## 平成24年度戦略的基盤技術高度化支援事業

# 「革新的燃料噴射技術を実現するための金属ガラスと 結晶金属の複合化溶接技術の研究」

研究開発成果等報告書

平成25年3月

委託者 九州経済産業局

委託先 一般財団法人 九州産業技術センター

## 目 次

| 第1章 研究開発の概要 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・                  |
|---|
| 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標 ・・・・・・・・・・・・・・・・1                            |
| 1-2 研究体制5   |
| (研究組織・管理体制、管理員及び研究員、協力者)  |
| 1-3 成果概要7   |
| 1-4 当該研究開発の連絡窓口 ・・・・・・・・・・・8                                      |
|   |
| 第2章 本論—(1) ガラス形成能の高い金属ガラス(ベリリウムフリー)の選定 ・・・・・・・・9                  |
| 2-1 研究開発の背景・研究目的及び目標 ・・・・・・・・・・・・・・・・9                            |
| 2-2 高度化目標と技術的目標値 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・9                          |
| 2-3 研究方法、条件および装置9   |
| 2-4 研究結果と研究成果 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・9                             |
|   |
| 第3章 本論―(2) 接合技術の開発 ・・・・・・・・・・・12                                  |
| 3-1 研究開発の背景・研究目的及び目標 ・・・・・・・・・・・・・・・・12                           |
| 3-2 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ |
| 3-3 高度化目標と技術的目標値 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・             |
| 3-4 研究方法、条件および装置 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・             |
| 3-5 研究結果と研究成果 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・16                          |
|   |
| 第4章 本論―(3) 接合評価技術の開発 ・・・・・・・・・・・21                                |
| 4-1 研究開発の背景・研究目的及び目標 ・・・・・・・・・・21                                 |
| 4-2 高度化目標と技術的目標値 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・             |
| 4-3 研究方法、条件および装置22  |
| 4-4 研究結果と研究成果 ・・・・・・・・・・・・・・・・・22                                 |
|   |
| 第5章 本論―(4) シール性能の定量化と耐久試験 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・    |
| 5-1 研究開発の背景・研究目的及び目標 ・・・・・・・・・・26                                 |
| 5-2 高度化目標と技術的目標値 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・26                       |
| 5-3 研究方法、条件および装置26  |
| 5-4 研究結果と研究成果 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・26                           |
|   |
| 第6音 ちとがき ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・                     |

#### 第1章 研究開発の概要

金属ガラスと結晶金属の溶接技術確立を大きな目標として、ベリリウムフリーの溶接に適したジルコニウム基金属ガラスの入手及び製造方法の開発を行った。そして、レーザー溶接装置を㈱黒木工業所に導入して板状の金属ガラスの継手溶接試験片を製作することで溶接条件の探索、継手強度の評価及び溶接部の詳細な分析を行った。また、溶接継手の非破壊検査、金属ガラスのノズルとしての性能を評価するシール試験の検討を行った。

#### 1-1研究開発の背景・研究目的及び目標

#### 1-1-1 研究開発の背景

現在、日本においては環境問題への解決策としてハイブリッド車及び電気自動車の開発・普及が叫ばれているが、電気自動車の普及にはまだ時間がかかると思われる。一方、欧州においてはディーゼルエンジンによる環境対応が進んでいる。ディーゼルエンジンは日本においてはトラックのPM排出のイメージが強く環境対応のイメージが薄いが、実際にはディーゼル燃料はガソリンに比べ燃費においてガソリン車よりも30%良い。さらに燃料製造時のCO2排出量がガソリンに比べて40%も低い。このことからもディーゼルエンジンは環境対応内燃機関である。日本のハイブリッド車はガソリンエンジンと電気モーターの組み合わせであるが、これを世界一厳しい日本のディーゼル規制をクリアするディーゼルエンジンを開発し、ハイブリッドとすることによってさらにCO2排出量の削減が可能となることが容易に予想される。

ディーゼルエンジンの燃費向上、不完全燃焼による有害排気ガスの削減のために、コモンレールシステムが用いられている。コモンレールシステムとは、燃料噴射システムのことである。従来の直噴エンジンは1サイクルで1回の燃料噴射であったが、与圧部を設けてあらかじめシステム中を高圧の燃料ガスで満たしておき、ニードルバルブと呼ばれる弁を電子制御で開閉させることで、1サイクル中に適時・適量の燃料をシリンダー内に複数回噴射することによって完全燃焼を促すシステムのことである。

現状のシステム内圧は 180~200MPa 程度であるが、さらに高圧化することよって噴射される燃料 液滴を微細化することができ、完全燃焼させることができるため、さらに 250MPa まで高圧力化が進むことが予定されている。

次項図1-1-1に示すようにインジェクションノズルは、ニードルバルブを電子制御によって上下させ 噴射口を開閉させて燃料ガスを噴霧する仕組みとなっている。適切な噴射口の開閉を保つためにニードルバルブ及びノズル先端部の加工精度を非常に高く設計し、さらに高い圧力でニードルを押さえ つけることによってわずかに弾性変形を起こさせて噴射口のシール性を保っている。しかし鍛造合金 鋼製のこの部材は長期の使用によって傷つき、燃料漏れが発生して本来の適時・適量の燃料供給ができなくなるという現象が発生している。そのために、燃料の完全燃焼を阻害する問題が発生している。

この問題を解決するためにシール性を容易に確保できる新しいインジェクションノズルの開発が望まれている。

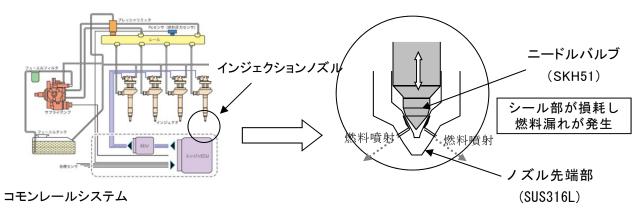
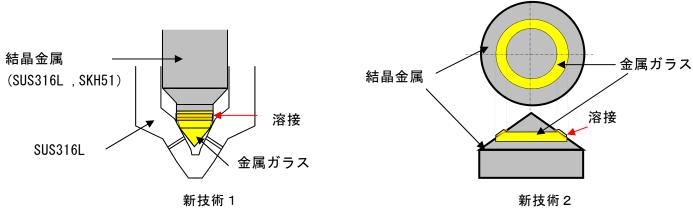


図 1-1-1 コモンレールシステム及びインジェクションノズル (従来技術)

そこで、図 1-1-2 に示すようにバルブ部先端部を金属ガラスとすることによってシール性を容易に確保でき、耐久年数の向上を図れる革新的なインジェクションノズルの開発が今回の開発目標である。



(実物に近い円柱形状金属ガラスの継手溶接)

(リング状金属ガラスの面溶接)

図 1-1-2 金属ガラスを活用したインジェクションノズル (新技術)

