

アルミニウムを接合剤とした炭化ホウ素セラミックスの レーザー接合に関する研究

名古屋大学 大学院工学研究科 物質制御工学専攻
教授 北英紀
(平成 24 年度一般研究開発助成 AF-2012206)

キーワード：炭化ホウ素，接合，アルミニウム

1. 研究の目的と背景

炭化ホウ素(以下 B_4C)セラミックスは軽量・高剛性で、セラミックスの中でも最も高い比剛性（ヤング率と密度の比）を有する。こうした特徴を活かし次世代の半導体露光装置用部材，ロボット用アーム，摩耗部材，防護板などへの適用が期待されている。

一方， B_4C は接合が困難な上，破壊靱性値が小さいため加工研削時，表面に無数の微小亀裂が生じ強度低下を招く，といった欠点があり，実用化に向けた技術開発の取組みは少なかった。我々はこれまで，アルミ箔を B_4C 間に介在させ炉内で加熱することにより熔融アルミニウムが B_4C に極めて濡れやすく，加工時に生じた無数の微小亀裂内の先端部(幅数十ナノメートル)まで浸透し，表面の微小亀裂を治癒するとともに，母材との反応により，母材強度を上回る高い接合強度が得られることを明らかにした¹⁾。

セラミックス部材の実用化には設計の自由度向上と省エネルギー化の観点から，炉内で製品全体を加熱するのではなく，必要な部分にレーザーを用いて局所的に加熱し，短時間で接合を完了する手法の確立が不可欠である。レーザー利用については，これまで行った基礎検討により，全体加熱に比べて格段に少ないエネルギー消費で接合できる可能性を見出しており，同技術の実用化が期待される。レーザープロセスにより，セラミックスの中でも特に加工が困難であった B_4C を省エネルギーで安定した接合できる技術が確立できれば， B_4C の用途開発，ならびにレーザーを利用したモノものづくりの技術開発に貢献できる。以上の背景をふまえ，本研究では，レーザーを使った局所加熱により B_4C 同士の短時間接合の可能性を明らかにすることを目的として実施した一連の研究成果について報告する。

2. 実験方法

2.1 試験片ならびに接合用原料

美濃窯業株式会社製の常圧焼結 B_4C を用いた。主な物性を表 1に示す。

表 1 供試 B_4C セラミックスの主な物性値

密度 ₃ (g/cm ³)	ヤング率(GPa)	曲げ強度 (MPa)
2.45	430	240±14

後述する表面メタライズ用の原料としてヒカリ素材工業株式会社製のAl-Si合金粉末を用いた。表2に使用した合金の成分等をに示す。

表 2 Al-Si 合金粉末の成分等

名称	Si 含有量 (wt%)	平均粒径 (μ m)
Al-8wt%Si 粉末	8	106
Al-12wt%Si 粉末	12	150
Al-15wt%Si 粉末	15	125
Al-30wt%Si 粉末	30	150

また，表面メタライズ以外に，アルミ系のペースト状ろう材を併用した試験も行った。

2.2 接合前処理 (表面のメタライズ)

コールドスプレー法により上記Al系合金粉末を B_4C 接合面に噴出し，被膜を作製した。常温または加熱した高压ガスを特殊ノズルによって超高速に加速し，そのガス流の中心に粉末材料を投入することにより材料が加速されノズル出口より噴出し，固体のまま基材に衝突させる被膜形成技術である。基材に衝突した材料は，基材とともに塑性変形し，基材に付着する。この技術の利点は，作動ガス温度が融点より低いものを使用するため，溶射技術に比べ，省エネルギーで，また材料の酸化が少ないことから原材料の性質に近い被膜のものをつくる事ができる点である。さらに緻密な被膜を生成する事ができることも大きな利点である。図1にコールドスプレーの心臓部であるガンヘッドの外観を示す。なお，今回の実験ではスタータック株式会社製 低压コールドスプレー装置を用いた。表3にコールドスプレー試験の条件を示す。



図1 コールドスプレー装置ガンヘッド⁷⁾

表3 コールドスプレー試験条件

粉末種類	作動ガス	ガス温度(°C)	ガス圧力(Pa)
A30S	窒素	650	8.0×10^5
A15S	窒素	600	7.9×10^5
A12S	窒素	600	7.8×10^5
A8S	窒素	550	7.7×10^5

