晶系の Ni ろうである。粒径は 74~105 μm である。融点は、約 1000°C である。

Fig. 1 は、試験片形状を示す。幅 100 mm、長さ 140 mm、厚さ 15 mm の寸法形状に精密鋳造した後 Fig. 1 の試験片形状に加工した。供試材は鋳造のままである。

Table 1 Chemical composition of base metal (wt%)

	C	Cr	Ni	Co	Mo	W	Nb+Ta	Ti	Al	B
IN738LC	0.11	16.07	Bal.	8.78	1.75	2.47	2.24	3.31	3.25	0.018

Table 2 Chemical composition of coating powder (wt%)

	C	Si	Cr	Ni	B	Fe	Grain size
BNi-2	0.02	4.55	6.93	Bal.	3.01	3.24	74—105 μm

*原稿受付 昭和58年12月5日 (昭和58年度秋季全国大会にて発表)

**正 員 (株)日立製作所 Member, Hitachi Ltd.

*** (株)日立製作所 Hiyeichi Ltd.

Fig. 1 Shape of specimen

Table 3 Irradiating condition of laser beam

Output (kW)	1.0-1.8
Scanning speed(m/min)	0.2-0.5

Fig. 2 Schematic view of high temperature microscope used for measurement of melting temperature of alloyed layer

接合面粗さはすべて約 $3\mu\text{m}$ 一定とした。

粉末の塗布は、試験片をアセトン及びトリクレン中で超音波洗浄後、接合面にアクリル樹脂とメチルエチルケトンに 1 : 1 の割合で混合させた溶剤をブラシで塗り、その溶剤上に粉末を塗布した。接合面に密着できない粉末は、除去した。粉末の塗布量は約 21 mg/cm^2 である。

レーザは最大出力 2 kW の CO_2 レーザを用い出力と走査速度を変え合金層の形成状況を調べた。Table 3 は、レーザ照射条件を示す。 CO_2 レーザビームは当所で開発した線状ビーム³⁾を照射した。線状ビームを用いた理由は、照射ビームの出力密度分布を一方向に均一にでき合金層の厚さが広い範囲一定にできるためである。本報の照射条件は、約 10 mm 幅の均一な合金層厚さが得られる条件である。またレーザ照射時、接合面の酸化防止のため Ar を吹きつけ非酸化性雰囲気とした。

Fig. 3 Microstructure of coated powder on bonding surface

合金層の観察は、試験片の中心位置でレーザビーム走査方向に直角な断面を切り出し研磨、腐食後、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡により行った。腐食液は、水(10) : 塩酸(9) : 過酸化水素水(1)の混合液を用いた。合金層のマイクロ分析は、Electron Probe Micro Analysis (EPMA) や Auger Electron Spectroscopy (AES) を用いて行い、合金層中の析出物量は、二次電子像を撮影後、点算法によって求めた。また合金層中の B 濃度は、EPMA 線分析により B の分布状態を把握した後 B の X 線強度が高い析出物と低いマトリックスをポイントカウント法によりそれぞれ 5 か所測定し両者の平均値で示した。分析位置は、合金層表面より深さ方向約 $20\mu\text{m}$ 位置である。

合金層の溶融温度の測定は、高温顕微鏡を用いて行った。Fig. 2 は、高温顕微鏡の真空炉部分の概略図である。

測定方法は、合金層表面をエメリー研磨紙で 1200 番まで研磨した後、アセトン及びトリクレン中で超音波洗浄を行って後、合金層表面の反対側に Pt-Rh 熱電対を溶着し Fig. 2 に示すように $\phi 3\text{ mm}$ の穴をあけた溶け落ち防止板上に合金層を重ね、穴を介して合金層の加熱時の組織変化を観察することによって、加熱速度は $70-80^\circ\text{C/min}$ とした。炉内真空度は、 $2 \times 10^{-4}\text{ Torr}$ である。溶融開始温度は、加熱過程を顕微鏡(100倍)で観察し、顕微鏡視野内の合金層表面が溶融したと判定される温度とした。完全溶融温度は、顕微鏡視野内全面が溶融したと判定される温度とした。