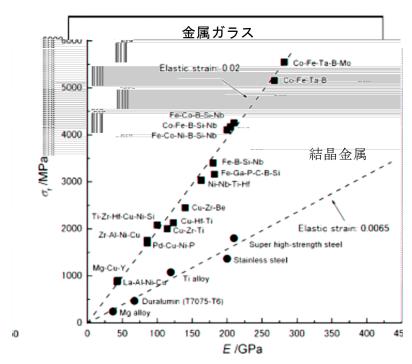


図 1-1-3 金属ガラスと結晶金属の強度  $\sigma$  と ヤング率 E の関係

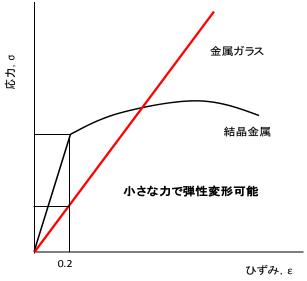


図 1-1-4 金属ガラスと結晶金属の 強度 σ とヤング率 E の関係

金属ガラスは一般材料の2倍の強度を持ちながらヤング率が1/3であるという特異な特性を持った合金である(図1-1-3)。ヤング率が1/3ということは、図1-1-4に示すように1/3の圧力で一般金属と同等の弾性変形量が与えられるということである。

さらに、弾性変形量も一般材料が0.65%とされているのに対して金属ガラスは2%と約4倍の値を示す。

つまり、バルブが噴射口にゴムのように密着することになるので燃料混合ガスのシール性が容易に保たれ、バルブを押さえつける負荷も1/3程度に小さくすることができるため疲労強度が10倍程度上昇する。また金属ガラスは、ヤング率は低いのだが強度が高いので摩耗特性に問題はなく耐久性も飛躍的に上昇する。

さらに、バルブの加圧力を小さくできることによってニードルの小径化が可能となり、小径化してバルブが軽くなることによって応答性も良くなる。

この要件を満たすために、数年前から金属ガラスの溶接について世界トップクラスのポテンシャルを有する熊本大学と㈱黒木工業所は連携してジルコニウム(Zr)基金属ガラス(ZB( $Zr_{41}Be_{23}Ti_{14}Cu_{12}Ni_{10}$ ))の溶接技術の研究を行ってきた。その実績を踏まえて、接合技術の研究開発を行う。

金属ガラスにはジルコニウム基のほか、鉄(Fe)、コバルト(Co)、ニッケル(Ni)やチタン(Ti)基など様々な種類が発見されているが、これまでの実績を踏まえてジルコニウム基の金属ガラスを選定する。また、これまで研究してきた金属ガラス ZB には、ガラス形成能を高めるためにベリリウム(Be)が含まれている。しかし、ベリリウムは有害元素であるため、川下企業より提案された有害元素を含まないジルコニウム基金属ガラスを選定する。

#### 1-1-2 研究目的

ディーゼルエンジンの完全燃焼を促すシステム、高圧型コモンレールのインジェクションノズルにおいて、ニードルバルブとノズル先端部の接触部の損耗によるシール性の低下により燃料漏れが発生し、本来の低燃費走行に弊害をきたしている。そこで、ニードルバルブ先端部に弾性変形しやすく高強度な金属ガラスを溶接する技術を確立することにより、シール性を容易に確保でき、燃費の向上につながる革新的燃料噴射技術の確立を目指す。

#### 1-1-3 研究目標

金属ガラスとは図 1-1-3-1 に示すようなアモルファス構造をもった合金である。従来から知られているアモルファス合金と金属ガラスとの違いは、図 1-1-3-2 に示すように溶融状態から凝固するまでの臨界冷却速度にある。冷却線が結晶化カーブにかかると結晶化する。アモルファス合金は 10<sup>6</sup>K/s 程度の極めて大きな冷却速度が必要であるため、箔状あるいは針状の肉厚のないものしか製造できない。一方、金属ガラスは組成によって異なるが、1~100K/s程度の冷却速度でアモルファス構造を保つことができるため、cm 単位の比較的大きな構造物を鋳造法などで製造できる。

この構造をもつことにより転位に対する抵抗が強くなり、前項図 1-1 で述べたように高強度、低ヤング率という特徴を示すようになり、引張強度は結晶金属の SUS の約 2 倍の強度を持ち、なお且つ弾性変形しやすいといった強靭な合金である。

また耐食性についても非常に優れている。結晶金属の場合、一般的に結晶粒界の保護膜が 壊れやすくそこから腐食が発生するが、アモルファス構造体の場合結晶粒界が存在しないので 保護が安定に保たれ、極めて優れた耐食性をもつ。加えて軟磁性を持った金属ガラスも存在す る。

さらに金属ガラスは結晶構造を持たず、結晶化温度以下まで加熱するとガラスのように水飴 状態になり、鋳造した場合は金型に対してナノオーダーの精度の優れた転写特性を持つ。

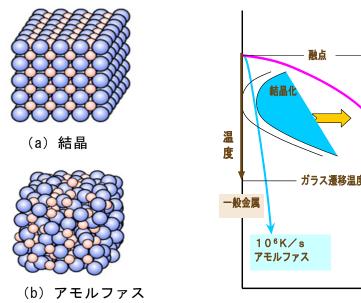


図 1-1-3-1 結晶とアモルファスの 原子構造の比較(模式図)

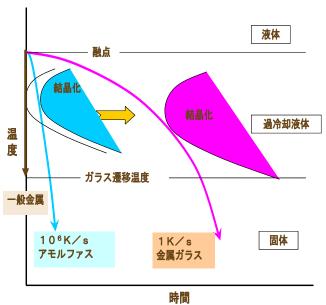


図 1-1-3-2 臨界冷却速度概念図

#### ・難接合材(異種材料)の溶接技術の向上

数々の優れた特性を持つ金属ガラスであるが、金属ガラス自体高価であるため、そのアプリケーションは微小ギアなど金属ガラス単体で構成された微細な構造物でしか開発が進んでいない。その理由は結晶金属との溶接技術が確立していないためである。

そこで金属ガラスを必要な部分だけに適用できるように一般的に流通している結晶金属との接合技術を研究開発することによって、その応用範囲を自動車部品にとどまらず、一般産業機械やプリント基盤など他の分野へと発展させることを目指す。

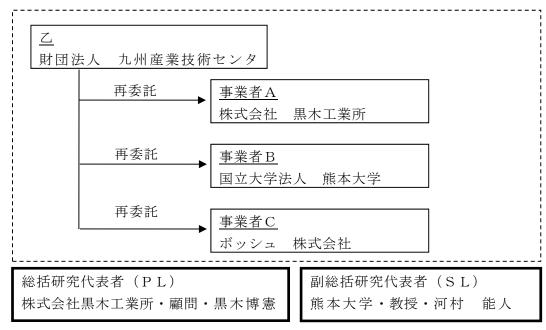
#### ・溶接品質及び信頼性の向上

強度の高い結晶金属は一般的に硬質で精密加工しにくく、使用中に噴射ロとバルブの接触面が損耗し、シール性が不足して燃料漏れを起こしてコモンレール本来の適時・適量の燃料ガスを噴射できるという役割を果たせなくなる。今後さらに高圧となるコモンレールには、この兆候が顕著になることが予測される。

