

異種材の接合技術に関する研究 (第2報)

金属とセラミックスの接合技術一

鴨志田 武* 井坂 昭雄**

1. はじめに

近年、製品の高精度、高信頼性、高機能等の要求がますます強くなっている傾向にある。このような現状に対応するため材料を接合などにより複合化し機能を高める方法が数多く試みられている。

昨年度は、活性金属ろう材を用いた直接接合法でセラミックスと金属の接合を試み接合に及ぼす影響について検討してきた。その結果、活性金属ろうによる直接接合では、接合時の真空度が大きく影響し、また、高い接合強度を得るには、熱膨張を考慮する必要があることを明らかにした。1)

今年度は、接合温度の低いろう材を選定し接合条件が接合強度や気密性に与える影響について検討した。また、微小領域 X 線回折による残留応力評価について検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材料

実験に使用した材料は 92%アルミナ、ニッケル合金 (42%Ni 残 Fe) を用いた。

ろう材は、市販の活性金属ろう材を使用した。その成分を表 1 に示す。

接合強度試験用の接合材の大きさは、アルミナ 25 × 25 × 10t、金属 8 × 50mm とした。

気密性試験用の試験片の形状は、8 アルミナ管肉厚 1mm 長さ 7.5mm とし両側を 42Ni 合金で接合し密封管とした。

残留応力の測定には、セラミック、金属共に 6 × 6 × 6mm の大きさとした。

表 1 ろう材の成分

ろう材	INCUSIL-ABA (WESGO社製)
組成(wt%)	52%Ag, 12.5%In, 27.25%Cu, 1.25%Ti
ろう付温度	700~750℃

2.2 接合装置及び接合方法

ろう付けは、真空雰囲気炉を用い 2×10^{-3} Pa 以下の真空度で昇温速度 10 /min で設定温度まで加熱し設定時間保持し冷却速度 10 /min で 300 まで冷却しその後炉冷した。接合には SUS304 製の治具を使用した。

2.3 接合部の評価

強度評価は、インストロン型材料試験機を用い引張強度を測定した。引張速度は 0.5mm/min である。引張試験は 3 本行いその平均値を引張強度とした。

気密性の評価は、ヘリウムリークディテクターを用いて試験した。

接合面解析は、EPMA を使用し接合状態及び元素分布や拡散状態について調べた。

残留応力の評価は、微小部 X 線回折装置により並傾法一括動法により測定した。

3. 結果

3.1 接合条件の影響

接合温度 740 で保持時間とろう材の厚さを変化させた場合の接合強度を図 1 に示す。

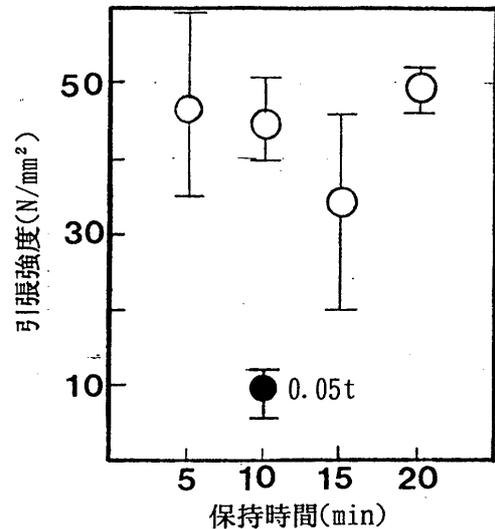


図 1 接合強度試験結果

引張強度として 40N/mm² 以上の強度が得られた。また、保持時間の変化により、接合強度に大きな変化はなかった。15 分保持においてやや接合強度は低くなったが、これは引張時の芯ずれなどによる応力集中が発生し強度低下が生じたものと思われる。

一般的に活性金属を用いた接合においては、接合温度が高い場合や保持時間が長い場合に接合界面に脆弱な反応層が形成され強度低下が起こるといわれている。²⁾しかし、今回の接合条件では、このような脆弱な反応層の形成が起こらなかったことを接合部の EPMA 分析により確認した。

