

## CO<sub>2</sub> レーザを用いたアルミニウムの表面合金化（第7報） —合金化層の形成過程—

北海道立工業試験場 ○赤沼正信, 田中大之  
北海道大学工学研究科 佐藤貴紀, 高橋義美, 池田正幸

### 要 旨

合金化粉末を塗布した Al 表面に, レーザ光を照射することによって, 合金化層が形成される過程を実験的に検討した. 特に, TiO<sub>2</sub>-Ni 複合粉末を用いた表面合金化では TiO<sub>2</sub> と Ni, それぞれの成分が Al 基材と反応する過程について, さらにそれぞれの反応が合金化層の均一化に及ぼす影響について検討した.

### 1. はじめに

本研究では, これまで均一な合金化層を形成するためにはレーザ光の吸収と Al 基材との反応性を重視した新たな合金化材料の開発が必要であるとの考えに基づき TiO<sub>2</sub>-Ni 複合粉末を試作した. さらに, これを用いて合金化層の形成実験を行い, TiO<sub>2</sub>-Ni 複合粉末の有効性を明らかにした<sup>1) 2)</sup>. 本報告では, 合金化反応が過渡期とみなせるレーザ光の照射停止部分を観察し, 分析することにより, TiO<sub>2</sub> と Ni それぞれの反応過程と両成分が均一な合金化層形成に果たす役割について検討した.

### 2. 実験方法

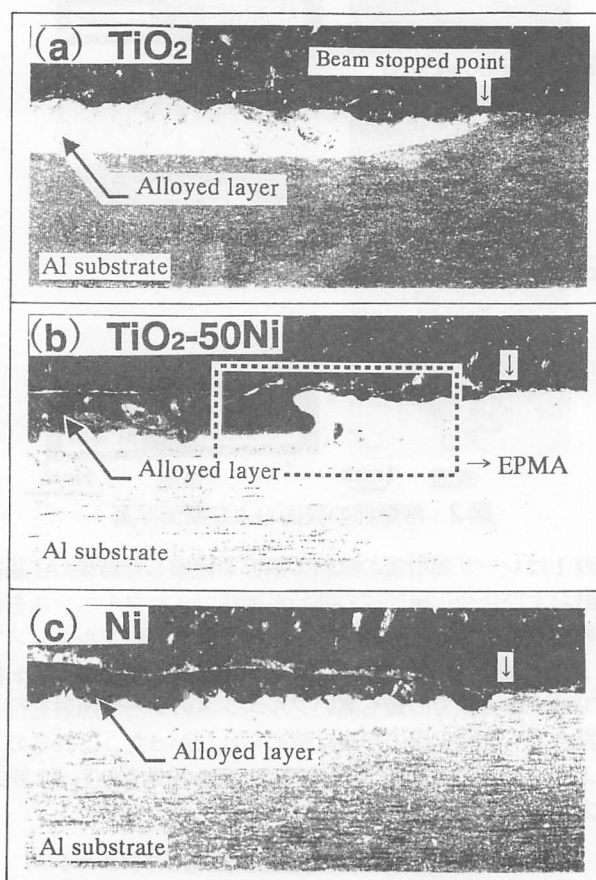
Al 基板には A1050 (100×50×10mm) を用いた. 合金化材料は, 平均粒径 36 μm の Ni 粉末, 平均粒径 15 μm の TiO<sub>2</sub> 粉末, この粉末に Ni を無電解めっきした TiO<sub>2</sub>-Ni 複合粉末 (重量比で 1:1, 以後 TiO<sub>2</sub>-50Ni と記す) を使用した. 粉末の塗布層厚さが 0.2mm 一定となるよう, スリット幅 10mm, 厚さ 0.2mm のプラスチック板をマスクとして用いた. 合金化実験では, 最大出力 3kW, 連続発振, マルチモードの CO<sub>2</sub> レーザ発振器と光学系および X-Y テーブルからなる装置を使用した. レーザビームは放物面鏡を用いて一定のスポット径 2mm に集光した. シールドガス, アシストガスは用いず, 大気中で実験を行った. レーザ照射後, 試料をレーザ走査方向と平行に切断し, その断面を光学顕微鏡で観察し, さらに電子プローブ微小部分分析装置 (EPMA) と微小部 X 線回折装置 (micro-XRD) で元素分析と生成物の同定を行った.

