

Title	セラミックスの応力緩和接合に関する研究
Author(s)	深谷, 保博
Citation	大阪大学, 1993, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3067942
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

セラミックスの応力緩和接合
に関する研究

平成5年1月

深谷保博

目 次

第1章 緒論	1
1.1 緒言	1
1.2 セラミックスと金属の接合技術に関する現状と動向	1
1.2.1 接合方法	1
1.2.2 接合現象	3
1.2.3 継手特性	3
1.2.4 残留応力解析	4
1.2.5 品質保証	4
1.3 セラミックス接合体の実用化に対する技術課題	4
1.4 本研究の目的と論文の構成	5
1.4.1 本研究の目的	5
1.4.2 本論文の構成	6
第2章 各種継手形式における継手強度特性に及ぼす残留応力の影響	9
2.1 緒言	9
2.2 接合継手形式の分類と作用荷重の選定	9
2.2.1 平板継手	9
2.2.2 管継手	9
2.2.3 かん合継手	10
2.3 残留応力の異なる接合体の継手強度試験	11
2.3.1 供試材料及び試験方法	11
2.3.2 試験結果	17
2.4 残留応力の解析と計測	22
2.4.1 解析及び計測方法	22
(1) 接合時の残留応力解析	22
(2) 接合時の残留応力計測	24
2.4.2 解析及び計測結果	26

(1) Al_2O_3 /コバール, SUS410 平板継手	26
(2) ZrO_2 /コバール, SUS410 管継手	33
(3) Si_3N_4 /インコロイ903 かん合継手	38
2.5 継手強度特性と残留応力	41
2.5.1 継手強度	41
2.5.2 破断位置	43
2.5.3 残留応力の緩和の必要性	43
2.6 結言	45
付録2 A Al_2O_3 /コバール 平板継手の要素分割	46
付録2 B ZrO_2 /コバール 管継手の要素分割	47
付録2 C Si_3N_4 /インコロイ903 かん合継手の要素分割	48
第3章 応力緩和法の提案	49
3.1 緒言	49
3.2 検討対象とした実機製品	49
3.2.1 平板継手	49
(1) セラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石	49
(2) Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータ	51
3.2.2 管継手	51
(1) Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ	52
(2) ZrO_2 管/金属管 接合型 O_2 分離管	52
3.2.3 かん合継手	52
(1) Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータ	52
3.3 検討した接合時の残留応力緩和法及び使用時の作用応力緩和法	53
3.3.1 各種応力緩和法と本研究で検討した応力緩和法の位置付け	53
3.3.2 実機製品で適用検討した応力緩和法	53
(1) 平板継手	53
(1.1) 金属板へのスリット挿入	53
(1.2) 接合領域規制	54

(2) 管継手	56
(2.1) 変形の対称化と剛性の適正化	56
(2.2) 金属管へのスリット挿入	57
(3) かん合継手	58
(3.1) 金属スリーブのテーパ取り及びスリット挿入	58
3.4 応力解析	59
3.4.1 解析方法	59
(1) 平板継手	59
(1.1) 金属板へのスリット挿入	59
(1.2) 接合領域規制	59
(2) 管継手	61
(2.1) 変形の対称化と剛性の適正化	61
(2.2) 金属管へのスリット挿入	62
(3) かん合継手	64
(3.1) 金属スリーブのテーパ取り及びスリット挿入	64
3.4.2 解析結果	65
(1) 平板継手	65
(1.1) 金属板へのスリット挿入による応力緩和	65
(1.2) 接合領域規制による応力緩和	70
(2) 管継手	72
(2.1) 変形の対称化と剛性の適正化による応力緩和	72
(2.2) 金属管へのスリット挿入による応力緩和	76
(3) かん合継手	79
(3.1) 金属スリーブのテーパ取り及びスリット挿入による応力緩和	79
3.5 結言	81
付録3A セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石の要素分割	82
付録3B Si_3N_4 翼／ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータの要素分割	83
付録3C Al_2O_3 管／金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラの	84

要素分割

付録 3 D ZrO₂管／金属管 接合型O₂分離管の要素分割 85

付録 3 E Si₃N₄翼／金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータの . . . 86

要素分割

第 4 章 応力緩和法を具体化する接合法の選定並びに接合条件の最適化 87

4. 1 緒言 87

4. 2 セラミックス接合体に要求される接合形態 87

4. 3 供試材料及び実験方法 87

4. 3. 1 供試材料 87

4. 3. 2 実験方法 87

(1) Al₂O₃ /コバールの接合 88

(2) Al₂O₃ ・フリット／コバールの接合 91

(3) ZrO₂／コバールの接合 92

(4) Si₃N₄／インコロイ903の接合 95

(5) Si₃N₄／Si₃N₄の接合 98

4. 4 各種継手の継手特性調査試験結果 101

4. 4. 1 Al₂O₃／コバール 継手 101

(1) 接合法及び接合条件の抽出 101

(2) 抽出接合法及び接合条件で得られる継手特性 102

4. 4. 2 Al₂O₃ ・フリット／コバール 継手 109

(1) 接合法及び接合条件の抽出 109

(2) 抽出接合法及び接合条件で得られる継手特性 110

4. 4. 3 ZrO₂／コバール 継手 112

(1) 接合法及び接合条件の抽出 112

(2) 抽出接合法及び接合条件で得られる継手特性 113

4. 4. 4 Si₃N₄／インコロイ903 継手 116

(1) 接合法及び接合条件の抽出 116

(2) 抽出接合法及び接合条件で得られる継手特性 118

4.4.5	Si ₃ N ₄ /Si ₃ N ₄ 継手	120
(1)	接合法及び接合条件の抽出	120
(2)	各種接合法及び接合条件で得られる継手特性	124
4.5	結言	132
第5章 応力緩和法の評価, 検証		136
5.1	緒言	136
5.2	対象製品と要求性能	136
5.2.1	平板継手	137
5.2.2	管継手	138
5.2.3	かん合継手	139
5.3	供試体, 接合方法及び評価方法	139
5.3.1	供試体	139
(1)	平板継手	139
(2)	管継手	140
(3)	かん合継手	140
5.3.2	接合方法	140
5.3.3	評価方法	142
5.4	実体モデルの製作	143
5.4.1	平板継手	143
(1)	セラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石	143
(2)	Si ₃ N ₄ 翼/Si ₃ N ₄ 軸 接合型ターボ分子ポンプロータ	143
5.4.2	管継手	144
(1)	Al ₂ O ₃ 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ及び イオン加速管	144
(2)	ZrO ₂ 管/金属管 接合型O ₂ 分離管	145
5.4.3	かん合継手	146
(1)	Si ₃ N ₄ 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータ	146
5.5	実体モデルによる評価, 検証	147

5.5.1	平板継手	147
(1)	セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石	147
(2)	Si ₃ N ₄ 翼／Si ₃ N ₄ 軸 接合型ターボ分子ポンプロータ	148
5.5.2	管継手	149
(1)	Al ₂ O ₃ 管／金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ及び イオン加速管	149
(2)	ZrO ₂ 管／金属管 接合型O ₂ 分離管	150
5.5.3	かん合継手	152
(1)	Si ₃ N ₄ 翼／Si ₃ N ₄ 軸 接合型ターボチャージャロータ	152
5.6	応力緩和法の有効性に関する考察	153
5.6.1	平板継手	153
(1)	セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石	153
(2)	Si ₃ N ₄ 翼／Si ₃ N ₄ 軸 接合型ターボ分子ポンプロータ	153
5.6.2	管継手	156
(1)	Al ₂ O ₃ 管／金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ及び イオン加速管	156
(2)	ZrO ₂ 管／金属管 接合型O ₂ 分離管	156
5.6.3	かん合継手	157
(1)	Si ₃ N ₄ 翼／Si ₃ N ₄ 軸 接合型ターボチャージャロータ	157
5.7	結言	157
第6章 結論		161
謝辞		164
参考文献		165
本論文に関連した発表論文		173

第 1 章 緒論

1.1 緒言

各種機器の高性能化が進められるにつれ、耐熱性、断熱性、耐摩耗性、絶縁性及び耐食性などにすぐれた性能を有するセラミックスの適用要求が増大している。その際、セラミックスの延性不足や加工性不良を補うため、金属と接合して複合化したり、加工可能な単純部材に分割して接合組立することが必要となり、セラミックスと金属及びセラミックスどうしのすぐれた接合技術の開発が望まれている。

これらの接合体の実用化においては、材料選択と継手構造の設定を行った後、適切な接合法及び接合条件を選定し、その継手特性が設計条件を満足することを評価、検証することになるが、いずれの段階についても種々の課題が残されている。特に、セラミックスと金属の接合体では、継手部の損傷原因となる接合時の残留応力と使用時の作用応力の緩和、セラミックスどうしの接合体では、後者の作用応力の緩和が大きな課題となっている。

本研究では、まず、セラミックスと金属の接合体について、実体継手を代表させた平板、管及びかん合の各継手形式別に継手強度特性に及ぼす接合時の残留応力の影響を把握した後、実機製品を具体的に取上げ、接合時の残留応力と使用時の作用応力の緩和法の提案と適正接合法及び接合条件の選定を行い、最後に各々実機製品を接合試作して、実用化に対する評価、検証を行う研究を実施した。本論文はこれらの研究成果をまとめたものである。

本章では、まず、課題の多いセラミックスと金属の接合技術に関する研究現状と動向を述べ、次いで、これをもとにセラミックス接合体の実用化に対する技術課題を指摘した後、本研究の目的を明らかにする。

本章の末節には本論文の構成を示す。

1.2 セラミックスと金属の接合技術に関する現状と動向

1.2.1 接合方法

セラミックスと金属の接合方法に関しては、多くの方法が報告されている。その分類も種々の観点から行われているが、図1.1に示す分類は、機械的な接合法及びセラミックスと金属を直接又は中間材を介し反応を伴わせて接合する方法に大別したものである。

焼ばめなどの機械的接合は、施工が容易であるが、継手の気密性や使用時のゆるみ及びスリップなどの点で問題があり、用途が大きく制約される。

反応を伴わせて接合する方法では、まず、直接接合する方法として、拡散接合やHIPなどによる固相接合¹⁾が代表的なものとしてあげられ、その他摩擦溶接²⁾や高エネルギービームを用いた融接³⁾などがある。固相接合では、一軸方向加圧を行う場合にはセラミックスの損傷の問題を伴い、HIPなどの静水圧加圧においてもカップセリングの困難さなどの点で実体への適用には課題が多い。摩擦溶接については、施工が簡便であるが、接合体の形状に制約を受ける欠点を持っている。また、融接法は、セラミックスどうしの接合では母材強度に近い継手強度が得られるが、セラミックスと金属の接合においては割れ防止など解決を必要とする事項を多く持っている。

これらに対し、中間材を用いて接合する方法では、ろう付、メタライジングを併用するろう付、固相接合及び接着剤接合などがあげられるが、これらのうち、金属ろうによるろう付^{4~6)}やセラ

ミックスにメタライジングを行った後に金属ろう付する方法⁷⁻⁸⁾は、継手強度の高いものが得られると共に複雑形状体の接合が容易であり、最も汎用性に富んだ接合法と言える。活性金属法⁹⁻¹²⁾と称されるろう付法はその代表的なもので、Ti, Zrなどの活性金属とAg, CuあるいはNiなどの合金をろう材として使用している。

また、セラミックスと金属の両者に対して反応性のすぐれる金属を中間材に用いて固相接合する方法も多くの研究事例を有するが、基本的には直接接合する場合と同じように、加圧によるセラミックスの損傷問題を抱えている。炭化物や酸化物などのセラミックスやこれに金属を混合した複合材を中間材に用いて固相接合する方法¹³⁻¹⁴⁾も報告されているが、良好な継手強度が得られていない。接着剤接合¹⁵⁾については、施工が簡便なため適用事例も多いが、継手強度が低いことと高温下や繰返し熱サイクルのかかる場合に継手特性の劣化が起こり、使用環境に対し大きな制約を受ける。

このように、接合法については、多くの研究が進められているが、継手強度や各種形状体への施工性の点から、現状では、活性金属法によるろう付法に優位性が認められると言える。

