

令和 5 年 6 月 20 日現在

機関番号：32644

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2020～2022

課題番号：20K05174

研究課題名(和文) その場観察によるろう付時の溶融ろう材の挙動解析と影響因子の抽出

研究課題名(英文) Phenomenon analysis of molten brazing filler metal and extraction of brazing factor by In-situ observation during brazing process

研究代表者

宮沢 靖幸 (Miyazawa, Yasuyuki)

東海大学・工学部・教授

研究者番号：20256168

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：ろう付ではろう材を間隙へ侵入させる。健全なろう付部を得るために、ポイド形成メカニズムを調査した。その結果、ポイドは溶融ろう材がろう付部へ侵入するタイミングで発生する事が判った。しかし、接合した後、試験片の切断やX線CTスキャンによって内部の様子を観察し、考察を行う従来の方法では、実際のぬれの流れを観察していないため、詳細な解明が不可能であった。そこで、溶融ろう材のぬれ挙動をその場観察法にて観察・解析し、溶融ろう材の挙動やぬれの様子を詳細に調査し、それらの結果を利用し、健全なろう付部を得るための指針を構築する事を研究目的とした。その場観察に適した新たな試験片を開発し、その場観察研究を行った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

ろう付は重要な産業基盤技術であり、モノづくり製造業分野には、欠かせない技術である。一方、ろう付時の溶融ろう材のぬれ・広がり・母材との界面反応現象などを詳細に解析し、相互の関係を明らかにして、健全なろう付部を得る方法は確立されていない。

本研究では、試験片形状を工夫する事により、溶融ろう材のぬれ・広がりとすき間への浸透現象を詳細に解析し、ろう付部に発生する諸現象を詳細に解析し、健全なろう付部を得る指針を得る事ができた。

研究成果の概要(英文)：Brazing is an important technology for fabricating field. Wetting / Spreading behavior and immersion to the brazing joint gap of a molten brazing filler metal influenced a brazing-ability of joint. On the other hand, it is very difficult that wetting and immersion behavior are investigated, because of no observation method by naked eyes directly. So in this study, "In-situ observation method" by using "a New-type Furnace" and "a New Joint Design Specimen" is developed.

研究分野：接合科学

キーワード：ろう付 ろう材 その場観察 試験片

1. 研究開始当初の背景

ろう付を行う際に様々な方法でろう材を隙間に侵入させ、接合を行う。本研究の先行研究にてこの熔融ろう材が侵入する際に、ポイドと呼ばれる接合欠陥が発生する事が示唆されており、より健全なろう付部を得るために、ポイド形成について調査してきた。

これまでの研究により、ポイドが発生するタイミングは熔融ろう材がろう付部へ侵入するタイミングである事が判ってきた。熔融ろう材のすき間(ろう付部)への浸透(侵入)時、Fig.1に示すような均一なぬれではなく、Fig.2に示すような不均一なぬれが発生し、この不均一なぬれによってポイドが形成されている事が示唆された。そこで、先行研究にて不均一なぬれが発生する原因について調査を行った。しかし、接合した後、試験片の切断やX線CTスキャンによって内部の様子を観察し、考察を行う従来の方法では、実際のぬれの流れを観察していないため、限界があることが理解され、さらに、不均一なぬれの発生原因などを追究するためには、熔融ろう材のぬれをその場観察法を用いてその場観察することが重要であることが判った。

