

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 6 年 6 月 13 日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究

研究期間：2021～2023

課題番号：21K14431

研究課題名（和文）ジュール発熱を利用した新規固相接合法における接合メカニズムの解明

研究課題名（英文）Elucidation of the Joining Mechanism in a Novel Solid-State Joining Method Utilizing Joule Heating

研究代表者

鴫田 駿 (Tokita, Shun)

東北大学・工学研究科・助教

研究者番号：60807668

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,500,000 円

研究成果の概要（和文）：通電拡散接合により、304ステンレス鋼同士および304ステンレス鋼と5052アルミニウム合金を接合し、接合強度に及ぼす接合条件の影響や接合メカニズムの調査を行った。304ステンレス鋼同士の接合では接合温度800℃で良好な接合部が得られた。接合時間の増加とともに接合面積が増加し強度が向上した。詳細な組織観察の結果、酸化物の分解、再反応により自然酸化被膜が分断され新生面同士の接合が達成されるメカニズムが提案された。304ステンレス鋼と5052アルミニウム合金の接合では、界面に形成される金属間化合物層の厚さが接合強度に大きく影響していることが明らかになった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

異なる材料を適材適所に用いるマルチマテリアル化には、さまざまな組み合わせの異材接合を実現することが必要不可欠である。異材接合に適しているとされる従来の固相接合法では長い接合時間や大きな変形を伴うものが多く、本研究で扱う小変形・短時間の接合である通電拡散接合の実現には大きな社会的意義がある。通電拡散接合は開発途上の新規接合法であり、この接合法に関する研究事例は世界的にもほとんど例がない。なかでも、材料科学的な観点から接合メカニズムを明らかにした研究は行われていないことから、本研究は通電拡散接合技術の信頼性を向上し、日本発の新規固相接合技術を世界に向けて幅広く普及する点に学術的な意義がある。

研究成果の概要（英文）：Similar joints of 304 stainless steels and dissimilar joints of 304 stainless steel to aluminum alloy 5052 were fabricated by Joule heating diffusion bonding. The effects of bonding parameters on joint strength and the bonding mechanisms were investigated. In similar joints of 304 stainless steels, flawless joints were obtained at a bonding temperature of 800 °C. The joint area and the joint strength increased with increasing bonding time. Detailed microstructural observations revealed a mechanism in which the natural oxide film is disrupted through the decomposition and re-reaction of oxides, allowing fresh surfaces to join successfully. For the dissimilar joints of 304 stainless steel to aluminum alloy 5052, it was found that the thickness of the intermetallic compound layer formed at the interface significantly affects the joint strength.

研究分野：溶接・接合工学

キーワード：固相接合 ステンレス鋼 アルミニウム合金 微細組織 溶接・接合

1. 研究開始当初の背景

輸送機器をはじめとして、材料を適材適所に配置するマルチ材料化が進められ、異種金属接合の重要性が高くなっている。実用上有用とされる異種金属接合では、接合界面で脆弱な反応相が形成されて接合強度が著しく低下することが大きな問題となる。反応相形成の抑制には入熱制御が有効であるとされ、低入熱な接合法として融点以下で接合を達成できる固相接合法の適用が試みられている。しかしながら、実用化されている固相接合法である摩擦圧接や拡散接合では、それぞれ大変形を伴う点、長い時間を要する点が課題となっており、小変形かつ短時間で接合を達成できる新規固相接合法の開発が求められている。

そこで本研究では、ジュール熱を利用した新規固相接合法である通電拡散接合に着目する。通電拡散接合の模式図を図 1 に示す。荷重をかけて密着させた状態で被接合材を真空チャンパー内に保持し、パルス電流を流して抵抗発熱により接合界面近傍の微小な領域を加熱して接合する。高精度な電流制御により、高速かつ正確に接合部を目的の温度に加熱できることが特徴で、小変形かつ短時間の接合が可能となっている。ステンレスとチタン合金、アルミニウム合金と銅合金など、従来の接合法では困難であった組み合わせの異種金属接合についての検討が進められており、通電拡散接合が実用化されることでマルチ材料化の実現に大きく貢献できると期待される。