そこで、システムの高性能化を行うため、ノズルと接触するバルブ先端部に、ヤング率が低く 且つ強度を満足し、弾性変形量が大きい金属ガラスを用いた複合材料化を図る。これによって、 ノズル先端部のシール性を長期にわたり保つことを容易にする。また、今後バイオ燃料の適用 が見込まれる中、従来の素材では耐食性に問題が出てくることが課題となっているが、この点 も金属ガラスを適用すれば克服でき、世界初の耐高圧、耐バイオ燃料用の高性能製品にな る。

## 1-2 研究体制(研究組織・管理体制、研究員及び管理員、協力者)

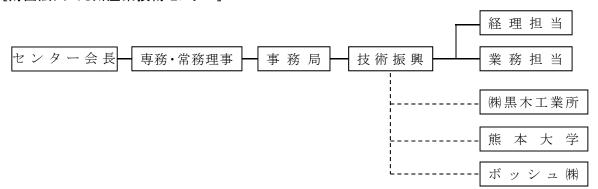
#### 1-2-1 研究組織



#### 1-2-2 管理体制

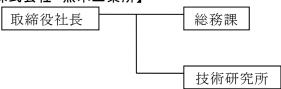
#### ① 事業管理者

「財団法人 九州産業技術センター]

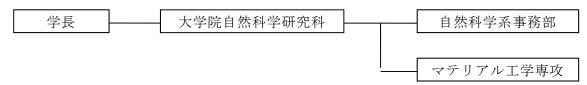


## ② 再委託先

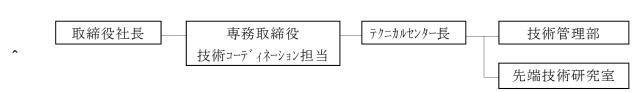
## 【株式会社 黒木工業所】



## 【国立大学法人 熊本大学】



## 【ボッシュ 株式会社】



## 1-2-3 管理員及び研究員

## ① 管理員

|          | 氏 | 名 |   | 所属·役職  |      |  |
|----------|---|---|---|--------|------|--|
| 二階堂 正憲 3 |   |   |   | 技術振興部長 |      |  |
| 田        | 中 | 和 | 光 | 技術振興部  | 部長   |  |
| 住        | 吉 | 智 | 子 | 技術振興部  | 課長代理 |  |

## ②【再委託先】研究員

株式会社黒木工業所 技術研究所

|   | 氏 | 名  |   | 所属·役職       |
|---|---|----|---|-------------|
| 黒 | 木 | 博  | 憲 | 顧問          |
| 澤 | 井 | 直  | 久 | 技術研究所•主任    |
| 佐 | 藤 | 眞  | 弓 | 技術研究所•研究員   |
| 許 | 斐 | IJ | か | 技術研究所 • 研究員 |

## 国立大学法人 熊本大学

|   | 氏 | 名 | 所属•役職    |
|---|---|---|----------|
| 河 | 村 | 能 | 人工学部·教授  |
| 金 |   | 鍾 | 兹工学部·研究員 |

## ボッシュ 株式会社

|   | 氏 | 名 |   | 所属•役職                |
|---|---|---|---|----------------------|
| 宮 | 島 | 雅 | 史 | テクニカルセンター・<br>マネージャー |

#### 1-3 成果概要

これまで、このプロジェクトのグループは、ガラス形成能の高いベリリウムを含有するジルコニウム 基金属ガラスについて、金属ガラスと結晶金属の高エネルギービーム溶接による接合を電子ビーム 溶接によって実施し、接合方法を発明した。

ベリリウム含有金属ガラスでは、一般のユーザーが使用する自動車の部品としては、適当ではないため、ベリリウムを含まないガラス形成能の低いジルコニウム基の金属ガラスと結晶金属との高エネルビーム溶接法を探索したが、それまでの電子ビーム溶接では、それらの良い接合方法を見出すことができなかった。

本研究では、導入したレーザー溶接装置を用いて溶接方法及び溶接条件について探索し、板状の金属ガラスと SUS316L の異材溶接で目標の 88%の継手強度を達成、結晶材料を SUS316L から SKH51 に変更したところ、板状材料を用いた基礎試験では、目標値の 153%という高い継手強度を達成した。丸棒の溶接においても目標の 119%の継手強度を達成している。

#### ・金属ガラスの開発

本研究ではベリリウムを含有しないジルコニウム基の金属ガラスを開発するに当たって、溶接時にブローホールなどの溶接欠陥を生じにくいジルコニウム基の金属ガラスの製造方法を確立し、結晶金属との溶接テストに供すること、そしてさらに溶接しやすい金属ガラスを開発することを目標としている。昨年度は、板状材料では欠陥のない材料の開発ができたが、丸棒に関しては、ボイド、結晶化が発生していたため、今年度はレーザー溶接に供するための金属ガラス(丸棒)の製造方法の開発を実施した。結果、欠陥のない健全な金属ガラスが作成できた。

#### 溶接条件の探索

本研究で導入したレーザー溶接装置を用いて溶接方法及び溶接条件について探索し、板状の金属ガラスと SKH51 の異材溶接で目標の 116%の継手強度を達成した。最終年度は開先形状を変更することで、板状材料で目標の 153%の継手強度を達成した。

そして、本研究で作製、導入した回転治具を用いて溶接した実物に近い円柱形状の継手溶接についても、板状材料で得られた溶接条件を基に最適溶接条件の探索を行った。結果、曲げ試験に置いては目標の119%を、引張試験においては139%の接合強度を達成した。

また、図 1-1-2 に示す新技術 2(重ね溶接)についての予備実験を、本年導入したビーム径を大きくした出射ユニットを用いて行った。しかし、重ね溶接はかなり困難であることがわかった。

#### ・接合評価技術の開発

板状の溶接試験片を用いて、非破壊検査である X 線 CT 検査を行い、溶接欠陥の品質評価方法について予備的研究を行った。

丸棒の溶接試験片の3点曲げ試験及び引張試験の冶具を作製してそれぞれの試験を行い、接合強度の測定を行った。結果、目標値である SUS316L の降伏強度以上の接合強度を達成していることが確認された。

#### ・高圧シール性試験方法の確立

本年度は、実機に近い構造へと改善した試験装置及び冶具の設計、製作を行い、従来ニードルバルブをして使用している SKH と、金属ガラス単体でニードルバルブを模した試験体を作製し、シール試験を行った。結果、金属ガラスの方が SKH に比べてシール性に優れることが確認された。

#### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

財団法人 九州産業技術センター

〒812-0013 福岡市博多区博多駅東二丁目 13番 24号

TEL(092)411-7394 FAX(092)472-6688

(経理担当者)技術振興部 次長 濵田和彦 E-mail:hamada@kitec.or.jp

(業務管理者)技術振興部 部長 田中和光 E-mail:tanaka@kitec.or.jp

#### 第2章 本論―(1) ガラス形成能の高い金属ガラス(ベリリウムフリー)の選定

鋳造法で製造する金属ガラスは、鋳型の材質や鋳造環境によって不純物が介入することがある。この不純物が溶接時にガス化してブローホールとなることがこれまでの研究からわかっている。そこで金属ガラスの製造方法を研究することによって高品質な材料を入手し、ブローホールの発生を抑制する。1次年度選定されたベリリウムフリー金属ガラス中の不純物の介入を抑えた板材及び円柱状材料の製造方法の開発をする。

