

多層接合における界面の耐酸化性に関する研究

素材開発部 ○瀬知啓久*, 新村孝善*

(現 *企画情報部)

1. はじめに

電気・電子, 機械など多くの工業分野において, 部材のコンパクト化とさらなる高機能化の両立を達成することが求められている。この要求に対応するため, 異なる特性を有するセラミックスと金属を組み合わせる^{1,2)}ことで積層構造の接合体を実現することが必要となっている。しかしながら, このような多層接合を実現するためには, 特殊な真空設備が必要となっている。そこで, セラミックスと金属の多層接合(ろう付)を行う際の温度やろう材の種類, 加熱の際の雰囲気(ガス・真空), 加熱回数が界面の組織などに与える影響について検討し, より簡便な製造工程の確立を図った。

2. 実験方法

多層ろう付を行う際, 第1段階のろう付と第2段階のろう付を約100℃の温度差で行った。これは, 第2段階の加熱の際に第1段階のろう材が溶融することを防ぐためである。

供試材料には, 超硬合金を用い, 窒化ホウ素として高純度h-BN, リン脱酸銅を使用した。ろう材には, 表2に示す組成のものを用いた。第1段階のろう付に活性金属ろう材①を, 第2段階のろう付に銀ろう材として②A~Cの各種ろう材を用いた。これらのろう材のろう付温度範囲は630~750℃である。

ベース材と窒化ホウ素の間にろう材を挟み, Ar雰囲気中で表1の条件で第1段階のろう付を行い, 試料を作製した。なお, この条件で良好な接合が得られることを確認している³⁻⁵⁾。

第1段階のろう付終了後, 超音波顕微鏡を用いた接合界面の密着性評価を行った後, 表3の条件で第2段階のろう付を行った。Arガス中で第2段階のろう付を行う際には, ホウ素化合物及びフッ素化合物系フラックスを使用した。加熱中の温度は, 超硬合金基板裏面の温度を熱電対により測定した。多層接合が終了した段階の試料の模式図を図1に示す。

表1 第1段階のろう付条件

Pulsed YAG Average Output (kW)	0-0.134
CW LD Output (kW)	0.02-0.1
Pulse frequency (Hz)	100
Scanning speed (mm/s)	0.1-1.6

表2 使用したろう材 (組成:mass%)

名称	Ag	Cu	Zn	Mn	Sn	Cd	Ti	液相線
①	70.2	28.1	-	-	-	-	1.7	790℃
②A	45	16	16	-	-	24	-	620℃
②B	49.8	15.9	26.7	4.6	-	-	-	690℃
②C	55.9	22.0	17.0	-	5.0	-	-	650℃

表3 第2段階のろう付条件

雰囲気	真空中, Arガス中
温度	650℃, 700℃, 750℃
昇温速度	5~100℃/min

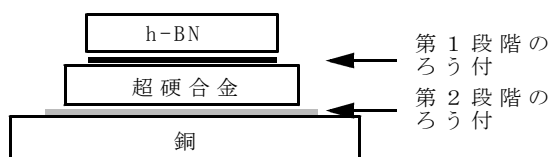
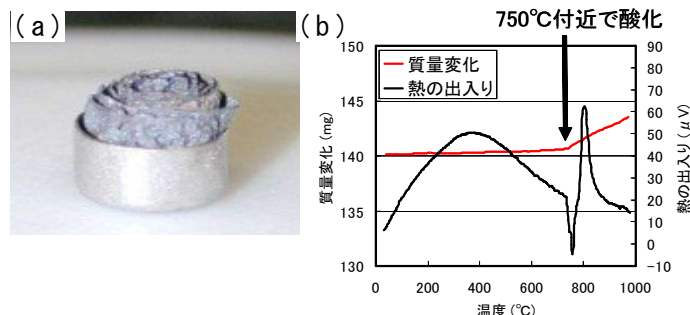


