

異種材料接合における界面評価

瀬知啓久* , 吉村幸雄*

Interface Estimation on Dissimilar Material Joining

Yoshihisa SECHI and Yukio YOSHIMURA

部材の高付加価値化に有効な異種材料接合について、局所的かつ短時間での加熱が可能であり、母材の材質劣化抑制に優れたレーザブレイジング法を取り上げ、接合界面を評価した。超硬合金基材に窒化ホウ素を接合する異種材料接合について、h-BNとWC-Co合金の異材接合界面の評価並びにせん断強度試験を行ったところ、Ag-Cu-Tiろう／h-BN接合界面にはTiNを主成分とする反応相が生成していると推察され、密着性は良好であった。また、反応相の生成状況には、ろう材中のTi含有率が影響していると考えられ、せん断試験において破断した部位は、ろう付部近傍のh-BN側であった。

Keyword : laser brazing, Boron Nitride, Tungsten Carbide

1. 緒言

ろう付を用いた接合技術は電気・電子、機械など多くの工業分野で使用され、また、日常生活品にまで広く用いられている。この技術は、他の方法では接合の困難な材料や形状に適し、かつ精密で大量生産に向くなど多くの利点を持っている。

また、近年、各種製品の高付加価値化のため、新規な組み合わせの接合への取り組みが行われている。ところが、これらの異種材料接合体には、接合時の加熱による接合界面近傍での材質劣化や、熱応力-ひずみの発生に起因する接合欠陥が生じやすいなどの問題点がある。

そこで、本研究では局所的かつ短時間での加熱が可能であり、母材の材質劣化抑制に優れたレーザブレイジング法を取り上げ、超硬合金基材に窒化ホウ素を接合する異種材料接合界面の断面観察、元素分析、密着性評価ならびにせん断強度測定を行ったので報告する。

2. 実験方法

供試材料には、超硬合金としてISO使用分類K10相当材(93~95mass%WC-4~5mass%Co)を、窒化ホウ素として高純度h-BN(相対密度82.5%、純度99mass%以上、5mm×5mm×3.5mm t)を使用した。セラミックスの接合には活性

材が重要な作用を及ぼすことから、活性材として代表的なTiを含有する活性金属ろう材(70.2mass%Ag-28.1mass%Cu-1.7mass%Ti; 以下、ろう材Aと表記)、(71.07mass%Ag-27.68mass%Cu-1.25mass%Ti; 以下、ろう材Bと表記)を用いた。

ベース材である超硬合金と窒化ホウ素の間にろう材を挟み、真空排気後、Ar雰囲気中で表1の条件にてろう付を行い、試料を作製した。

作製した試料について、低速ダイヤモンド切断砥石で水冷しながら切断し、冷間硬化樹脂に埋め込み、エメリー紙#120~#800による研磨加工を施した後、最終的に1μmダイヤモンド粒子でバフ研磨加工を行い、断面観察用試料を作製した。

断面の組織観察ならびに元素分析には、電子プローブマイクロアナライザ(日本電子株式会社製 JXA-8621MX, 以下EPMA)を用いた。

作製した試料の接合界面の密着性の評価ならびに接合部面積の測定には、超音波顕微鏡(日立建機ファインテック株式会社製 HSAM220)を用いた。

せん断強度の測定は、材料試験機(株式会社島津製作所製 AGS-5kNB)を用い、クロスヘッドスピード0.5mm/minの条件にて試験した。

3. 結果及び考察

3.1 ろう材Aを用いた場合

ろう材Aを用いた試料の接合界面端部を観察した低倍のSEM写真を図1に示す。静滴法による測定ではないものの、画面右側のWC-Co合金/ろう材の接触角は鋭角を示しており、ろう材とWC-Co合金の濡れ性が良好であることが分か

表1 レーザブレイジング条件

Pulsed YAG Output (kW)	1.7
CW LD Output (kW)	0.02
Pulse frequency (Hz)	100
Scanning speed (mm/s)	0.1 ~ 1.6

*素材開発部

る。また、h-BN/ろう材の接触角も鋭角を示しており、ろう材とh-BNの濡れ性も同様に良好であることが分かる。WC-Co合金/ろう材界面、h-BN/ろう材界面ともに、写真左側に向かってろう材が広がっていることから、それぞれの濡れ性が良好であることが考えられる。

