

学位論文題名

窒化珪素セラミックスと金属の接合体
の破断強度に関する基礎的研究

学位論文内容の要旨

窒化珪素セラミックスは、近年機械的特性が飛躍的に向上し、高温構造部材、摺動部材としての利用が期待されている。しかし靱性に乏しく加工性に問題がある。従って、金属と接合させてセラミックスの優れた特性を発揮させる接合法の開発が行われているが、接合体の強度も低く、破断強度を支配する因子については不明な点が多い。本研究では、接合体の破断強度を支配する因子の検討を行い、接合体の高強度化を試みたもので、全6章より構成されている。

第1章では、セラミックスと金属の接合の工学的な背景、主な接合方法、窒化珪素セラミックスの開発の歴史、窒化珪素セラミックス/金属の接合研究に関する動向、本研究の意義、目的について述べた。

第2章では、異なる強度を有する三種類の窒化珪素セラミックス(公称曲げ強度 800, 1100, 1500MPa)を、Ag-Cu-Ti ろうと Ni/W/Ni 中間材を用いてステンレス鋼と接合させ、破断強度のセラミックス強度および Ni 中間材厚さ依存性について調査した。その結果、低および中強度のセラミックスを使用した場合、Ni 中間材厚さ 0.2mm 付近で最大値をとる上に凸型の変化を示した。この変化は、従来よりセラミックス強度と残留応力(最大主応力)の変化から説明されてきた。しかし、低・中強度セラミックスの接合体では、Ni 中間材を薄くすると冷却時にクラックが形成されセラミックスの破断強度が低下するのに対して、高強度セラミックスを使用した場合、クラック形成は抑制され接合体の破断強度は Ni 中間材が薄いほど増大した。このような挙動は、従来のセラミックス強度と最大主応力の関係からは説明できない。また、Ni 中間材の厚いクラックが形成しない条件では、接合体の破断強度はセラミックス強度に依存しないことを明らかにした。

第3章では、金属母材に低熱膨張合金を使用して、冷却時のクラック形成を抑制し、

いずれの強度のセラミックスの接合体においても、Ni 中間材を薄くするほど破断強度が増大することを示した。また、破面観察と有限要素法による残留応力の計算から、破断強度はセラミックス/ろう材接合部に形成する接合層と、接合層に発生する界面に垂直な軸方向応力成分、および外力を負荷したときの接合層への応力集中により支配されること提案した。

すなわち、破断強度(σ [4b])は次のように表現される。

$$\sigma [4b] = \sigma [\text{bond.}] - \sigma [\text{a-res.}] - \sigma [\text{conc.}] \quad (1)$$

ここで、 σ [bond.] は接合層の強度、 σ [a-res.] は軸方向応力、 σ [conc.] は外力負荷時の応力集中に起因する効果である。

第4章では、Ni-Cu-Ti ろうを用いて窒化珪素セラミックスと金属の接合を行い、Ag-Cu-Ti ろうと同様の結果が得られることを確認した。しかし破断強度は Ag-Cu-Ti ろう接合体に比べて全体的に低く、ばらつく傾向が観察され、形成する接合層により破断強度が変化することを示した。

第5章では、接合層の強度が破断強度の上限を支配することから、接合層の強度の支配因子について破断強度と接合組織から検討した。Ag-Cu-Ti ろう、Ni-Cu-Ti ろう、さらにNi-Cu-Ti ろうを改良したNi-Pd-Ti-Cu ろうによりセラミックス同士を接合させ、破断強度とろう材による違いを検討した結果、接合層が薄いほど接合体の破断強度は増大することを明らかにした。これは、反応生成物を含む接合層は本質的に脆弱であり、接合層が薄いときには、接合層中の破壊の伝播方向が複雑に変化するのに対し、厚くなると反応生成物層中を短絡的に破壊が伝播するためである。従って、接合層の強度を支配するミクロ的な因子として、接合界面での凹凸によるアンカリング効果が高強度化に必要と言われてきたが、本研究の結果からミクロンオーダーでの接合層の形成は破断強度を低下させることが明らかとなった。