#### 2-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

鋳造法で製造する金属ガラスには、鋳型の材質や鋳造環境によって不純物が介入することがあり、この不純物が溶接時にガス化してブローホールが発生する。そこで熊本大学のこれまでの研究成果をもとに、このブローホールの発生を抑制した高品質な金属ガラスの板材及び円柱状材料の製造方法を開発する。

#### 2-2 高度化目標と技術的目標値

### 2-2-1 照明技術の開発

#### (1) 高度化目標

既存の金属ガラスは溶接時の発生する欠陥(ブローホール)が発生しやすく、これが発生すると脆弱となる。これは金属ガラスの溶接技術が無かったために、溶接に適した金属ガラスの開発がまったく行われていないことに起因している。本研究テーマでは、金属ガラスの溶接特性を向上させた新しい製造プロセスの開発を目標にする。

#### (2) 技術的目標値

ベリリウム(Be)を含まず、ガラス形成能に優れ、ブローホールなどの欠陥が発生しにくく、金属ガラスと結晶金属(ステンレス)溶接時に、溶接特性が優れる金属ガラスの製造プロセスを開発する。

#### 2-3 研究方法、条件および装置

- 金属ガラスの製造プロセスによる鋳造性及びガラス形成能調査
- 金属ガラスの結晶化程度の調査

#### 2-4 研究結果と研究成果

#### 2-4-1 板材の製造プロセス

本研究に使用した金属ガラスはベリリウムフリーのジルコニウム基の金属ガラスである。 図 2-4-1 にそれぞれの製造方法で製造された金属ガラスの板材のミクロ組織写真を示した。 従来及び平成 22 年度のプロセスで制作された金属ガラスには小さな結晶相が存在してい る。このような結晶相は金属ガラスの優れた特性を阻害する要因となる。

そこで、平成 22 年度のプロセスで作製された金属ガラスの内部の結晶相を除くために新しい鋳造プロセスを開発した。結晶相の生成に影響を与える不純物及びガスを除くために、原料のディガス(脱ガス)処理の条件及び溶湯の注入速度の最適化を行い製造した金属ガラスの組織写真を(c)に示した。 結晶相がない金属ガラスを確認した。

#### 2-4-2 円柱状材料の製造プロセス

図 2-4-3 にそれぞれの製造方法で製造された金属ガラスの円柱状材料のミクロ組織写真を示した。((a) 従来のプロセス(b) ディガス処理の最適化(c) ディガス処理及び溶湯の注入速度 ) 従来のプロセスで製造された金属ガラスの内部には結晶相及びボイドが存在していて、このような結晶相及びボイドは金属ガラスの特性を低下するだけではなく溶接後の溶接欠陥で存在する可能性が非常に高い。従来のプロセスで製作されたディガス処理の最適化条件で製造された金属ガラスより結晶相が大幅に減っているのを確認した。しかし、一部結晶相が少量だが存在を確認した。

最終的に 処理及び溶湯の注入速度の最適化条件で製造された金属ガラスは結晶相が無いことを確認した。

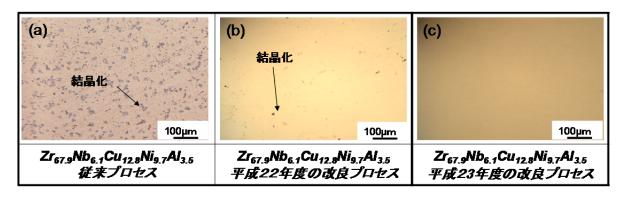


図 2-4-1 金属ガラスの板材のミクロ組織

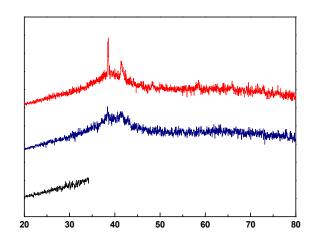


図 2-4-2 金属ガラスの板材の XRD の結果

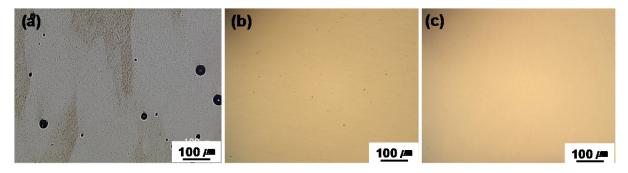


図 2-4-3 金属ガラスの円柱状材料のミクロ組織

#### 第3章 本論―(2) 接合技術の開発

金属ガラスと結晶金属の最適溶接方法の探索を行った。また、得られた試験片の継手強度測定及び詳細な分析を行った。

レーザー溶接装置及び高精度な溶接用回転治具を導入した。

#### 3-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

異材溶接を行うと、結晶化が起こりやすくなることが知られている。そこで、ビーム出力を調整することや、ビーム照射位置等を最適化し、良好な接合が出来る溶接方法を開発する。

#### 3-2 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

第2章で選定した金属ガラスを用いて溶接継手サンプルを製作し、その継手強度や溶接による結晶化やブローホールの発生具合等を評価する。このデータをフィードバックして更に溶接に適した金属ガラスの選定に反映させることで、最適な接合技術の開発を行う。

#### 3-3 高度化目標と技術的目標値

#### 3-3-1 溶接条件の確立

#### (1) 高度化目標

板状の材料を用いて金属ガラスと結晶金属のレーザー溶接を行い、溶接機のビーム出力、 パルス間隔、溶接速度等を調整することによって、金属ガラスが結晶化せず、十分な継手強 度が得られる溶接方法を探索する。

#### (2) 技術的目標値

金属ガラスが結晶化を起こさず、曲げ強度において SUS316L の降伏強度と同等以上の継手強度を持たせることのできる溶接条件を探索する。板状継手について、曲げ試験により強度測定を行うとともに、X線回折により強度に影響を及ぼす結晶化の有無について詳細な分析を行う

#### 3-4 研究方法、条件および装置

## 3-4-1 板材の異材継手溶接条件の確立

供試材料として、ベリリウムフリーのジルコニウム基金属ガラスを使用して、図 3-4-1-1 に 示すレーザー溶接装置を導入してレーザー溶接テストを行った。(金属ガラスの継手溶接を 行う際、溶接部位の結晶化(結晶化した部分は非常に脆く、接合強度や耐食性が低下して その優れた特性が失われる)を防止するためには100°C/sの冷却速度が必要である。その ため、溶接入熱を下げて冷却効率を上げるためにエネルギー密度の高いレーザー溶接装置 が必要で、そのためはファイバーレーザー溶接装置を必須とする。)

最初に金属ガラス単体にビームを照射して溶融凝固させるビードオン溶接を行い、貫通溶接が可能で、且つ結晶化の起こらない溶接条件を探索した。その条件を基に結晶金属との 異材溶接試験を行った。

結晶金属には SUS316L 及び SKH51(SKH)を使用し、溶接条件を変化させて溶接を行った。

試験片の評価は、簡易強度テスト(人力による強度評価)と断面組織を観察することによって結晶化の有無を簡易判別し、詳細な分析は X 線回折法にて評価した。図 3-4-1-2 に例を示す。