### 3. 結果及び考察

図 1 に Ni, TiO<sub>2</sub> 複合粉末についてレーザ照射を停止した位置付近の断面組織写真を示す. 写真から合金化の定常期からそこに至る過渡期までの組織の変化が観察可能である. 表 1 に合金化層の結晶相を示す.

TiO<sub>2</sub> 粉末を合金化材料として用いた場合 (図 1 (a)), レーザ光の照射開始初期, すなわち安定に合金化層が形成されるまでの過渡期では, TiO<sub>2</sub> はレーザ光の吸収率が大きいので, 最初に表面で熔融する. 次いで, 下層の Al 基材は TiO<sub>2</sub> からの伝導熱により熔融する. しかし, 熔融した TiO<sub>2</sub> は Al との反応性が悪いので<sup>3)</sup>, このレーザ光照射状態では Al 表面で反応せず溶滴となる. そこで, レーザ光をさらに照射すると, TiO<sub>2</sub> と Al とともに温度

Beam traverse direction →



レーザ出力 2 kW  
レーザ走査速度 1 m/min

1mm

図 1 合金化層の断面組織写真

表 1 合金化層の結晶相

Powder	Detected composition
TiO <sub>2</sub>	Al, Al <sub>3</sub> Ti
TiO <sub>2</sub> -50Ni	Al, Al <sub>3</sub> Ti, Al <sub>3</sub> Ni
Ni	Al, Ni, Al <sub>3</sub> Ni, Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub> , AlNi

が十分に上昇し、その結果  $TiO_2$  の還元が徐々に進行し、分解した Ti は Al と反応し、定常的な照射条件では金属間化合物  $Al_3Ti$  を形成する。しかし、合金化層は Al と  $Al_3Ti$  の構成が部分的に大きく変化しており、その組織は不均一となった。

Ni 粉末を用いた場合 (図 1 (c))、Ni は  $TiO_2$  に比べ融点が低いため、過渡期でも容易に溶融する。しかし、レーザー光の吸収率が小さく、また、溶融した Ni は飛散しやすい。その結果 Al 基板への入熱量が少なくなり、Al の溶融深さは  $TiO_2$  の場合に比べて小さい。この場合でも、Ni は Al との反応性が非常に良いため、Al と容易に反応し、金属間化合物を形成する。しかし、レーザー光をさらに照射しても合金化層は厚くならない。定常的に形成される合金化層は複数の金属間化合物が混在した組織となった。

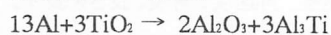
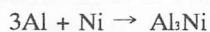
$TiO_2$ -50Ni 複合粉末を用いた場合 (図 1 (b))、 $TiO_2$  粉末の場合 (図 1 (a)) と同様に、まず  $TiO_2$  が溶融し、次いで Al 基板が溶融する過渡期を経て、定常的に合金化層が形成される状態へと移行する、しかし、形成された合金化層は、明らかに 2 種類の金属間化合物がほぼ均一に分布した組織となった。

次に、 $TiO_2$ 、Ni それぞれの Al との反応過程を検討するため、図 1 (b) に示した断面の破線部内に対し、EPMA により元素分析を行った。図 2 に EPMA による組成像と Al, Ni, Ti, O の特性 X 線像を示す。図 2 から合金化元素の Ni, Ti それぞれの分布状態がわかる。Ni は過渡期では  $TiO_2$  表面で球状あるいは塊状となり、さらにレーザー光の照射が続くと溶融した Al と接触し、合金化反応を起こす。 $Al_3Ni$  が形成される際、約 40kJ/mol の急激な発熱があることが確認されている<sup>4) 5) 6)</sup>。この発熱量は、溶融池の温度を 100K 以上、上昇させるのに十分な熱量であると推定される。従って Ni-Al 間の反応は溶融池の温度を上昇させ、 $TiO_2$ -Al 間の反応を加速し、溶融池での合金化元素の拡散を促進する。その結果、合金化層中の金属間化合物が均一に分布した組織となると考えられる。

