

セラミックスと金属の複合化技術に関する研究

— 活性金属ろうによる人工ルビーと金属の接合 —

斉藤 修

Study on Composite Technique of Ceramics and Metals — Bonding of Synthetic Ruby to Metal by Active Brazing Metal —

Osamu SAITOH

要 約

共晶銀ろうにTiを添加した活性金属ろうにより、人工ルビーとMoの接合を行い、接合強度に及ぼすろう材へのTi添加量、接合温度の影響について検討した。その結果、適正条件下での接合部は、150MPa以上の接合強度を示すが、高Ti添加ろう材での高温側接合では、ルビー/ろう材界面に脆弱層を形成し、接合強度の低下を示した。

1. はじめに

アルミナ単結晶に、微量のCr, Ti, Feなどを含有する人工ルビー、サファイヤ¹⁾は、宝石として、装身具に使用されているほか、高い硬度や優れた耐食性、耐熱性などの特性をいかして、工業用部材としても使用されている。

これらの人工宝石と金属の信頼性の高い接合が可能となれば、山梨の地場産業である装身具関連業界で、宝石の新しい石止め方法として活用できるものと考えられる。そこで、共晶銀ろう²⁾にTiを添加した活性金属ろう³⁾により、人工ルビーとMoの接合を行い、接合強度に及ぼすろう材中のTi量、接合温度の影響について基礎的検討をおこなったので報告する。

2. 実験方法

接合材料には、Cr含有量0.22mass%のベルヌーイ法で合成した人工ルビーと、純度99.9mass%、直径3mmのMo丸棒を用いた。これらの、材料特性を表1、表2に示す。ルビーは、六方晶系の結晶構造を有するが、(1012)相当面を表面あらさRa(0.4μm)以下に研磨し接合面とした。また、Moは丸棒の軸方向と直角に長さ20mmに切断し、切断面をエメリーペーパーで800#まで研磨して接合面とした。ろう材は厚さ100μm、4mm角の共晶銀ろう箔に、厚さ20μmのTi箔を積層する方法でろう材へのTi添加量を調整した⁴⁾。Ti添加量

表1 人工ルビーの諸特性

曲げ強度 (MPa)	ヌープ 硬さ	比 重	クロム 含有量 (mass%)
290~370	1530	4.0	0.22

表2 モリブデン丸棒の諸特性

引張強さ (MPa)	伸 び (%)	絞 り (%)	比 重	純 度 (mass%)
706.6	46.5	69.7	10.2	99.9

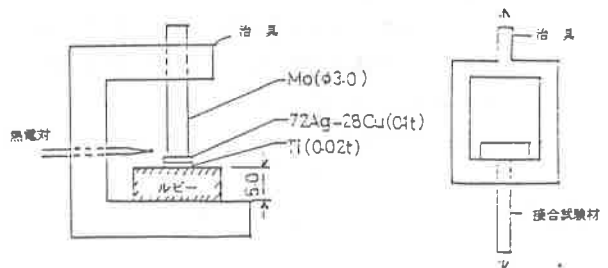


図1 試験材の接合方法



図2 試験材の引張試験方法

を調整した各ろう材に対し、 2×10^{-2} Paの真空中で、図1に示す方法により1073~1273Kの各所定温度で15分間接合処理を行った。

接合部の強度評価は、図2に示す引張試験方法により室温で行った。また、ルビー/ろう材接合界面構造と接合強度の関係を検討するため、ルビー同士を同様のろう材で接合し、走査型電子顕微鏡(SEM)、X線マイクロアナライザー(EPMA)により接合界面観察及び成分分析を行った。

3. 実験結果及び考察

図3は、Ti添加量を2, 4, 7 mass%とした3種類のろう材を用いて、1073~1273Kの温度範囲で、接合時間15分で接合した試験材の引張試験結果である。2 mass%Ti添加ろう材では、接合強度に及ぼす接合温度の影響は少なく、また、得られた接合強度も40MPa程度と他のろう材に比べ低い値を示した。このろう材の場合、接合部のフィレット形成状態から判断して、ろう材の濡れ性が不十分であると思われる。