レーザー溶接装置の主な仕様

| 項目      | 仕様        | 特徴             |
|---------|-----------|----------------|
| レーザータイプ | ファイバーレーザー | 高品質なビーム特性が得られる |
| 最高出力    | 2kW       | 比較的低出力な溶接      |



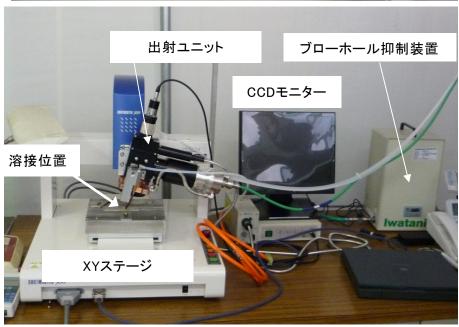
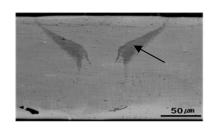


図 3-4-1-1 ブローホール抑制機能付レーザー溶接装置外観



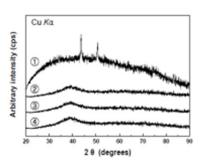


結晶化組織

健全な溶接断面

(a)断面組織例





(b)X 線回折結果例 図 3-4-1-2 溶接断面評価例

継手強度を 3 点曲げ試験にて測定した。また溶接方法により互いの金属が溶け合って起こる成分変化により、ガラス形成能が変化して継手性能に影響が出るため、エネルギー分散型 X 線分光(EDS: Energy Dispersive X-ray Spectrometry)装置を使用して、溶融部断面の元素分布を測定した。

#### 3-4-2 円柱材料の異材継手溶接条件の確立

供試材料として、 $\phi$ 3mm×約 30mm のベリリウムフリーのジルコニウム基金属ガラスを使用し、結晶金属には $\phi$ 3mm×約 30 mmの SKH51(SKH)を使用した。溶接は、本研究で導入した回転治具を用いて試験片を固定し、一定速度で回転させながら溶接を行い、溶接条件を変化させながら円周溶接を行った。

試験片の評価は、簡易強度テストと断面組織を観察することによって結晶化の有無を簡易判別し、詳細な分析はX線回折法にて評価した。

そして継手強度を3点曲げ試験及び引張試験にて測定した。また EDS 装置を使用して、 溶融部断面の元素分布を測定した。

#### 3-5 研究結果と研究成果

#### 3-5-1 異材継手溶接条件の確立

板状の試験片を用いて異材継手溶接を行い、最適な溶接条件の探索を行った。結晶金属として SUS316L 及び SKH51 を用いた。

また、円柱状の異材継手についても溶接条件の探索を行った。

## 3-5-1-1 SUS316L と金属ガラスの板材異材継手溶接試験

ビードオン溶接テストで貫通溶接が行えた溶接条件範囲で、異材溶接継手(SUS316L と 金属ガラス)の条件探索を行った。

結果の一部を図 3-5-1-1 に示す。簡易強度評価で合格したものを熊本大学にて詳細分析を行った。

結果、目標の SUS316L の 3 点曲げ降伏強度の 88%の強度が得られた。図 3-5-1-1 に断面観察結果を示す。ある程度の継手強度が得られた溶接条件の断面組織においても、結晶金属の溶出に起因したと思われる結晶化が見られた。

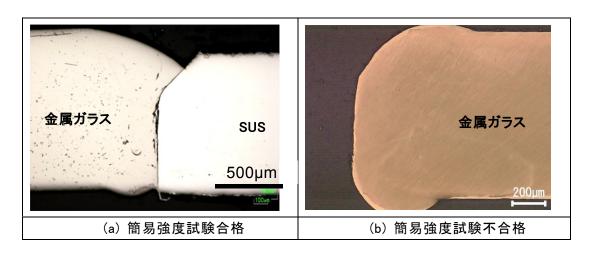


図 3-5-1-1 異材継手溶接の断面観察例

#### 3-5-1-2 SKH51 と金属ガラスの板材異材継手溶接試験

SUS316L と金属ガラスでの異材継手溶接の場合、継手強度は目標の 88%まで達成できた。しかし、目標値に対して十分な継手強度が得られなかったため、川下企業の指示があり、結晶金属の種類を SUS316L から SKH51 へと変更した。それぞれの化学成分及び機械的特性を表 3-5-1-2-1 及び表 3-5-1-2-2 に示す。

SKH51 は従来のニードルバルブに使用させている高強度材料である。本研究のテーマである、押し付け荷重が軽減されることで、SKH51 ほどの材料強度は必要ないという考えで SUS を対象としてきたが、目標の継手強度を達成するために、結晶金属の対象を変更し研究を進めた。

SKH51 の本研究に対する優位性としては、①熱伝導率が高いために溶接時の冷却速度が大きくなり、溶接部の冷却速度が速くなり 結晶化の発生が抑制されること、②熱膨張係数が低いため、溶接後の残留応力が低減されるので溶接が容易になるという点がある。

|         | С             | Cr                  | Ni                  | Мо                | w             | V             |
|---------|---------------|---------------------|---------------------|-------------------|---------------|---------------|
| SUS316L | ≦0.03         | 16.00<br>~<br>18.00 | 12.00<br>~<br>15.00 | 2.00<br>~<br>3.00 | I             | I             |
| SKH51   | 0.80<br>~0.88 | 3.80<br>~4.50       | -                   | 4.70<br>~5.20     | 5.90<br>~6.70 | 1.70<br>~2.10 |

表 3-5-1-2-1 各材料の化学組成規格(%)

|         | 熱伝導率<br>W∕m•K | 熱膨張係数<br>×10 <sup>-6</sup> /K |
|---------|---------------|-------------------------------|
| SUS316L | 16.7          | 17.3                          |
| SKH51   | 27            | 11.9                          |

SUS316Lと金属ガラスとの異材継手溶接条件を参考に、SKHと金属ガラスの板状異材継手溶接条件の探索を行った。SUSとの組み合わせの場合に比べ、若干入熱の高い条件で溶接が行えたことがわかった。また、入熱を上げたにもかかわらず、HAZ部に結晶化は見られなかった。これは先に述べたように、SKHの熱伝導率が高いことに起因している。

金属ガラスの相手材として SKH51 を用いて異材溶接を行った継手と、SUS を相手材とした継手の、断面組織観察及び EDS によって Fe の成分分布を測定した結果を図 3-5-1-2-1に示す。

