

拡散接合 その4

—接合部の金属学的・機械的評価，気密性， 接合部の非破壊評価—

大橋 修*

4・1 接合部の金属学的・機械的評価

拡散接合部の評価には，接合部の「破壊による評価」と「非破壊による評価」とがある。破壊による評価には，接合部の金属学的評価と引張試験などの機械的評価などがある。

4・1・1 接合部の金属学的評価

図4.1の(a)は拡散接合部の断面の光学顕微鏡写真，(b)はその観察試料を引張試験した後，断面と破面が見える角度からの，同一箇所での走査型電子顕微鏡写真である⁽¹⁾。

鉄の丸棒の端面を旋盤加工し，凹凸のある接合面を突き合わせて接合したことから，最初に突起部同士が接合して接合領域が増加する。断面写真での線状の密着した接合箇所が，破面写真での凹凸のある接合箇所の破断箇所と一致する。

引張破面の走査型電子顕微鏡観察では，純Alは接合箇所の痕跡は分かりにくい。しかし他の金属の破面では，接合の痕跡を確認できる。図4.2は，銅の拡散接合部の破面の観察像を示す。撮影倍率を変化させての観察で，未接合部には結晶粒界が見られ，また接合部の破断した領域ではディンプル等が観察され，未接合部と接合部の差別化が容易にできる⁽¹⁾。

接合面積割合の算出には，①断面観察からの算出法，②破面から求めた算出法がある。後者の破面観察からの算出法では，測定値のバラツキが少ない。接合面積割合の測定に際しては，(a)の写真と同程度の撮影倍率(500倍前後)で，破面の数箇所の観察像の平均値から算出される⁽¹⁾。

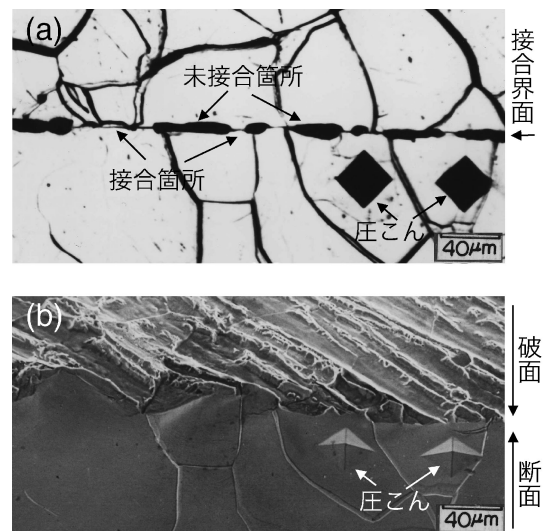


図4.1 接合部の(a)断面写真と(b)引張試験後の走査型電子顕微鏡写真。(鉄，830°C，32 min，5 MPa，10 μm)

4・1・2 接合部の機械的評価

接合部の機械的性能評価には，引張試験が行われる。JIS規格による引張試験片の形状は均質な材料を試験するものであり，接合部を評価するJIS規格はない。拡散接合した材料が小さいことから，独自の形状の試験片を作製して，引張試験を行うことが多い。

図4.3は，平行部長さが16 mm(直径8 mm)の形状での引張試験で，チタン，鉄，銅，ステンレス鋼の拡散接合部の結

* WELLBOND, 代表(東京理科大学・客員教授)
Diffusion Welding —Metallurgical, Mechanical, Non Destructive Evaluation on Diffusion Welding—; Osamu Ohashi (WELLBOND (Visiting Professor, Tokyo University of Science), Tsukubamirai)
Keywords: diffusion welding, diffusion bonding, metallurgical evaluation, mechanical evaluation, nondestructive evaluation
2018年7月2日受理[doi:10.2320/materia.57.620]