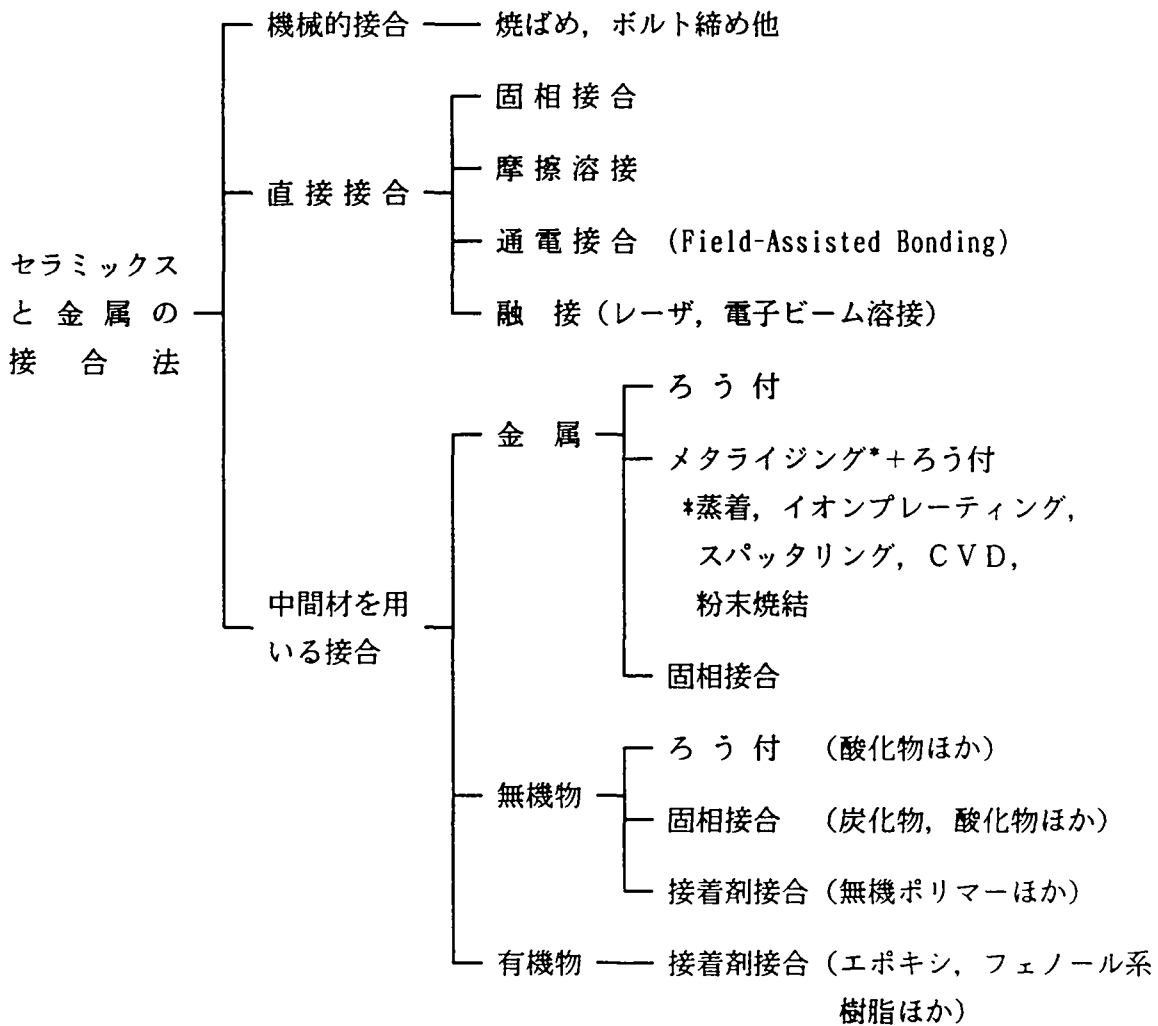


図1.1 セラミックスと金属の接合法

1.2.2 接合現象

接合現象及び機構の解明も進められている。接合界面ではぬれ、反応及び界面構造変化などを伴うが、ぬれ現象ではセラミックスに対する各種材料のぬれ性が報告され^{16~24)}、反応に関しては熱力学的検討を行って界面反応現象が調査されている^{25~29)}。その他、セラミックスと金属の接合界面の整合性に関する研究も進められ^{30・31)}、こういった基礎現象の解明がセラミックス接合体の実用化の基本になっていくものと思われる。

1.2.3 継手特性

継手強度に影響を及ぼす各種要因に関する研究が行われ、継手部の残留応力、接合界面における反応層形成形態及び継手部近傍の表面状況などが影響因子として指摘されている。

残留応力については、その値が大きくなると継手強度が低下し、その緩和によって良好な継手強度の得られることが報告されており、主な残留応力緩和法としては、セラミックスと金属間に低熱膨張材及び中間の熱膨張係数を有する材料を単一挿入したり^{32・33・45)}、複数傾斜挿入する方法³⁴⁾や軟質金属を挿入する方法^{33・35~38)}があげられる。また、凝固金属中に軟質な金属富化層を生成させる方法⁴¹⁾や低熱膨張材と軟質金属を併用して挿入する方法³³⁾、傾斜強度材³⁴⁾や複合材料^{39・40)}を挿入する方法なども提案されている。また、継手構造面からサンドイッチ接合⁴⁴⁾の有効性が示されている。そのほか、継手強度に及ぼすインサート材及び応力緩和層の厚さの影響も調査されている^{43・45)}。

接合界面の反応層形成形態については、反応層の厚さが増すと継手強度が上昇するが、逆に脆化相の生成を促す時は低下し、適切な反応層厚さの時に継手強度が最大を示すという報告^{47・88)}がある。

また、継手部近傍の表面状況については、継手部のセラミックス表面を研磨すると継手強度が上昇し、セラミックスの表面粗度が継手強度に影響を及ぼすことが報告されている⁴⁸⁾。

このように、セラミックスと金属の継手強度特性を向上させる要因解析とその対応策が数多く研究されているが、継手形式は同一寸法の丸あるいは角材などを接合した単純形状のものが主体で、管継手やかん合継手など実機製品で多用される継手における残留応力と継手強度の関係を調査したものがほとんどない。また、継手構造面からの残留応力緩和法の検討事例もあまり多くないと言える。更に、実機製品では、使用時の作用応力による継手部の損傷も問題となり、接合時の残留応力と使用時の作用応力の両者を低減する応力緩和法の設定が課題となるが、これらの報告例もほとんど見当たらない。

その他の継手特性については、気密性⁴⁹⁾、熱伝導性^{50・51)}、環境強度（熱疲労特性、耐酸化性及び応力腐蝕など）及び熱衝撃特性^{51~53)}についての調査例がある。今後、この方面の研究も一層進んでいくと思われる。

最後に、継手強度特性の評価方法についてであるが、せん断、曲げ及び引張形式の継手強度評価が主体となっている。試験法に統一されたものがないため、測定データの比較評価が難しく、試験規格の確立が待たれる段階にある。しかし、異材接合界面の強度評価に対し、試験法の現状と問題点が整理される^{87・89)}と共に応力特異性に注目した接合界面の強度評価法など不均質材力学理論の導入展開がはかられており^{87・89)}、成果が期待される。

1.2.4 残留応力解析

解析と計測によって行われている。解析では、残留応力とひずみ分布に関して、①理論解析法による弾性解析^{54, 55)}及び弾塑性解析^{58, 59)}、② FEMによる弾性解析^{60~63)}、弾塑性解析^{43, 44, 64~67)}及び熱弾塑性解析^{68~73)}、残留応力と中間層の関係に関して、①理論解析法による弾性解析^{56, 74)}、② FEMによる弾性解析^{61~63)}、弾塑性解析⁶⁴⁾及び熱弾塑性解析⁶⁹⁾、残留応力と割れ発生に関して、①理論解析法による弾性解析⁵⁷⁾及び弾塑性解析^{44, 59)}、② FEMによる弾塑性解析^{43, 67)}、残留応力と試験片寸法に関して、FEMによる弾性解析⁶⁰⁾、弾塑性解析^{64, 65, 68)}及び熱弾塑性解析^{68~73)}、残留応力と継手強度に関して、FEMによる弾塑性解析^{64, 68)}などが行われている。

これらの解析で、各種のセラミックスと金属の継手部における残留応力分布が調査され、セラミックス側の接合界面端近傍で大きな残留応力の集中が認められる現象^{70, 71, 73, 76)}や接合体の形状寸法で応力分布が変化する^{42, 45, 46, 69, 72, 75)}ことなどが示されているほか、残留応力の増大に伴って割れが発生したり⁴⁴⁾、継手強度が低下する^{64, 68)}ことが報告されている。また、応力緩和を狙った中間層の挿入効果^{61, 69, 74)}やサンドイッチ接合^{42, 44, 76)}の効果についての検討も行われている。

一方、計測では、ひずみゲージを用いる方法^{77, 78)}、X線を用いる方法^{79~81)}及び超音波顕微鏡を用いる方法^{82~85)}などの研究が行われ、複雑な残留応力分布の計測が試みられている。X線を用いる方法では、解析値との対応が行われ、FEMによる弾性解析及び弾塑性解析結果とほぼ一致したとの報告^{80, 81)}がある。

このように、セラミックスと金属の接合体における残留応力分布特性の解析や継手強度特性と残留応力との関係の把握が、解析及び計測の両面から進められているが、継手特性の場合と同様に、解析対象は同一寸法の丸あるいは角材などを接合した単純形状のものが主体で、実機製品で多用される管継手やかん合継手に関するものはほとんどない。また、残留応力の緩和に対しても、継手構造面からの検討事例が少ないと言える。

1.2.5 品質保証

継手部の品質保証も実用化にあたっては重要課題である。製品設計時のセラミックス損傷防止の指針も示されつつあるが⁸⁶⁾、実機製品ごとにその使用形態に対応して回転試験、気密試験、あるいは熱サイクル負荷試験などを行って品質保証をはかる動きが主流となっている。

また、継手強度の評価についても、統計手法を用いて評価し、設計に反映していくことが重要であるが、その事例は少ない。

1.3 セラミックス接合体の実用化に対する技術課題

セラミックス接合体の実用化には、緒言で述べたように、適切な材料選択と継手構造の設定を行い、それに対応する接合法及び接合条件の選定を行って、実機作動条件に耐えるすぐれた継手を確保することが必須条件となる。特に、高強度継手の確保が課題であり、界面強度にすぐれる接合法及び接合条件の選定が必要なほか、現状では、接合時の残留応力の緩和が最大課題になると言える。また、使用時の作用応力を緩和させることも重要であり、残留応力の緩和と併せて検討を加えていかねばならない。そして、最終的には、得られた実体継手を如何に評価、検証する

かも問題となる。

これらの技術課題をまとめると以下のようになる。

(1) 接合時の残留応力の緩和については、その基本的手法は提案されているが、検討対象は形状が単純化されたもので、実機製品では平板、管、あるいはかん合継手といった各種の継手形式があり、これらに対する継手強度特性に及ぼす残留応力の影響の把握や応力緩和の具体的手法の設定が不十分である。また、使用時の作用応力が大きくなると、継手部の破壊を招くことが懸念される。このため、各種継手形式において、接合時の残留応力が継手強度特性にどのような影響を及ぼすかを把握し、次いで、材料組合せや継手構造面から、継手部の接合時の残留応力及び使用時の作用応力を低減せしめる応力緩和法を設定することが不可欠である。

(2) 一方、応力緩和法が設定できても、接合法及び接合条件の選定が不適切であれば、応力緩和は具体化できない。すなわち、設定した材料組合せや継手構造に対し、すぐれた界面強度の得られる接合法及び接合条件の選定が不可欠であり、また、残留応力の緩和の点から、できる限り接合温度の低い熱負荷の小さな接合法とする必要がある。

(3) 最終的には、得られた継手が実機に適用出来ることを検証をしなければならない。セラミックス接合体は、金属接合体と異なりその継手特性評価には課題が多い。金属接合体では、小型試験片による試験結果を用いてほぼ実体構造物の品質評価を行うことができるが、セラミックス接合体では、試験法そのものに問題を残しているのに加えて体積効果もあるため、小型試験片での評価だけでは品質保証の難しいことが多い。現状では、実体又は部分モデルによる作動評価試験を行って継手特性の評価、検証を行うことが必要である。

1.4 本研究の目的と論文の構成

1.4.1 本研究の目的

セラミックスの接合技術に関する現状と動向を分析し、セラミックス接合体の実用化にあたっての技術課題を述べてきたが、本研究は、抽出された技術課題を下記方法で解決することとした。

(1) 実機製品における継手形式は、平板、管及びかん合継手に分類されるが、これら各継手形式別に、材料物性値又は熱負荷を変えて残留応力の異なる接合体を作製して継手強度試験を行うと共に、接合体の残留応力分布をFEM解析とX線計測で求め、これらを比較評価して継手強度特性に及ぼす残留応力の影響を把握することとした。

(2) 実機製品では、残留応力のほかに使用時の作用応力の緩和による強度信頼性の確保が必須条件であり、両者が同時に行える方法を設定することが最も合理的である。

各継手形式別に実機製品を具体的に取上げ、この両者を対象とした接合部の応力緩和法の提案を行った。

接合時の残留応力の緩和に対しては、材料特性値のほかに金属部材へのスリット挿入やテーパ取り、補助部材の取付け接合による変形の対称化などの形状パラメータからの検討を行うこととし、その効果をFEM解析して評価した。

使用時の作用応力の緩和に対しては、接合時の残留応力の緩和法がそのまま作用応力の緩和法につながることを望ましく、上記方法の中から効果的なものを抽出することを主体に検討を加えた。

