

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 1 日現在

機関番号：32619

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2014

課題番号：24656449

研究課題名(和文)炭素系複合材料の溶接技術の研究

研究課題名(英文)Study of welding of carbon composite materials

研究代表者

正木 匡彦(Tadahiko, Masaki)

芝浦工業大学・工学部・教授

研究者番号：00360719

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、炭化物系融剤を用いたグラファイト複合材料の溶接加工に関する新たな技術の開発と検証を目的としている。融剤として炭化ホウ素(B₄C)を選択し、高出力レーザーを用いた局所的超高温処理をすることにより完全溶融状態が実現し、その凝固組織には共晶半田特有のラメラ組織が形成されることが明らかになった。グラスシーカーボンなど超軽量構造材料としての用途が見込まれる材料の溶接接合を試みた結果、良好な溶け込みは見られることが明らかになった。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this research is the development and feasibility study of solder welding of graphite based materials with the use of carbide fluxes. As the first step, the boron carbide was selected for the flux. Due to the spot heating with a high power laser, the molten state of the flux was achieved and lamellar structure of eutectic alloys was observed. The glassy carbon was expected for the use of lightweight structural materials. The welding test of glassy carbon and boron carbide was successfully performed.

研究分野：金属物理化学

キーワード：炭素材料 溶接 浮遊

1. 研究開始当初の背景

近年、燃費向上などの観点から自動車や航空機などの構造材料の軽量・高強度化が強く望まれている。カーボンファイバー強化樹脂 (C-FRP) はきわめて軽量化かつ高強度であり、アルミやチタンなどの金属系の材料に比べ密度が1/2, 比強度が10倍にも達しており、次世代の構造材料として期待されている。最近では、国産のC-FRPを多用したボーイング社の787ジェット旅客機が就航をはじめ、社会的にも大きなインパクトを与えている。

C-FRPは一般に炭素繊維をバインダー (エポキシ樹脂など) でモールドしており、バインダーの耐熱温度 (約350°C) が使用できる上限温度になっている。そのためエンジン周辺の高熱部については依然として金属部材を使用しなくてはならず、さらなる軽量化の足かせとなっている。

耐熱性のカーボン系材料として、バインダーを使用しない炭素系複合材料である炭素繊維強化グラファイト (C-C コンポジット) やグラッシーカーボンが開発されているが、高温における焼結を要するため、大形の構造物を作ることは困難である。これらの材料の「溶接による構造体形成」が可能となれば、自動車、航空機の軽量化をさらに進めることが可能となり、新たな産業の萌芽と成り得る。

炭化ホウ素 (B_4C) はダイヤモンドに次ぐ硬度を有し、かつ耐酸化性や耐熱性に優れているにもかかわらず、その融点の高さ (2450°C) のために研磨剤以外の用途がほとんどなかった物質である。その B_4C と純グラファイトは炭素濃度 40% において共晶点を有し、炭化ホウ素の融点から 100K ほど低温において融解する。これまでの予備的な実験において、 B_4C とグラファイトを共晶組成に混合し、それを高出力レーザーで加熱することにより、完全溶融が可能なが見出されている。

