

210 活性金属のイオンプレーティングによるSi₃N₄と銅の拡散接合

秋田工業高等専門学校 ○安藤正昭

大阪大学接合科学研究所 池内建二 高橋 誠(院) 西本明生

兵庫県立工業技術センター 有年雅敏

Diffusion Bonding of Si₃N₄ to Cu with Intermediate Layer of Ion-plated Active Metal Film

by Masaaki Ando, Kenji Ikeuchi, Makoto Takahashi, Akio Nishimoto and Masatoshi Aritoshi

1. 緒言

窒化ケイ素(Si₃N₄)は、耐熱性とともなう靱性などの機械的性質の優れた構造用セラミックスで、機械部品等に広く用いられているが、加工性と靱性に優れた金属材料との複合材により、さらに広範な適用が考えられる。これまで、炭化ケイ素(SiC)とCu、窒化ケイ素(Si₃N₄)とCuの摩擦圧接において、NbやTiなどの活性金属箔をインサート材として用い、また、これらインサート材をイオンプレーティングすることにより、継手性能が著しく改善されることを示してきた^{1), 2), 3)}。本研究では、イオンプレーティング膜インサート金属と母材との強固な密着性に着目して、摩擦圧接に比べて長い接合時間を要するが、変形量の少ない拡散接合を行い、継手の強度と界面構造を調べた。

2. 実験方法

接合に用いた試片は、Al₂O₃とY₂O₃を焼結助材とした常圧焼結窒化ケイ素(以下Si₃N₄と略す。)と焼鈍した無酸素銅(Cu)で、いずれも直径16mmの丸棒である。Si₃N₄とCuの接合面は、それぞれ研削加工と旋盤加工によりJISの3S程度に仕上げられ、いずれか一方の接合面は10⁻³Pa台の真空チェンバー内でArイオン衝撃された後、インサート材として厚さ約1μmのTiおよびNb膜がイオンプレーティングされた。これら接合試片を接合直前にアセトンで脱脂洗浄し、真空度10⁻²Pa台の石英ガラス管内で赤外線加熱によって拡散接合した。接合条件は、Tiインサートでは接合温度1053~1173K、Nb