4 mass%Ti添加ろう材では、1123Kで150MPa程度の接合強度を示した後、接合温度の上昇にともなって、接合強度は、徐々に低下した。更に、Ti添加量が7 mass%に増加すると、1123~1173Kで良好な接合性を示した後、1223K以上の接合温度で急激な接合強度の低下を示した。

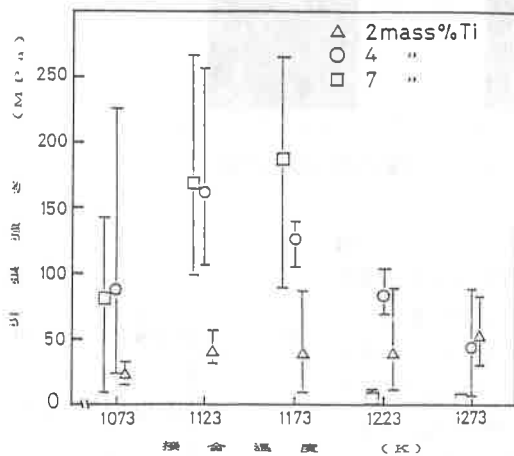


図3 接合試験材の引張試験結果

図4は、ルビー/ろう材界面のEPMAによる元素分析結果である。接合界面にTi, Cuの凝縮

層が形成されているのが認められるが、この領域では、Alもわずかに検出されることから、ルビーはろう材により分解されるものと考えられる。

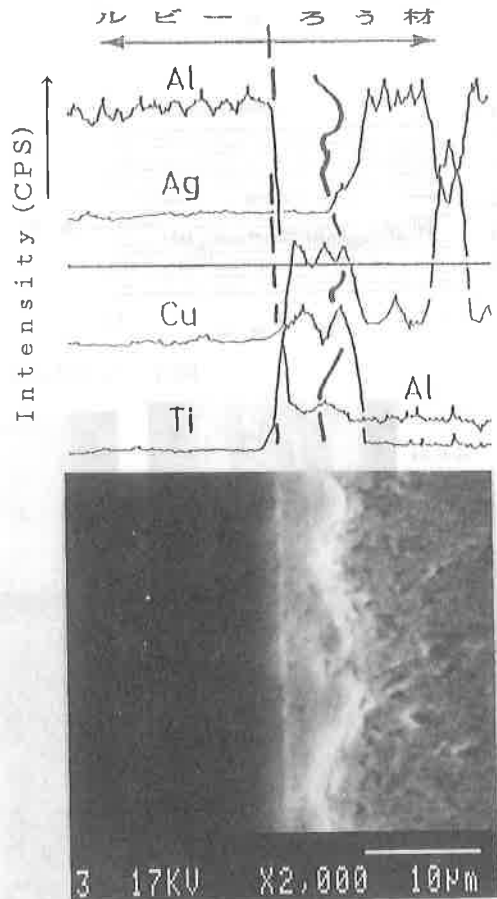


図4 ルビー/ろう材界面のEPMAライン分析結果(4mass%Ti-AgCu,1223K,15min)

そこで、ルビー上にろう材をのせメタライズした後、ろう材部分を加熱濃硝酸中で溶解除去し、その表面形態を表面粗さ計で測定した(図5)。

メタライズ領域のルビーが侵食されているのが認められるが、メタライズ温度の上昇により侵食量は増加する傾向を示しており、特にTi量の多い7 mass%Tiろう材でこの傾向が顕著となっている。

図6は7 mass%Tiろう材を用いてルビー同士を接合し、接合界面の状況をSEM, EPMAにより検討した結果である。接合温度の上昇にともない、ろう材中のTiはルビー/ろう材界面に移動し、Cu, Ti凝縮層が厚く成長している。