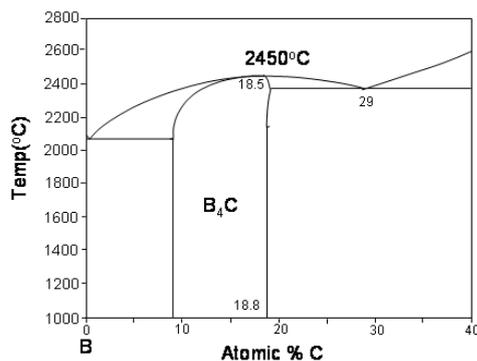


図1 炭素-ホウ素系の二元状態図

2. 研究の目的

本研究の目的は、炭化物系融剤を用いたグラファイト複合材料の溶接加工の可能性を調べることにある。炭化ホウ素 (B_4C) は融点が 2450°C と極めて高いものの、純炭素との間に共晶点を有している。これまでの予備的な研究において、 B_4C -炭素混合体に対して高出力レーザーを用いた局所的超高温処理をすることにより、完全溶融状態が実現し、その凝固組織には共晶半田特有のラメラ組織が形成されることを見出した。この B_4C を応用した溶接方法の最適条件を探すとともに、C-C 複合材料やグラッシーカーボンなど超軽量構造材料としての用途が見込まれる材料の溶接接合を試み、接合強度や耐久性などを評価し、グラファイト複合材料の溶接の可能性を調査した。

3. 研究の方法

本研究は、炭化ホウ素を融材として、グラファイト系複合材料の溶接接合の可否について明らかにすることを目的としており、炭化ホウ素-炭素合金の溶融凝固現象の解明と、グラファイト系母材の溶接接合の二段階で研究を進めた。また、炭化ホウ素に対して第三の元素を添加することにより、アモルファスなど新たな機能を有する新材料の創生についても並行して研究を進めた。

まず、炭化ホウ素-炭素合金の溶融凝固現象の解明には、ガスジェットレビテーション法と高出力レーザーを組み合わせた高温加熱法を用いた。浮遊させた溶融試料を用いる最大の特徴は、2500°C を超えるきわめて高温の維持が可能な点である。さらに炭化ホウ素系の過冷却液体状態などの準安定状態を経由した新たな物質の創生 (特にアモルファス化) が期待できる点にある。我々は、この加熱方法と実験室用の X 線構造解析装置を組み合わせた、超高温融体の構造解析装置を新たに構築した。この装置を用いて種々の高温融体の構造解析を試みた。

続いて、焼結グラファイトおよびグラッシーカーボンの丸棒の端部において B_4C を溶融させ、その溶け込みの様子や生じる凝固相の観察を行い、溶接接合の可能性を調査した。

4. 研究成果

(1) B_4C -C 合金の溶融凝固

B_4C -C 合金の溶融凝固を行い、その凝固組織を観察するため、ガスジェットレビテーション法とレーザー加熱法を組み合わせた高温加熱装置を構築した。これは、窒化ホウ素

製の漏斗状のノズルに不活性ガスを流し、ガス流の停留点に試料片を捕獲する方法であり、様々な試料を浮遊させることができる。レーザーには、発振波長 808 nm の半導体レーザー（最高出力 200 W）を使用し、光ファイバーを経由したレーザー光をレンズで集光させて試料に照射した。また、これらの装置を酸素除去したアルゴンを満たしたグローブボックス内に設置し、雰囲気中の酸素による試料の酸化を極力小さくすることに成功した。これらの装置を用いることにより、B4C およびその合金を熔融凝固することが可能となった。また、熔融状態から凝固する際に過冷却液体を経た場合には、リカレンセンス光を観察することができた。

B4C のみで熔融凝固させた場合、試料表面

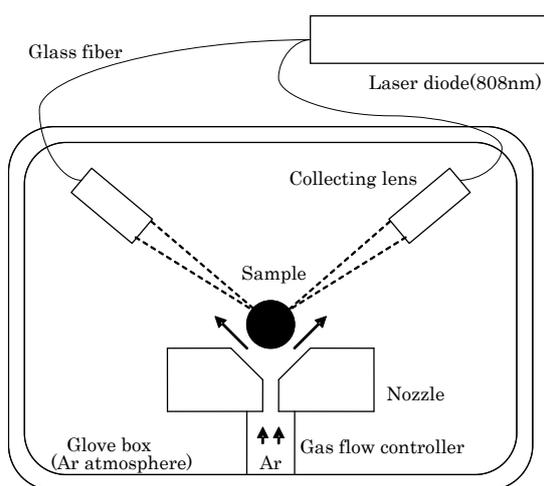


図 2 ガス浮遊熔融装置

には大きな凹凸が生じたが、B4C に炭素を添加し、B4C-C 合金にすることにより表面が非常に滑らかな球状に凝固した試料を得ることができた。得られた球状の試料の断面を研磨し、組織を観察したところ、ラメラ状の組織が形成された。これは、試料が完全に熔融したのちに凝固したことを示している。なお、

