

金属・セラミックス接合における活性金属成分の酸化抑制

生産技術部 ○瀬知啓久, 瀬戸口正和

1. はじめに

セラミックスと金属の接合は幅広い分野で利用されており、Tiなどの活性金属を添加したろう材で接合されている。しかし、ろう材中の活性成分の劣化抑制には酸化防止雰囲気が必要であり、より使いやすい劣化抑制手法の開発が求められている。そこで、加熱時間短縮が可能なレーザーを熱源とし、真空排気設備を省略しつつ酸化を抑制できる新規活性金属接合法を開発した。

2. 実験方法

2. 1 レーザブレイジング雰囲気酸素濃度測定システムの構築

本研究では、レーザーを用いた急速加熱中における試料周辺の酸素濃度と試料付近の温度の双方を正確に測定するため、レーザー光源を熱源とし、酸素センサーを組み込んだ加熱チャンバー及び酸素濃度計とその他計測器(熱電対等)の情報を一元的に測定するシステムを構築した。図1に模式図を示す。なお、チャンバーの気密について、 10^{-1} Pa程度を保つように雰囲気制御が可能な設計とした。

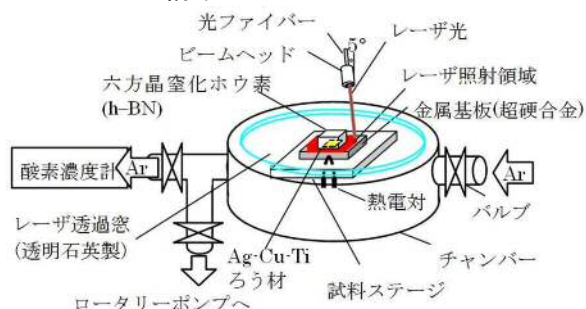


図1 レーザブレイジング装置の模式図

2. 2 作製試料の評価

作製した試料について、外観観察ならびにEPMAによるろう材断面の元素分析を行った。断面観察用のため、試料の一部を低速ダイヤモンド切断砥石で水冷しながら切断し、冷間硬化樹脂に埋込後、エメリー紙#120~#800による研磨加工を施し、最終的に $1\mu\text{m}$ ダイヤモンド粒子を用いてバフ研磨加工を行い、観察用試料を作製した。接合界面の密着性評価には、超音波顕微鏡を用い、せん断強度測定には、材料試験機を用いた。接合面積によるせん断強度への影響を防ぐため、せん断試験で得られた応力値を上述の超音波顕微鏡を用いて測定した接合部面積で割った値をせん断強度とした。

3. 結果

図2に加熱の際の代表的な超硬合金裏面温度プロファイルを示す。温度上昇は、1辺目の加熱開始時から4辺目の加熱終了時までほぼ一定の傾きで上昇した。予備排気あり・Ar流量5L/minの場合、加熱終了時の最高温度は約970Kである。この値は熱電対での基板裏面の測定温度であるため、実際の基板上面の温度は一次元の温度近似を行った場合、150~200K高いものと考えられ、熔融状況からもろう材の熔融温度(1,063K)を上回っていることを確認している。予備排気なし・Arガス流量10L/minの場合も同様に、ろう材の熔融を確認した。すなわち、最もガス流量が多い条件においても十分に加熱が可能であることを確認した。Arガス流量1L/minの場合、ガス流量が少ないことに起因して試料冷却効果が減少するこ

