

409 チタン／アルミナ固相接合に対するアルミナ表面金属化の効果

大阪大学 工学部 西口 公之
 大阪大学 溶接工学研究所 高橋 康夫
 大阪大学 大学院 (現 三菱電機) ○石井 宏之

The effect of metallization of Al_2O_3 surface for Ti/ Al_2O_3 solid state diffusion bonding

by Kimiyuki Nishiguchi, Yasuo Takahashi and Hiroyuki Ishii

1. 緒言 金属とセラミックスの接合では、その両材料自身の持つ結合状態の違い、あるいは金属表面の酸化皮膜等の存在のために、接合界面を通しての化学結合を形成させるためには、ある高さの活性化エネルギーの壁をのりこえなければならないと考えられる。しかし、そのために接合温度を上げたり接合時間を長くしたりすると、界面を通しての相互拡散が促進され、界面近傍に脆弱な化合物の層の形成を促すことになる。そこで本研究では、蒸着による接合系ではバルク中の原子に比べ蒸発原子の持つポテンシャルエネルギーが高いことに注目し、そのことを利用して、前述の活性化エネルギーを見かけ上小さくできると考え、接合前のセラミックス表面に活性金属を蒸着し、表面を接合前に金属化しておく方法の提案及びその効果について検討を行った。

2. 試料準備及び接合方法 接合系としては、熱応力の影響をできるだけ取り除くために熱膨張率の差の小さい純Tiと純 Al_2O_3 の系を採用した。接合前の表面金属化の方法としては、 Al_2O_3 表面にTiを真空蒸着する方法をとった。接合条件は、温度は1173Kで一定とし、長時間低応力接合として3MPa、2時間、短時間高応力接合として10MPa、10分の2種類の条件とした。これらの接合条件のもとでの、接合前の蒸着膜厚に対する接合率の変化をFig.1に示す。この図より、膜厚が1600Å程度まではどちらの条件でも接合率は約40%でほぼ一定であることがわかる。このことからこれらの条件下では接合強度をそのまま比較することができると考えられる。

3. 実験結果及び考察 接合前にTiを Al_2O_3 表面に500Å程度以上蒸着しておけば接合時の昇温過程で得られる程度の熱エネルギーで、膜-基板界面を通しての化学結合(Ti-O及びTi-Al結合)が十分に形成されることを、界面を通しての特定オーグエピークの強度比の変遷を調べる手法¹⁾により確認している。すなわち、接合前の Al_2O_3 表面にTiを500Å程度以上蒸着しておけば、接合開始前の昇温過程において界面を通しての化学結合は形成されていると考えられる。

Fig.2に、それぞれの条件下における接合強度と破断状態の変化を蒸着膜厚に対して求めた結果を示す。ここで、接合強度とは次のような曲げモーメント量と定義した。すなわち、接合界面から5mm離れた点に界面と平行に荷重をかけていき、破断したときの最大荷重にその距離をかけたモーメント量を接合強度と定義した。この図に示すように、長時間低応力接合の場合は、膜厚が1000Å程度まで接合強度は非常に低く、1500Å程度のところから高くなっているが、それでも Al_2O_3 母材の強度よりは低く、界面で破断していることがわかる。それに対し、短時間高応力接合の場合は、蒸着していないと低い強度で界面破断を呈しているが、数100Å程度の蒸着により、界面強度は Al_2O_3 母材の強度をこえていることがわかる。

溶接学会全国大会講演概要 第49集 (91-9)

さらに詳細に破面状態を観察するために、膜厚1600Åの場合の破面のSEM像をFig.3,4に示す。Fig.3が長時間低応力接合で、Fig.4が短時間高応力接合の場合である。Fig.3(a)ではTi側破面にはボイド状の空隙がみられ、同(b)を見ると Al_2O_3 側破面は非常に荒れているように見える。これに対し、Fig.4では、Ti側(a)では一様に平坦で、ボイド状の空隙は認められず、 Al_2O_3 側(b)では母材が完全に引きはがされているのが確認できる。これらのことから、長時間の接合を行うと界面近傍に脆弱な層が形成されていると考えられる。Ti/ Al_2O_3 接合において接合時間が1時間をこえるとその界面近傍にTi₃Alなる脆弱な相が形成されるという報告がある²⁾。

