

## 自動車用部品の耐熱性向上技術の開発

生産技術部 ○瀬知啓久

### 1. はじめに

自動車用部品の高性能化に伴い、ディーゼルエンジン始動用のグロープラグにも電極部分の耐熱性向上が求められている。図1は、グロープラグのヒーター部の製造工程概略である。セラミックス(窒化ケイ素)製ヒーターの表面に電極を焼き付け(メタライズ)、ステンレス配線を溶けた金属でろう付して一体化する。ヒーター部分は急速昇温するため、電源を供給する電極にも耐久性と高い信頼性が求められる。そこで、セラミックスに形成する電極部分の金属材料組成の検討やコーティングにより耐熱性と密着性の両立を図り、500℃、12時間の大気中加熱に耐え得る電極形成技術を開発した。

### 2. 実験方法

#### 2.1 メタライズ層の金属材料組成検討

実験には、市販の窒化ケイ素基板と表1に示すメタライズ材料(厚さ0.1mm)を使用した。この材料は、銀-銅(Ag-Cu)系材料を主体として、窒化ケイ素と反応して密着させるためにチタン(Ti)を含有している。そこで、市販のAg-Cu-Ti系材料<sup>2),3)</sup>を基準として、Ti含有率を変更した3種類を作製した。なお、同等の熔融挙動となるよう、Ag:Cuを概ね2.5:1に調製した。

窒化ケイ素基板ならびにメタライズ材料をアセトン中で10分間超音波洗浄後、窒化ケイ素基板の中央部に板状のメタライズ材料を置いて真空炉内にセットし、真空排気後、50Paのアルゴン雰囲気にて830℃、10分間の加熱を行ってメタライズを実施した。加熱後は室温まで冷却した後、大気中にて500℃、12時間の耐酸化試験を実施し、断面観察を行った。

#### 2.2 メタライズ層へのコーティング形成

メタライズ材料中のCuやTiは、大気中での高温加熱により酸化する。この対策として、低温硬化し高温耐久性を有するアルミナ系水和物ペーストによるメタライズ層のコーティングを試みた。

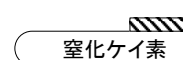
メタライズ層表面にペーストを塗布し、24時間室温保持後、大気中で90℃、2時間の脱水を実施した。さらに大気中で150℃、3時間の加熱でコーティング層を形成後、大気中500℃、12時間の耐酸化試験を実施し、断面観察を行った。

### 3. 結果

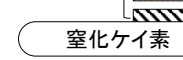
#### 3.1 メタライズ層の金属材料組成検討

試料①~③を用いた試料の断面観察からは、Ti含有率の増加に伴うメタライズ層表面の酸化の進行が確認された。図2に、酸化の進行が最も少ない試料①(Ti含有率0.28%)の断面電子顕微鏡(SEM)観察ならびに元素分析結果を示す。表面側(図中点線よりも上側)のSEM観察像と元素分析結果から、Tiは表面の濃灰色層にのみ薄く分布しており、耐熱性試験後の酸化は表面に露出したTiおよびCuに限定

①メタライズ(電極焼き付け)



②配線ろう付 ↓ ステンレス配線 ← 金属ろう材



③一体化

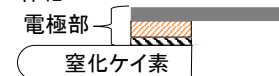


図1 グロープラグヒーター部の製造工程概略

表1 メタライズ材料組成  
(組成:mass%)

No.	Ag	Cu	Ti
試料①	71.49	28.23	0.28
試料②	70.26	28.06	1.68
試料③	69.61	27.59	2.80
(参考1 <sup>2)</sup> )	71.0	27.5	1.5
(参考2 <sup>3)</sup> )	70.5	26.5	3
(参考3 <sup>3)</sup> )	64.8	25.2	10

されることが分かった。加えて、窒化ケイ素側（図中点線よりも下側）の結果から、活性成分であるTiが界面に層状に分布し、窒化ケイ素と密着していることが分かった。この結果、従来使用されているメタライズ材料の数分の1に相当するTi含有率でもメタライズを可能であることが明らかとなった。

### 3. 2 メタライズ層へのコーティング形成

酸化の原因となるTiを減らした試料①でも、メタライズ層が露出した条件での大気中での耐熱性は十分ではない。そこで、試料①にコーティングを施すことでメタライズ層の表面酸化抑制を試みた。