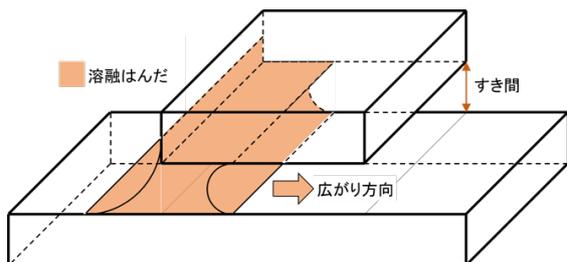


Fig.1 均一なぬれ広がりイメージ図

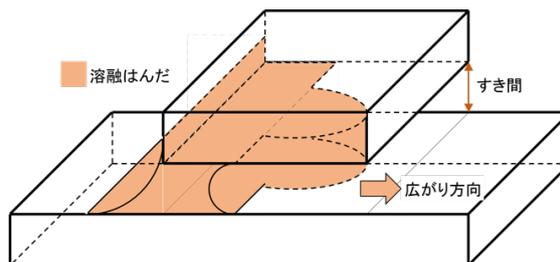


Fig.2 不均一なぬれ広がりイメージ図

2. 研究の目的

前項に示した研究背景に基づき、熔融ろう材のぬれ挙動をその場観察法にて観察・解析し、熔融ろう材の挙動やぬれの様子を詳細に調査する。さらに、それらの結果を利用し、健全なろう付部を得るための指針を構築する。

3. 研究の方法

一般的な電気炉は内部の様子が外部から観察することが出来ないようになっている。これは、SDGsなどに配慮し、最近の電気炉が高性能な断熱構造となっている事に起因している。しかし、熔融ろう材の挙動を観察するために、電気炉内部からの撮影を想定すると撮影機材が600℃~1000℃程度の高温に耐えることが必要となる。この様な極めて高い耐熱性を持つ撮影機材や機材を保護する高性能な断熱容器などは非常に高額(約1,000万円以上)であり、研究予算としての申請は断念し、既存装置の改良を試みた。我々は市販縦型電気炉を発注し、電気炉製造企業と相談し、縦型電気炉上部に観察用窓を取り付けたその場観察専用電気炉を製造し、実験を行った。なお、本研究予算などを利用し、縦型電気炉を購入し、電気炉の改造を行った。

その電気炉外観をFig.3に示す。この電気炉は市販縦型電気炉の上部に3つの観察窓を設置した。この窓はカメラで内部を観察する窓1つとライトを用いて内部を照らす用の窓を2つ設置した。また、この窓付近の温度を冷却するために、電気炉の上部には冷却水が流れるようになっている。

ろう付は「1.」項で示した通り、部品(材料)間のすき間へ熔融ろう材を浸透させる事が必要であり、これまでの研究では、ろう付後にろう付部断面のマイクロ組織を観察・分析し、ろう付性に考察を加えていた。従って、本研究の目的である熔融ろう材のその場観察は難しい事が理解できる。これまでの研究では、板状試験片を用いたぬれ広がり試験時の熔融ろう材の挙動を試験片直上または試験片真横から観察・解析していた。従って、まったく新しい試験形状(継手形状)を考案する必要があった。

Fig.3に示した電気炉は、上部から観察可能な窓のみが設置されている。そこで、熔融ろう材のすき間への浸透現象と挙動が観察可能な試験片を考案した。新規に考案した試験片をFig.4に示す。本研究では、V溝試験片と称した。V溝試験片は溝底部のエリアが隙間を模した浸漬ぬれを示すエリアとなっており、それ以外のエリアは板上にろう材がぬれ広がる拡張ぬれを示すエリアとなっており、二種類のぬれを同時に観察することが出来る試験片となっている。

熔融ろう材がぬれ広がるV溝試験片の溝内部の表面状態を均一にするためにエメリー紙800番を用いて研磨した。ろう材0.01gをV溝試験片の左端から3mm程度の位置に設置した。電気炉内温度が800℃になるように温度を設定し、800℃で20分保持するようにプログラムを設定し、その場観察実験を行った。雰囲気は真空とし、 10^{-2} ~ 10^{-3} Pa程度の真空度とした。加熱し、ろう材が熔融しぬれる様子をFig.3に示す中心の窓からカメラ(Nikon, D3400)を用いて動画撮影を行った。

動画を詳細に解析すると共に、試験片の外観（ろう材のぬれ広がりの様子など）観察とろう付部の断面マイクロ組織観察とEPMAによる元素分析を行った。これらの結果から、熔融ろう材の挙動に解析を加えた。