以上のことより、Tiと Al_2O_3 の固相接合において、その接合界面を通しての両材料間の化学結合を確保するための手法として、接合前の Al_2O_3 表面にTiを蒸着することが有効であり、さらに接合条件としては、温度は余り上げすぎず、応力を高くすることにより、短時間で接合を完了させる必要があることが示唆できた。

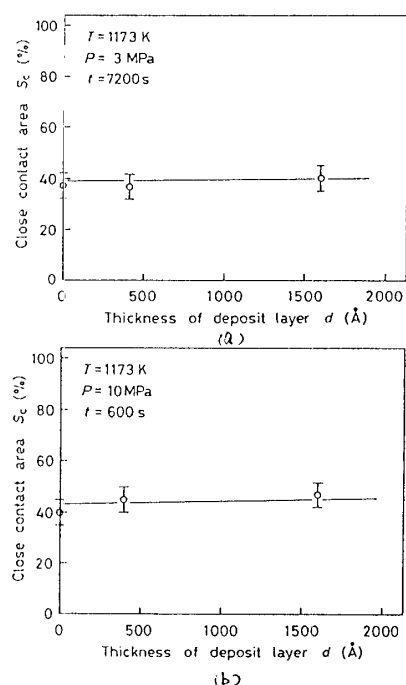


Fig.1 Change in close contact areas of faying surface with thickness of deposition layer.

- (a) The bonding condition is 1173K, 3MPa and 7200s.
(b) The bonding condition is 1173K, 10MPa and 600s.

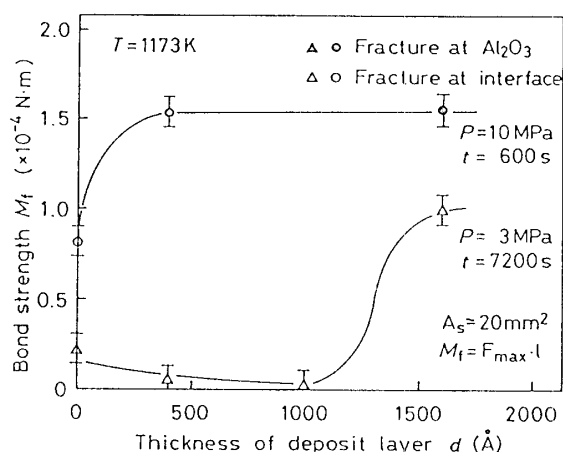


Fig.2 Change in bond strength and thickness of deposition layer. Bond strength M_t was defined as $M_t = F_{\max} \times l$.

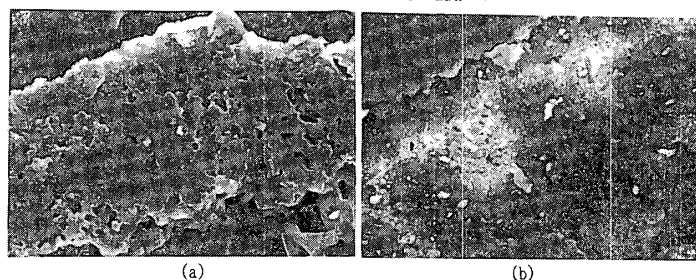


Fig.3 Observation of fractured surface of Ti/ Al_2O_3 bond-interface. The bonding condition is 1173K, 3MPa and 7200s. Deposition layer is 1600Å (a)Ti-side (b) Al_2O_3 -side

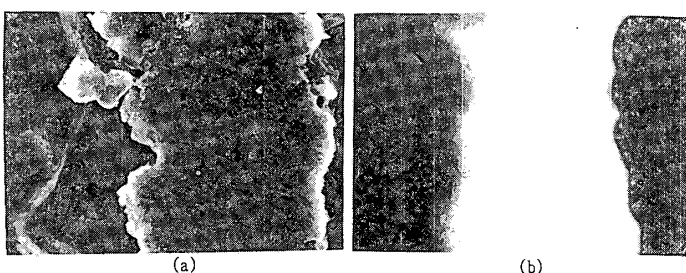


Fig.4 Observation of fractured surface of Ti/ Al_2O_3 bond-interface. The bonding condition is 1173K, 10MPa and 600s. Deposition layer is 1600Å (a)Ti-side (b) Al_2O_3 -side

参考文献

- 1) 西口ら；溶講概、No.45(1989), p214
- 2) 本村ら；塑性加工春季講演会(1989) p595