(3) 提案した応力緩和法を具体化するための接合法の選定と接合条件の最適化を行った。そ

の際、継手強度を評価の主対象とし、残留応力の緩和の点から熱負荷を抑えるため、接合温度の低い接合法及び接合条件を設定することとした。

(4) 最終的に実機製品を接合試作し、作動評価試験を行って、提案した応力緩和法の有効性の検証を行った。

1.4.2 本論文の構成

本論文は、全体として6章から成立っており、その構成を図1.2に示す。

第1章は緒論であり、セラミックスと金属の接合技術に関する現状と動向を述べた後、セラミックス接合体の実用化に対する技術課題を明らかにし、その解決方法を述べている。

第2章では、平板、管及びかん合継手の各継手形式別に継手強度特性に及ぼす接合時の残留応力の影響を検討した結果を述べる。すなわち、平板継手では Al_2O_3 /コバルト, SUS410, 管継手では ZrO_2 /コバルト, SUS410, かん合継手では Si_3N_4 /インコロイ903の継手を取上げ、材料物性値の差異及び熱負荷の大きさと継手強度特性との関係を明らかにする。

平板及び管継手では、熱膨張係数差を主体に材料物性値の差異が小さい継手は破断がろう材中で生じて高い継手強度を示し、差異が大きい継手は接合界面近傍のセラミックス母材で破断して継手強度が相対的に低下すると共に大きなばらつきを示すことを述べ、かん合継手では、接合温度で熱負荷をかえた試験を行ったが、いずれも接合端のセラミックス母材で破断し、熱負荷が増大すると継手強度が低下することを述べる。

また、接合時の残留応力をFEMで弾性解析すると共に微小X線束(0.3mmφ)を用いたX線応力測定法で計測を行い、上記結果を考察した。平板及び管継手における上記材料物性値の差異が大きい継手では、解析及び計測のいずれにおいても接合界面近傍のセラミックス中に大きな残留応力の発生が認められ、この部位が継手強度試験時の荷重負荷により、ろう材中破断する前にセラミックス母材で低荷重破断することを考察している。一方、かん合継手では、解析において、接合端のセラミックス中で最大の残留応力が発生し、熱負荷の大きい継手はその値が増大して低荷重で破断することを述べる。

そして、これらの結果から、いずれの継手形式においても、残留応力は材料特性値(熱ひずみ差、ヤング率の比)に依存し、かつ、接合界面及びセラミックス中の残留応力が継手強度を支配する大きな因子になっていることを結論として導いている。

第3章では、上述した各継手形式別に実機製品を具体的に取上げ、接合時の残留応力を緩和させると共に使用時の作用応力の緩和も考慮した応力緩和法を提案する。

すなわち、第2章で指摘した材料特性値のほかに、金属部材へのスリット挿入やテーパ取り、補助部材の取付け接合による変形の対称化などの形状パラメータからの検討を行い、その効果をFEM解析して評価している。

平板継手では、現在、接着剤接合で製作されているセラミックス研削砥石(cBN・フリットと Al_2O_3 ・フリットの積層焼結砥石/金属合金継手)の高速回転化と金属製部材で製作されているターボ分子ポンプロータ(Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸継手)のセラミックス化による高性能化を目的に、研削砥石は材料組合せ及びスリット挿入による接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和、ターボ分子ポンプロータは接合領域規制による使用時の作用応力の緩和を検討し、管継手では高周波加速空洞カプラ(Al_2O_3 管/金属フランジ継手)の高品質化と現在開発の進められている O_2

分離管 (ZrO_2 管/金属管継手) の製作を目的に、カプラは材料組合せ及び変形の対称化による接合時の残留応力の緩和、 O_2 分離管は材料組合せ及びスリット挿入による接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和を検討している。また、かん合継手では、車両用ターボチャージャロータ (Si_3N_4 翼/金属スリーブ継手) の高性能化を目的にスリット挿入による接合時の残留応力の緩和を検討している。

その結果、接合時の残留応力の緩和に対しては、適切な材料特性値を選定して熱ひずみ差やヤング率の比をできる限り少なくすることが極めて有効であり、これに補助部材の取付けなど形状パラメータ面からの手段を講じると、より効果的な応力緩和がはかれることを明らかにする。

一方、使用時の作用応力の緩和に対しては、材料特性値より形状パラメータを適切に選定することが有効で、特に、金属側にスリット挿入を行う方法で力線を変えることが最も効果的であることを明らかにする。また、セラミックスどうしの接合体で検討した接合領域を規制する方法により、有効に使用中の応力緩和のできることを述べる。

第4章では、第3章で提案した応力緩和法を具体化する接合法の選定と接合条件の最適化を各実機製品における材料組合せについて行っている。評価は、継手強度を主体に行い、 Al_2O_3 ・フリット/コバル継手 (研削砥石) ではAg-Cu-Tiろうを用いたろう付、 Al_2O_3 /コバル及び ZrO_2 /コバル継手 (カプラ、 O_2 分離管) では Al_2O_3 及び ZrO_2 にあらかじめ Cu_2O+Cu をプレーティングした後、Ag-Cu-Tiろうを用いたろう付、 Si_3N_4 /インコロイ903継手 (ターボチャージャロータ) ではNiをインサート材とした固相接合法、 Si_3N_4/Si_3N_4 継手 (ターボ分子ポンプロータ) ではCu-Tiろうを用いたろう付を選定し、その接合条件を設定した結果を述べる。

第5章では、第3章で提案した応力緩和法と第4章で選定した接合法及び接合条件を用いて、各実機製品を接合試作し、スピントスト、リークテストなどの作動評価試験を行って提案応力緩和法の有効性を検証している。

第6章は本論文の総括であり、得られた研究成果と結論をまとめている。

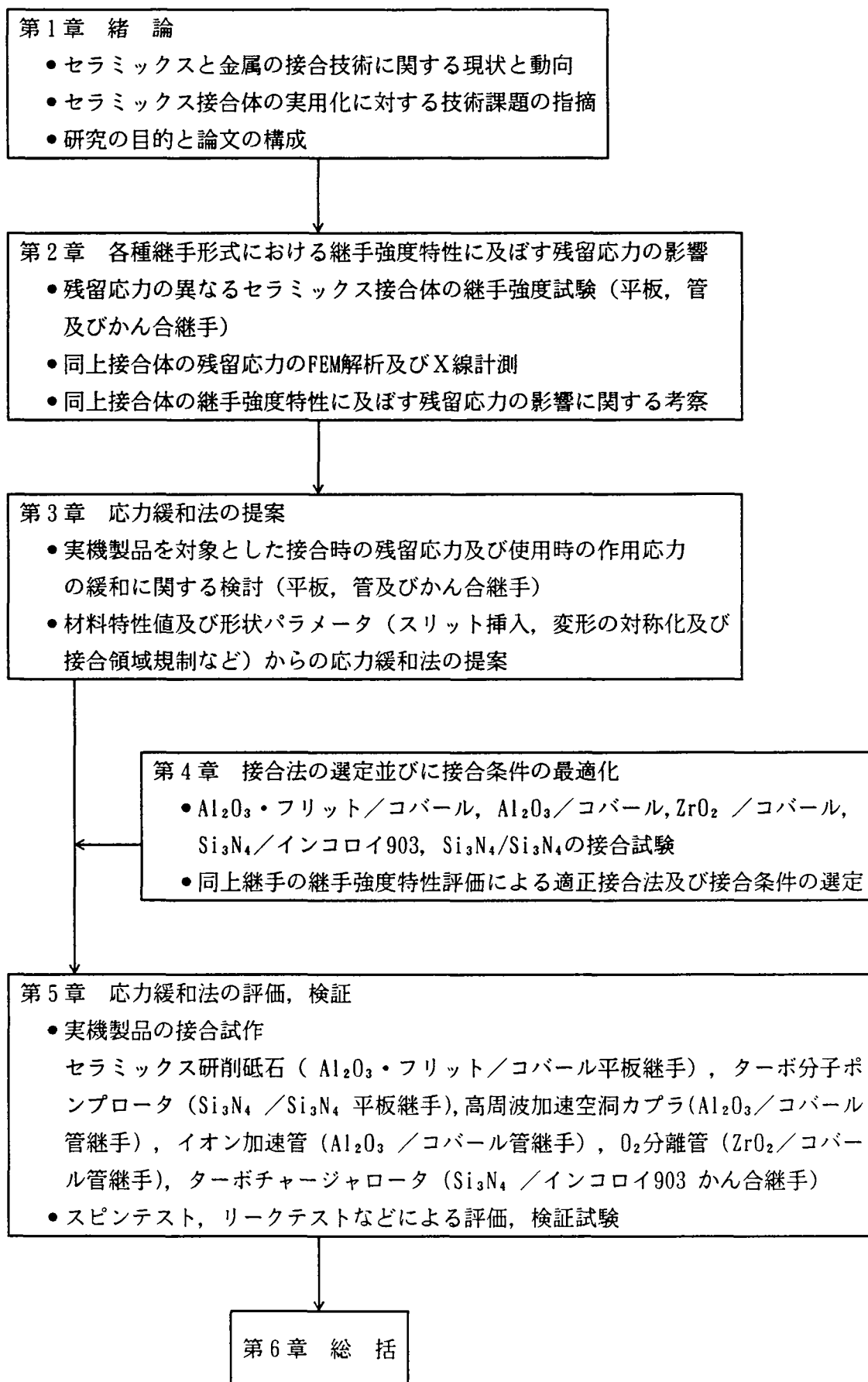


図1.2 本論文の構成

第 2 章 各種継手形式における継手強度特性に 及ぼす残留応力の影響

2.1 緒言

セラミックスと金属の接合継手では、接合時の残留応力が大きくなると、接合時点でセラミックスが割れたり、使用時の小さな荷重によって接合面やセラミックス母材で破断することがあり、実用にあたっては、残留応力と継手強度特性の関係を十分把握し、信頼性の高い継手を選定することが重要となる。

この継手強度特性に及ぼす残留応力の影響に関する研究は、現在盛んに行われているが、継手形式は同一寸法の丸あるいは角材などを接合した単純形状のものが主体で、管継手やかん合継手を含めた各種の継手について、系統的に評価した研究は少ない。

本章では、実機製品における残留応力緩和法の抽出に反映させるために、実体継手を代表させた平板、管及びかん合の各継手形式別に残留応力を変えた接合体を作製して継手強度試験を実施する一方、接合体の残留応力分布を FEM 解析と X 線計測で求め、これらを比較評価して継手強度特性に及ぼす残留応力の影響を検討した。

2.2 接合継手形式の分類と作用荷重の選定

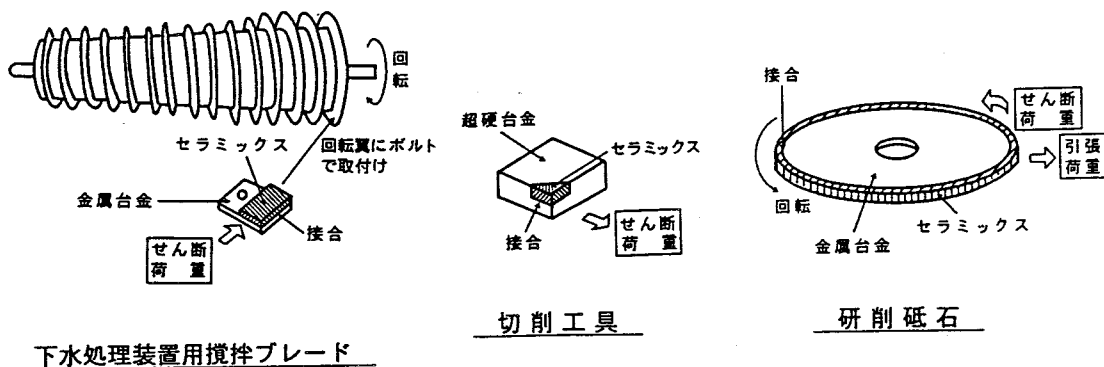
セラミックスと金属の接合継手形式は、平板、管及びかん合継手に大きく分類され、これらの継手の代表製品例及びその使用時の荷重例を図 2.1 に示す。

2.2.1 平板継手

金属にセラミックスを接合し、部材に耐摩耗性、切削性、絶縁性、断熱性及び耐食性を持たせる使い方が多い。継手部への荷重としては、攪拌ブレードなどの耐摩耗部品例では液体や固体によるせん断荷重、切削工具や研削砥石などの各種工具部品例では切削や回転によるせん断及び引張荷重が挙げられ、絶縁性、断熱性及び耐食性を持たせる部品では熱負荷が主体となることが多い。このように、平板継手においては、機械的荷重や熱負荷が作用するが、現状では、機械的荷重で接合面にせん断力が作用する例が多いことから、継手強度特性に及ぼす残留応力の影響の検討は、せん断荷重が作用する場合について行った。

2.2.2 管継手

セラミックス管を金属管や金属フランジに接合し、金属部分を介して金属製装置に取付けて、セラミックスの絶縁性及びガス分離性などの機能を発揮させる使い方が多い。継手部への荷重としては、ガス分離管などの突合せ接合管例では曲げ荷重、高周波加速空洞のカプラやイオン加速器の加速管などのフランジ取付管例では昇降温サイクルによる熱負荷が挙げられ、管継手においても機械的荷重や熱負荷が対象となるが、やはり機械的荷重が作用する例が多いため、継手強度特性に及ぼす残留応力の影響の検討は、曲げ荷重が作用する場合について行った。