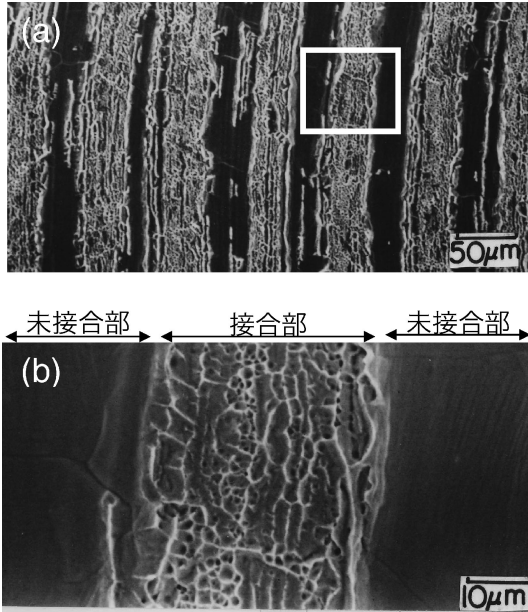


図4.2 銅の拡散接合部の引張破面の走査型電子顕微鏡写真. (a)の写真中の枠内を拡大した写真が(b). (800°C, 4 min, 16 MPa, 3 μm)

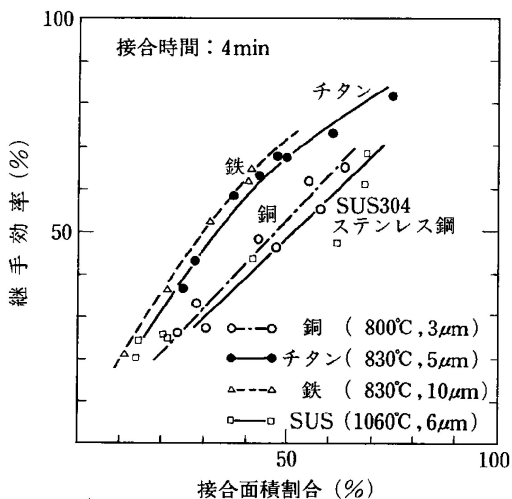


図4.3 拡散接合部の、継手効率と接合面積割合の関係.

果を示す⁽²⁾. 図の縦軸は、接合部の強さを同じ熱履歴を受けた母材の引張強さで割った値、継手効率(%)で整理している.

接合部での微細な接合箇所形状や分布状態が引張強さに影響しないとすると、同図で傾きが45度の直線関係が得られるはずである. 銅とステンレス鋼では、ほぼ45度の直線上にあり、これらの材料の接合箇所は母材並みに接合している. しかし他の材料は、かなり上方に位置している.

この原因は、接合部に空隙が多数分布して、空隙が接合部に対して切欠きとして作用するためである. 図4.4は、母材の引張強さに及ぼす切欠きの影響を示す. この図は円周切欠きをもつ直径10 mmの各種金属の丸棒の結果で、切欠き深さの影響を示す. 45度の直線よりも上方に位置して、切欠

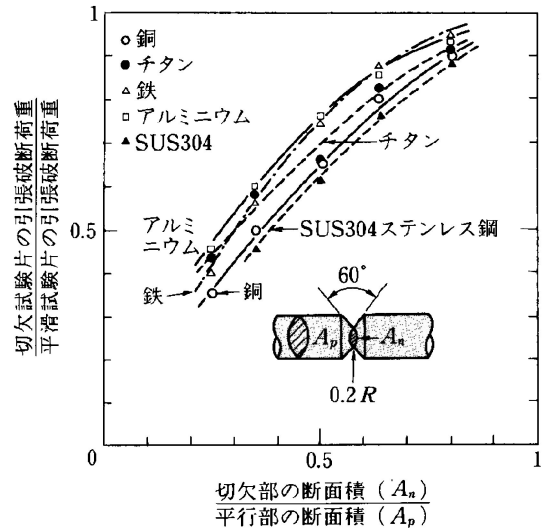


図4.4 母材の引張強さに及ぼす切欠き深さの影響.

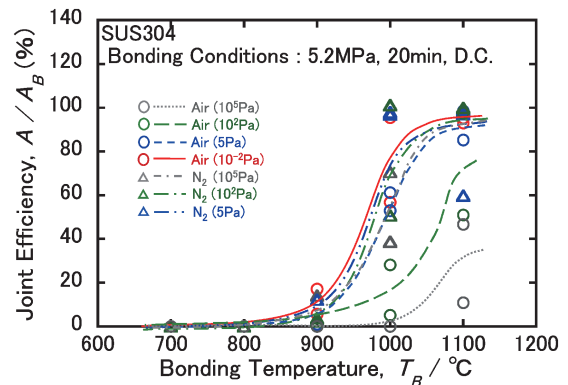


図4.5 SUS304ステンレス鋼拡散接合部の引張試験時の絞りから算出した継手効率と接合温度の関係. (オンラインカラー)

き試験片の引張強さが平滑試験片の値よりも大きくなる.