ろう材の厚さにより強度は大きく変化した。今回の試験ではろう材の厚いほうが大きくなった。これはろう材の成分組成や形状などにより最適厚さは変化するとと思われる。

3.2 気密性試験

電子部品等の封上部品において直接接合化を図る場合には気密性が重要となる。

そこで、接合条件を変化させた場合の気密性について評価した。

接合条件は、接合温度、時間、荷重を変化させた。

気密性の評価は、マイクロエレクトロニクスの試験方法及び手順 MIL-STD-883C の 1014.7 の規格に準じて行った。その規格を表 2 に示す。接合は 1 条件について 25 個行いその不良率で評価した。その結果を図 2 に示す。

接合温度の変化に対しては、リーク量としてほとんど 3×10^{-9} mbar・l/sec 程度で良好であったが 760 高温域において 4%の不良が発生した。

*機械金属部 **新技術応用部

表2 気密性試験規格(MIL-STD-883C)

パッケージ容積(CC)	ボンベ条件(加圧)			R _i 不合格限界 (atm cc/sHe)
	加圧力 (psig)	暴露時間 (t ₁)	最大休止時間(t ₂)	
V<0.40	60±2	2+0.2, -0	1	5×10 ⁻⁸
V>0.40	60±2	2+0.2, -0	1	2×10 ⁻⁷
V>0.40	30±2	4+0.4, -0	1	1×10 ⁻⁷

不良限界値 : 5×10⁻⁸ mbar・ℓ/sec

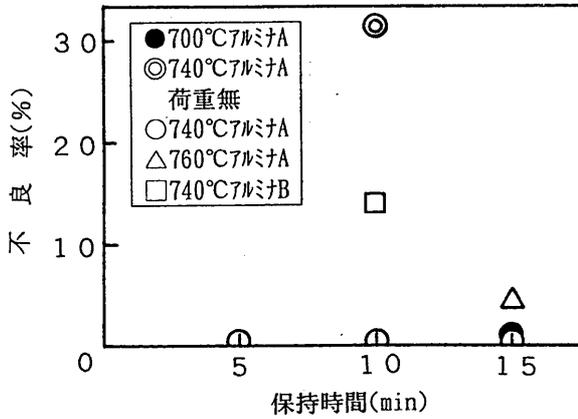


図2 気密性評価試験結果

保持時間の变化に対しては、不良の発生は見られない。これは、引張試験の結果と一致し接合強度と気密性は相関関係があると思われる。

接合時の荷重は、気密性に大きく影響した。荷重無しでは、32%の気密性不良が発生した。この気密性不良品の接合断面観察によりクリアランスの不均一が見受けられたが接合界面の元素挙動に変化は見られなかった。このことから、気密性不良の原因は、今回使用したろう材は鉄による切断を行ったためろう材にかなりの変形が生じ荷重無しでは、このろう材の変形によりクリアランスが不均一となりアルミナとの濡れ性の悪さと相まって接合面への広がり不足したことが原因と考えられる。