3. 実験結果と考察

3.1 合金層厚さに及ぼすレーザ照射条件の影響

Fig. 3 は、接合面上に塗布された BNi 2 粉末の塗布状

Fig. 4 Effect of output on thickness of alloyed layer

Fig. 5 Effect of scanning speed on thickness of alloyed layer

態を示す。粉末は接合面上に一層だけ塗布されている。Fig. 3 に示すように接合面上に BNi2 を塗布後種々のレーザ照射条件で合金層の形成状況を検討した。

Fig. 4 は、合金厚さに及ぼすレーザ照射出力の影響を示す。走査速度は、0.25 m/min 一定である。出力の増加により合金層厚さは大きくなる。出力が 1 kW の場合は合金層が得られず、塗布した粉末だけが多少溶融されて接合面上に存在するだけである。出力の増加により合金層厚さは増加し、出力が 1.8 kW の場合約 320 μm となる。合金層を形成させるには、1.3 kW 以上の出力が必要であるが 1.3, 1.5 kW の出力では、粉末の溶け残りが一部存在し合金層厚さも浅く均一形成の点からは 1.6 kW 以上が良好であった。

Fig. 5 は、合金層厚さに及ぼす走査速度の影響を示す。レーザ照射出力は、1.8 kW 一定である。走査速度が速くなるにしたがい合金層厚さは小さくなる。0.4 m/min 以下の速度では表面外観もなめらかで 300 μm 以上の厚さの合金層が形成できる。0.5 m/min の場合は、粉末の溶け残りが一部存在し合金層厚さも浅く均一形成ができない。

Fig. 6 は、合金層のマイクロ組織を示す。照射出力 1.8 kW、走査速度 0.3 m/min の場合の合金層のマイクロ組織

Fig. 6 Microstructure of alloyed layer

Fig. 7 AES microanalysis of alloyed layer

である。マイクロ組織は、急凝固による微細なデンドライト組織からなっている。Fig. 7 は照射出力 1.8 kW、走査速度 0.3 m/min の場合の合金層についての Ni と B の AES 分析結果を示す。また別途 EPMA により Ni, Si, B 3 元素の分布を測定し両者の分析結果と対比した。Ni と B では AES 分析結果と EPMA 分析結果は同一傾向であった。マイクロ組織との対応で見ればデンドライト相の境界で B 濃度は高く、デンドライト相内で低い傾向にあるようであるが全体的に見れば表面より約 200 μm まで比較的均一に合金化されている。Ni は BNi2 粉末の主成分であり合金化されることで母材より濃度は高くなっている。分析結果は示していないが Si はデンドライト相の境界で濃度が高くデンドライト相内で低い傾向にあるようで B の濃度分布傾向と同じである。

3.2 合金層の溶融温度について

Fig. 8 は、合金層厚さと溶融温度の関係を示す。溶融温度は、高温顕微鏡により測定している。Fig. 8 中に合金層厚さ 300 μm の場合の高温顕微鏡写真を示す。温度上昇によりまず 1072℃ で溶け始め、1170℃ になると合金

Fig. 8 Relation between thickness and melting temperature of alloyed layer

Fig. 9 Effect of thickness of alloyed layer on area ratio of low melting compound and X-ray intensity of boron

層は完全に溶融する。合金層が溶け始める温度が溶融開始温度であり、視野内の合金層が完全に溶ける温度が完全溶融温度である。合金層が厚くなるに従い溶融開始温度、完全溶融温度とも上昇する傾向にある。合金層厚さが約 300 μm の場合約 1072°C で溶け始め 1170°C で完全な溶融状態となる。しかし合金層厚さが約 380 μm と厚くなると約 1180°C で溶け始めるが 1210°C になっても視野内の 1/2 が溶融状態になるだけで完全溶融状態に至らなかった。

Fig. 9 は、合金層中の化合物量ならびに B の X 線強度に及ぼす合金層厚さの影響を示す。合金層が厚くなるにしたがい化合物量と B の X 線強度は低下する。融点降下