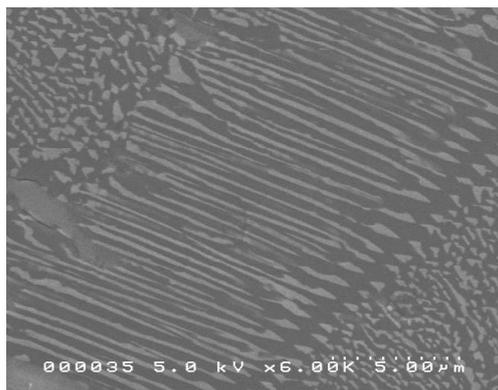


図 3 B4C-C 合金の凝固組織

添付の写真は、SEMによる組織観察をするため微量のシリコンを添加しているが、成分分析の結果、明るく見える部分にカーボンとシリコンが存在し、暗く見える部分にカーボンとボロンが存在した。

続いて、B4C-C に対して重元素のタングステンおよび貴金属の白金を添加し、凝固溶解後の組織の観察を行った。凝固後の試料において、タングステンと炭素と反応してタングステンカーバイトとして存在し、白金は単体で微粒子として存在することが明らかになった。

(2) ガスジェット法を用いた高温融体の構造解析

この B4C-C 合金の融体状態および凝固直後の原子配置を明らかにすることを目的として、ガスジェットレピテーション法と X線散乱法を組み合わせた構造解析装置を新たに構築した。X線散乱計測には、実験室系のリガク製の小角広角散乱装置 (MoKa, 18kW) を使用し、そのゴニオメータ上にガスジェットノズルを収納した小型のチャンバーを設置した。

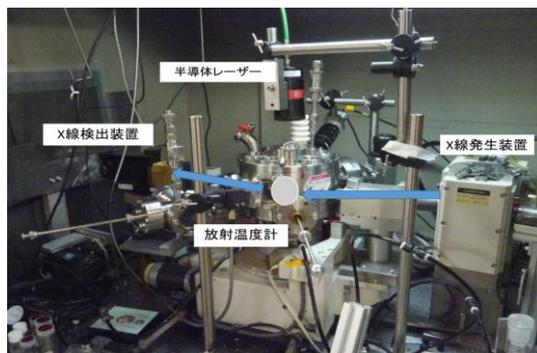


図 4 ガス浮遊試料の構造解析用装置

この装置の機能検証のため、純シリコンや純アルミニウムを始め、比較的低融点の金属・合金の融体状態における X線散乱強度を求め、原子配置に係る動径分布関数を求めた。図 5 は、チャンバーのみの散乱強度 (バック

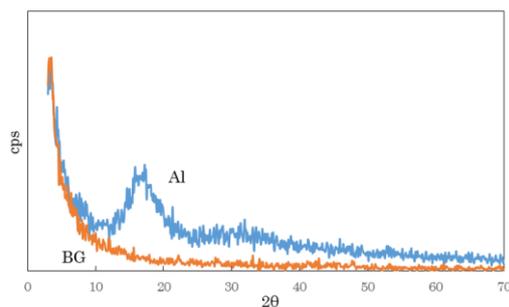


図 5 熔融 Al の X線散乱強度

グラウンド)と純アルミニウムの散乱強度である。これを構造因子および動径分布関数に変換した結果は、早稲田らによる過去の報告と極めて良い一致を示し、本装置が金属融体の構造解析に使用できることが確認された。