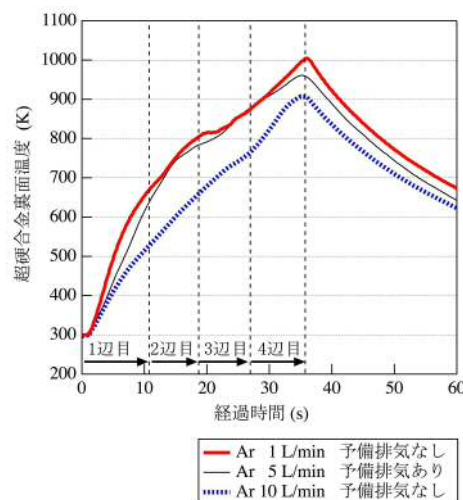


図2 レーザ加熱中の超硬合金基板裏側の温度プロファイル

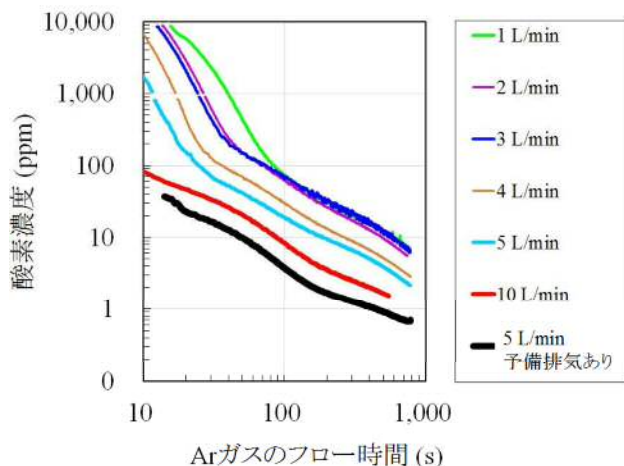


図3 チャンバー内酸素濃度測定結果

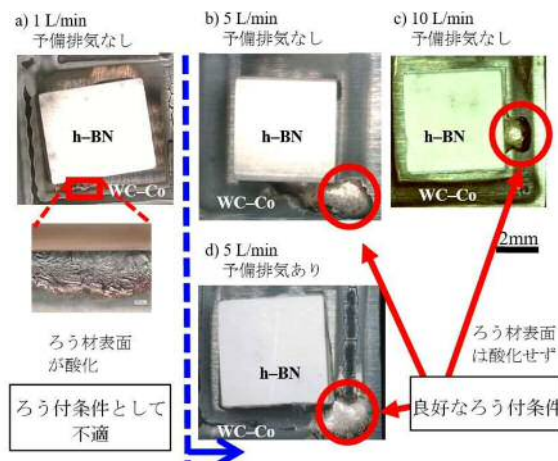


図4 作製試料の外観とAr流量/予備排気有無の影響比較

とから、最高温度は1,000K程度となった。このように、加熱の際に試料が高温に曝される時間は、従来の炉中ろう付（数十分～1時間）と比較して非常に短時間となっている。

図3に、加熱前のチャンバー内酸素濃度測定結果を示す。いずれの条件においても、時間経過とともに酸素濃度は低減した。Arガス流量が1～3L/minの場合、バルブ操作等の影響が考えられるガスフロー直後を除き、100秒経過後はほぼ同様の酸素濃度低減傾向を示した。一方、Arガス流量が4～10L/minの場合、酸素濃度はガス流量の増加と共に低減傾向を示した。これらの結果から、酸素濃度の低減にはガス流量による閾値が存在することが分かる。この閾値には、装置の内面積や試料の密度（セラミックスの相対密度が低い場合には、気孔からの残留酸素の放出）等が影響するものと考えられる。

図4に、作製試料の外観とAr流量/予備排気有無の影響比較を示す。いずれの試料もArガスフロー開始後180秒後に加熱を開始している。a)の予備排気なし・Ar流量1L/minの場合の結果では、ろう材のフィレット部分が金属光沢を失っており、ろう材表面が酸化していることが確認できた。一方、b)の予備排気なし・Ar流量5L/minの場合の結果では、接合界面からはみ出したろう材表面に明確な酸化は見られなかった。加えて、a)やb)と比較して低い酸素濃度挙動を示した、c)予備排気なし・Ar流量5L/min、10L/minおよびd)予備排気後5L/minの場合においても、b)と同様に接合界面からはみ出したろう材表面に明確な酸化は見られなかった。加熱開始時（Arフロー開始後180秒経過時）の酸素濃度は、a):約30ppm, b):約10ppm, c):3.8ppm, d):1.8ppmを示している。このことから、今回の実験結果におけるレーザーブレイジング中のTiの酸化閾値は10～30ppmの間に存在するものと推定される。

4. おわりに

セラミックスと金属の活性金属ろう付において、加熱時のチャンバー内酸素濃度を精密に測定するシステムを構築し、活性金属成分であるTiの酸化を抑制する手法について検討を行った。Tiの酸化に関し、Arガス流量や加熱前の予備排気の有無についての影響を明確にするとともに、加熱時間を短縮可能なレーザーを熱源とし、Arガスの流量制御を行うことで、真空排気を省略した条件下でも加熱中のろう材の酸化を抑制することができた。

謝辞

本研究の一部は、大阪大学接合科学研究所「接合科学共同利用・共同研究拠点」制度に係る共同研究の一環として行われました。また、(公財)天田財団からの一般研究開発助成を受けて研究を実施しました。ここに深く感謝致します。