図1 試料の模式図



(a) 昇温テスト後のろう材外観

(b) 加熱中の重量変化

図2 ろう材の酸化挙動

作製した試料の断面について、電子顕微鏡観察、電子線プローブマイクロアナライザによる元素分析を行うと共に、超音波顕微鏡を用いた接合界面の密着性評価、せん断強度測定を行った。

3. 結果

第1段階の接合に用いたろう材の酸化挙動を調べるために、Arガス雰囲気中で第1段階のろう付に用いるろう材(Ag-Cu-Ti系)の昇温テストを実施した。図2に示すように、Tiの酸化が原因で400℃付近からTG(重量変化)が徐々に増加し、750℃付近から急激に増加した。また、昇温テスト後のろう材には、TiO₂に起因するピークが見られた。このことから、第1段階のろう付に用いるろう材(Ag-Cu-Ti系)を使用する場合、750℃以下であれば急激な酸化を抑制出来る可能性が見いだせた。

そこで、図3および図4に示すように、700℃・Arガス中で第2段階のろう付が可能かどうか検討した。試料の接合界面の密着性は第1段階、第2段階とも良好であり、セラミックス/金属接合部の強度にも極端な低下は見られなかった。さらに、環境意識の高まりに対応するため、Cdフリー銀ろう材の中からろう材②B、②Cを用いて多層接合テストを実施したところ、Cd含有ろう材と同等の結果が得られた。以上の結果から、従来必須とされていた高真空の装置を用いることなく、比較的低コストの装置を用いた多層ろう付が可能となった。

4. おわりに

セラミックスと金属の積層構造体を実現する上で課題となっている製造工程の簡略化を図るため、セラミックスと金属の多層接合の条件が接合部に与える影響について検討した。従来必須とされていた高真空の装置を用いることなく、比較的低コストの装置を用いた多層ろう付が可能となった。

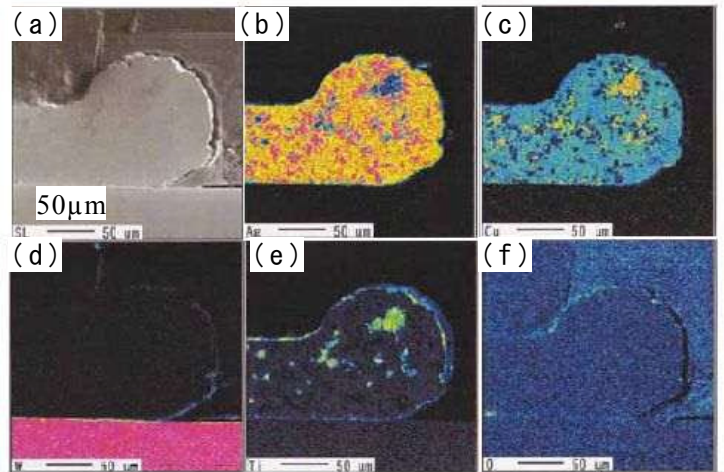
なお、本研究は、大阪大学接合科学研究所の共同研究員制度を利用して行った。また、元素分析には、電子線プローブマイクロアナライザ(H21年度(財)JKA補助機器)を用いた。ここに謝意を表す。

参考文献

- 1) M. G. Nicholas, et. al., J. Mater. Sci., 25 (1990) 2679-2689
- 2) S. D. Peteves, Ceramics International, 22(1996) 527-533
- 3) 瀬知, 鹿児島県工業技術センター研究報告, 22 (2008) 31-34
- 4) Y. Sechi, et. al., Materials and Design, Vol. 31 (2010) 2071-2077
- 5) Y. Sechi, et. al., Smart Processing Technology, Vol. 2 (2008) 27-30



図3 第1段階のろう材外観



(a) SEM写真 (b) 銀 (c) 銅
(d) タングステン (e) チタン (f) 酸素
図4 Arガス中で第2段階のろう付を行った試料の断面