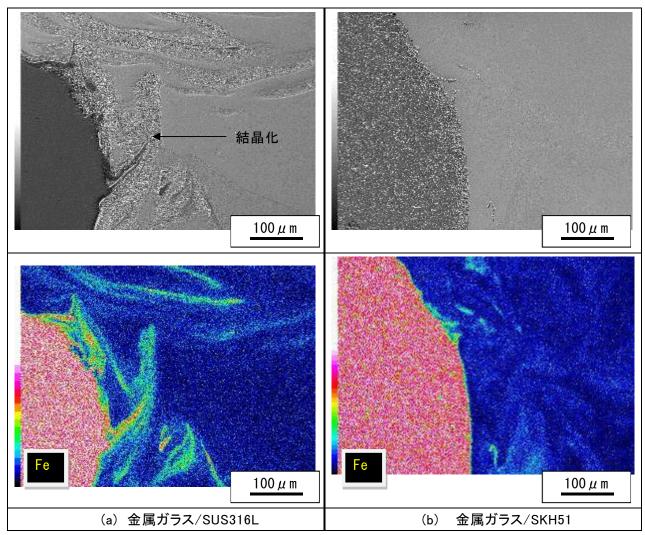


図 3-5-1-2-1 板材の異材継手溶接の断面分析結果 (結晶材料の影響)

図 3-5-1-2-1 を見ると、SUS316L を相手材にした場合に比べ、SKH51 を相手材にした場合は明らかに溶接金属中への結晶金属の溶出が少ないことがわかる。これは、SKH の熱伝導率が高く、溶接中の冷却速度が速いために、SKH が溶出する温度以上に加熱保持される時間が短くなったためではないかと思われる。

3 点曲げ試験の結果、金属ガラスと SKH の組み合わせでは目標値の 153%の接合強度 が得られた。

#### 3-5-1-3 円柱状材料の異材継手溶接試験

前述の板状試験片を用いた溶接条件の探索を行った結果を参考にして、高精度回転治具を用い、 $\phi$ 3 mmの円柱状材料の金属ガラスと SKH51 の異材継手溶接試験を行った。図 3-5-1-3-1 に円柱材料の異材継手溶接試験片の外観を示す。溶接後は簡易強度の評価、断面観察をして結晶化の有無を評価し、簡易強度評価で合格したものを熊本大学にて詳細分析を行った。

接合強度の測定として3点曲げ試験及び引張試験を行った。

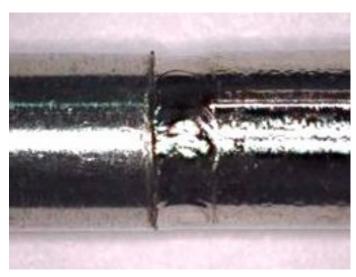


図 3-5-1-3-1 円柱材料の異材継手溶接試験片外観

引張試験の結果、目標の 139%の接合強度が、3 点曲げ試験の結果、目標の 114%の 接合強度が得られている。

以上のことから、レーザービームを利用して SUS316L の降伏強度を超える接合強度を持った結晶金属 SKH と金属ガラスの異材継手溶接が行えることがわかった。

表 3-5-1-3-1 に接合強度測定結果のまとめを示す。

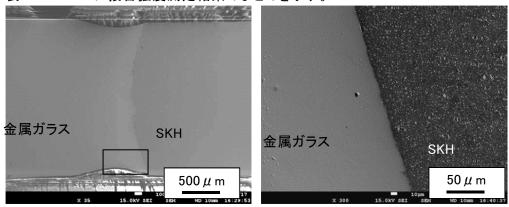


図 3-5-1-3-2 円柱材料の異材溶接継手の断面分析結果例

表 3-5-1-3-1 異材溶接継手溶接(SKH/金属ガラス)接合強度測定結果一覧

| 継手形状 | 引張試験 | 3 点曲げ試験 |  |
|------|------|---------|--|
| 板材   | _    | 153%    |  |
| 円柱材料 | 139% | 114%    |  |

#### 3-5-2 重ね溶接試験

図 3-5-2-1 に示す重ね溶接(新技術 2)についての実験を行った。使用材料は、薄板状金属ガラスを溶着材料とし、SKH 材を母材として使用した。重ね溶接では、溶着材料を広い範囲で加熱する必要があるため、デフォーカスを行って溶接を行った。

デフォーカス量、レーザー出力、周波数等変化させてみたが、母材をほとんど溶融させずに、溶着金属のみを溶融させる溶接が行えていない。図 3-5-2-2 に溶接結果の一部を示す。全く接合できずにすぐにはがれてしまうもの(例1)、溶着はしているが母材と融合してしまい、激しく結晶化してしまっているものの(例2)どちらかであり、大変困難な溶接方法であることがわかった。

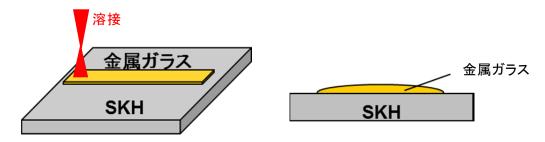


図 3-5-2-1 重ね溶接試験模式図

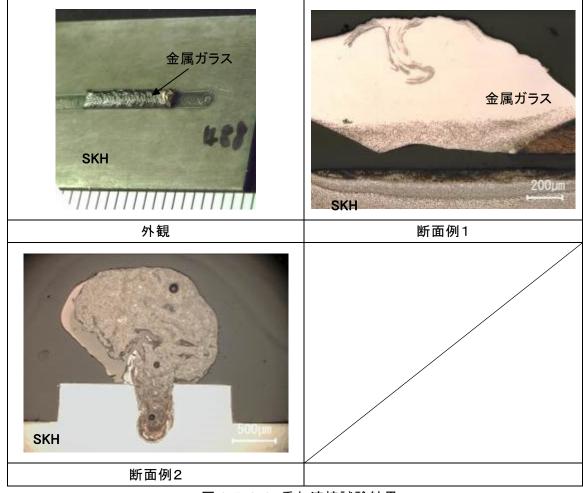


図 3-5-2-2 重ね溶接試験結果

#### 第4章 本論―(3)接合評価技術の開発

非破壊検査技術の開発及び円柱状継手の接合強度試験法の開発を行った。非破壊検査技術の開発では、立体構造品の検査に適している X 線 CT を試行し、探傷精度の確認を行った。接合強度試験法の開発については、3 点曲げ試験、引張試験を行った。

#### 4-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

自動車用部材である燃料噴射ノズルの品質管理は重要な項目である。立体構造の継手に対して放射線探傷などの非破壊検査を行い、実際に破壊検査をした結果と照らし合わせるなどして品質評価方法の研究を行う。

また、実物に近い円柱形状並びにリボン状の金属ガラスの接合については、強度測定方法が確立されていないため、まず強度測定方法の検証を行い、その検証結果により、強度測定を行う。

#### 4-2 高度化目標と技術的目標値

#### 4-2-1 非破壊検査技術の開発

#### (1) 高度化目標

製品を破壊することなく、実物に近い円柱形状継手の溶接欠陥の有無を評価する方法を確立する。溶接欠陥の探傷精度を確認する。さらにコストを抑える必要があるため、短時間で簡便に評価できる検査方法である必要がある。

#### (2) 技術的目標値

板状の摸擬試験片により、放射線探傷などの非破壊検査と破壊検査をして、溶接欠陥 の品質評価方法について予備的研究、データ収集を行う。

#### 4-2-2 円柱状継手の接合強度試験法の開発

#### (1) 高度化目標

実物に近い円柱形状の金属ガラスの接合については、強度測定方法が確立されていないため、まず強度測定方法の検証を行い、その検証結果により、強度測定を行う。

#### (2) 技術的目標値

板状の試験片の場合、通常行われている 3 点曲げ試験を行うことによって、強度及び変形量が測定できるが、微小な円柱状試験片では固定が上手くいかないことや、試験に均等に力が伝わりにくいといった理由で確立されていない。