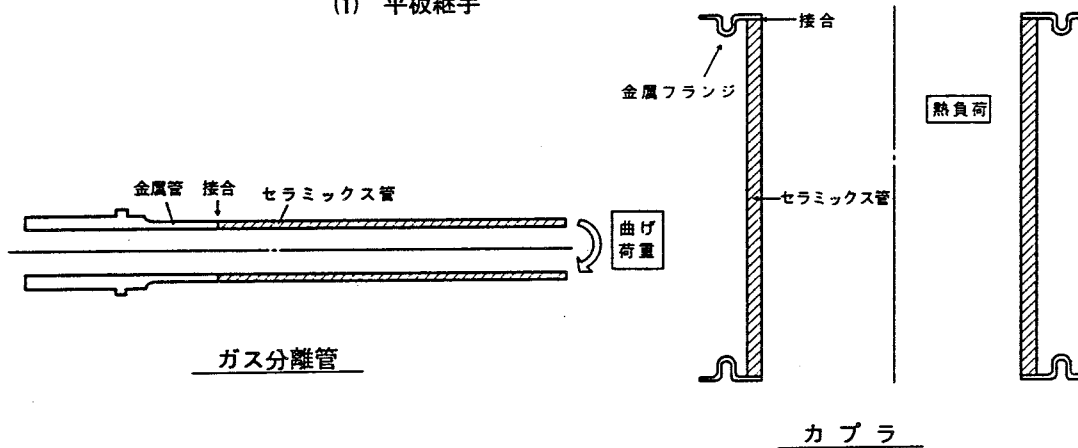


下水処理装置用攪拌ブレード

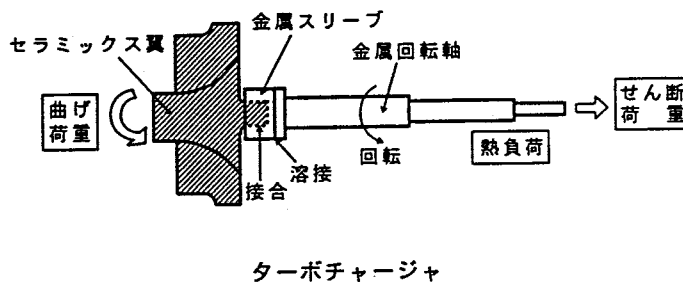
切削工具

研削砥石

(1) 平板継手



(2) 管継手



(3) かん合継手

図2.1 セラミックス/金属の接合継手形式と代表製品例及び使用時の荷重例

2.2.3 かん合継手

セラミックス軸に金属スリーブをかん合接合し、このスリーブを本体の金属軸に溶接して、高比強度、耐熱性及び耐食性などを持たせた高性能回転体の製作を狙った使い方が多い。継手部への荷重としては、ターボチャージャロータを例にとると、回転、アンバランス及び流体などによる曲げやせん断荷重が挙げられ、これに昇降温サイクルによる熱負荷もかかる。すなわち、かん合継手では、機械的荷重と熱負荷の両者が作用することが多いが、特に、曲げモーメントによる継手強度特性で継手性能を代表させる場合が多いため、継手強度特性に及ぼす残留応力の影響の検討は、曲げ荷重が作用する場合について行った。

2.3 残留応力の異なる接合体の継手強度試験

残留応力の支配要因としては、①材料物性値の差異で生じる熱ひずみ差、②ヤング率の比、③接合面形状、板厚比あるいは長さ比などの形状パラメータがあげられるが、本試験では、実体継手を代表させた継手形式別に①と②を主体にした因子の継手強度特性に及ぼす影響を把握することとし、平板及び管継手では、接合温度を一定として材料組合せを変え、かん合継手では、材料組合せを一定として接合温度を変えて残留応力の異なる接合体を作製し、継手強度試験を行った。

なお、セラミックスと金属の接合継手において、セラミックスに発生する残留応力 (σ_{RC}) は、一般的に

$$\sigma_{RC} = (\alpha_m T_m - \alpha_c T_c) E_c \times f(E_m/E_c, \nu_m, \nu_c, t_c/t_m, r_m/r_c, \ell \dots)$$

α_m : 金属部材の熱膨張係数(1/K), α_c : セラミックス部材の熱膨張係数(1/K)

T_m : 金属部材の熱負荷<接合温度から室温までの温度差> (K)

T_c : セラミックス部材の熱負荷<接合温度から室温までの温度差> (K)

E_m : 金属部材のヤング率(MPa), E_c : セラミックス部材のヤング率(MPa)

ν_m : 金属部材のポアソン比, ν_c : セラミックス部材のポアソン比

t_m : 金属部材の板厚(mm), t_c : セラミックス部材の板厚(mm)

r_m : かん合継手における金属部材の外径(mm)

r_c : かん合継手におけるセラミックス部材の外径(mm)

ℓ : 接合部長さ(mm)

で表され、熱ひずみ差に係数する ($\alpha_m T_m - \alpha_c T_c$) と形状及び弾性定数などに係数する $f(E_m/E_c, \nu_m, \nu_c, t_c/t_m, r_m/r_c, \ell \dots)$ に依存するが、実体継手では $f(E_m/E_c, \nu_m, \nu_c, t_c/t_m, r_m/r_c, \ell \dots)$ の項が複雑となり、更に、弾塑性挙動も考慮する必要があるため、熱ひずみ差、ヤング率の比、形状パラメータなど全てを含めた残留応力の大きさを表わす指標値を定式化することは難しい。

本研究では、一定の形状及び寸法を持つ接合体を評価の対象としていることから、材料特性値パラメータにのみ注目し、熱ひずみ差 ($\alpha_m T_m - \alpha_c T_c$) を残留応力の大きさを代表する指標値として、データ整理を行うこととした。

2.3.1 供試材料及び試験方法

(1) 供試材料

各継手形式における材料組合せは、現在、実用要求の大きい実機製品を対象として選定した。

平板継手では、 Al_2O_3 板を金属板に接合した耐摩耗部材を対象として金属に熱膨張係数の異なるコバルトとSUS410を取上げ、管継手では、 ZrO_2 管を金属管に接合したトランジション管を対象として金属管に平板継手の場合と同様にコバルトとSUS410を取上げた。また、かん合継手では、 Si_3N_4 軸に金属スリーブを接合した回転体を対象とし、金属スリーブにインコロイ903を用いた。

表2.1～2.3に供試材料の機械的性質及び化学成分を示す。

表2.1 供試セラミックス

セラミックス	焼結助剤, 安定化剤	焼結	曲げ強度			結晶粒径 (μm)
			平均値 (MPa)	変動係数	ワイヤ係数	
Al_2O_3	焼結助剤: SiO_2 , CaO	常圧焼結	262	0.07	16.6	2.7
ZrO_2	安定化剤: Y_2O_3 (安定化度 100%)		121	0.07	17.0	6.5
Si_3N_4	焼結助剤: Al_2O_3 , Y_2O_3 , MgO		579	0.09	14.6	4.0

表2.2 供試金属材料の化学成分(wt%)

材料	化 学 成 分 (wt%)													
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Co	Fe	Ag	Cu	Ti	Al	Nb
コバルル	-	-	-	-	-	29	-	16	残	-	-	-	-	-
SUS410	0.05	0.42	0.45	0.023	0.005	0.08	12.48	-	残	-	-	-	-	-
インコロイ903	-	-	-	-	-	38.10	-	14.90	残	-	-	-	0.71	2.95
Ag-Cu-Ti箔	-	-	-	-	-	-	-	-	-	70.5	27.5	2.0	-	-

表2.3 供試金属材料の機械的性質

材料	引張強さ (MPa)	降伏強さ (MPa)	伸 び (%)
コバルル	490	304	48
SUS410	700	450	23
インコロイ903	794	441	44

注) コバルル, SUS410は焼鈍材。インコロイ903は溶体化処理材

(2) 接合方法, 接合前処理及び接合条件

平板継手の Al_2O_3 /コバルル, SUS410及び管継手の ZrO_2 /コバルル, SUS410の接合法には, これまでの研究事例からすぐれた継手特性の得られるAg-Cu-Tiろう付を用いることとし, これに第4章で明らかにするように, Al_2O_3 及び ZrO_2 にあらかじめ $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}$ をプレーティングしてさらに継手特性の向上をはかったろう付法を採用した。かん合継手の Si_3N_4 /インコロイ903の接合法には, 報告事例がほとんどないことから, 第4章で詳細を示すNiをインサート材とした固相接合法を採用した。

接合手順を図2.2~2.4に示す。平板及び管継手では, Al_2O_3 又は ZrO_2 に $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}$ をプレーティング後, Ag-Cu-Ti箔を挿入してろう付し, かん合継手では, インコロイ903スリーブの内径面にNiメッキを行った後, これを Si_3N_4 軸に焼ばめ挿入し, 低熱膨張係数を有するW製治具にセットして熱膨張差加圧で固相接合した。なお, このかん合接合は, 低熱膨張係数を有し高温降伏点の大きなWをインコロイ903スリーブの外周に外挿し, 加熱時にインコロイ903を塑性変形及びクリープ変形させてNiメッキインサート面を Si_3N_4 に密着させ, 固相接合するものである。

各継手の接合前処理及び接合条件を表2.4~2.6に示す。

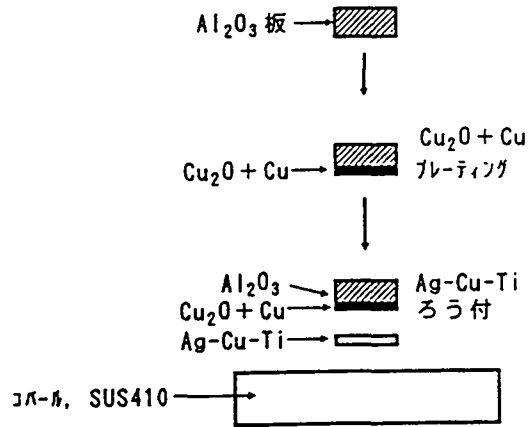


図 2.2 Al₂O₃/コバルト, SUS410
平板継手の接合法

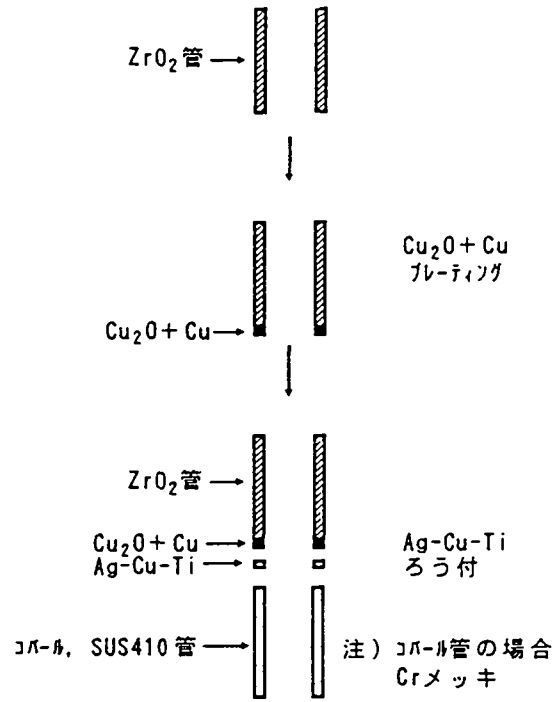


図 2.3 ZrO₂/コバルト, SUS410
管継手の接合法

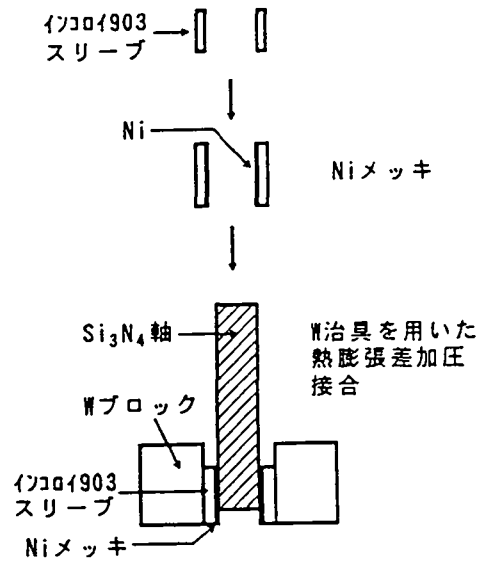


図 2.4 Si₃N₄/インコイ903
かん合継手の接合法

表2.4 Al_2O_3 /コバルル, SUS410 平板継手接合における接合前処理及び接合条件

接合法		$Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付
接合前処理	表面処理	Al_2O_3 : R... 1 μm ダイヤモンド研摩加工 → アセトン脱脂 コバルル, SUS410 : R... 6 μm 加工 → アセトン脱脂
	プレーティング	るつぼ内にCuを挿入し, 雰囲気を $2.7 \times 10^{-3} Pa$ に減圧後, 所定酸素量を流入し, プラズマ溶解して20wt% $Cu_2O+80wt\%Cu(10\mu m)$ を $Al_2O_3(773K)$ 予熱表面に真空蒸着
接合条件	ろう箔の組成, 厚さ	70.5wt%Ag-27.5wt%Cu-2.0wt%Ti (50 μm)
	温度, 時間, 荷重, 雰囲気	<p>温度・荷重</p> <p>1113K×0.6ks</p> <p>0.03MPa</p> <p>雰囲気: $6.7 \times 10^{-2} Pa$</p> <p>時間</p>
	昇降温速度	室温~ろう付温度: 0.083K/s, ろう付温度~473K: 0.083K/s 473K~室温: 炉冷