なお、画面左側中央部の黒色部分は、ろう材が存在していない領域である。

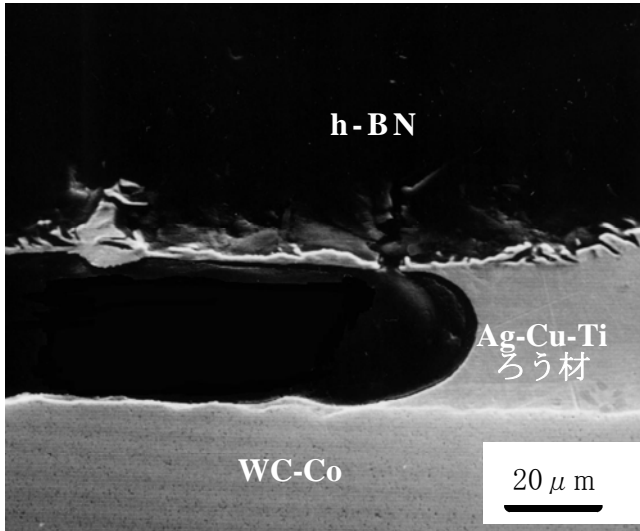


図1 接合界面端部の断面観察結果(ろう材Aを使用)

ろう材Aを用いた試料の接合界面のSEM写真を図2に示す。WC-Co合金/ろう材界面は平滑であり、かつ密着していることが分かる。一方、h-BN/ろう材界面は細かく入り組んでいる様子がうかがえる。これは、h-BNの表面の微細な開気孔部分に溶解したろう材が入り込んだことによると考えられ、ろう材とh-BNの濡れ性は良好であると推定される。



図2 接合界面の断面観察結果(ろう材Aを使用)

図3に、ろう材Aを用いた試料におけるh-BN/ろう材界面のEPMAによる面分析結果を示す。a)は、図2左上部のh-BN/ろう材界面を拡大したものである。b)~d)は、それぞれa)の領域におけるAg, N, Tiの面分析結果である。a)に見られるように、界面付近に白色相が存在する。b)~d)からは、同領域にTiとNが多く分布していることが分かる。これらの結果から、h-BN/ろう材界面での1~2 μm程度の厚さをもつTiNを主成分とする反応相の生成が推察される¹⁾²⁾。

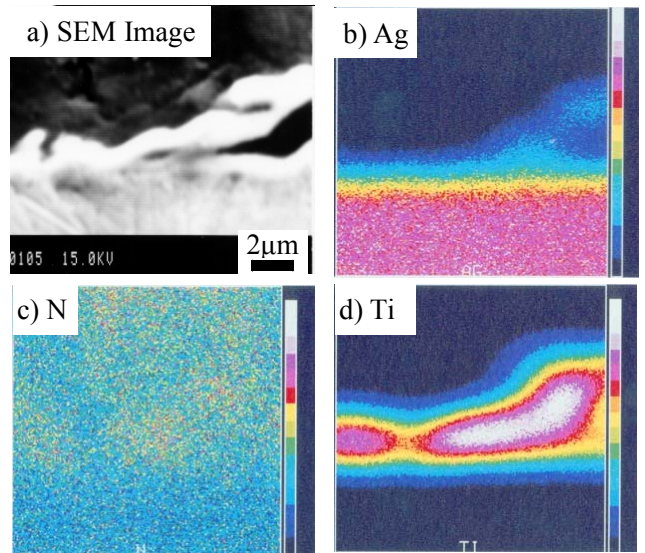


図3 h-BN / Ag-Cu-Tiろう材接合界面の面分析結果(ろう材Aを使用)

図4に、ろう材Aを用いた試料の外観及び界面の超音波顕微鏡像をa)及びb)に示す。

a)の中央正方形の白色部分はh-BN、その周辺の金属光沢部分は基材WC-Coである。また、b)の中央部黒色の領域が接合界面で溶解したろう材である。内部に大きな空隙が見られないことから、h-BNとWC-Coに挟まれたろう材の密着性が良好なことが分かる。なお、図4b)周辺部の白い部分は、ろう材の量が不足したためにろう材が存在していない領域である。