そこで、冶具を新たに考案して、3点曲げ試験よる強度測定方法の検討を行う。

#### 4-3 研究方法、条件および装置

#### 4-3-1 X線 CT 検査の検証

溶接を行った板状試験片を用いて X線 CT 検査を行い、試験片を破壊することなく、ブローホールなどの欠陥の検出が行えることを確認する。

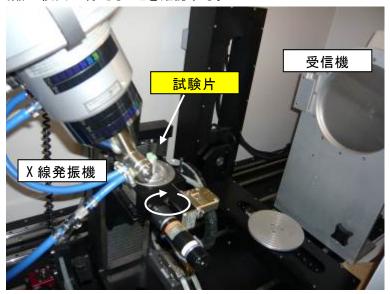


写真 4-3-1 X線 CT 検査装置

## 4-3-2 円柱状試験片の3点曲げ試験の検討

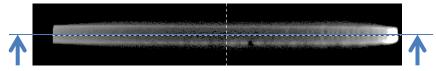
冶具を新たに考案して、3点曲げ試験よる強度測定方法の検討を行う。

## 4-4 研究結果と研究成果

#### 4-4-1 X線CT検査の検証

3 章で述べた、板状及び円柱状の SKH と金属ガラスの継手溶接を行った試験片を準備して、溶接部の X 線 CT 検査を福岡県工業技術センターに外注して行った。結果を図 4-4-1-1 に示す。図中の模式図に示すように、板厚方向輪切りにした断面画像を観察している。円柱材料継手は3D 合成して軸方向及び軸方向の画像と垂直方向に輪切りにした溶接境界付近の画像である。

接合強度の目標値を十分満足した溶接継手においても、溶接金属中にブローホールが多く発生していたことが分かり、検出可能なブローホールの寸法は 30  $\mu$  m 程度であることが分かった。



板材継手の観察位置

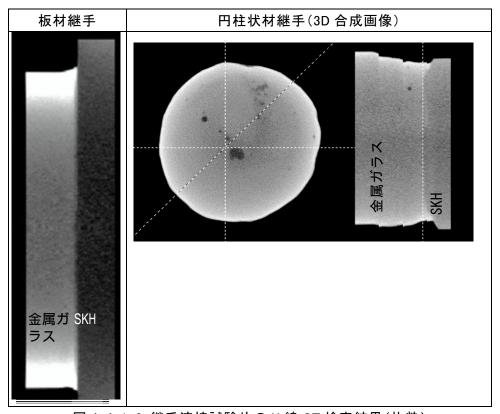


図 4-4-1-2 継手溶接試験片の X 線 CT 検査結果(抜粋)

## 4-4-2 円柱状試験片の3点曲げ試験の検討

試験用の冶具を新たに考案して、3点曲げ試験よる強度測定方法の検討を行った。コベルコ科研(株)に外注して図 4-4-2-1に示すような冶具を作製し3点曲げ試験を行った。

曲げ試験より荷重-クロスヘッド変位量線図が得られる。その値に下記断面係数を換算して応カークロスヘッド変位量線図を算出し、図 4-4-2-2 に示すような結果を得た。

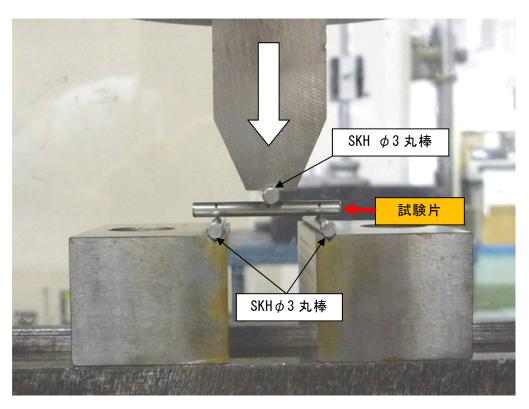


図 4-4-2-1 円柱状試験片の3点曲げ試験外観(支点間距離:20mm)

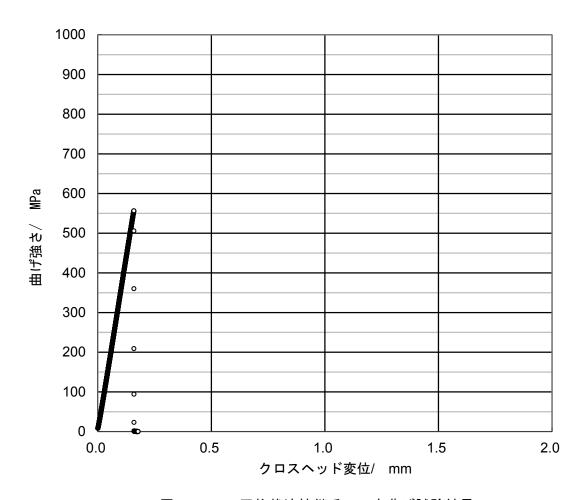


図 4-4-2-2 円柱状溶接継手の 3 点曲げ試験結果 (クロスヘッド速度: 0.5mm/min)

#### 第5章 本論—(4)

#### 5-1 シール性能の定量化と耐久試験

弾性変形能の高い金属ガラスを用いたニードルバルブによる、インジェクションノズルのシール性の確保について評価する。先ず、①従来の高精度な加工を施した場合の、負荷圧力の低減効果(負荷圧力をどれだけ低くしても漏れが発生しないか)の定量化を行う。次に、②加工精度の許容値(加工精度をどれだけ落しても漏れが発生しないか)の定量化を行う。

従来の燃料噴射ノズルは、ボッシュにおいて、シール接触部はノズル先端部とニードル部の線接触により行われており、その材質はノズル先端部が18-8ステンレス鋼、ニードル部がSKH51相当の高速度鋼(一例、調質条件は非公開)である。バルブ着座荷重の接触面垂直成分は500Nのオーダーであり、接触部の弾性変形により、接触面圧は凡そ800MPaとなる。

この接触面圧を金属ガラスの適用により低減することが、シール性能の定量的な改善課題となる。

#### 5-2 高度化目標と技術的目標値

#### (1) 高度化目標

ボッシュ㈱からアドバイスを受けて、試験用のニードルバルブを金属ガラス単体で製作、 高圧シール試験(ノズル内に液圧をかけ、ノズル先端部からの液漏れの有無を観察する 試験)を検討する。

#### (2) 技術的目標値

熊本大学にて新たに製造した金属ガラスを用いてシール試験用の試験片及び冶具の 製作、高圧シール試験の試行、検討を行う。

#### 5-3 研究方法、条件および装置

ニードルバルブに近い形状の試験片の表面粗度を  $1\mu$  m以下に研磨加工し、インジェクションノズル先端部を模した SUS316L 製の治具に押し付けた状態で、ノズル内に液圧をかけ、3 分間保持して液漏れの有無を水圧の変化及び目視で確認する試験を行う。高圧試験であるため、安全設備の整った高圧ガス保安協会へ試験を外注する。