続いて、この装置を使用して B4C-C 合金の構造解析を行ったが、加熱用レーザーの出力が不足しており、完全な熔融状態の構造解析ができなかった。現在、チャンバーの加熱用レーザーの導入ポートの増設を行っている。今後、加熱用レーザー出力を上げて再度測定を試みる。

(3) グラッシーカーボンと B4C の熔融接合

B4C-C 合金の融解凝固が可能であることが確認されたので、続いてカーボン系複合材料と B4C-C の接合実験を行った。垂直に立てた直径 3 mm のグラッシーカーボン丸棒の上に B4C-C 合金の球体をのせ、そこを半導体レーザーで集光加熱して熔融させた。実験装置を図 6 に示す。

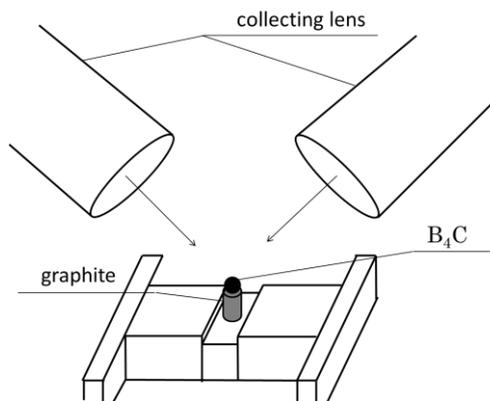


図 6 熔融接合試験装置

熔融状態を一定時間保持したのちに冷却した。実験後の試料を図 7 に示す。



図 7 熔融接合した試料の写真

写真中央が、グラッシーカーボンの丸棒、その左の端部に熔融凝固後の B4C-C が固着し

ている。B4C-C とグラッシーカーボンの中に両者とは異なる相が生じており、両者の固着強度は極めて高く、ペンチなどの工具を用いても引き剥がすことはできなかった。

この試料を樹脂に埋め込み、研磨により垂直方向の断面を露出させ、その組織を観察し断面の顕微鏡写真を図 8 に示す。写真の左下(黒色部)がグラッシーカーボンであり、右上の大理石状の組織が B4C-C である。

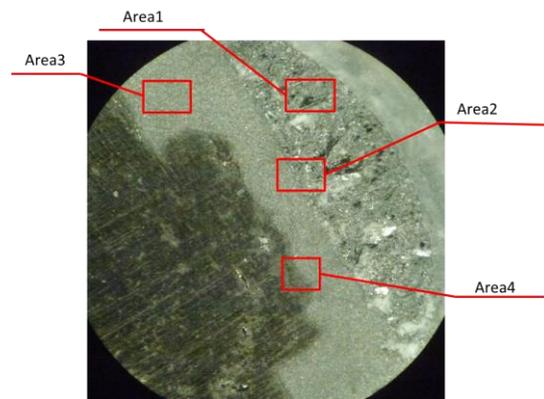


図 8 接合部の組織

両者の中間部に非常に微細な組織が観察され (Area3)、組成分析の結果 B4C-C であることが明らかになった。これは、B4C が熔融後にグラッシーカーボンと反応し、極めて微細な組織として凝固したものと考えられ、炭素系材料の熔融接合の可能性を示すことができた。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表] (計 2 件)

- ① 北村光汰, 正木匡彦, 水野章敏, 小原真司, ガスジェット浮遊法と X 線散乱を用いた液体 Bi-Ga 合金の構造解析, 日本マイクログラビティ応用学会講演会, 2014 年 11 月, 姫路
- ② 北村光汰, 正木匡彦, 水野章敏, 石川毅彦, 小原真司, ガスジェット浮遊法と X 線散乱を用いた液体 Bi-Ga 合金の構造解析, 熱工学コンファレンス, 2014 年 10 月, 東京

6. 研究組織

(1) 研究代表者

正木 匡彦 (MASAKI, Tadahiko)
 芝浦工業大学・工学部・教授
 研究者番号: 00360719