平滑試験片よりも切欠き試験片の引張強さが大きくなるのは、切欠き近傍の材料の拘束効果で説明できる.

拡散接合部の引張強さは、欠陥で強化され母材並みに達する. しかし、接合部に欠陥があると接合部の伸び、絞りが小さい.

図4.5は、SUS304ステンレス鋼を各種の接合雰囲気中で接合して引張試験を行い、絞りを測定した. 接合に際しては、接合試料を真空装置内に取り付け後、真空に排気した. 引き続き、排気しながら各種ガスを導入しながら、所定の雰囲気圧力を保持した. 加熱は接合試料に直接通電して、昇温速度100°C/minで加熱し、所定温度に20 min保持した. 絞りから算出した継手効率(A/A_B, A:継手の引張試験破断部の絞り(%), A_B:継手と同じ熱履歴を受けた母材の引張試験破断部の絞り(%))と接合温度との関係で、引張強さから算出した継手効率よりも、雰囲気の違いが明確になる. 引張試験の際、引張強さの他、接合部の延性を示す指標、絞り、伸びについての評価も重要である.

引張試験といった「静的試験」よりも、疲労試験、衝撃試験、クリープ試験といった「動的試験」の方が、接合部の微小欠陥(空隙、介在物)に敏感で、影響を受けやすい。

4・2 接合部の気密性

各種の接合面粗さのステンレス鋼を、種々の接合圧力下で接合して、接合面での接合面積割合の異なる接合試験片を製

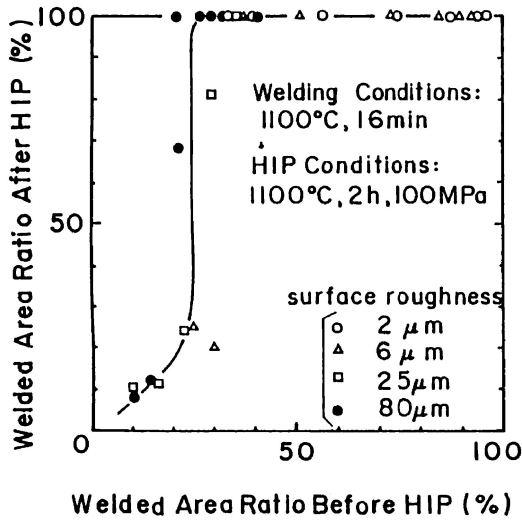


図4.6 HIP 処理後の接合面積割合と HIP 処理前の接合面積割合との関係。

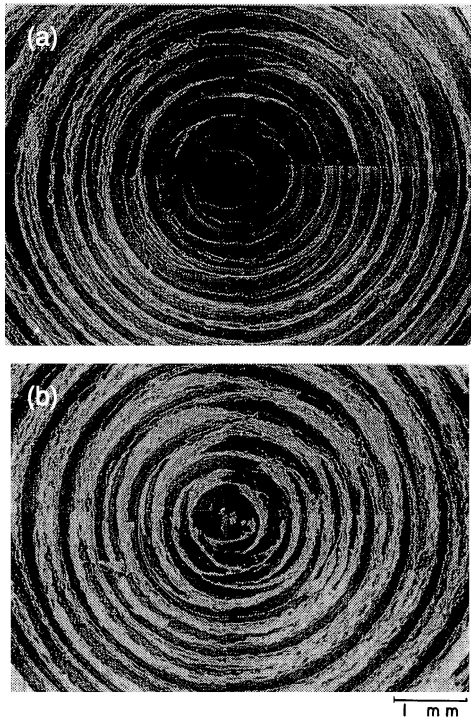


図4.7 HIP 処理前の接合部の引張破面の走査型電子顕微鏡写真．接合面積割合が(a)：26%，(b)：40%．

作した．同一条件で2本作製して、一本はそのまま引張試験、他の試験片は高温のガス中でHIP 処理を施した³⁾。

図4.6は、HIP 処理後の接合面積割合と、HIP 処理前の接合面積割合との関係を示す．その結果、HIP 処理前接合面積割合が30%を超えた試験片では、HIP 処理後接合面積が100%に達する．HIP 処理前の接合部の破面観察の一部を図4.7に示す．白い領域が接合して破断した箇所、黒い領域が未接合部(空隙部)である．(a)の接合面積割合が26%では、内部の黒い空隙が外部へ通じているが、(b)は40%では、閉ざされた空隙となっている．