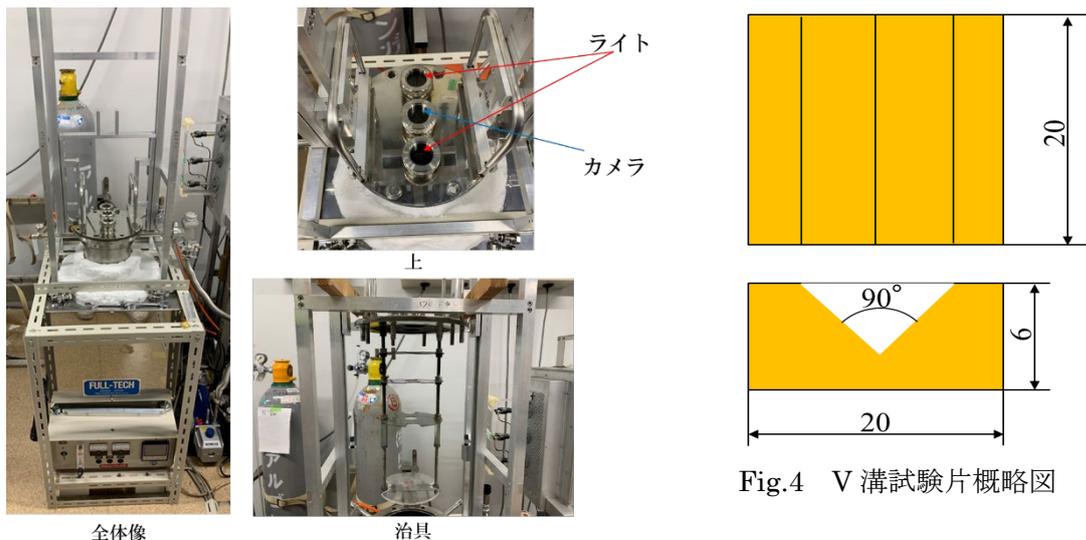


Fig.3 電気炉外観図

Fig.4 V溝試験片概略図

4. 研究成果

その場観察実験の結果をろう材熔融時から20秒毎の画像としてFig.5に示す。熔融したろう材が溝に沿って流れていく様子を確認した。また、試験片形状に関係なく液相ろう材がぬれ広がった部分からさらにぬれ広がっていることが確認された。このようならう材周囲の薄層の様なさらなるぬれ広がりを「ハロー(halo)」と記されている文献もみられる。しかし、本研究では溝に沿ってぬれ広がった熔融ろう材ぬれ広がり部を「1次ぬれ」、試験片形状に関係なく薄層の様にぬれが発生したぬれ広がり部を「2次ぬれ」と呼称する。本研究で確認された「1次ぬれ」、「2次ぬれ」の挙動イメージをFig.6に示す。

Fig.6に示す平板試験片のイメージ図は板上で実験を行った結果をイメージ図にした。一般的なろう材によるぬれ広がり試験では、本研究で定義した「1次ぬれ」と「2次ぬれ」は必ず発生する。このように板上では裾野に見えていた2次ぬれが、V溝試験片を用いることで間隙形状にほとんど影響を受けずに形成される事が確認された。本研究のその場観察実験終了後の試験片外観をFig.7に示す。純銅の場合、熔融ろう材がV溝に沿ってぬれ広がっていることが確認できる。さらに、2次ぬれが発生した黄銅の場合、1次ぬれは確認できなかった。しかし、2次ぬれは確認できた。ろう材設置場所を中心に円形に広がっていることが確認できる。熔融ろう材のぬれ広がり挙動を解析するために、このぬれに対してEPMAを用いて元素分析を行い、評価を行った。

