

学位論文題名

窒化珪素と金属のろう付技術の開発とその自動車部品への応用

学位論文内容の要旨

窒化珪素は高耐熱、耐摩耗性などの特性に優れており、1970年代から、材料開発が進められてきた。しかしながら、窒化珪素をセラミック単独で用いることは得策でなく、実用商品への応用においては、金属との複合化技術の開発が重要課題である。

従来のアルミナセラミックスと金属の接合に対しては高融点金属法が50年以上の歴史があるのに対して、窒化珪素の金属との複合化技術の歴史は浅く、窒化珪素を応用した量産商品は少ない。

本研究は、窒化珪素の構造部品への応用を念頭におき、特に金属材料の中では安価な鋼との接合技術を開発し、自動車部品に応用することを目的として行われた。

第1章「緒論」では、窒化珪素と金属の接合の研究の必要性を述べるにとともに、工業的に量産可能な窒化珪素と鋼の接合技術を開発するため、以下の3つの項目を研究課題としてあげた。

- ・窒化珪素と金属を強固に接合するための化学的結合層の形成
- ・窒化珪素と金属の物性値の違いにより発生する接合体の残留応力の緩和
- ・鋼の焼き鈍しによる劣化とその対策

第2章「高強度・高信頼性接合法」では、実験に用いたガス圧焼結窒化珪素セラミックスについて、その焼結方法と、材料の物性についてまとめ、高融点金属法、硫化銅法、拡散法、蒸着法、ろう付法などの各種化学的手法について窒化珪素同士の接合のスクリーニング試験を行った。

蒸着法においては、Ti/Mo/Cuの積層蒸着層により接合強度が安定することを見だし、窒化珪素同士の接合強度として433MPaを得た。活性ろう付法においては、銀ろう系を主に検討した結果Tiのろう材への添加方法として、あらかじめAgCuTi系の合金とすることあるいはTiの箔を銀ろうの箔にサンドイッチすることが接合強度において良好であることを見出した。またTiの添加量が反応層(TiN、Ti₅Si₃)厚さに影響を与え、反応層厚さが薄い方が高強度が得られることを明らかにした。活性ろう付け法により得られた接合強度は最高で445MPaであった。

第3章「応力緩衝材とそれを利用した接合法」では、活性ろう付法を用いて各種応力緩衝層の検討を行うとともに、有限要素法による残留応力を計算で求め接合実験と比較検討を行った。

各種金属系応力緩衝層は、活性ろうと反応し、窒化珪素との反応性に影響を与えることを明らかにするとともに、Niを用いた場合には窒化珪素と活性ろうの反応層が薄くなるとともに接合強度が安定することを見いだした。

応力緩衝層として、Ni/W合金/Niの3層を積層させた複合応力緩衝層を新しく提案し、耐熱鋼と窒化珪素との接合強度として400MPaを越える接合体を開発した。有限要素法による応力解析の結果から、窒化珪素と鋼を直接接合した場合の残留応力が1250MPaであるのに対して、複合応力緩衝層を介在させ

た場合には200MPa程度に低下することを確認した。これらの結果は、テストピースでの接合実験と良い一致を示した。

第4章「金属材料の変態を利用した接合法」では、まず、鋼の各種熱処理技術のなかから析出硬化法を取り上げ、SUS630と窒化珪素のろう付を複合応力緩衝層を介在させて試みた結果、SUS630の時効収縮により、接合強度は大幅に低下する。一方、鋼の焼き入れ熱処理における膨張収縮曲線がヒステリシスを示し、冷却時にマルテンサイト変態により体積膨張することに着目し、各種金属材料を用いて、冷却速度、ろう付温度を変化させろう付試験を行った。その結果、自硬性の高い鋼を用いて冷却時にガス冷却を採用することにより、1回の加熱処理により窒化珪素と鋼を強固に接合するとともに、鋼の焼き入れを同時に行う技術を開発した。得られた接合強度および硬度は、SNCM630を用いた場合が最高で、612MPaとHv482であり、構造部材への適用には十分なレベルの接合体を得ることができた。