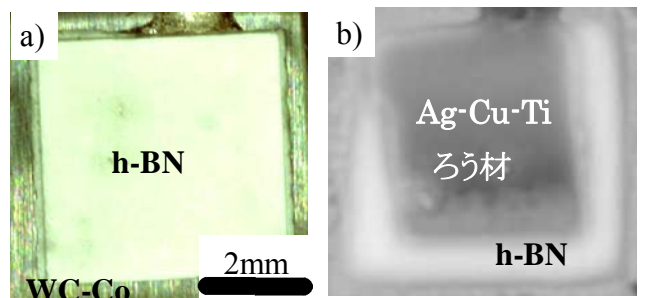


図4 ろう材Aを用いた試料の観察結果
a) 試料外観
b) 超音波顕微鏡による界面観察

このようにして作製した異材継手のせん断試験を実施したところ、破断はろう付部近傍のh-BN側から生じ、せん断強度は、平均6.5MPaであった。破断発生部位が接合界面からではなく、h-BN側であることから、接合界面が健全であることが示唆される。

3. 2 ろう材Bを用いた場合

ろう材Bを用いた試料の接合界面端部を観察した低倍のSEM写真を図5に示す。静滴法による測定ではないものの、WC-Co合金/ろう材の接触角は鋭角を示しており、ろう材とWC-Co合金の濡れ性が良好であることが分かる。また、図1と比較して、h-BNの凹凸により明確にはなっていないが、h-BN/ろう材の接触角も鋭角を示している。このことから、ろう材とh-BNの濡れ性も同様に良好であると考えられる。WC-Co合金/ろう材界面、h-BN/ろう材界面ともに、写真

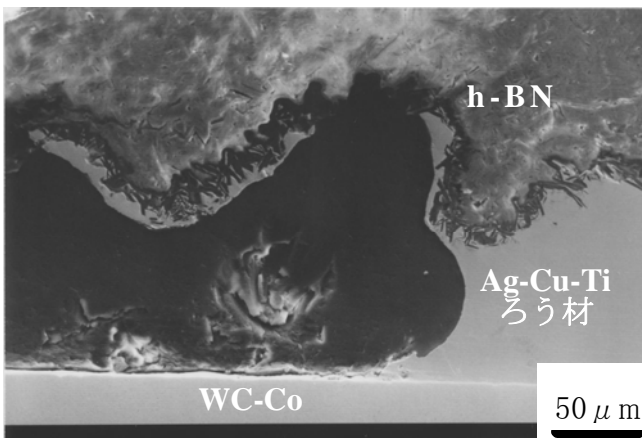


図5 接合界面端部の断面観察結果(ろう材Bを使用)

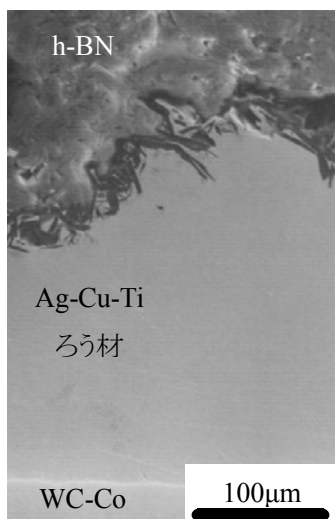


図6 接合界面の断面観察結果(ろう材Bを使用)

左側に向かってろう材が広がっていることから、それぞれの濡れ性が良好であることが確認できる。

なお、画面左側中央部の黒色部分は、ろう材が存在していない領域である。

ろう材Bを用いた試料の接合界面のSEM写真を図6に示す。ろう材Aを用いた場合と同様に、WC-Co合金/ろう材界面は平滑であり、かつ密着していることが分かる。また、h-BN/ろう材界面も細かく入り組んでいる様子が分かる。これは、h-BNの表面の微細な開気孔部分に溶融したろう材が入り込んだことによると考えられ、ろう材とh-BNの濡れ性は良好であると推定される。一方、h-BNにろう材が入り込んだ部分は、黒っぽい色相を呈している。

図7 a)は、図6右上部のh-BN/ろう材界面を拡大したものである。これらの結果から、h-BN/ろう材界面での2 μm程度の厚さをもつTiNを主成分とする反応相の生成が推察される^{1) 2)}。しかし、図2に見られるように白色相は比較的明確でなく、黒っぽい外観を呈している。このとき、ろ