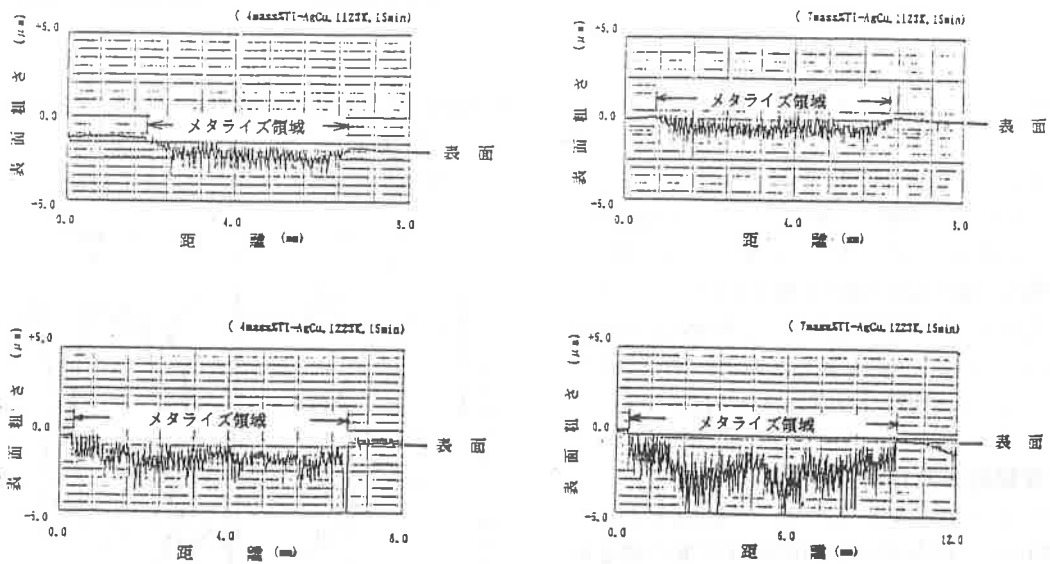


図5 ろう材によるルビー侵食部の表面形態

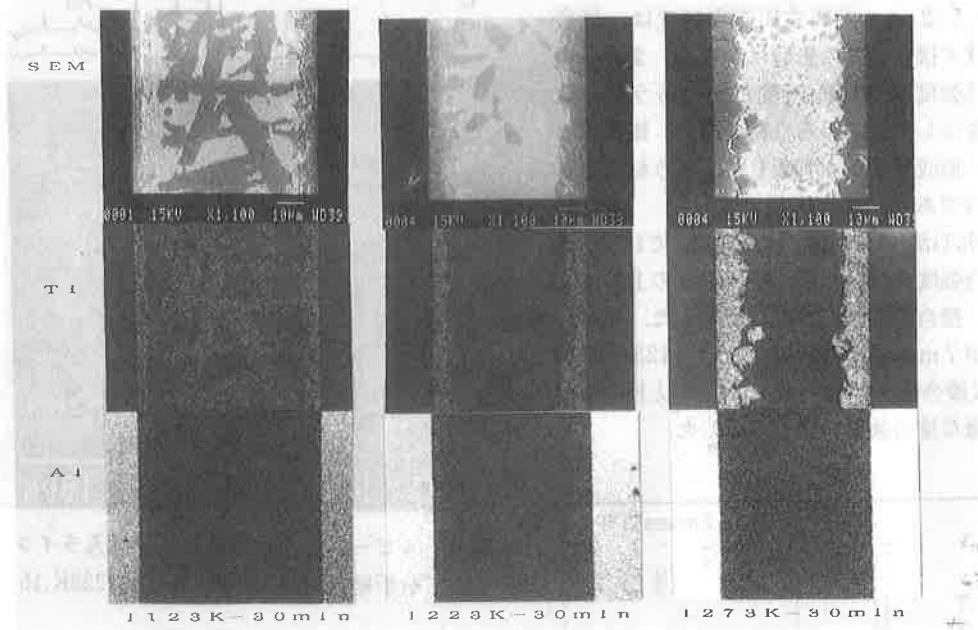
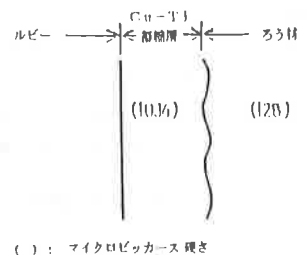


図6 ルビー／7mass%Tiろう材／ルビー 接合部の接合界面

また、Ti、Cu凝縮層厚さの増大に伴い、その内部に割れが増加する傾向を示した。またA1のろう材への溶出もメタライズ温度の上昇に伴って増加し、溶出したA1は主にTi、Cu凝縮層領域に存在していることから、凝縮層はTi、Cu、A1等の金属間化合物より構成されているものと推察される。図7は、7mass%Tiろう材でルビー同士を接合した試験材の凝縮層のマイクロピッカース硬さ試験結果である。ろう材中央部がHV120程度であるのに対して、Ti、Cu凝縮層はHV1000以上と高い硬さを示しており、また割れも多数存在