純銅を用いた試験片の1次ぬれ部分の分析結果をFig.8に示す。BAg-7は液相線温度が低く、熔融ろう材が長時間反応するためろう材層が少なくなっている。BAg-7、BAg-8、どちらを用いた場合も、ろう材層（熔融ろう材1次ぬれ広がり部）／母材界面近傍の母材側にろう材構成元素であるAgが検出された。これは、ぬれ広がり時に熔融ろう材と母材が反応して形成された反応層であると考えた。

次に純銅を用いた試験片の2次ぬれ部分の分析結果をFig.9に示す。どのろう材の場合もろう材構成元素であるAgが試験片表面に薄く存在しており、Cuは検出されなかった。1次ぬれの場合と同様に反応層が確認された。これらの結果から、2次ぬれは、ろう材構成元素の内、Agが優先的にぬれ広がったと考察した。

黄銅を用いた試験片の2次ぬれ広がり部の元素分析結果をFig.10に示す。黄銅はCuとZnを主な元素としている合金であるが、表面（図中赤実線で示した箇所）近傍にZnが検出されない領域が確認された。この領域は表面から200 μ m程度の厚さがあり、Agと多量のCuが検出されたことからこのエリアにろう材がぬれ広がったと考えた。また、黄銅表面近傍は多孔質に変化しており、以上の結果から黄銅加熱中にZnが抜けていく脱亜鉛現象が確認された。以上の事から加熱時に脱亜鉛現象が発生し多孔質になった領域に熔融ろう材が多孔質領域へ毛管現象と共にぬれ広がっていったと考えた。

現在はV溝試験片を改良し2種類の母材を用いて試験片を作製した。V溝試験片を用いた実験よりろう材のぬれ挙動を確認し従来よりも詳細な調査を行うことが出来た。しかし、現状ろう付は異種金属の接合に対して極めて有力な接合方法とされており、異種金属間での運用が期待されている。そこで、Fig.11に示すようにV溝試験片を元に異種金属に対応させた試験片を開発し実験を行っており、最終的に今後ろう付技術が必要となりうる異種金属の接合への応用を目指し研究を行っている。