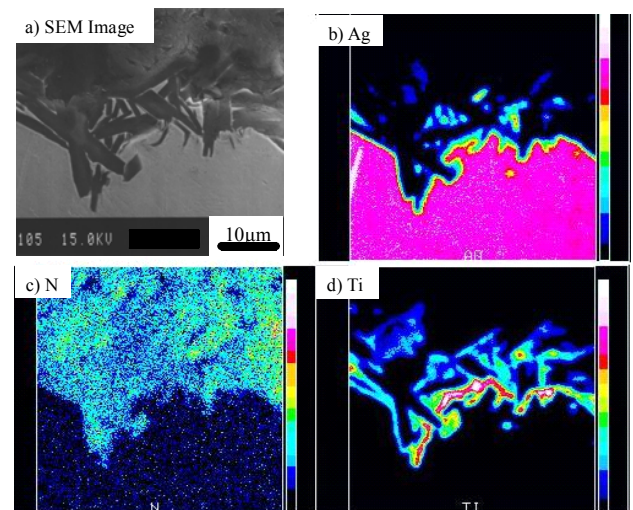


図7 h-BN / Ag-Cu-Tiろう材接合界面の面分析結果(ろう材Bを使用)

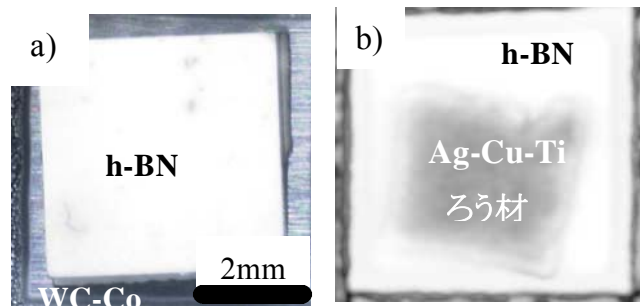


図8 ろう材Bを用いた試料の観察結果
a) 試料外観
b) 超音波頭微鏡による界面観察

ろう材B中のTi含有率は、ろう材Aと比較して0.45%少ないが、このことが原因となり、h-BN/ろう材界面でのTiNを主成分とする反応相の生成量が減少し、外観上の相違が生じたものと推察される。

図8a)及びb)にそれぞれろう材Bを用いた試料の外観及び界面の超音波顕微鏡像を示す。ろう材の密着性は、図7の場合と同様に良好なことが分かる。なお、図8b)周辺部の白い部分は、ろう材の量が不足したためにろう材が存在していない領域である。

このようにして作製した異材継手のせん断試験では、破断はろう材付部近傍のh-BN側より生じ、平均8.7MPaのせん断強度であった。ろう材Aの場合と同様に、破断発生部位が接合界面からではなく、h-BN側であることから、接合界面が健全であることが示唆される。

4. 結 言

h-BNとWC-Co合金の異材接合を行い、接合界面の評価並びにせん断強度試験を行ったところ、次のことが明らかになった。

- (1) Ag-Cu-Tiろう/h-BNの接触角ならびにAg-Cu-Tiろう/WC-Coの接触角は鋭角を示し、それぞれの濡れ性は良好であった。
- (2) Ag-Cu-Tiろう/h-BN接合界面の濡れ性は良好であり、ろう材A、ろう材Bのいずれの場合においても、h-BNの表面の微細な開気孔部分に溶融したろう材が入り込む様子が観察された。
- (3) ろう材A、ろう材Bのいずれの場合においても、Ag-Cu-Tiろう/h-BN接合界面には、同領域にTiとNが多く分布しており、1～2 μ mの厚みをもったTiNを主成分とする反応相が生成していると推察される。
- (4) ろう材A、ろう材Bを使用した場合におけるSEM観察結果から、反応相の生成状況に外観上の差異がみられた。

これには、ろう材B中のTi含有率がろう材Aと比較して0.45%少ないことが影響しているものと考えられる。

- (5) 超音波顕微鏡を用いた接合界面の非破壊観察から、ろう材A、ろう材Bのいずれの場合においても、内部に大きな空隙が見られず、密着性は良好であることが明らかとなった。
- (6) 作製した試料のせん断試験を実施したところ、ろう材Aの場合、せん断強度は平均6.5MPaであり、ろう材Bの場合、せん断強度は平均8.7MPaであった。また、ろう材A、Bのいずれの場合も、これらの破断発生部位が接合界面からではなく、h-BN側であることから、接合界面が健全であることが示唆される。

今回得られた知見としては、活性材を含有するろう材を用いたレーザブレイジング法が異材接合に有効であること、ろう材の濡れ性や接合界面の反応相生成に対して、活性材の含有量が大きく影響すること、さらには異材接合における接合界面の密着性評価の重要性が挙げられる。これらを考慮して接合を行うことで、製品の高付加価値化につながる新規な組み合わせの異種材料接合への展開が期待される。

謝 辞

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いました。また、研究を進めるにあたって有益な助言を賜りました、大阪大学接合科学研究所 中田一博教授、津村卓也助手に謝意を表します。

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