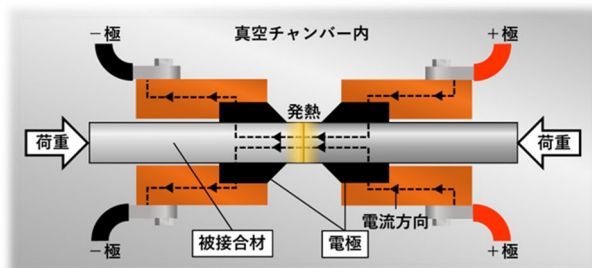


図 1 通電拡散接合の模式図

2. 研究の目的

通電拡散接合は開発途上の接合法であり、実用化に向けて接合品質の安定化や接合条件の設定指針の構築が求められる。これらの課題の解決のためには、通電拡散接合における接合メカニズムの解明が必要不可欠である。一般的に、接合界面で冶金的な接合を達成するためには、表面酸化膜の除去、露出した新生面同士の密着が必要であると考えられており、これが従来の固相接合法で大きな変形や長い接合時間が必要とされる原因となっている。通電拡散接合のメカニズムの解明のためには、「通電拡散接合の小変形、短時間のプロセス中に、どのように酸化膜が除去され、接合が達成されているのか」を明らかにすることが不可欠となる。

本研究では、通電拡散接合における接合メカニズムを解明し、安定して強固な接合を得られるような接合条件の指針を提案することを目的とする。先述した学術的な問いを解決するため、接合部における被接合材の変形挙動や界面の酸化物の挙動に着目して、材料科学的な視点から通電拡散接合の学術的原理を明らかにする。さらに得られた知見を異種金属接合へと展開させ、異種金属接合における接合条件の設定指針を提案する。

3. 研究の方法

本研究は、接合性に影響するプロセス因子の明確化、接合メカニズムの解明、ステンレス鋼とアルミニウム合金の異種金属接合の 3 つのテーマに大別して研究を行う。はじめに、ステンレス鋼同士の接合をターゲットとして、接合圧力や電流量、保持時間といった接合パラメータを系統的に変化させ、接合パラメータが引張・せん断強度や接合界面の微細組織に及ぼす影響を調査する。次に、不動態化処理により表面に厚い酸化膜を形成したのちに接合した界面の詳細な微細組織観察を行い、通電拡散接合における接合メカニズムを解明する。さらに、得られた知見をもとに、異材接合の需要の高いステンレス鋼とアルミニウム合金の接合へと展開させ、異材接合における接合メカニズムを解明し、接合条件の設定指針を提案する。

4. 研究成果

(1) 接合性に影響するプロセス因子の明確化

接合性に及ぼす接合条件の影響を明らかにするため、接合電流、接合温度、接合圧力といった接合条件を系統的に変化させて 304 ステンレス鋼の棒材同士を接合し、接合強度や接合部の微細組織を調査した。

放射温度計によって計測される接合部表面の温度がそれぞれ 600 ~ 1000 となるように接合したところ、接合温度の増加とともに断面における接合率が顕著に増加し、接合強度が大きく向上した。接合温度 1000 では接合部中心で被接合材が溶融していたことから、被接合材が固相のまま高い接合強度を示した接合温度 800 を適正条件とした。接合時間を 0.2 ~ 100 s の範囲で変化させたところ、接合時間がおよそ 10 s までは接合時間の増加とともに接合強度が増加し、それ以上の接合時間では接合強度はほとんど変化しなかった。接合圧力を 20 ~ 50 MPa で変化させたところ、接合圧力が高いほど高い接合強度が得られた。いずれの接合圧力においても試験片の顕著な変形やバリの排出は観察されず、小変形で接合が達成された。各条件で作製した接合部断面の接合率と接合強度の関係を調査したところ、接合率の増加に伴い接合強度が線形に

増加する傾向が示唆された。以上の結果から、接合温度 800℃、接合圧力を 50 MPa を 304 ステンレス鋼における最適な条件とし、接合時間を変化させることで以降の実験を行った。