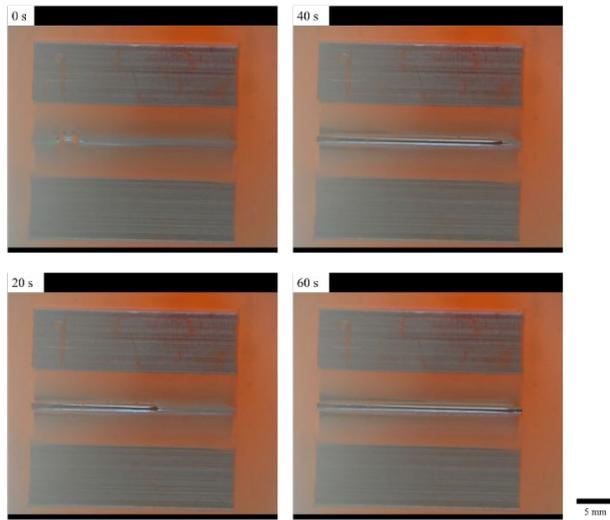


Fig.5 その場観察結果

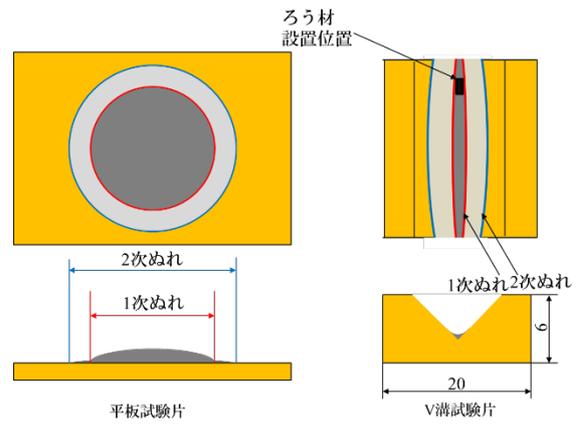


Fig.6 ぬれ挙動概略図

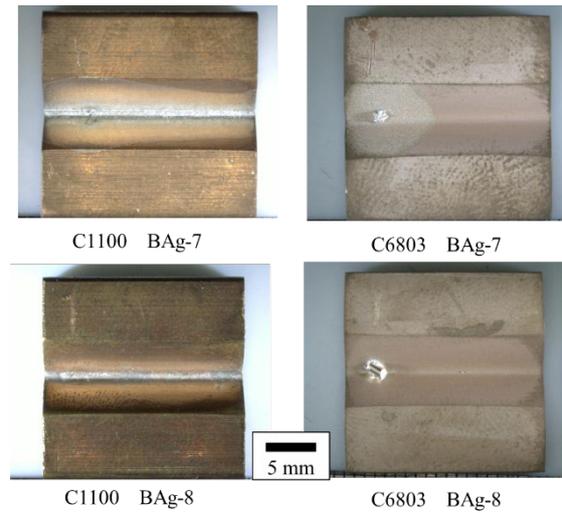


Fig.7 その場観察実験後試験片外観図

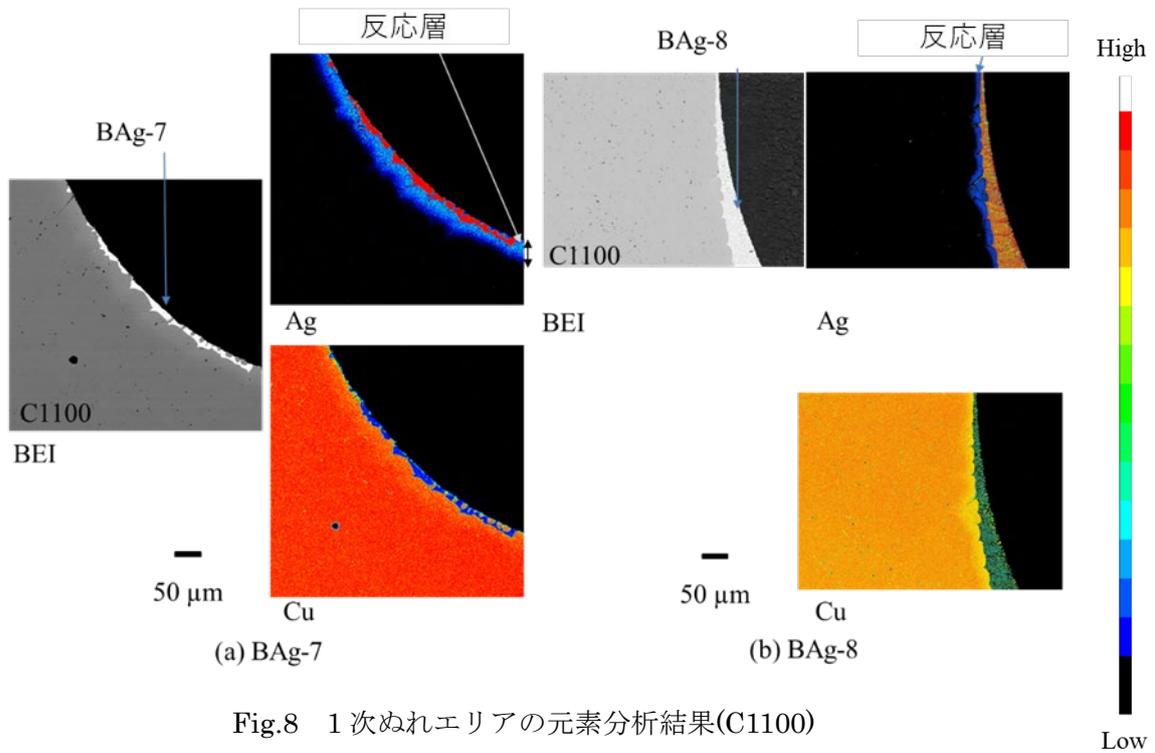


Fig.8 1次ぬれエリアの元素分析結果(C1100)