表2.5 ZrO_2 /コバルル, SUS410 管継手接合における接合前処理及び接合条件

接合法		$Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付
接合前処理	表面処理	ZrO_2 : R... 1 μm ダイヤモンド研摩加工 → アセトン脱脂 コバルル, SUS410 : R... 6 μm 加工 → アセトン脱脂
	プレーティング	るつぼ内にCuを挿入し, 雰囲気を $2.7 \times 10^{-3} Pa$ に減圧後, 所定酸素量を流入し, プラズマ溶解して20wt% $Cu_2O+80wt\%Cu(10\mu m)$ を $ZrO_2(773K)$ 予熱表面に真空蒸着 コバルルの時はコバルルにCr(100 μm)を電気メッキ
接合条件	ろう箔の組成, 厚さ	70.5wt%Ag-27.5wt%Cu-2.0wt%Ti (50 μm)
	温度, 時間, 荷重, 雰囲気	<p>温度・荷重</p> <p>1113K×0.6ks</p> <p>0.03MPa</p> <p>雰囲気: $6.7 \times 10^{-2} Pa$</p> <p>時間</p>
	昇降温速度	室温~ろう付温度: 0.083K/s, ろう付温度~473K: 0.083K/s 473K~室温: 炉冷

表2.6 Si_3N_4 /インコイ903 かん合継手接合における接合前処理及び接合条件

接合法		Niインサート固相接合
接合前処理	表面処理	Si_3N_4 : R... 1 μm ダイヤモンド研摩加工 → アセトン脱脂 インコイ903 : R... 6 μm 加工 → アセトン脱脂
	プレーティング	インコイ903にNi(40 μm)を電気メッキ
接合条件	かん合	焼ばめ挿入(焼ばめ挿入前間隙 ≈ 0)
	温度, 時間, 荷重, 雰囲気	<p>温度・荷重</p> <p>①1323K×3.6ks</p> <p>②1523K×3.6ks</p> <p>熱膨張差加圧</p> <p>雰囲気: $6.7 \times 10^{-2} Pa$</p> <p>時間</p>
	昇降温速度	室温~接合温度: 0.083K/s, 接合温度~473K: 0.083K/s 473K~室温: 炉冷

(3) 試験片の形状寸法

試験片を図2.5～2.7に示す。平板継手では、6mm(厚さ)×25mm(幅)×25mm(長さ)のコバルル及びSUS410の中央部に2mm(厚さ)×3mm(幅)×25mm(長さ)の Al_2O_3 を接合し、管継手では、24mm(外径)×18mm(内径)×50mm(長さ)の ZrO_2 管と同寸法のコバルル管及びSUS410管を突合せ接合したものとした。また、かん合継手では、13mm(直径)×40mm(長さ)の Si_3N_4 軸に16.5mm(外径)×13mm(内径)×9.5mm(長さ)のインコロイ903スリーブをかん合接合したものとした。

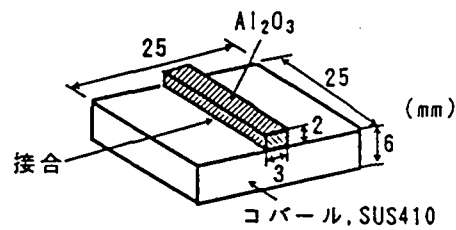


図2.5 Al_2O_3 /コバルル, SUS410 平板継手の継手強度試験片

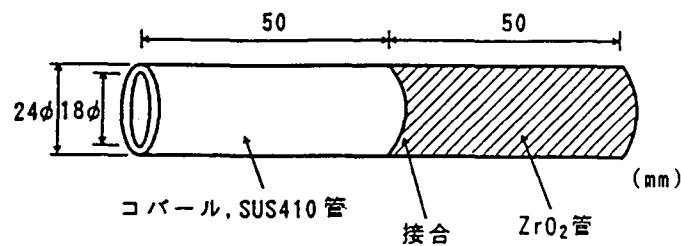


図2.6 ZrO_2 /コバルル, SUS410 管継手の継手強度試験片

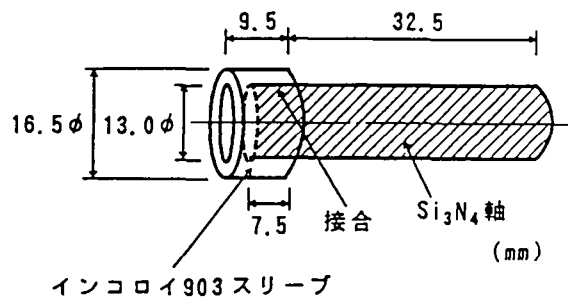


図2.7 Si_3N_4 /インコロイ903 かん合継手の継手強度試験片

(4) 試験片の残留応力の指標値

表2.4～2.6に示す接合条件，表2.11に示す材料定数より算出される残留応力の大きさを代表する指標値（熱ひずみ差）を表2.7に示す。

表2.7 残留応力の指標値

継手	材料組合せ	接合温度 (K)	熱ひずみ差 ($\alpha_m T_m - \alpha_c T_c$)
平板継手	Al ₂ O ₃ /コバル	1113	1.8 × 10 ⁻³
	Al ₂ O ₃ /SUS410	1113	3.1 × 10 ⁻³
管継手	ZrO ₂ /コバル	1113	0.1 × 10 ⁻³
	ZrO ₂ /SUS410	1113	1.3 × 10 ⁻³
かん合継手	Si ₃ N ₄ /インコロイ903	1323	11.4 × 10 ⁻³
	Si ₃ N ₄ /インコロイ903	1523	16.8 × 10 ⁻³

(5) 継手強度試験法

継手強度試験法を図2.8～2.10に示す。平板継手ではせん断強度，管及びかん合継手では曲げ強度試験法を用い，試験機のクロスヘッド速度を0.5mm/minとして試験した。試験片数は1系列あたり10個とし，継手強度は，平板継手では破断荷重/接合部面積，管及びかん合継手では破断曲げモーメント/接合部断面係数で定義して，平均値のほかにばらつきを整理した。

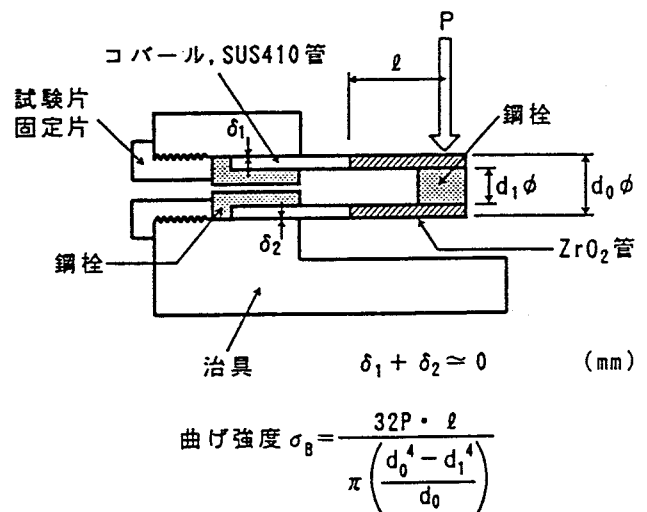
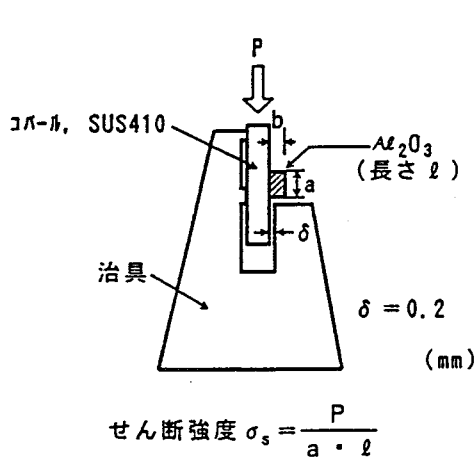


図2.8 Al₂O₃/コバル，SUS410平板継手の継手強度試験法（せん断強度試験法）

図2.9 ZrO₂/コバル，SUS410管継手の継手強度試験法（曲げ強度試験法）

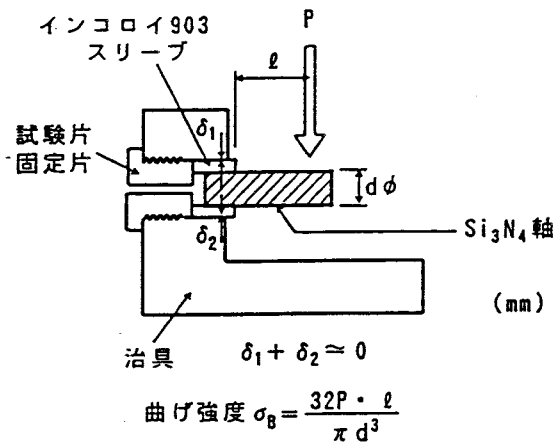


図2.10 Si₃N₄/インコロイ903 かん合継手の
継手強度試験法（曲げ強度試験法）

2.3.2 試験結果

平板継手における継手強度試験（せん断強度試験）結果を表2.8，図2.11～2.12，管継手における継手強度試験（曲げ強度試験）結果を表2.9，図2.13～2.14，かん合継手における継手強度試験（曲げ強度試験）結果を表2.10，図2.15～2.16に示す。

平板及び管継手いずれにおいても，熱ひずみ差の小さいAl₂O₃，ZrO₂/コバル継手の方が，熱ひずみ差の大きいAl₂O₃，ZrO₂/SUS410継手より継手強度が大きくばらつきの小さい継手強度特性を示した。また，前者の破断は，接合界面のろう材中で生じたのに対し，後者はAl₂O₃及びZrO₂母材で生じた。一方，かん合継手においても，熱ひずみ差の小さい継手の方が，継手強度が大きくばらつきの小さい継手強度特性を示した。

なお，Al₂O₃/SUS410平板継手におけるAl₂O₃母材での破断は，接合界面より約0.1～0.4mm程度離れた部位，ZrO₂/SUS410管継手におけるZrO₂母材での破断は，接合界面より約0.05～1.0mm程度離れた部位が破断起点となり，Si₃N₄/インコロイ903かん合継手では，いずれの継手も破断がSi₃N₄母材で生じて，インコロイ903スリーブの接合端が破断起点となっている。

次に，以上の試験データを一括して，熱ひずみ差で整理した結果を図2.17に示す。

いずれの継手形式においても，熱ひずみ差が大きくなると，継手強度が低下すると共にばらつきが大きくなる継手強度特性を示した。

表2.8 Al_2O_3 /コバール, SUS410 平板継手の継手強度試験(せん断強度試験) 結果

組合せ	平均値 \bar{x} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 v (σ/\bar{x})	ワイブル 形状係数 m	破断位置
Al_2O_3 /コバール	59.4	16.3	0.27	4.2	ろう材中
Al_2O_3 /SUS410	26.6	9.1	0.34	3.0	Al_2O_3 中 (端面のごく一部ろう材中)

注) 試験片数は各10個

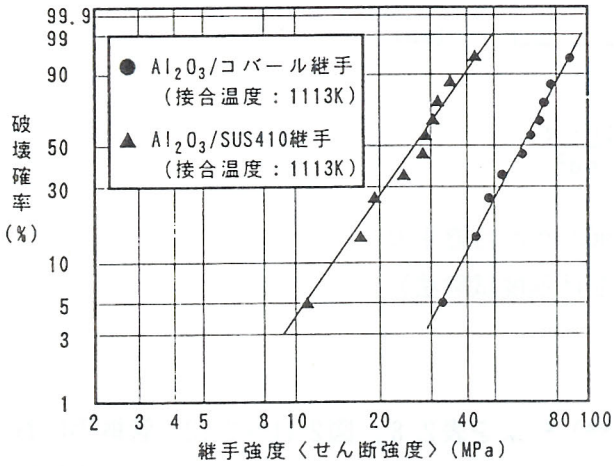
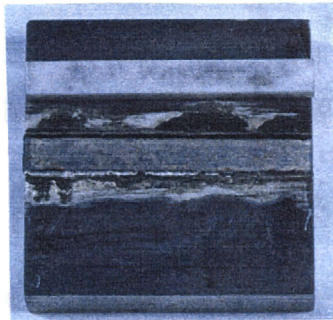
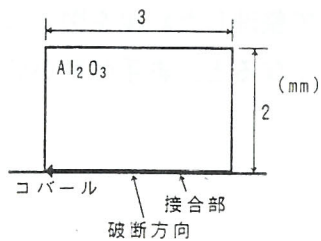


図2.11 Al_2O_3 /コバール, SUS410 平板継手の継手強度(せん断強度)のワイブルプロット

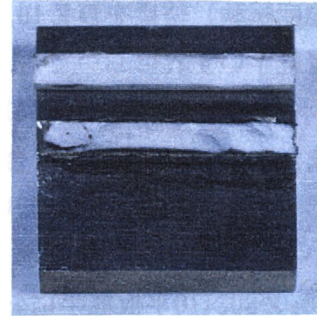


① 破断状況(代表例)