(2) 接合メカニズムの解明

通電拡散接合により接合した試験片の外観を図 2 に示す。通電拡散接合により、ステンレス鋼同士が大きな変形なく突き合わせ接合された。接合時間を変化させた試験片の断面観察の結果、接合時間の増加とともに接合面積が増加し、強度が向上した。接合メカニズムを調査するため、接合界面を走査電子顕微鏡により観察した。接合時間の短い試験片では、接合界面に酸化物とみられる介在物が連続して分布していた。接合時間の増加とともに介在物が分断される様子が観察された。この介在物の種類や形態を明らかにするため、接合時間 10 s の試験片の接合界面の透過電子顕微鏡観察を行った結果を図 3 に示す。図 3 (a) に示すように、接合界面には (b) (c) で示される二種類の酸化物が確認された。図 3 (b) ~ (e) に示すそれぞれの酸化物の HR-TEM 像およびその FFT 画像より、これらの酸化物は Mn-Si 系の結晶性酸化物と、アモルファス状の酸化物であることがわかった。Mn-Si 系の結晶性酸化物は 304 ステンレス鋼の自然酸化被膜には含まれないと報告されていることから [1]、接合の過程で被接合材表面の自然酸化被膜が分解、再反応したことが示唆された。そこで、界面の観察結果より酸化物やポイドなどの接合未達成部による接合未達成率を算出したところ、接合時間の増加とともに接合未達成率が減少したことが明らかになった。これらの結果より、材料表面の自然酸化被膜が分解、再反応する過程で新生面が露出し、接合が達成される接合メカニズムが提案された。



図 2 304 ステンレス鋼同士の通電拡散接合継手の外観写真。接合部における変形が少なく、低変形・短時間での接合が達成された。

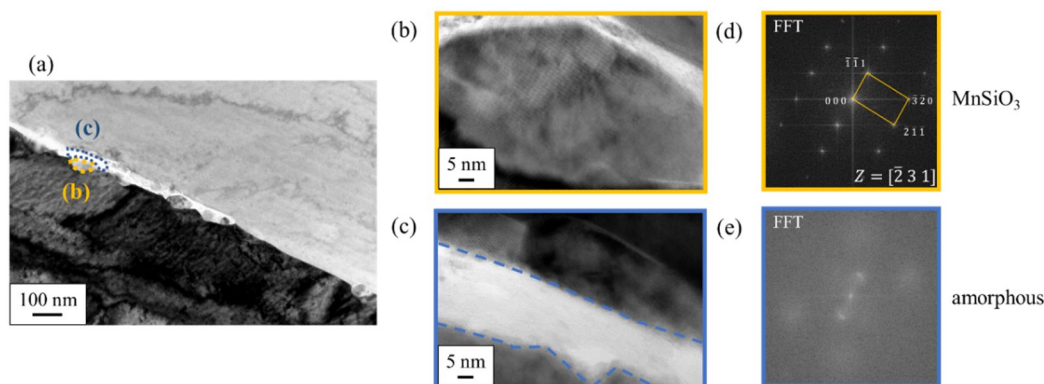


図 3 透過電子顕微鏡(TEM)により観察された 304 ステンレス鋼同士の接合部の (a) 明視野像および (b) (c) 図中の b, c で囲った領域の高分解能 TEM 像, (d) (e) 各観察結果に高速フーリエ変換 (FFT) 処理を行った画像。(b) で $MnSiO_3$ の結晶性酸化物が観察された。

(3) ステンレス鋼とアルミニウム合金の異種金属接合

304 ステンレス鋼と 5052 アルミニウム合金の異種金属接合を行った継手の外観を図 4 に示す。特にアルミニウム合金側に変形がみられるものの、他の接合法と比較して低変形での異材の突合せ接合が達成された。

接合温度と接合強度の関係を図 5 に示す。接合温度 350 ~ 450℃ では接合温度の増加とともに接合強度も増加したが、接合温度が 500℃ となると強度が大きく低下した。各条件で作製した試験片の断面の SEM 観察結果を図 6 に示す。500℃ で作製した試験片では金属間化合物層が界面に熱く形成されており、これが継手強度の低下に繋がったと推察された。接合圧力についても同様に検討を行ったところ、接合圧力が 21 MPa までは接合圧力によらずば一定の継手強度を示したが、28 MPa を超えると継手強度が大きく減少することが確認された。これは、接合圧力が高い条件では加熱された界面のアルミニウムが変形して接合界面から排出され、界面温度が低下したことで接合が未達成となる領域が生じてしまったためと推察された。接合界面のミクロ組織と継手強度の関係を整理するため、接合条件を変化させて作製した試料の金属間化合物層の厚さと接合強度の関係を図 7 に示す。ポイドなどの接合欠陥により強度が低下したオレンジの点を除けば、金属間化合物層の厚さがおよそ 2.5 μm 以下までは接合の進行とともに継手強度が向上し、2.5 μm を超えると継手強度が低下することが示唆された。