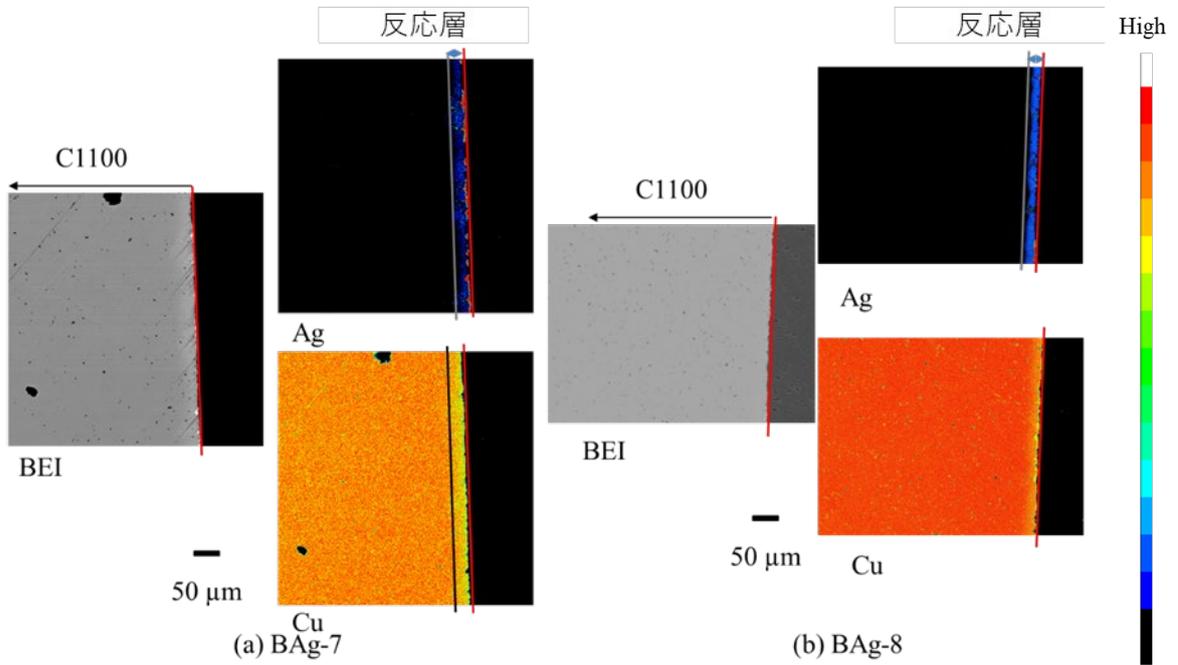


Fig.9 2次ぬれエリアの元素分析結果(C1100)