第5章「自動車用セラミック部品への応用」では、2章から4章において開発した接合技術を応用して実用化した、セラミックターボチャージャロータ、セラミックロッカーアームおよびセラミックタペットについてまとめた。

セラミックターボチャージャロータは活性ろう付、複合応力緩衝層およびマルテンサイト変態を利用した鋼の熱処理技術の3つの技術を応用して開発したもので、机上及びエンジン試験にて評価した結果、接合部の強度と信頼性は十分に実用に耐えうることを確認した。

セラミックロッカーアームは、蒸着法を応用して開発したもので、摺動試験およびエンジン試験を行い、強度の信頼性に優れていることを確認した。

セラミックタペットについては、金属の変態を利用した接合法を応用して活性ろうにより窒化珪素と鋼の直接接合体を開発した。更に熱処理条件を制御することにより、窒化珪素摺動面にクラウニングを付与する技術もあわせて開発し、コスト面でも大幅な低減を可能とした。

最後に、本研究で得られた成果は窒化珪素と金属の接合法の実用化における世界的に歴史的な成果であり、自動車産業のみならず、各種産業分野への応用が期待されるとともに、非酸化物系セラミックスの市場の開拓においても寄与するものとする。

学位論文審査の要旨

主 査 教 授 成 田 敏 夫
副 査 教 授 石 川 達 雄
副 査 教 授 工 藤 昌 行
副 査 助 教 授 黒 川 一 哉

学 位 論 文 題 名

窒化珪素と金属のろう付技術の開発とその自動車部品への応用

窒化珪素は耐熱、耐摩耗性などに優れた特性を有し、近年、自動車部品に利用する研究が進められている。しかし、セラミックス単体での部品化には多くの困難が伴う。一方、金属材料は靱性と加工性に優れていることから、それぞれを接合させることによって両者の特長を具備した複合材料を開発することが期待される。

本論文は、窒化珪素セラミックスと金属材料、特に安価な鋼との接合技術を考案し、自動車部品の開発に応用した結果を纏めたものであり、その主要な成果は、次の点に要約される。

- ①Ti含有 Ag-Cuろう付け法により良好な接合が達成され、Tiの添加量が反応層(TiN, Ti_5Si_3)厚さを支配し、その厚さが薄い方が高強度が得られることを明らかにした。
- ②応力緩衝層として、Ni/W合金/Ni の3層を積層させた複合応力緩衝層を新しく提案し、耐熱鋼と窒化珪素との接合強度として実用に十分な強度を持つ接合体の開発に成功している。有限要素法による応力解析の結果から、残留応力は窒化珪素と鋼を直接接合した場合に比較して、複合応力緩衝層を介在させると大幅に低下することを確認した。これらの結果は、テストピースでの接合実験と良い一致を示した。さらに、鋼の焼入れ硬化と膨張収縮曲線がヒステリシスを示す現象を利用して、実用に必要な鋼の硬さと十分な強度を有する接合体の作製に成功している。
- ③自硬性鋼と冷却時にガス冷却を採用することにより、1回の加熱処理により窒化珪素と鋼を強固に接合するとともに、鋼の焼き入れを同時に行う技術を開発した。得られた接合強度および硬度は、SNCM630を用いた場合が最高で、612MPaとHv482であり、構造部材への適用には十分なレベルの接合体を得ることができた。
- ④著者が開発した各種接合法を応用して、セラミックボクサーロータ、セラミックロッカーアームおよびセラミックパットなどの自動車部品を開発し、ベンチスケール及びエンジン試験評価から信頼性に優れていることを確認するとともに、実機に搭載されている。

最後に、本研究で得られた成果は窒化珪素と金属の接合法の実用化における世界的に歴史的な成果であり、自動車産業のみならず、各種産業分野への応用が期待されるとともに、非酸化物系セラミックスの市場の開拓においても寄与するものとして高く評価される。

これを要するに、著者は化学的接合法と鋼の変態を利用した残留応力軽減法を開発して窒化珪素セラミックスと金属を高強度に接合し、自動車品の開発に成功したもので、界面制御工学と材

料工学の進歩に寄与するところ大なるものがある。

よって著者は、北海道大学博士（工学）の学位を授与される資格あるものと認める。