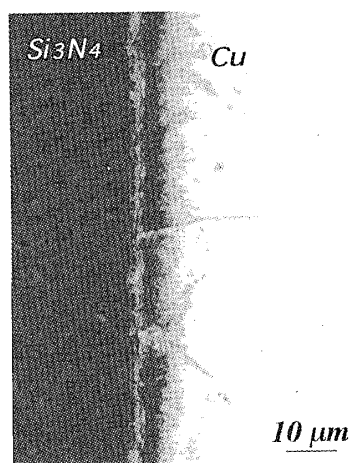


Fig.1 Microstructure of bond interface with Ti ion-plated

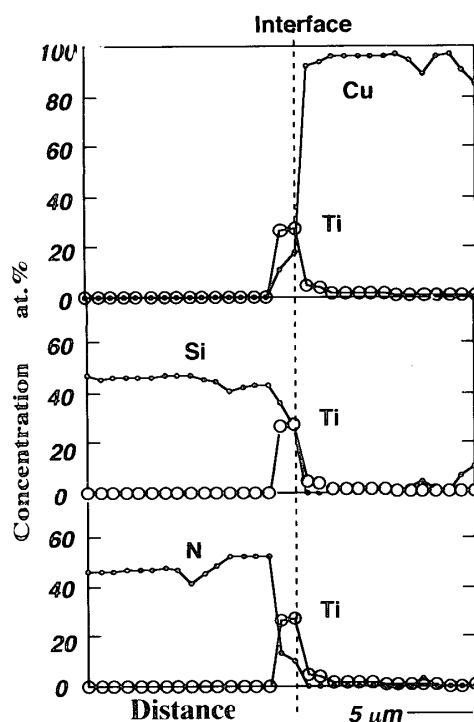


Fig.2 EPMA analysis of bond interface with Ti ion-plated

Table 1 Four point bending strength of diffusion bond joint

Intermediate Layer	Ion-Plating		Bonding		Strength (MPa)	Fractured Site
	Side	Thick.(μm)	Temp.(K)	Press.(MPa)		
Nb	Si ₃ N ₄	1	1123	2	65.9	Interface
Nb	Si ₃ N ₄	1	1123	2	22.2	Interface
Nb	Si ₃ N ₄	1	1123	2	63.9	Interface
Nb	Si ₃ N ₄	1	1123	2	56.5	Interface
Nb	Si ₃ N ₄	1	1273	2	80.0	Interface
Nb	Si ₃ N ₄	1	1273	2	82.2	Interface
Nb	Si ₃ N ₄	1	1273	2	66.1	Interface
Nb	Si ₃ N ₄	1	1273	2	14.8	Interface
Ti	Si ₃ N ₄	1	1053	2	65.8	Interface
Ti	Si ₃ N ₄	1	1053	2	35.3	Interface
Ti	Si ₃ N ₄	1	1053	2	70.0	Interface
Ti	Si ₃ N ₄	1	1053	2	11.3	Interface
Ti	Si ₃ N ₄	1	1173	2	16.5	Interface
Ti	Si ₃ N ₄	1	1173	2	43.1	Interface
Ti	Si ₃ N ₄	1	1173	2	30.0	Interface

インサートでは接合温度1223~1273Kとして、所定の温度に達してから油圧ポンプで2MPaの圧力を加えて1.8ks 保持した。接合後の冷却速度は、Si₃N₄とCuの熱膨張率の差異を考慮して、 $5.0\sim 8.3\times 10^{-2}\text{Ks}^{-1}$ とした。継手の接合界面について光学顕微鏡観察およびEPMA分析を行い、接合継手から $6\times 6\times 40\text{mm}$ の試験片を切出して四点曲げ試験(JIS R2024)によって接合継手を評価した。破断面についてSEM観察およびX線回折分析を行った。

3. 実験結果

Si₃N₄側あるいはCu側の接合面に、活性金属TiとNbのイオンプレーティング膜を形成して、接合を試みた。いずれの側にイオンプレーティングした場合も接合継手は得られたが、Cu側の場合は、接合強度が低く、曲げ試験片の製作は不可能であった。Fig. 1にSi₃N₄側にTiをイオンプレーティングした継手の界面組織を示す。また、この界面についてのEPMA分析結果をFig. 2に示す。界面近傍のCu側に $7\sim 8\mu\text{m}$ にわたってTi濃度の分布を示す拡散層が形成されている。これらの結果から、界面にはTi-Si-Cu-N等を含む化合物の生成が推察される。Cu側にイオンプレーティングした場合には、Ti分布領域はCu側にさらに拡大して、 $15\mu\text{m}$ ほどの拡散層が認められた。Nbをイオンプレーティングした場合にも、界面近傍の様相には同様な傾向が認められ、Nb-Si-N系の化合物生成が考えられる。界面に生成される化合物層は、接合継手強度に多大な影響をおよぼす。接合継手の四点曲げ試験結果をTable 1に示す。継手はすべて界面で破断し、最高82.2MPaまでの強度が得られた。しかし、この強度は、これまでTiやNbの箔やイオンプレーティング膜のインサート金属を用いて摩擦圧接した継手強度³⁾のおよそ1/2程度である。固相接合における継手強度は、接合法の差違とともに、界面近傍に形成される化合物の影響を受ける。そこで、曲げ試験後の破面をSEM観察し、またX線回折による分析を行った。生成されていると推察される化合物相の量が微少であるため、SEMおよびX線回折だけの結果から断定することは困難であるが、TiおよびNbインサート金属のいずれの場合も、これらの活性金属とSiを主成分として含む化合物の生成が示唆され、これらの化合物が継手の強度に影響しているものと推察される。

- 参考文献 1) 池内ら 溶接学会全国大会概要 51, (1992) 326
 2) 安藤ら 溶接学会全国大会概要 57, (1995) 138
 3) 安藤ら 溶接学会全国大会概要 69, (1998) 350