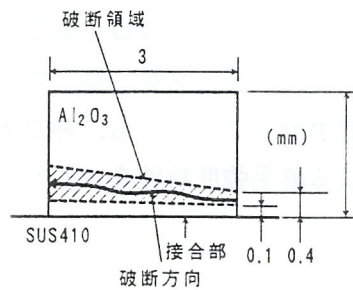


② 破断形態

(1) Al_2O_3 /コバール継手



① 破断状況(代表例)



② 破断形態

(2) Al_2O_3 /SUS410継手

図2.12 Al_2O_3 /コバール, SUS410 平板継手の継手強度試験(せん断強度試験)における破断位置

表2.9 ZrO₂/コバール, SUS410 管継手の継手強度試験(曲げ強度試験)結果

組合せ	平均値 \bar{x} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 v (σ/\bar{x})	ワイブル 形状係数 m	破断位置
ZrO ₂ /コバール	56.2	9.4	0.17	7.2	ろう材中(一部ZrO ₂ 中)
ZrO ₂ /SUS410	33.1	9.5	0.29	4.3	ZrO ₂ 中

注) 試験片数は各10個

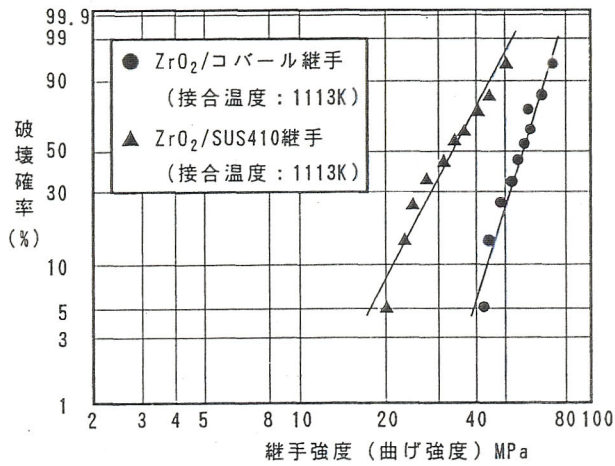
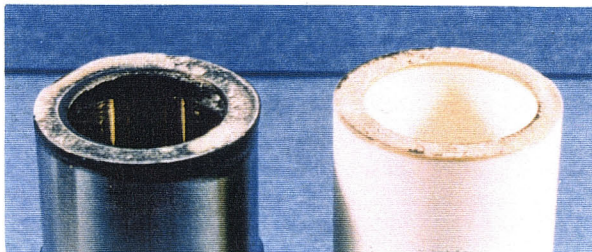
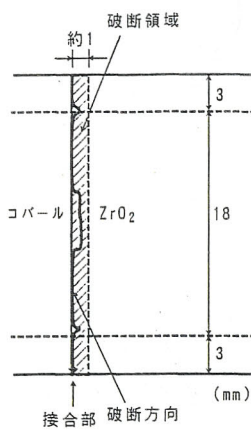


図2.13 ZrO₂/コバール, SUS410 管継手の継手強度(曲げ強度)のワイブルプロット

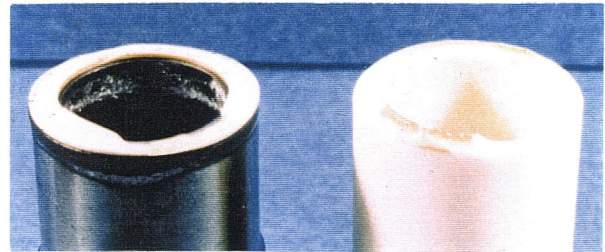


① 破断状況(代表例)

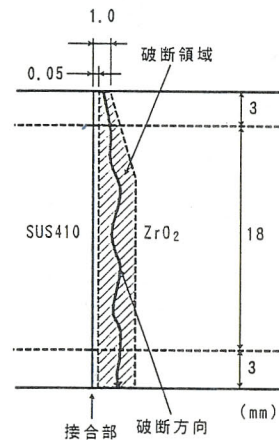


② 破断形態

(1) ZrO₂/コバール継手



① 破断状況(代表例)



② 破断形態

(2) ZrO₂/SUS410継手

図2.14 ZrO₂/コバール, SUS410 管継手の継手強度試験(曲げ強度試験)における破断位置

表2.10 Si₃N₄/インコロイ903 かん合継手の継手強度試験(曲げ強度試験)結果

組合せ (接合温度)	平均値 \bar{x} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 v (σ/\bar{x})	ワイブル 形状係数 m	破断位置
Si ₃ N ₄ /インコロイ903 (1323K)	54.3	9.0	0.17	7.4	Si ₃ N ₄ 中
Si ₃ N ₄ /インコロイ903 (1523K)	26.2	8.8	0.34	3.4	Si ₃ N ₄ 中

注) 試験片数は各10個

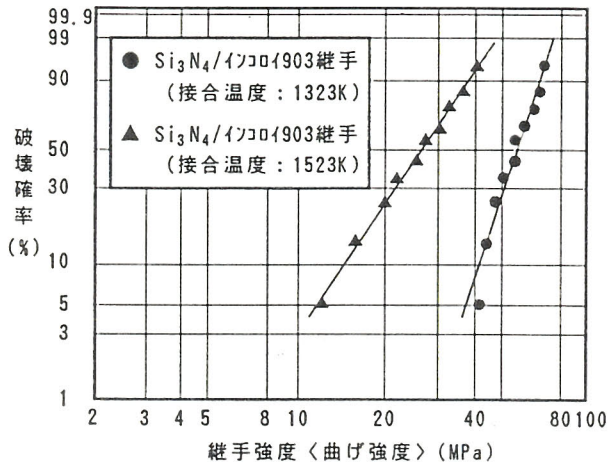
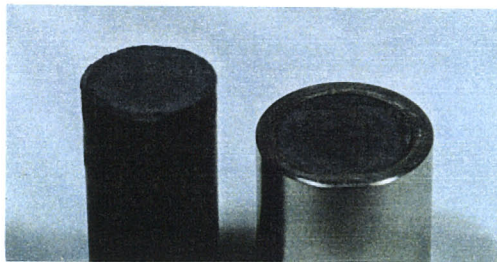
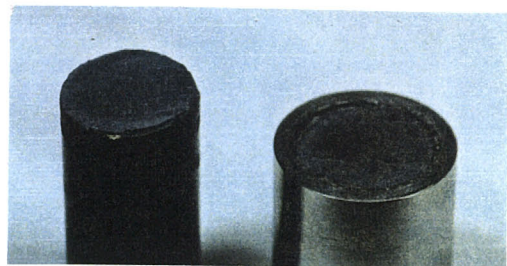


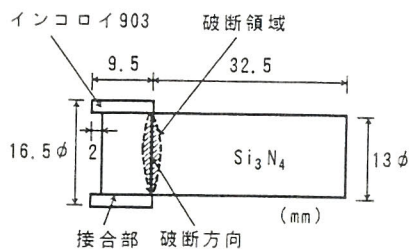
図2.15 Si₃N₄/インコロイ903 かん合継手の継手強度(曲げ強度)のワイブルプロット



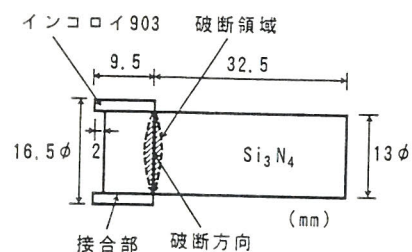
① 破断状況 (代表例)



① 破断状況 (代表例)



② 破断形態

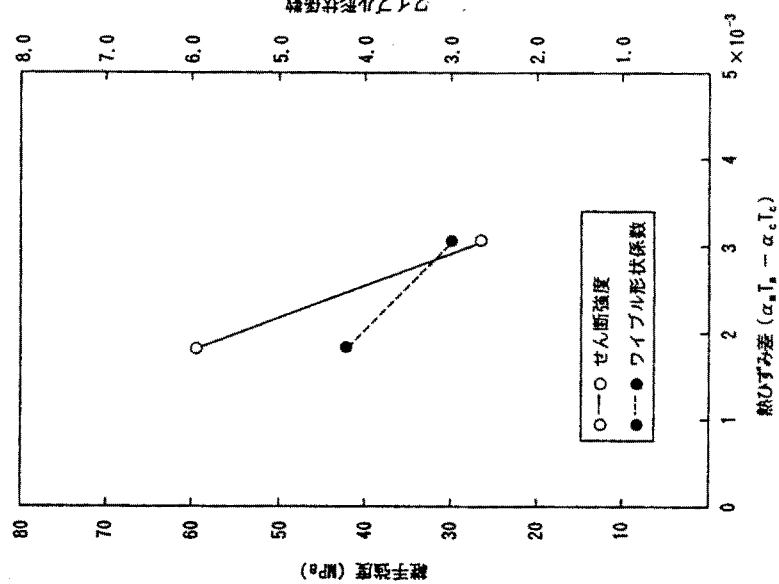


② 破断形態

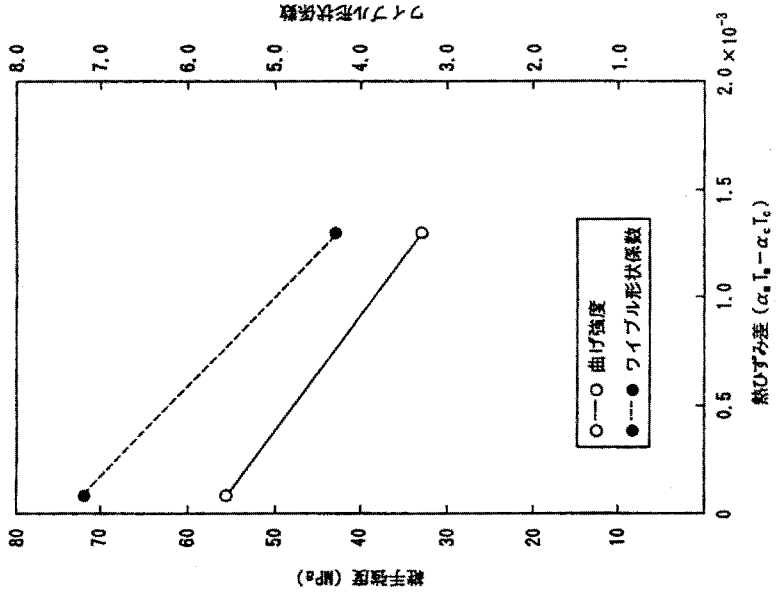
(1) Si₃N₄/インコロイ903継手 (接合温度 1323K)

(2) Si₃N₄/インコロイ903継手 (接合温度 1523K)

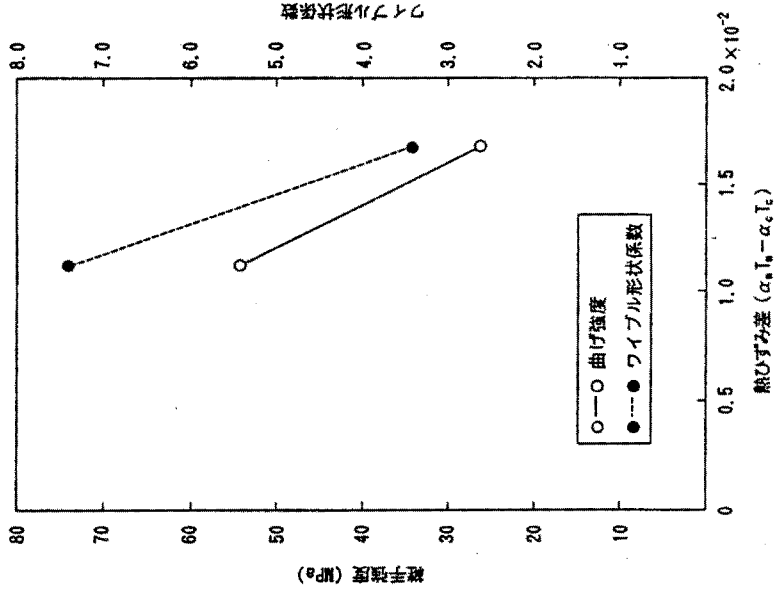
図2.16 Si₃N₄/インコロイ903 かん合継手の継手強度試験(曲げ強度試験)における破断位置



Al₂O₃/コバール, SUS410 平板継手



ZrO₂/コバール, SUS410 管継手



Si₃N₄/インコイ903 かん合継手

図2.17 残留応力の指標値 (熱ひずみ差) と継手強度特性の関係

2.4 残留応力の解析と計測

2.4.1 解析及び計測方法

(1) 接合時の残留応力解析

2.3.2項の試験結果で、セラミックスと金属の材料組合せや接合温度の違いで継手強度特性が変化し、継手強度試験時の破断位置もこれと関連をもってセラミックス母材やろう材中となる現象が認められたため、継手部の応力分布を解析してこれらの現象を考察することとし、FEMによる弾性応力解析を行った。