接合面積割合が30%以上になると、接合面粗さに関係なく、閉ざされた空隙となることから、予備接合した拡散接合試験片のHIP 処理で、接合部の空隙を消失させることができる³⁾。

圧延したステンレス鋼箔(0.25 mm 厚)を480枚積層した拡散接合体においては、接合面積割合が50%を超えると、HIP 処理で空隙が消失した⁽⁴⁾。

接合面の最終表面処理法で表面形状が変化し、閉ざされた空隙を形成する、接合面積割合のしきい値が変化する．しきい値以上の接合面積割合では、拡散接合部の気密性が保持される。

4・3 接合部の非破壊評価

拡散接合部の非破壊評価試験法として、X 線透過試験、超音波探傷試験、浸透探傷試験、電気抵抗測定、AE 測定等がある．拡散接合部に残留する微小な欠陥を検出できる可能性の高い超音波探傷、X 線透過試験について述べる．

4・3・1 超音波探傷

図4.8は、ステンレス鋼拡散接合部を超音波探傷試験した際のモニター上の波形を示す．接合試験片の端部に探傷子を接触させての結果である．探傷子から30 mm の箇所に接合

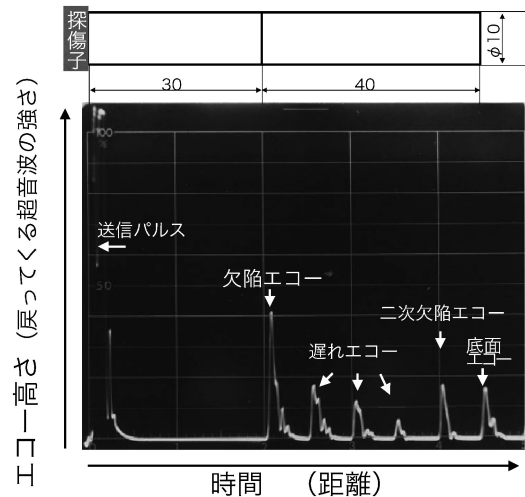


図4.8 接合部を超音波探傷試験した際のモニター上の波形。

面があり、接合面からの超音波の反射(欠陥エコー)や探傷子から70 mmの接合試験片端からの反射(底面エコー)等が観察される。

接合部の欠陥エコー高さ(F)を定量的に測定するため、接合試験片と同じ熱履歴を受けた長さ30 mmの対比試験片の底面エコー高さ(B)の比(F/B)を測定して、この比を欠陥の反射率(%)と定義した。

図4.9は、各種の表面粗さのステンレス鋼を接合圧力を変化させて接合した試験片について、超音波の反射率と破面から測定した接合面積割合との関係を示す。

表面粗さが一定の試験片では、超音波の反射率と接合面積割合とは一定の関係がある。この結果から、超音波の反射率から接合面積割合が評価できる。しかし、表面粗さが細くなり、実用的に使用されている表面粗さ(3, 4 μm)では、接合面積割合が60%を越えると、超音波探傷試験では評価が不可能となる⁽⁵⁾。

この原因は、図4.10に示したように、表面粗さが細くなると接合部の欠陥サイズが小さくなることに起因する。欠陥量が同じでも、小さな欠陥が分布している場合、超音波の反射率が小さくなる。

超音波の反射量は、超音波の波長(λ)と欠陥サイズ(V)の比(λ/V)に密接に関係する。この値(λ/V)が1よりも小さくなると、超音波の反射量が低下する。

小さな欠陥の検出には、周波数の高い超音波を使用すれば良い。しかし超音波の周波数が高くなると、金属材料中の減衰(材料中の結晶粒界での反射に起因)量が多くなり、超音波探傷が困難となる。鉄鋼材料の熔融溶接部の超音波探傷では、減衰の問題が比較的少ない2.25, 5, 10 MHzの周波数が