元素である Si も同一傾向を示す。図中には合金層厚さが 300 μm の場合と 500 μm の場合の二次電子像を示す。合金層厚さが 300 μm の場合はデンドライト相の境界に析出物が多量に存在するが 500 μm となると析出物は非常に少なくなる。析出物は、EPMA 分析結果によると Cr, Si, B の X 線強度は高く Ni はマトリックスより低い。しかし Ni は絶対量が多いから析出物は、Ni-Cr-Si-B からなる低融点化合物と考えられる。

以上の結果と Fig. 8 の結果を合せ考えると低融点化合物が多く、B, Si 量が多い合金層の薄い場合に溶融温度が低いことが分る。すなわち合金層が薄い場合は、母材への B, Si の希釈量が少ないため低融点化合物が多く

しかも B, Si の X線強度も高いものとなる。逆に合金層が厚い場合は, 母材への B, Si の希釈量が多く低融点化合物も少なく B, Si の X線強度も小さいものとなると考えられる。以上から 300~350 μm の合金層を形成すれば母材融点より約80℃低い低融点合金層が形成でき接合へ供し得ることが分かった。

4. 結 言

IN 738 LC 材の接合面に Ni-Si-B 三元共晶系の BNi 2 粉末を塗布し CO₂ レーザ照射で低融点合金層を形成するためのレーザ照射条件並びに融点降下元素の B, Si の合金化状況等について検討した結果を要約すると以下の通りである。

- (1) レーザ出力の増加並びにレーザ走査速度を遅くすると合金層は厚くなる。
- (2) AES 分析の結果, レーザ照射により B は合金層

中に比較的均一に分布される。Si も B と同一の濃度分布を示す。

(3) 合金層が厚くなるに従い溶融開始温度, 完全溶融温度は上昇する。300~350 μm の合金層を形成すれば, 母材融点より80℃低い低融合金層となる。

(4) 合金層が薄い場合, 合金層中に析出する Ni-Cr-Si-B 系化合物が多く融点降下に寄与する B, Si の X線強度も高い。

参 考 文 献

- 1) D. Duvall, W. Owczarski, D. Paulonis: TLP Bonding : a new method for Joining Heat Resistance alloys, Weld. J 53(1974)203-214
- 2) G. Hoppin, T. Bery: Activated Diffusion Bonding, Weld. J. 49 (1970) 505s-509s
- 3) R. Jimbo, M. Inagaki, T. Tamamura: A Method for Laser alloying and Transformation Hardening Using a Uniform Intensity Rectangular Beam, Proceeding of 1st International Laser Conference (1981)

CO₂ レーザで表面合金化された IN 738 LC の拡散接合性*

—接合面合金化による拡散接合法の研究 (第2報)—

舟本孝雄**, 小倉 慧**, 和知 弘**, 加藤光雄***, 志田朝彦**, 稲垣正寿**

Diffusion Weldability of IN 738 LC with Alloyed Layer on Bonding Surface by CO₂ Laser

—Study on Diffusion Welding Using Alloyed Layer on Bonding Surface (Report 2)—

by Takao Funamoto**, Satoshi Kokura**, Hiroshi Wachi**, Mitsuo Kato***,
Tomohiko Shida** and Masahisa Inagaki**

Diffusion welding method using alloyed layer of low melting temperature on bonding surface of IN 738LC with CO₂ laser has been studied.

In this report, diffusion weldability of IN738LC with alloyed surface layer was investigated. Alloyed layer was formed by irradiating linearly focused laser beam (Output: 1.8 kW, Scanning Speed: 0.3 m/min) on bonding surface coated with BNi-2 powder (grain size: 74—105 μm). After alloyed layer was formed on one specimen, the specimen was bonded to an unalloyed IN738LC specimen under various diffusion welding time and diffusion treatment time. Effect of diffusion welding time was evaluated by direct observation of the isothermal solidification area of the alloyed surface at 1200°C. Observation of microstructures and microanalysis in cross sections were conducted, and the joint strengths were measured.

The results showed that suitable weldment was obtained by using the following condition; welding time 1 hour at 1200°C and diffusion treatment time 10 hours or more.

*原稿受付 昭和58年12月5日 (昭和58年度秋季全国大会にて発表)

**正 員 (株)日立製作所 Member, Hitachi Ltd.

*** (株)日立製作所 Hitachi Ltd.

1. 結 言

Ni 基超合金同志を接合するに当たり被接合材の表面