一方、複合粉末中の  $TiO_2$  は過渡期では図 1 (a) のように球状あるいは塊状とならず、Al 基板表面を覆った状態となってレーザー光の吸収を一定に保ち、Al を溶融させ、次第にその温度を高くする。定常的に Ni-Al 間で合金化反応が起こると、 $TiO_2$  の還元が急速に進行し、その結果分解した Ti と O はともに Al と反応し、それぞれ  $Al_3Ti$  と  $Al_2O_3$  が形成される。

#### 4. おわりに

1)  $TiO_2$ -Ni 複合粉末を用いた Al の表面合金化において、Al の溶融池では基本的に次の反応が起こっていると考えられる。



2) 複合粉末を用いた場合、合金化層の形成過程で  $TiO_2$  はレーザー光の吸収率が大きく、一方 Ni は Al との反応性が高いという両材料の特長が発揮され、それらの相乗効果によって合金化層の組織が均一になることが明らかとなった。

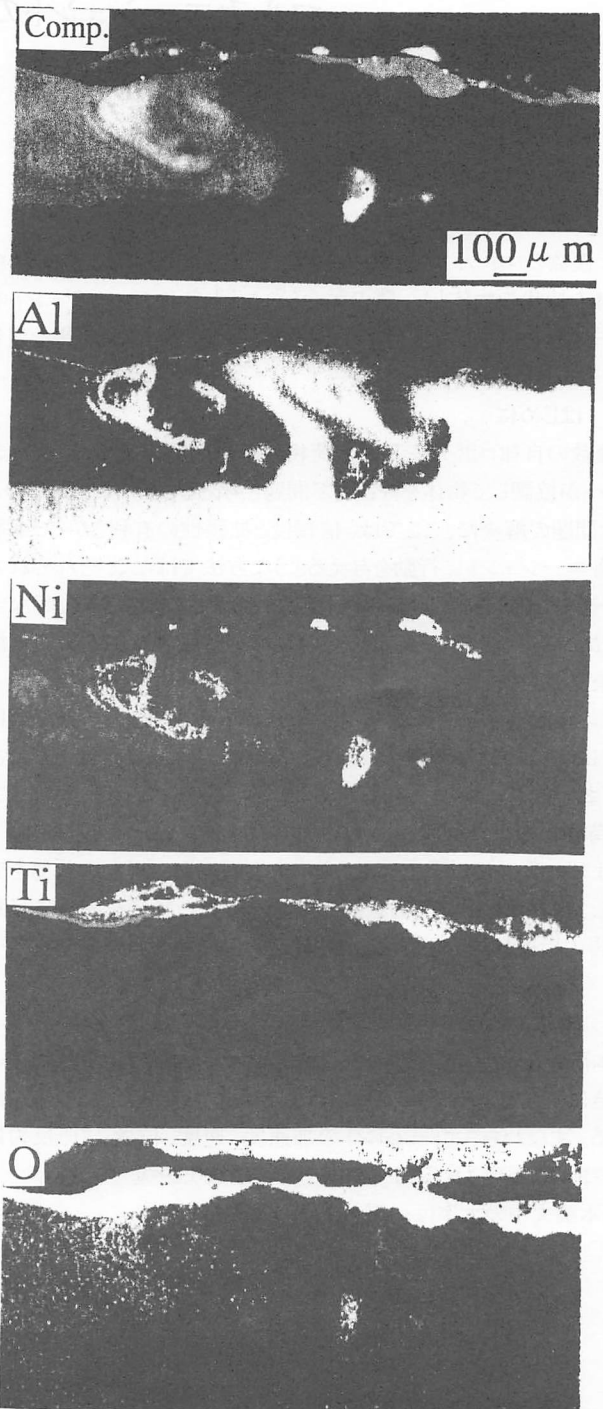


図2 合金化層断面での特性X線像  
( $TiO_2$ -50Ni 複合粉末を利用した場合)

#### 参考文献

- 1) 赤沼他：精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集，(1997)336
- 2) 佐藤他：3学協会北海道支部学術講演会講演論文集，(1999)44
- 3) 赤沼他：表面技術協会誌，Vol.50, No.3, (1999)289-293
- 4) L.F.Mondolfo：Structure and Properties, (1976)338
- 5) 井上他：軽金属，Vol.44, No.11, (1994)658
- 6) 赤沼他：精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，(1998)360