よく使用される。

拡散接合部内にある人工空隙サイズが数100 μm より小さくなると、人工欠陥を検出できない。拡散接合部では、空隙サイズが数 μm と小さいことから、現状では、超音波探傷は困難である。

4・3・2 X線CT

図4.11は南天の葉およびその実をデザインした「南天図目貫」である。この目貫をX線CT(東芝製TOSCANER-32251 μhd)で観察した結果を図4.12に示す。図4.11でのAB線での切断面を示す。銅板を鍛金加工して局部的に金箔を貼り付け、また金粒を埋め込んで制作していることが明らかと

表面粗さ	破面写真	継手効率	真実接合面積割合	超音波反射率(5MHz)
80 μm		52%	継手効率と同程度	60%
25 μm		54%	継手効率と同程度	42%
10 μm		61%	継手効率と同程度	10%
4 μm		51%	継手効率と同程度	8%

図4.10 同程度の継手効率(約50~60%)を持つ各種表面粗さの拡散接合部についての破面写真と超音波の反射率。

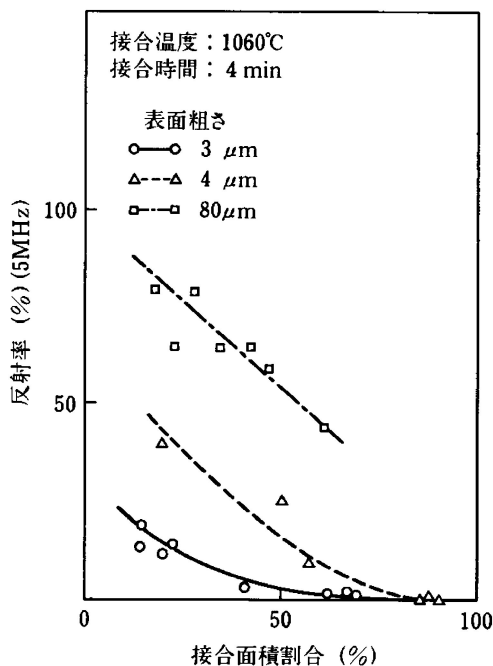


図4.9 拡散接合部の超音波の反射率と接合面積割合との関係。

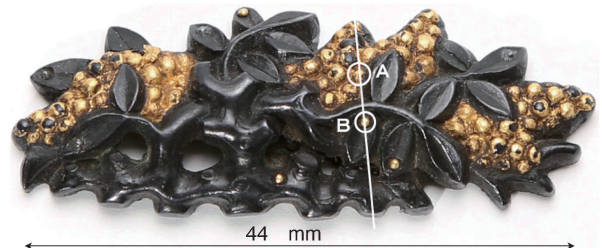


図4.11 南天図目貫の全体写真。(オンラインカラー)

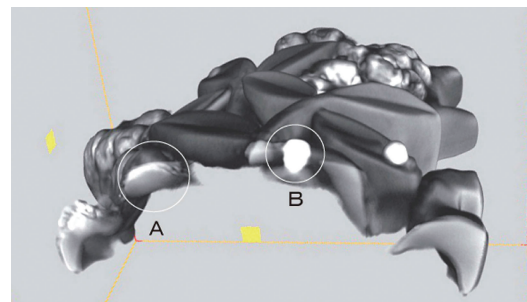


図4.12 X線CT写真(図4.11でのAB線の断面)。(オンラインカラー)

なった。しかし、銅板と金箔の界面観察は不可能で、その接合法を明らかにすることはできなかった⁽⁶⁾。

接合部から空気漏れがあるステンレス鋼箔の積層接合体について、X線CTで観察した結果、空気漏れがある接合箇所を特定することはできなかった。現時点でのX線CTでの解像度は最高20μmであることから、拡散接合界面の欠陥(空隙、介在物)の検出はできない⁽⁷⁾。

4.4 接合部の品質安定化に向けて

拡散接合で製作した中空部品の中空構造の形状は、現行の非破壊装置で評価できる。しかし、拡散接合面内の欠陥(空隙、介在物等)は、μmオーダーと微細であることから、現行の非破壊装置での検出は不可能に近い。