2.3 レーザーによる接合試験

使用した装置の光学系概要を図2に示す。また試験条件の概略は以下の通りである。

- ・レーザー波長：1.07 μm
- ・定格出力：5000W
- ・ファイバーコア径： $\phi 0.2\text{mm}$

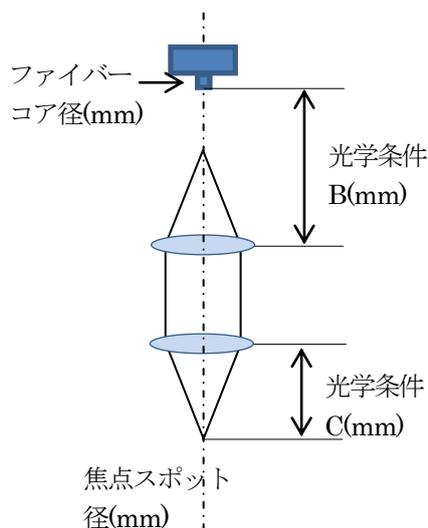


図2 レーザー装置の光学系の概略

3. 試験結果および考察

3.1 メタライズあるいは接合材成分に関する検討

従来、純Alを接合材として使用していたが、今回、

熱膨張係数差に由来する割れ発生の抑制には、接合温度の低温化が必須と考え、メタライズ成分あるいは接合材としてAl-Si合金を選択した。図3にAl-Si合金の状態図を示す³⁾。

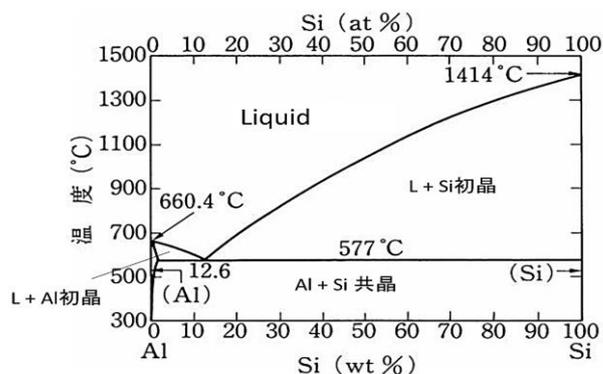


図3 Al-Si系平衡状態図

一般に2種類以上の金属を混ぜると、金属間の界面は、同一金属間の界面よりも不安定になり、基本的に融点が低下する。図3に示す通り、純Alの場合、融点は660°Cであるが、例えばAl-Si共晶組成では融点は590°Cと純Alに比べて約80°C温度を下げる事ができ、またバンドギャップが発生するためにレーザー吸収特性が改善され、より効率的に局所加熱できる可能性がある。さらに融解時に体積膨張率が負になるという特異な性質を有することが知られており、Si添加により体積膨張率を抑えることが可能である。

3.2 試験片形状の設計

当初、被接合体となる2枚のプレートの平面同士を突合せ、治具で固定することを試みたが、不安定であったため、プレートに厚さ約3mm、深さ10mmの切欠きを形成し、メタライズ処理後に、両者を嵌合した状態で接合処理を行うこととした。図4にその外観を示す。

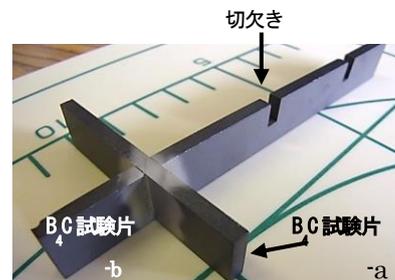


図4 2枚のプレートに切欠きを設け、嵌合により固定した試験片の外観

3.3 接合前処理

(表面のメタライズ) 試験結果

コールドスプレー法では、Si含有率が0wt%, 8wt%, 12wt%, 15wt%, 30wt%のAl-Si合金(A1xS,

x=8,12,15,30)以下を用い、被膜を形成した。コールドスプレー法により作製した被膜は、物理的に固体表面に

固着している。従って、一般にはアンカー効果，すなわち，適度に固体表面を粗加工で仕上げ，凹凸を設ける事により，固着しやすいとされる。そこで，本研究においても，コールドスプレー施工前に，各施工温度と同じガスで，微細なセラミックスの粉末を基材である B_4C 表面に高速で噴射し，表面を熱し，粗さを得る前処理施工を行った。その後，表3に示す条件でコールドスプレー法を行った。Si 含有率が上がると Al-Si 合金の付着効率が悪くなり，ガス温度 $550^{\circ}C$ では Si 含有率 30% の Al-Si 合金の付着率が著しく悪かった。Si 含有率が高い程，ガス温度を高温にすると付着率が上がった為，A8S では $550^{\circ}C$ ，A15S では $600^{\circ}C$ ，A30S では $650^{\circ}C$ のガス温度で実験を行った。