図4 304 ステンレス鋼と5052 アルミニウム合金の通電拡散接合継手の外観写真．異種金属接合においても低変形な継手の作製に成功した．

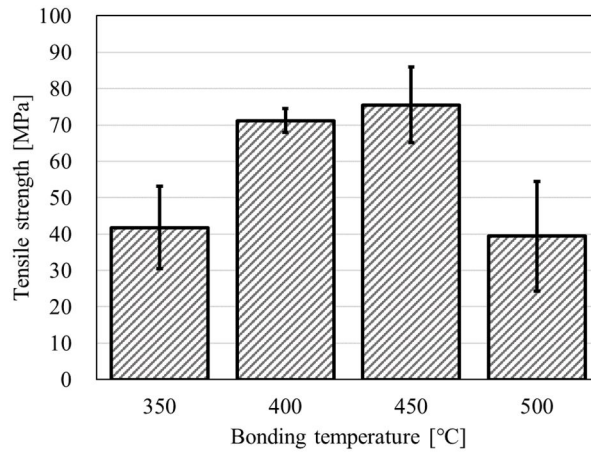


図5 ステンレス鋼とアルミニウム合金継手における接合温度と継手強度の関係．接合温度500 で継手強度が急激に低下．

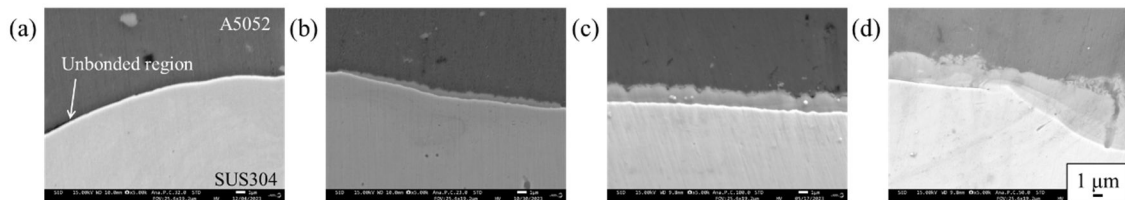


図6 各温度で接合された試験片の断面 SEM 像．(a) 350 ，(b) 400 ，(c) 450 ，および (d) 500 ．接合温度 500 で厚い金属間化合物層が形成．

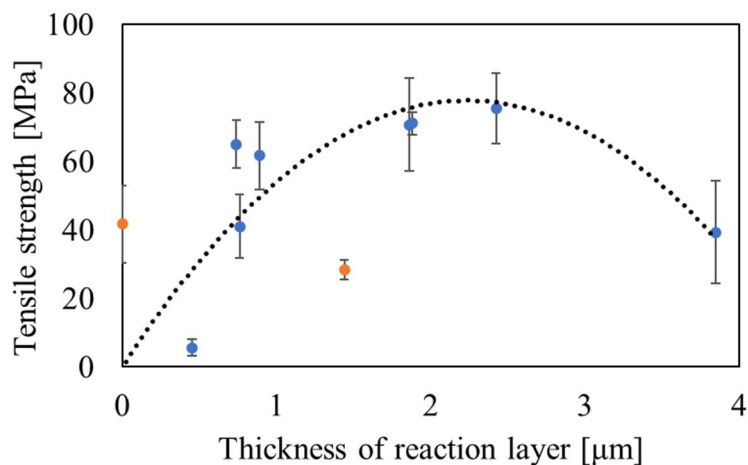


図7 接合界面の金属間化合物層の厚さと継手強度の関係．金属間化合物層の厚さおよそ 2.5 μm を境に強度が低下．

引用文献

[1] N.E. Hakiki, J. Appl. Electrochem., 40 (2010), 357-364.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 鵜田駿, 三銅雄紀, 佐藤裕
2. 発表標題 304ステンレス鋼の通電加熱低変形接合性に及ぼす接合条件の影響
3. 学会等名 一般社団法人 溶接学会 2022年度溶接学会秋季全国大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 田村拓海, 鵜田駿, 佐藤裕
2. 発表標題 304ステンレス鋼の通電加熱低変形接合における接合メカニズムの検討
3. 学会等名 一般社団法人 溶接学会 2023年度溶接学会秋季全国大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 田村拓海, 鵜田駿, 佐藤裕
2. 発表標題 通電加熱低変形接合を用いたステンレス鋼の同種材接合メカニズムの解明
3. 学会等名 一般社団法人 溶接学会東北支部 第35回溶接・接合研究会
4. 発表年 2023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
---------	---------