#### 5-4 研究結果と研究成果

(株)黒木工業所でバルブの押付け力を独立して制御できるシール試験装置及び冶具を作製した。押付け力の低減効果を定量化するには、図 5-4-1 に示すように、ノズル先端部を模した冶具内に試験片をセットして、試験片に一定の押付け力:P1 を加えておき、その後一定の水圧:P2 を加えていって、水漏れしない押し付け力を測定し、シール性の優劣の確認を行う方法を考案した。

この方案でシール試験を行うためには、試験片を一定荷重で押し付けておくための冶具が必要である。その冶具及び試験片の設計、製作及び予備試験を行った。

結果一覧を表 5-4-1 及び表 5-4-2 に示す。試験片の材質としては金属ガラス及び SKH51 を使用して比較を行った。

水圧を 100MPa とした場合には、金属ガラスを 2000N で押し付けたところでシールが成功したが、SKH の場合には 4000N まで押付け力を上げないと完全にシールすることができなかった(表 5-4-1)。表中△で表したものは表 5-4-1 (a)に示すように若干の圧力の低下が現れたものである。完全にシールが行えたものは(b)に示すようにきれいな台形のグラフとなる。

水圧を 200MPa とした場合には、金属ガラスを 3000N で押し付けたところでシールが成功したが、SKH の場合には 3500N まで押付け力を上げないと完全にシールすることができなかった(表 5-4-2)。

これらのことから、金属ガラスの方が SKH よりもシール性が優れているということが推察された。

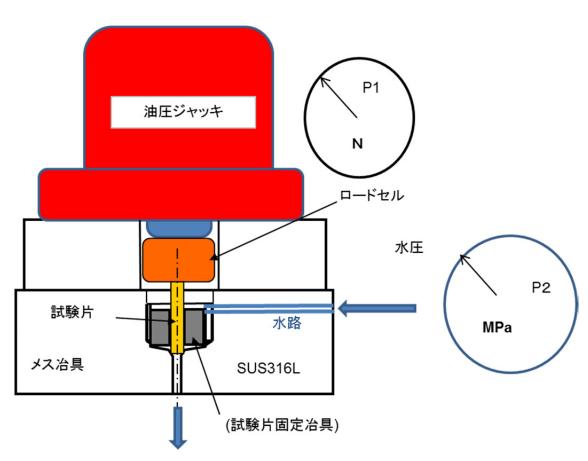
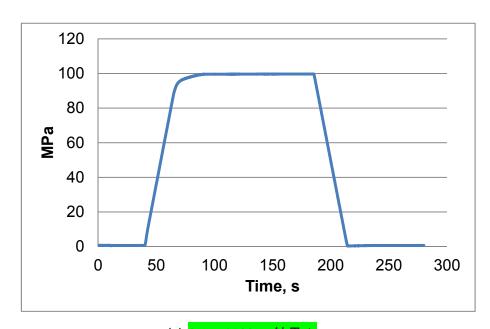


図 5-4-1 シール試験模式図

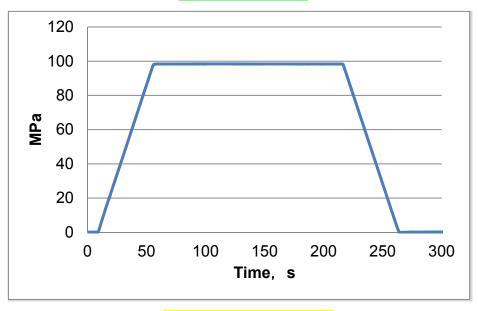
表 5-4-1 シール試験結果

| P2     | P1 (N) |      |      |      |      |      |      |  |
|--------|--------|------|------|------|------|------|------|--|
| 100MPa | 1500   | 1750 | 2000 | 2500 | 3000 | 3500 | 4000 |  |
| SKH    |        |      | ×    | Δ    | Δ    | Δ    | 0    |  |
| 金属ガラス  | ×      | Δ    | 0    |      |      |      |      |  |

O:漏れなし ×△:漏れあり



(a) SKH 2500N 結果△

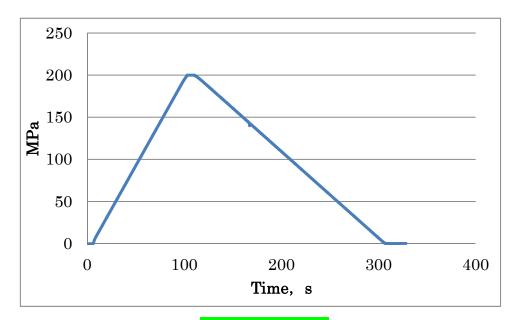


(b)<mark>金属ガラス 2000N 結果〇</mark>

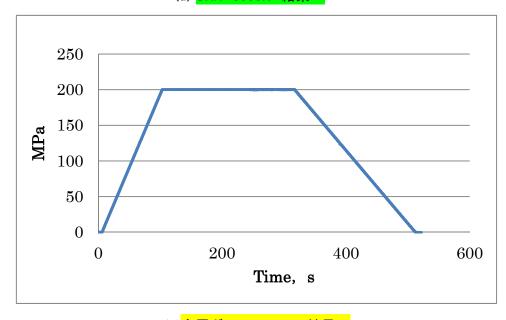
表 5-4-2 シール試験結果

| P2     | P1 (N) |      |      |      |      |
|--------|--------|------|------|------|------|
| 200MPa | 2500   | 3000 | 3500 | 4000 | 5000 |
| SKH    |        | ×    | 0    | 0    | 0    |
| 金属ガラス  | ×      | 0    |      | 0    |      |

O:漏れなし ×:漏れあり



(a) SKH 3000N 結果×



(b)<mark>金属ガラス 3000N 結果〇</mark>

#### 第6章 ―あとがき

平成22年度から平成24年度までの間

「平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業」として「革新的燃料噴射技術 を実現するための金属ガラスと結晶金属の複合化溶接技術の研究」と言うテーマで開発研究を実施した。

その結果、燃料噴射技術の向上のための金属ガラスと結晶金属との溶接技術を開発した。

高エネルギービーム溶接の一つである電子ビーム溶接による金属ガラスと結晶金属の異材の溶接の一応の実績は本事業による開発の前からあったが、川下産業(であるボッシュ(株))の要求を実現するために、レーザー溶接の採用をすべきと考え、本事業によりレーザー装置の貸与をいただき、実験的研究を実施した。その結果、Beを添加しないZr基金属ガラスと結晶金属(実用的には、高速度鋼)について、溶接技術を確立した。

また、金属ガラスが高圧の燃料噴射ノズルの弁部用の材料として有効であることも本研究において確認した。

金属ガラスと結晶金属の異材溶接の方法についての基本的な技術を確立 したが、実用化のためには、特に自動車エンジンのへの採用のためには、多くの助言、ご指導に対 して感謝申し上げます。

また最後になりますが、本研究の達成のためには、経済産業省の「平成22年度戦略的基盤技術 高度化支援事業」への本研究の採択について感謝申し上げます。