ここで，A12S が最も低い融点を有するにも関わらず，A8S の方がより低温の作動ガスで付着させることができたことから，コールドスプレー法においては，金属の塑性変形の影響が大きいと考えられる。Al-Si 合金において，Si 含有率が硬度に大きな影響を与えており，塑性変形の妨げになっている。純 Al と比較して A30S では約 20 倍の硬度となっている。したがって，コールドスプレー法によって Al-Si 合金被膜を形成する場合，Si 含有率の制御が，被膜の密着率を高める上で重要である。図5には A12S をコールドスプレー法によって被膜形成した後の断面の SEM 像を示す。同図から，基材と金属粒子の密着性は極めて良好であることを確認することができる。塑性変形だけではなく，運動エネルギーが固液相変化へと使用されている事も予測される。ここで，従来の接合技術では厚さ $50\mu m$ 程のアルミニウム箔が用いられていたのに対し，本技術では， 21 g/min という粉末量で被膜形成を行っているため， $50\mu m$ の厚さの被膜を得るためには，接合面を $100\times 100\text{ mm}$ ，金属粉末を純 Al，噴射した粉末がすべて均一に被膜形成に用いられると仮定すると，以下の式が成り立つ。

$$0.10\text{ m}\times 0.10\text{ m}\times 50\mu\text{m}\times 2.70\text{ g/cm}^3 = 21\text{ g/min}\times x\text{ min}$$

すなわち，粉末がすべて付着したと仮定した場合，0.1秒で被膜を形成することができる。

また，図6には切欠き部(溝)を形成した B_4C プレートに，密着するように厚さを制御して Al-Si 層を形成し，2枚のプレートの溝同士を箆合により固定した試験片の外観を示す。

従来のアルミ箔を配する接合方法では，単純形状品に限定されていたが，コールドスプレー法を適用し，かつその成膜速度を制御することで複雑な形状にも表面に Al-Si 層を形成することが可能となった。

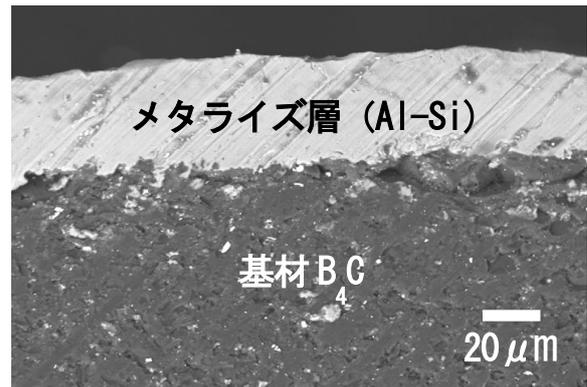


図5 コールドスプレーで形成したメタライズ層の断面 SEM 像

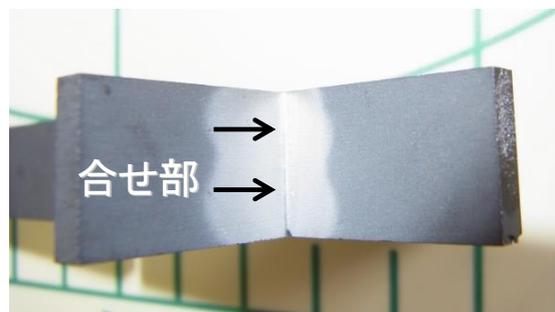
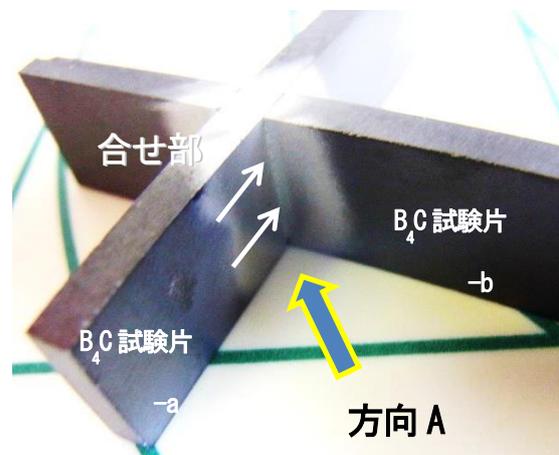


図6 切欠き部にメタライズした2枚のプレートを箆合により固定した試験片の外観

以上の結果からコールドスプレー法によるメタライズした被処理面が，平坦面であれば効率的に密着性の高い被膜を作製することが可能である。また，コールドスプレー法は作動ガス温度も融点以下であることから溶射技術などに比べて省エネルギーな被膜形成技術であるということや非平衡状態にある製膜が可能といった利点を有しており，接合の前処理に適用することで更なる設計の自由度が高めることができると考える。