セラミック素材の違いは、不良率に影響した。これは、セラミックの素材成分の焼結助剤の違いによって濡れ性が変化することが考えられる。

接合部断面の組成像を図3に元素分布を図4(a)、(b)に示す。Ag, Inは合金層を形成し42合金の粒界に沿って約20μmほど拡散していることがわかる。

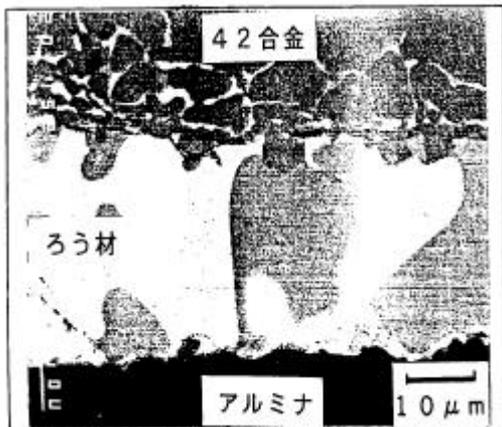


図3 接合断面組成像

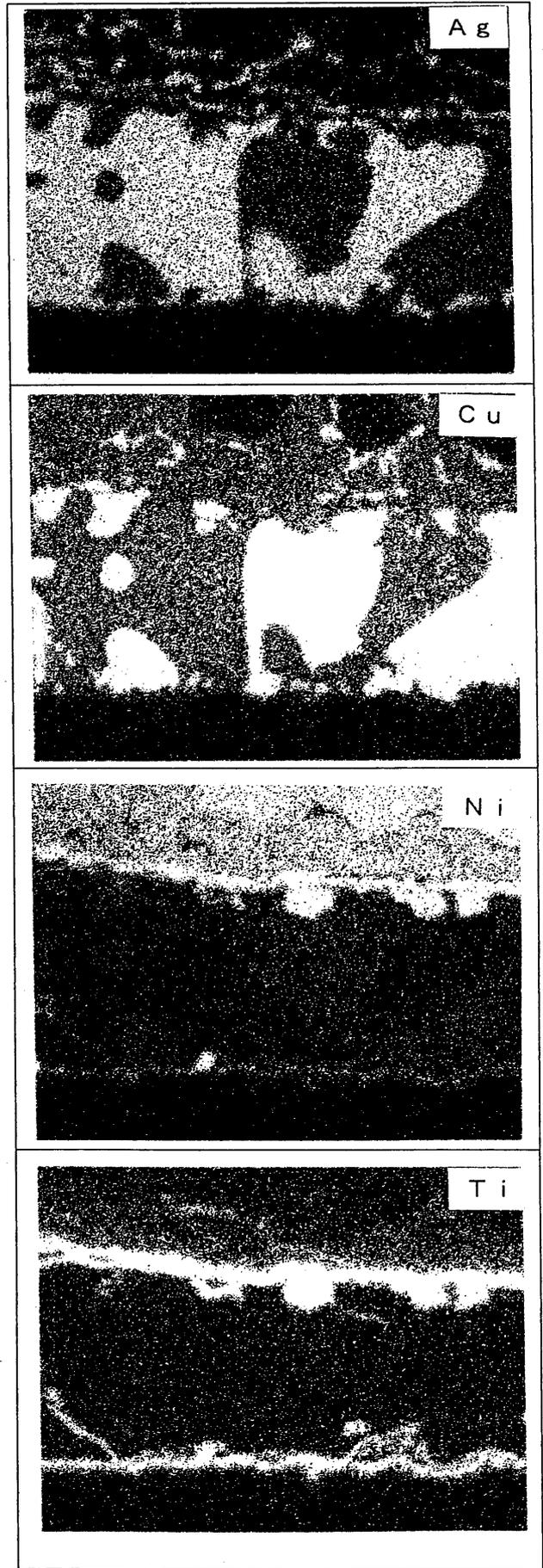


図4 (a) 元素分布像

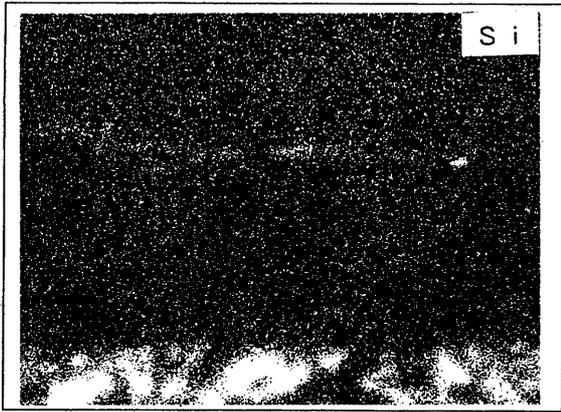


図4 (b) 元素分布像

活性成分のTiはアルミナ及び42合金界面に偏析しNi-Fe-Ti-Si相を形成している。アルミナはろう材中への拡散は見られない。このことはろう成分とアルミナとの反応はなく焼結助剤としてのSiO₂などの酸化物と反応し接合していると思われる。活性金属による接合では焼結助剤の成分が濡れ性や接合性に重要となる。

3.3 残留応力の測定

残留応力測定用試料の接合条件は、真空度1.7x10⁻³Pa,ろう付け温度740℃,昇温速度10℃/min,保持時間15min,冷却速度10℃/minで行った。中間緩衝材有り(CU1.0mm)と緩衝材無しのものについて残留応力を比較した。測定は図5に示すように、接合面に直角方向のアルミナ側を0.5mm間隔で3mmまで測定した。測定は3軸揺動型微小部X線回折装置を用いた。測定条件及び解析条件を表3に示す。