図3に示す耐熱性試験後の低倍での断面観察結果から、メタライズ層をコーティング膜が被覆していることが確認できた。図4に示す断面中央付近を拡大したSEM観察像から、上半分のコーティング部分が下半分のメタライズ層に密着していることが確認できた。また、元素分析結果にはメタライズ層表面部分の金属酸化は見られなかった。これらの結果から、アルミナ水和物を用いたコーティングにより、メタライズ層の表面酸化を抑制できることが確認できた。

### 4. おわりに

自動車用部品に使用される窒化ケイ素部品（グロープラグ）のヒーター電極焼き付け部分であるメタライズ層耐熱性向上を図るための金属材料組成を検討し、さらにコーティング形成による耐熱性向上を試みることで、500℃、12時間の大気中加熱に耐え得る電極形成が可能となった。

### 参考文献

- 1) 日本工業規格：“溶接用語—第3部：ろう接”，Z3001-3（2008）。
- 2) “再生可能エネルギー最新情報”（2012.07.06）。  
<http://sustainablejapan.net/?p=1957>
- 3) サクソニア社資料：“BrazeTec active brazing alloys and active brazing paste”

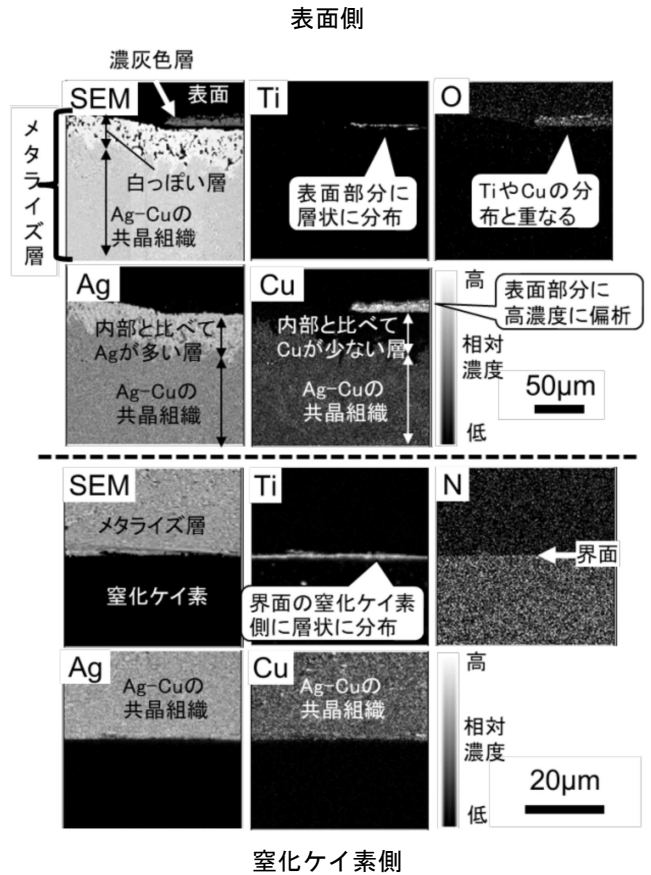


図2 試料①(Ag-Cu-0.28%Ti)の断面電子顕微鏡(SEM)観察ならびに元素分析結果

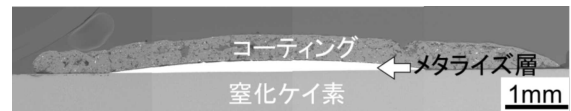


図3 耐熱性試験後の断面観察結果

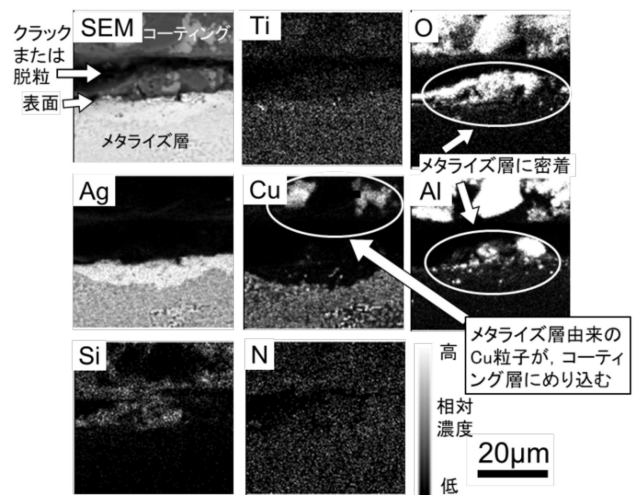


図4 耐熱性試験後の断面中央付近の電子顕微鏡(SEM)観察および元素分析結果