第6章は本論文で得られた成果をまとめたもので、接合に関する基礎的な実験結果と有限要素法による接合体に外力を負荷した時の応力計算から、セラミックス同士の接合体の破断強度に及ぼすろう材の厚さの影響を検討し、窒化珪素セラミックスの母材強度に匹敵する強度が達成されることを結論している。以上より、接合体の破断強度は(1)式で与えられることを示し、ろう材と接合層を最適に制御したセラミックス同士、さらにはセラミックス/金属の接合に対する新しい設計指針を提案している。

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 瀬 尾 眞 浩
副 査 教 授 高 橋 英 明
副 査 助 教 授 黒 川 一 哉

学 位 論 文 題 名

窒化珪素セラミックスと金属の接合体 の破断強度に関する基礎的研究

窒化珪素セラミックスは金属と接合させることによって、低靱性と難加工性を克服し、その優れた強度と硬さ特性を発揮させることができる。本論文は、接合体の強度を支配する因子を明らかにするとともに、接合体の高強度化を試みたもので、その成果は次のように要約される。

①異なる強度を有する三種類の窒化珪素セラミックス(公称曲げ強度 800, 1100, 1500MPa)を、Ag-Cu-Ti ろうと Ni/W/Ni 中間材を用いてステンレス鋼と接合させ、破断強度のセラミックス強度および Ni 中間材厚さ依存性について調査した。その結果、低、中強度セラミックスを使用した場合、Ni 中間材厚さ 0.2mm 付近で最大値をとる上に凸型の変化を示した。しかし、低、中強度セラミックスの接合体では、Ni 中間材を薄くすると冷却時にクラックが形成されセラミックスの破断強度は低下するが、高強度セラミックスを使用した場合、クラック形成は抑制され破断強度は Ni 中間材が薄いほど増大した。この結果は、従来のセラミックス強度と最大主応力の関係からは説明できない。また、Ni 中間材が厚くクラックを形成しない条件では、接合体の破断強度はセラミックス強度に依存しないことを明らかにした。

②セラミックスと金属接合体の破断強度に及ぼすセラミックス強度と中間材厚さの実験的検討と有限要素法による残留応力分布の計算から、破断強度は次式で与えられることを示した。

$$\sigma [4b] = \sigma [\text{bond.}] - \sigma [\text{a-res.}] - \sigma [\text{conc.}] \quad (1)$$

ここで、 $\sigma [4b]$ は接合体の破断強度、 $\sigma [\text{bond.}]$ は接合層の強度、 $\sigma [\text{a-res.}]$ は軸方向応力、 $\sigma [\text{conc.}]$ は外力負荷時の応力集中に起因する効果である。これらの結果から、破断強度の上限は、従来のセラミックス強度ではなく、接合層の強度に支配されることを明らかにした。

③破断強度の上限を決定する接合層の強度支配因子を明らかにするため、Ag-Cu-Ti ろう， Ni-Cu-Ti ろう， さらに Ni-Pd-Ti-Cu ろうによりセラミックス同士を接合させ、破断強度とろう材による違いを検討した結果、接合層が薄いほど接合体の破断強度は増大することを明らかにした。これは、反応生成物を含む接合層は本質的に脆弱であり、接合層が薄いときには、接合層中の破壊の伝播方向を複雑に変化させるのに対し、厚くなると破壊は反応生成物層中を短絡的に伝播するためである。従って、ミクロンオーダーでの接合層の形成は破断強度を低下させることが明らかとなった。

④破断強度に及ぼす接合層とろう材層の厚さの影響を実験的に検討した結果、セラミックス同士の接合体ではセラミックス母材強度を達成するなど、高強度化に必要な指針を提案している。

これを要するに、著者はセラミックス/金属接合体の破断強度を微視的および巨視的視点から検討し、強度の支配因子を明らかにするとともに、セラミックス母材に匹敵する高強度接合体を開発し、接合体の高強度化に必要な概念を新しく提案したもので、接合研究の発展に貢献するものと思われる。

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があるものと認める。