なお、残留応力を定量的に解析するためには、高温からの冷却過程の材料の挙動を考慮した熱弾塑性解析が必要であるが、ここでは、材料組合せや接合温度の違いによる残留応力の差異を定性的に把握することに重点を置き、弾性解析とした。

(1.1) Al_2O_3 /コパール, SUS410 平板継手

解析対象は、継手強度試験に用いた試験片で、解析モデルを図2.18に示す。試験片の中央に左右対称条件をおいて片側 $\frac{1}{2}$ の3次元体とした。図中に座標系及び境界条件をあわせて示す。 $\frac{1}{2}$ 対称面に平行方向をx, 直角方向をy, 接合界面に直角方向をzとし、 $\frac{1}{2}$ 対称面の端面でx及びy方向, 中央部でz方向の変位を拘束した。

また、解析に用いた要素分割を付録2Aに示すが、要素は6面体要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍で $0.2 \times 0.25 \times 0.25$ mmとした。なお、熱応力の特異場を考慮して最小要素を 0.04×0.04 mmとした $\frac{1}{2}$ 対称面における2次元解析も実施した。その際の境界条件には、3次元解析で得られた変形条件を与えた。

(1.2) ZrO_2 /コパール, SUS410 管継手

解析対象は、継手強度試験に用いた試験片で、解析モデルを図2.19に示す。長い円筒条件が成立する管長さとし、接合界面から ZrO_2 管及び金属管各々25mmまでの全長50mmを解析領域とする軸対称体とした。図中に座標系及び境界条件をあわせて示す。管の半径方向をr, 周方向を θ , 軸方向すなわち接合界面に直角方向をzとし、接合界面の内径端でz方向の変位を拘束した。

また、解析に用いた要素分割を付録2Bに示すが、要素は矩形要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍で 0.04×0.04 mmとした。

(1.3) Si_3N_4 /インコロイ903 かん合継手

解析対象は、継手強度試験に用いた試験片で、解析モデルを図2.20に示す。インコロイ903 スリーブ端より15mm離れた Si_3N_4 軸までを解析領域とする軸対称体とした。図中に座標系及び境界条件をあわせて示す。 Si_3N_4 軸の半径方向をr, 周方向を θ , 軸方向をzとし、 Si_3N_4 軸端の中心部でz方向の変位を拘束した。

また、解析に用いた要素分割を付録2Cに示すが、要素は矩形要素とし、最小要素は接合界面端近傍で 0.21×0.25 mmとした。

なお、いずれの継手形式についても、セラミックス及び金属に比べて厚さが薄いろう材並びにインサート材の存在を無視し、接合体中で温度勾配がつかず均熱状態でろう材の凝固温度又は接合温度から室温まで冷却すると仮定した時の温度差を熱負荷として与え、セラミックスと金属と

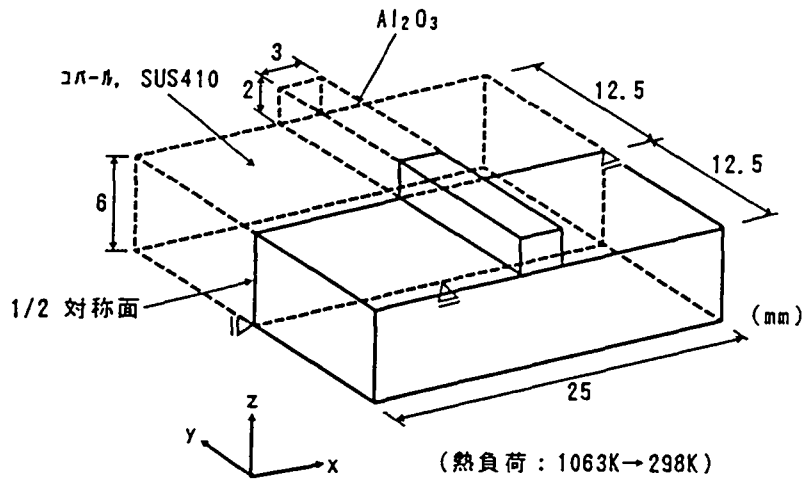


図2.18 Al_2O_3 /コバル, SUS410 平板継手における接合時の
残留応力解析モデル

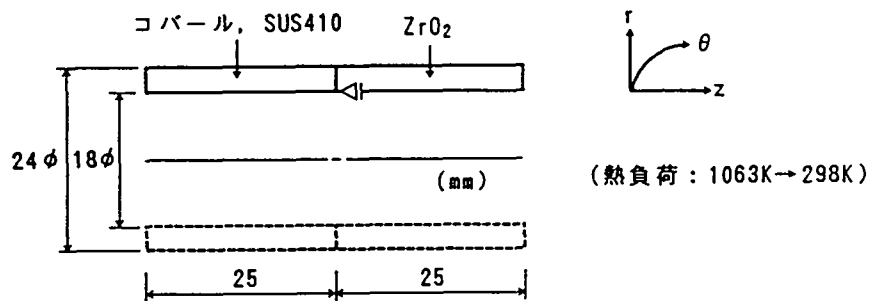


図2.19 ZrO_2 /コバル, SUS410 管継手における接合時の
残留応力解析モデル

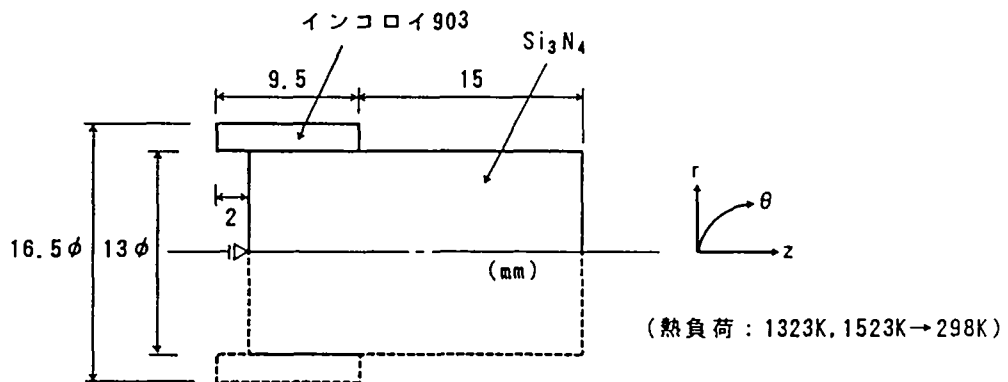


図2.20 Si_3N_4 /インコイ903 かん合継手における接合時の
残留応力解析モデル

の熱膨張係数、ヤング率及びポアソン比の差異によって継手部に発生する熱応力をFEMで弾性解析した。

解析に用いた材料定数を一括して表2.11に示す。熱膨張係数は室温からろう材の凝固温度付近又は接合温度までの平均熱膨張係数、ヤング率及びポアソン比は温度変化に対し一定値(室温値)とした。

表2.11 解析に用いた材料定数

材 料	ヤング率 MPa (室温)	ポアソン比	熱 膨 張 係 数 1/K
Al ₂ O ₃	3.43×10 ⁵	0.25	7.9×10 ⁻⁶ (室温~1073K)
ZrO ₂	1.86×10 ⁵	0.20	10.2×10 ⁻⁶ (室温~1073K)
Si ₃ N ₄	2.94×10 ⁵	0.28	4.0×10 ⁻⁶ (室温~1323K)
			4.3×10 ⁻⁶ (室温~1523K)
コパール	1.37×10 ⁵	0.32	10.3×10 ⁻⁶ (室温~1073K)
SUS410	2.01×10 ⁵	0.24	11.9×10 ⁻⁶ (室温~1060K)
INCO4903	1.47×10 ⁵	0.24	15.1×10 ⁻⁶ (室温~1323K)
			18.0×10 ⁻⁶ (室温~1523K)

(2) 接合時の残留応力計測

前項での接合時の残留応力は、弾性解析のため、計測を行って解析値と計測値との対応を評価することとし、図2.21に示すX線応力測定法により、継手強度試験に用いた試験片(平板及び管継手)のセラミックス中の残留応力を計測した。

計測法は、材料に力が加わると、弾性限界内で応力の大きさに比例して結晶の原子間距離が変化することを利用し、X線回折法で結晶面間隔(d)の変化を測定することによって応力を算出するものである。結晶面間隔(d)の変化を種々のX線入射角度(Ψ)に対する回折ピークのシフトとして検出し、表面のx方向の残留応力(σ_x)を下式より算出した。

$$\sigma_x = - \frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot \theta_0 \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \frac{\delta 2\theta}{\delta \sin^2 \Psi} = K \cdot \frac{\delta 2\theta}{\delta \sin^2 \Psi}$$

σ_x : 残留応力, E : ヤング率, ν : ポアソン比, θ₀ : 標準ブラグ角, θ : 回折角,
K : 応力定数, Ψ : X線入射角度

すなわち、図2.22に示すように、2θ-sin²Ψ直線の傾き(M)を測定し、これに実験より求めた供試材のX線応力定数(K)を乗じて計測残留応力値とした。計測領域については、X線束を0.3mmφまで絞り微小領域計測とした。

なお、X線束微小化に対して、照射面積内に結晶粒が1000~2000個以上必要であるという測定原理からの要求があるが、本試験に用いたセラミックスは表2.12に示す結晶粒数を有し、これを満足している。

計測条件は継手強度試験に用いたセラミックスの種別により、表2.13に示す条件とし、計測位置は図2.23~2.24に示す部位とした。

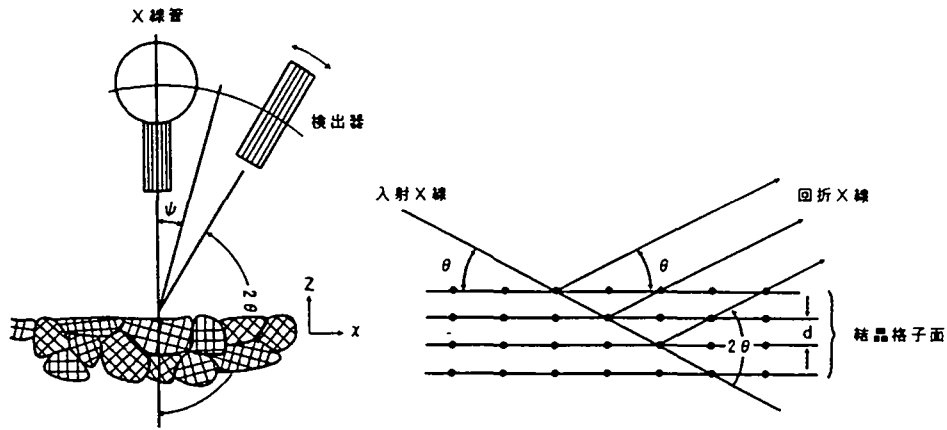


図2.21 X線応力測定法

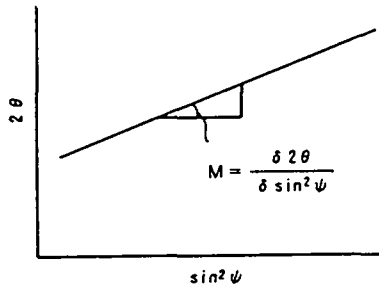


図2.22 2θ / sin²ψ線図

表2.12 本試験に用いたセラミックスの結晶粒数

セラミックス	結晶粒数 (個/0.3mmφ)
Al ₂ O ₃	約9600
ZrO ₂	約1680

表2.13 X線応力測定法による接合時の残留応力計測条件

セラミックス	Al ₂ O ₃	ZrO ₂
測定装置	理学電機PSPC/微少部応力測定装置	
X線	CrK _α 40kV, 50mA	CrK _α 40kV, 50mA
コリメータ	0.3mmφ	0.3mmφ
ψ角度	0°, 15°, 25°, 35°, 45°	0°, 15°, 25°, 35°, 45°
回折の結晶格子面	Al ₂ O ₃ (220) 2θ ₀ = 148.32°	ZrO ₂ (331) 2θ ₀ = 153°
応力定数	-685MPa	-319MPa

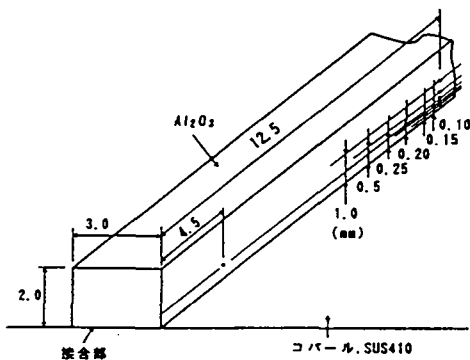


図2.23 Al₂O₃/コバル, SUS410 平板継手におけるAl₂O₃中の残留応力計測点

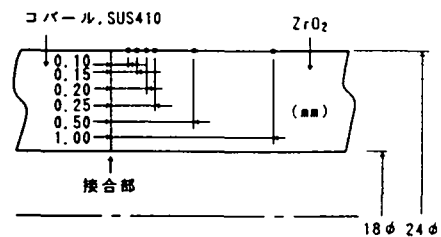


図2.24 ZrO₂/コバル, SUS410 管継手におけるZrO₂中の残留応力計測点

2.4.2 解析及び計測結果

(1) Al_2O_3 /コバール, SUS410 平板継手

(1.1) 解析結果

継手強度試験における破断位置が接合界面又は接合界面近傍の Al_2O_3 母材であり、しかも破断形態から判断して外表面から生じていることが考えられる。一般に、このような脆性材料の破壊は最大主応力(σ_1)に依存することが以前より知られていることから、まず、接合界面を含む Al_2O_3 表面部全域の最大主応力(σ_1)分布を調査した。図2.25に解析結果を示す。