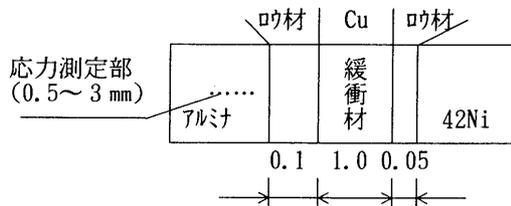


図5 残留応力測定試料(緩衝材有り)

表3 X線残留応力測定条件

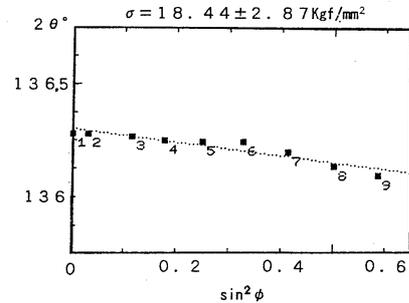
項目	条件	項目	条件
管球	Cu	回折面	Al ₂ O ₃ (146)
フィルター	Ni	測定角	133~140°
管電圧	40KV	φ角(°)	0, 10, 20, 25, 30
管電流	400mA		35, 40, 45, 50
コリメータ	100μm	ピークサーチ	放物線近似法
揺動巾	ω, χ: ±5 φ: ±2	応力定数	27000Kgf/mm ²
計数時間	30SEC.	ヤング率	
		ポアソン比	

測定した2 -sin² 線図の1例を図6に示す。2 -sin² 線図の直線性は良く微小部での残留応力の測定は可能と思われる。

接合界面から3mmまでの応力分布を図7に示す。

緩衝材の有無にかかわらずアルミナ側に10~25Kgf/mm²の引張応力が認められた。緩衝材無しでは、接合界面から離れるに従い増加し1.5mmのところまで24.5Kgf/mm²と最大となりその後は徐々に低下した。

緩衝材を入れたものは0.5mmでは緩衝材無しと同等であったが2mmまでは逆に低下しその後増加し3mmでは緩衝材無しと同等になった。緩衝材を入れたものは1mm~2.5mmの範囲で残留応力は低下した。これは緩衝材によりある程度の残留応力の緩和効果が現れたためと思われる。今回の測定では試料表面を接合後に研磨して測定した。このことは研磨過程での加工ひずみによる影響も測定値に付加されていると



考えられる。³⁾

図6 2 -sin² 線図(緩衝材なし0.5mm)

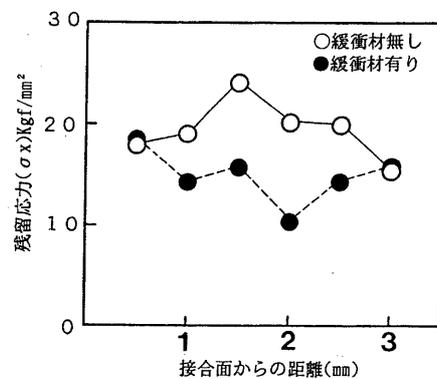


図7 残留応力測定結果

4. まとめ

活性金属ろうによる直接接合について検討した結果以下のようなことが判明した。

- 1) 直接接合において最大引張強度60N/mm²が得られた。
- 2) 今回使用したろう材において接合時間の変化は、接合強度に影響を及ぼさなかった。
- 3) ろう材の厚さは、引張強度に影響を及ぼした。
- 4) 直接接合化の場合クリアランスやアルミナ組成の違いにより気密性不良をお越しやすく接合条件のコントロールを厳密に行う必要がある。
- 5) 42Ni合金との接合ではセラミック側表面には、引張応力が残留する。
- 6) 緩衝材(CU1.0mm)の使用は、残留応力の緩和に有効であることを確認した。

最後に残留応力の測定に御協力して下さった日本電子株式会社の湊一郎氏に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 茨城県工業技術センター-報告第21号, 38~42
- 2) 最近のろう接・拡散接合技術 溶接学会界面接合研究委員会編, 72~73
- 3) 技術開発研究費補助事業成果普及講習会用テキスト