することから、凝縮層はかなり脆弱化しているものと考えられる。図8は4mass%Tiろう材で同様にルビー同士を接合した接合界面状況である。



() : マイクロピッカース硬さ

図7 Cu-Ti凝縮層のマイクロピッカース硬さ試験結果(7mass%Ti-AgCu,30min)

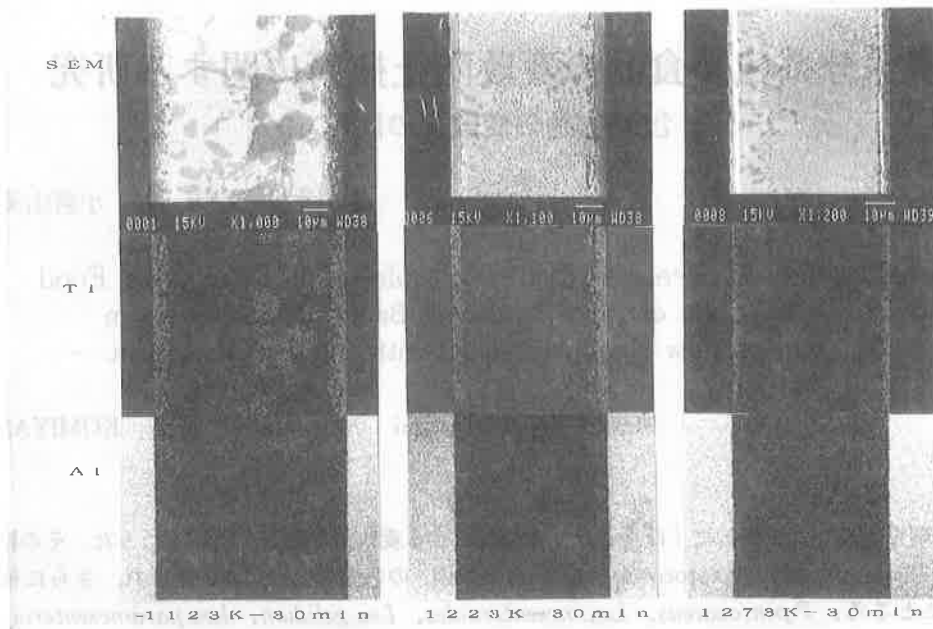


図8 ルビー/4 mass%Tiろう材/ルビー 接合部の接合界面

1123Kでは、一部Tiがろう材中央部に残存しているが、1223KではTiはほとんど接合界面に移動しており、1273Kに接合温度を上昇しても凝縮層の増大は認められない。また、Alのろう材への溶出、凝縮層内部の割れの発生状況も7 mass% Tiろう材ほど顕著な増加は認められない。

以上のことから、7 mass%Tiろう材での高温側接合の強度低下は、Ti、Cuの接合界面への移動と、ルビーの過剰分解により形成される、厚く脆弱な凝縮層（反応層）に起因するものと考えられる。

4. 結 言

共晶銀ろうにTiを添加した活性金属ろうにより、人工ルビーとMoの接合を行い、接合強度に及ぼす、ろう材へのTi添加量、接合温度の影響について検討し、以下の結論が得られた。

(1) 活性金属ろうによる人工ルビーとMoの適正条件下での接合部は、150MPa以上の接合強度を示す。

(2) 人工ルビーは、ろう付け過程で活性金属ろうにより侵食される。

(3) ルビーの侵食量は、ろう材中のTi量、接合温度に影響される。

(4) 高Ti添加ろう材での高温側接合では、ルビーの侵食が増加し、ルビー/ろう材界面に脆弱な反応層を形成し、接合強度の低下を示す。

文 献

- 1) 宝石鑑別ハンドブック：リチャードT. リヂイコート著、日本宝石鑑別協会（1977）
- 2) 岡村久宜ら：溶接学会論文集，8，（1990）272～279
- 3) 高塩治男：工業材料，34，（1986）836～87
- 4) 中橋昌子ら：日本金属学会誌53，（1989）1153～1160