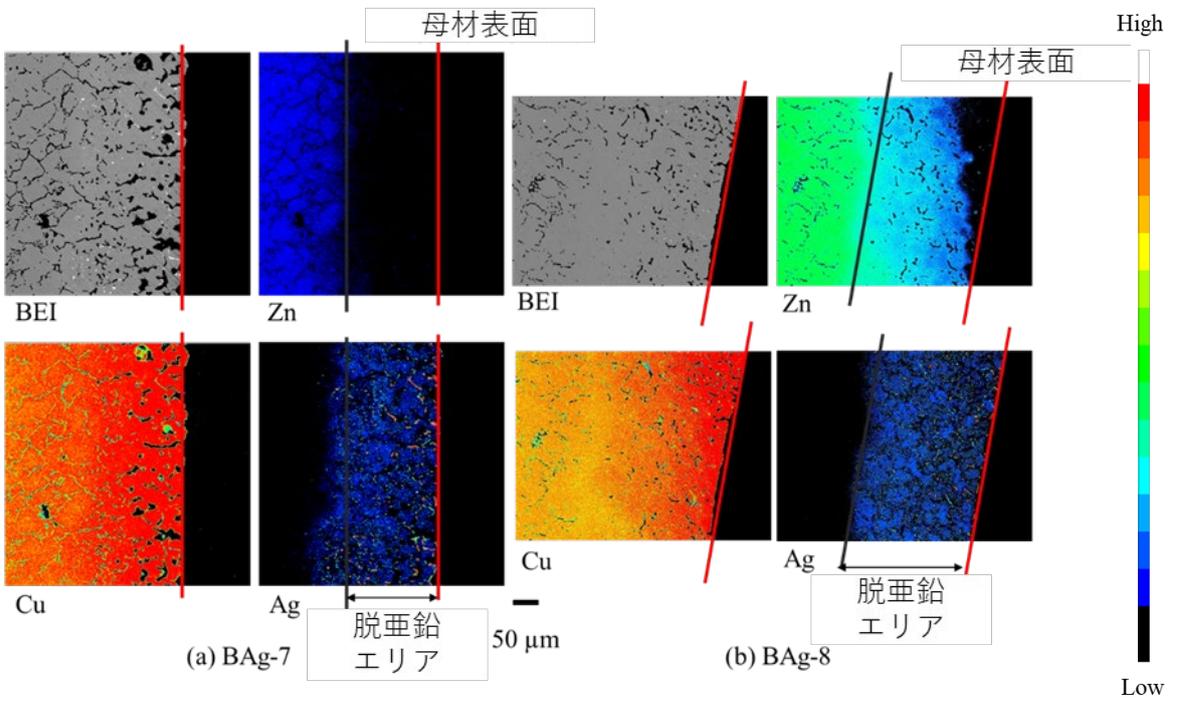


Fig.10 2次ぬれエリアの元素分析結果(C6803)

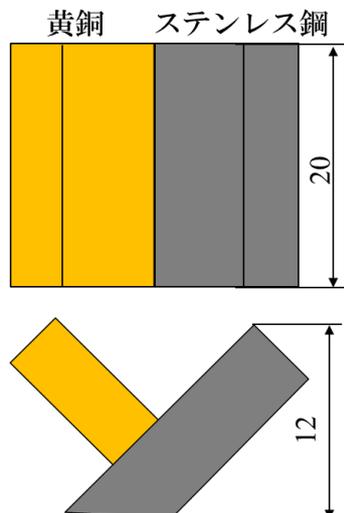


Fig.11 異種金属 V 溝試験片

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 1件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 宮沢靖幸 田嶋晃 吉田知広 為田英信 降旗恭平	4. 巻 60
2. 論文標題 溶融はんだ挙動のその場観察結果に及ぼす継手形状の影響	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 日本銅学会誌 銅と銅合金	6. 最初と最後の頁 202-206
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 宮沢靖幸 田嶋晃 吉田知広 為田英信 降旗恭平	4. 巻 2021
2. 論文標題 Interfacial reaction during brazing of brass to stainless steel	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 2021 International Brazing and Soldering Conference IBSC	6. 最初と最後の頁 1-4
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 1件／うち国際学会 0件）

1. 発表者名 宮沢靖幸 田嶋晃 片倉彰真 降旗恭平 黒瀬一人
2. 発表標題 銅合金を用いた不均一ぬれの原因解明
3. 学会等名 日本銅学会第61回講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 宮沢靖幸 田嶋晃
2. 発表標題 黄銅板上の溶融はんだの挙動解析
3. 学会等名 溶接学会界面接合研究委員会 第116回界面接合研究委員会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 宮沢靖幸 田嶋晃 吉田知広 為田英信 降旗恭平
2. 発表標題 ろう付時の溶融ろう材挙動解析のための試験片開発
3. 学会等名 日本金属学会 2021年秋期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 田嶋晃 吉田和広 宮沢靖幸 為田英信 降旗恭平
2. 発表標題 溶融はんだ挙動のその場観察結果に及ぼす継手形状の影響
3. 学会等名 日本銅学会第60回記念講演大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------