3.4 レーザーによる接合試験

前項に述べた方法にて、嵌合した2枚のプレートを更に固定治具を使って固定した。その様子を図7に、また、レーザー照射による接合の様子を図8に、それぞれ示す。

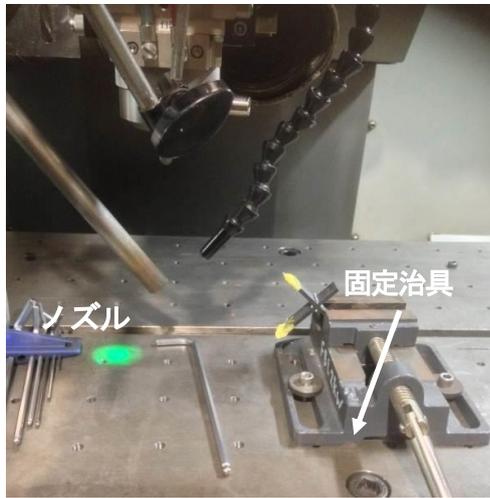


図7 試験片固定の様子



図8 レーザー照射の状況

当初、コールドスプレー法によりメタライズのみ施した面にて接合を行ったが、十分な密着強度を得る事が出来なかった。そこで図6に示す固定法に加えて、接合部近傍にペースト状のアルミを主成分とするろう材を塗布し、レーザーによる接合を行った。

接合後、試料をエポキシ樹脂を使って固定し、その状態で断面を切り出し、SEM観察を行った。その結果を図9に示す。界面近傍において、 B_4C 基材と接合層間の密着状況は良好であり、また基材表面の凹凸部に接合材である金属が回り込んでいる様子も観察された。

こうした事から、Al-Si系の合金を接合材として使用し、コールドスプレー法とレーザーを組み合わせることで、 B_4C 同士を短時間で接合できる技術の可能性を見出すことができた。

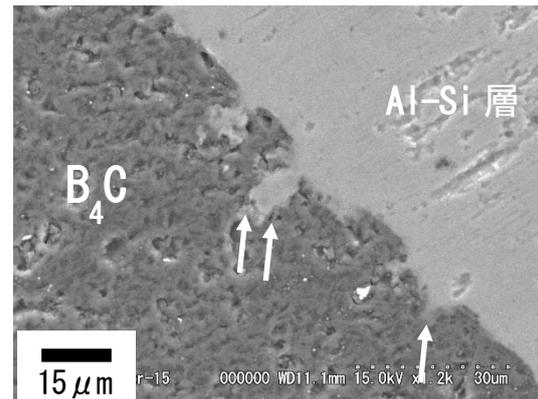
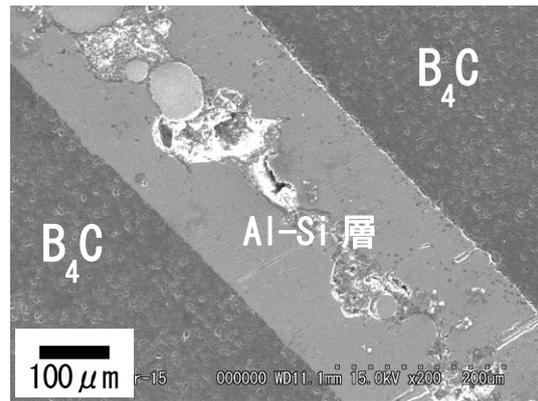


図9 レーザーを使って接合した界面のSEM像

4. 結言

レーザーを使った局所加熱により B_4C 同士を短時間で接合できる技術可能性を明らかにすることを目的として、接合成分、メタライズ、レーザー照射条件に関して一連の検討を行った。その結果、共晶 Al-Si 系の合金を接合材として使用し、コールドスプレー法とレーザーを組み合わせることで、 B_4C 同士を短時間で接合できる技術の可能性を見出すことができた。

謝 辞

本研究は、平成24年度公益財団法人天田財団一般研究開発助成において実施いたしました。助成いただいた同財団に対しまして、ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) Kiyoto SEKINE, Takeshi KUMAZAWA, Wu-Bian TIAN, Hideki HYUGA, Hideki KITA, Journal of the Ceramic Society of Japan, 120, 207-210 (2012)
- 2) Kiyoto SEKINE, Takeshi KUMAZAWA, Wu-Bian TIAN, Hideki HYUGA, Hideki KITA, Journal of the Ceramic Society of Japan, 120, 303-399 (2012)
- 3) 神尾彰彦編, アルミニウムの組織と性質, 軽金属学会出版
- 4) スタータック HP : (<http://www.startack.com/whatcoldspray.pdf>)