接合部の品質を保証するため、次の三つの方法が取られる。

- (1) 製品のわきにダミーを置いて、接合後そのダミーを破壊して評価。
- (2) 接合部の空隙を消失させるためには、温度、圧力、時間を増加させる。その結果、接合部の断面積が増加する。図4.13に示すように、接合前後の接合部の断面積の増加量から算出した変形度と、接合部の空隙量には一定の関係がある⁽³⁾。工業的には、接合体の形状変化量から、接合部の品質をモニタリングできる。
- (3) 製造工程の管理である。例えば表4.1は、航空機チタン合金の拡散接合部品の実用化に際して採用された「主要な製造工程とチェック項目」である⁽⁸⁾。

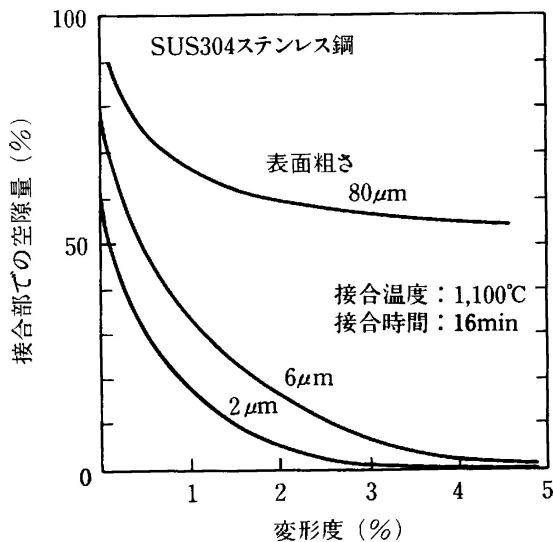


図4.13 拡散接合部での空隙量と接合部の変形度の関係。

表4.1 チタン製航空機部品の製造工程とチェック項目。

工 程	チ ェ ッ ク 項 目
素材	素材検査データ(化学組成, 熱処理状態, 引張試験, 超音波検査), 形状確認
素材切断・機械加工	接合面粗さ, 平行度, 平面度, 寸法, 接合面の傷, 接合部端部の形状
前洗浄	前洗浄および洗浄保管
接合体の積層	接合体の積層, 接合体と接合ジグ間の剥離剤
接合	積層接合体の装置, 温度分布, 温度履歴, 加圧力, 接合雰囲気, 冷却法
接合後検査	非破壊検査: 外観, 寸法, 板厚減少率, 超音波探傷等 破壊試験: 引張強さ, 耐力, 伸び, 絞り, 破面観察等 衝撃試験: 衝撃値, 破面
仕上げ加工	
浸透探傷検査	機械加工仕上げ検査と同時に実施

生産管理, 現行の評価装置を駆使して, 個々の拡散接合品に対して, 最適な品質保証プロセスを確立する必要がある。

(完)

文 献

- (1) <https://ir.library.osaka-u.ac.jp/repo/ouka/all/23446/>
- (2) 大橋 修, 橋本達也: 溶接学会誌, 46(1977), 997-1003.
- (3) 大橋修他: 溶接学会論文集, 6(1988), 493-499.
- (4) 大橋 修: 溶接学会論文集, 11(1993), 489-493.
- (5) 大橋 修, 橋本達也他: 溶接学会誌, 48(1979), 182-186.
- (6) 相原健作, 成井美穂他: 金属学会秋季全国大会, 2013年9月, 275.
- (7) <https://www.yxlon.co.jp/Yxlon/media/Content/Applications/CT%20Metrology/YXLON-CT-Metrology-Brochure.pdf>
- (8) 大隅 真, 清藤晋一郎, 坂本光正: 三菱重工技報, 21(1984-1), 117-124.



大橋 修

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 1966年 富山大学工学部電気工学科卒業
 1966年 科学技術庁金属材料技術研究所 入所
 1996年 新潟大学自然科学研究科へ出向
 2009年 新潟大学自然科学研究科 退官
 専門分野: 接合, 界面科学
 ◎基礎から応用までの「拡散接合研究」に従事。退官後は、設立したWELLBONDを通して、接合に関わる「情報発信」と「コンサルティング」の他、「接合プロセスの発展経緯」の調査等に従事。
 ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★