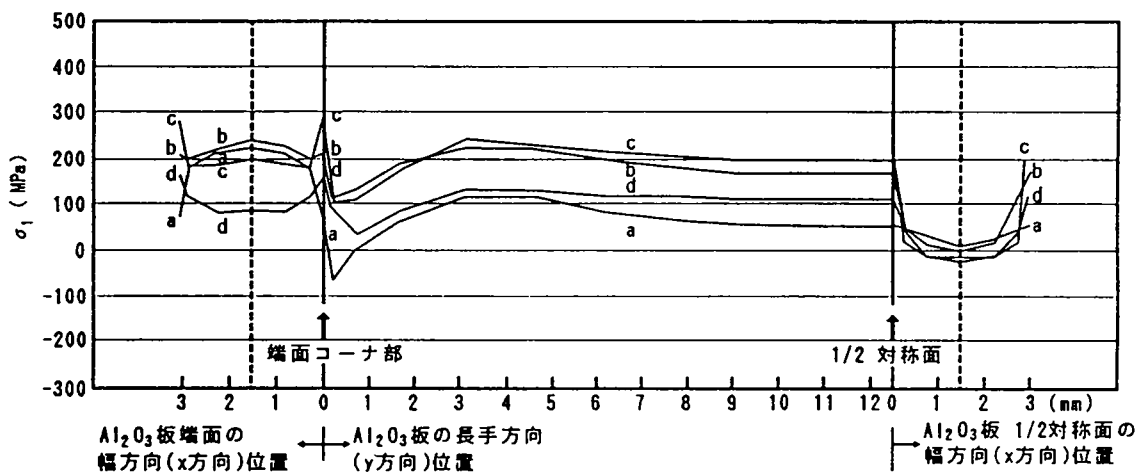
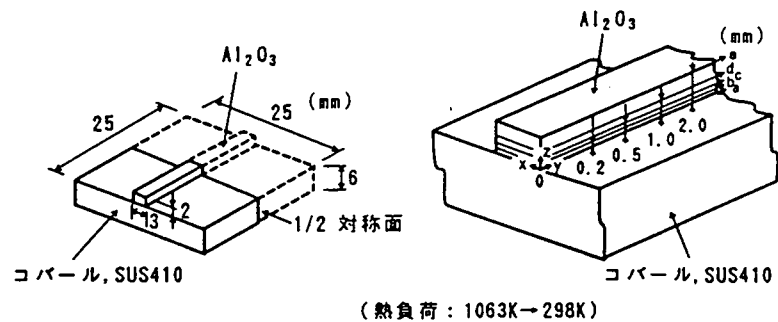
熱ひずみ差の大きい Al_2O_3 /SUS410継手の方が応力レベルが高く、 Al_2O_3 /コバール継手と比較すると、たとえば端面コーナ部で約1.6倍(最も応力レベルの高い図中cの位置)、 $\frac{1}{2}$ 対称面で約1.8倍(最も応力レベルの高い図中cの位置)となる。また、いずれの継手も接合界面近傍の Al_2O_3 表面(図中c又はbの位置)で最大応力が発生し、その最大値は端面コーナ部において Al_2O_3 /コバール継手で約280MPa、 Al_2O_3 /SUS410継手で約450MPaとなった。この端面コーナ部の応力の大きな部位は極めて小さい領域で、少し離れると急激に減少する。ただし、これら端面コーナ部、接合界面近傍は特異点であり、応力値及び最大応力発生位置共に要素分割の大きさにより大きく影響を受けることから、あくまで参考値、参考位置である。

一方、端面コーナ部の影響を受けて、この部位から3mm程度離れた Al_2O_3 表面部の応力が端面コーナ部に近いレベルで生じ、 $\frac{1}{2}$ 対称面に向かってなだらかに漸減している。この位置と $\frac{1}{2}$ 対称面における応力比率は、 Al_2O_3 /コバール及び Al_2O_3 /SUS410継手とも約0.8となり、 Al_2O_3 板の長手方向(y方向)両端面約3mmを除く19mmの広い範囲がほぼ同程度の応力分布である。継手強度試験での破断位置が Al_2O_3 母材である場合は、破断状況から判断してこの広い範囲にわたって接合界面近傍の Al_2O_3 表面に発生する最大主応力(σ_1)に依存していることが考えられる。このため、この最大主応力(σ_1)の Al_2O_3 内部への分布状態を把握することとし、代表断面である $\frac{1}{2}$ 対称面について調査した。その結果を図2.26に示す。 Al_2O_3 /コバール及び Al_2O_3 /SUS410継手のいずれも Al_2O_3 表面が大きな引張応力であり、内部に入るとその値が減少することが判る。

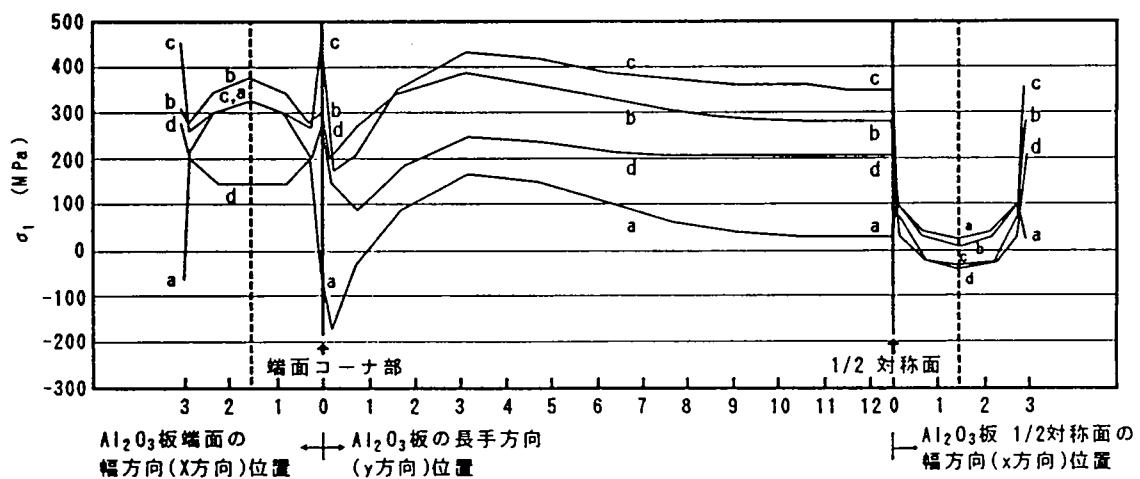
また、接合界面に平行方向の応力(σ_x, σ_y)及び直角方向の応力(σ_z)を含めた各種応力の分布が $\frac{1}{2}$ 対称面でどのようなになっているかも調査した。 Al_2O_3 /コバール及び Al_2O_3 /SUS410継手いずれも応力レベルに差異はあるが分布傾向はほぼ同じものを示したので、 Al_2O_3 /コバール継手における各種応力分布を代表して図2.27に示す。これから、 Al_2O_3 表面部では、全域にわたって接合界面に直角方向の応力(σ_z)がほぼ最大主応力(σ_1)に対応していることが判る。

このように、平板継手では複雑な応力分布を示すが、 Al_2O_3 表面部の最大主応力(σ_1)は引張応力で接合界面近傍にピークを生じ、その最大値を Al_2O_3 /コバール継手と Al_2O_3 /SUS410継手で比較すると、熱ひずみ差が大きく継手強度試験時に破断位置が Al_2O_3 母材となる Al_2O_3 /SUS410継手の方が大きいことが判った。また、 Al_2O_3 母材で破断する際の破断起点はこのピーク位置付近にあることも判った。

一方、要素分割を小さくし、 Al_2O_3 表面部の応力分布の差異を $\frac{1}{2}$ 対称面で2次元解析して調査した結果を図2.28に示す。計測値との対比を考慮し、接合界面に直角方向の応力(σ_z)について示すが、接合界面付近にて最小要素を 0.04×0.04 mm程度に小さくすると、特異性が顕著にあらわれて最大応力値が増大すると共に、その位置が接合界面により近接した Al_2O_3 表面部に認められるようになる。

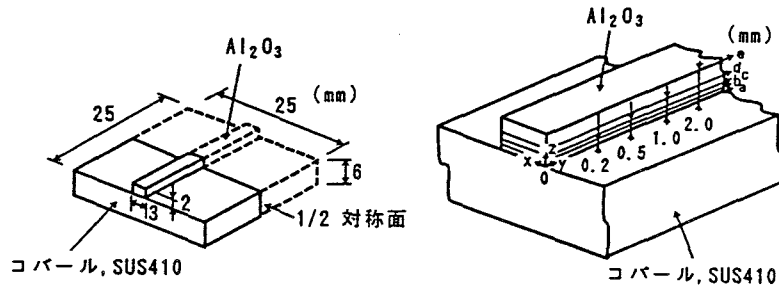


(1) Al₂O₃/コバル継手

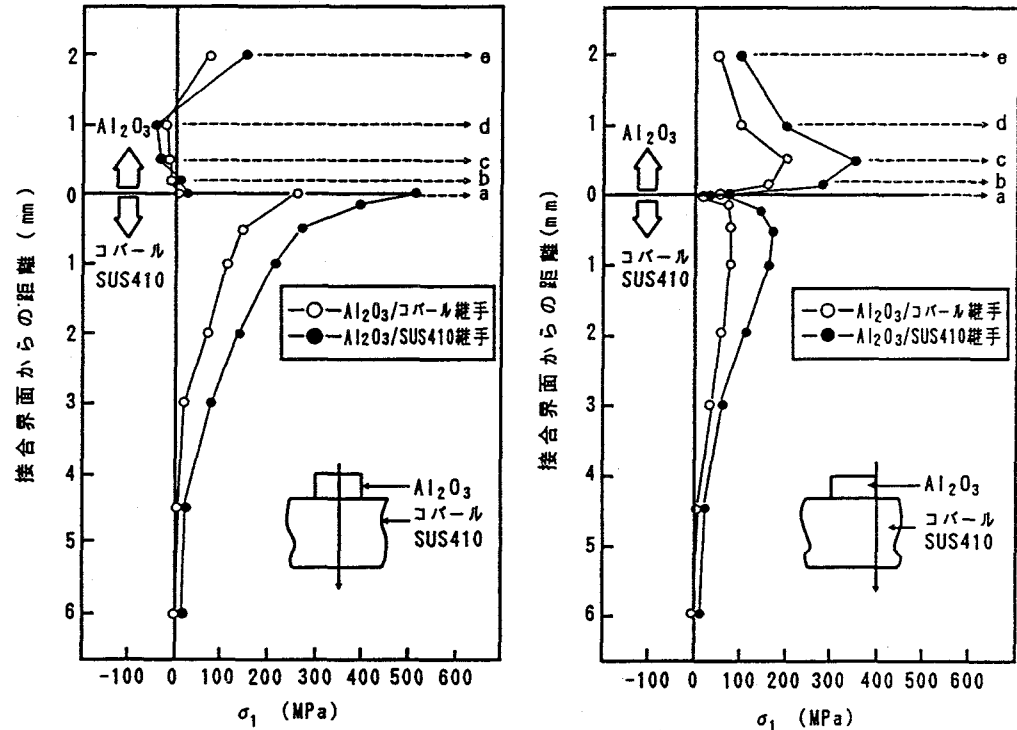


(2) Al₂O₃/SUS410継手

図2.25 Al₂O₃/コバル, SUS410 平板継手における接合時の残留応力分布(1) (Al₂O₃表面部全域における σ_1 分布)



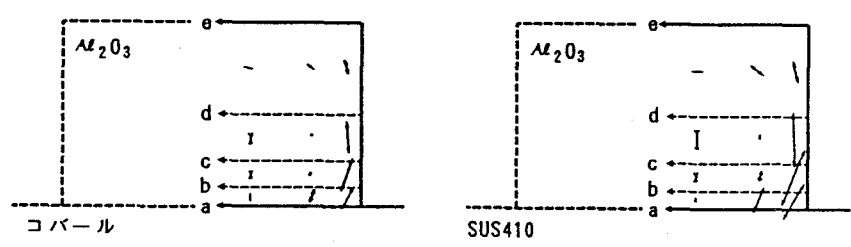
(熱負荷: 1063K→298K)



(1) 1/2対称面中心部

(2) 1/2対称面表面部

Scale 0 (kgf/mm²) 50
 ← Tension
 → Compression



① Al₂O₃/コバル継手

② Al₂O₃/SUS410継手

(3) 1/2対称面内 (Al₂O₃中のσ₁ベクトル図)

図2.26 Al₂O₃/コバル, SUS410 平板継手における接合時の残留応力分布(2) (1/2対称面におけるσ₁分布)

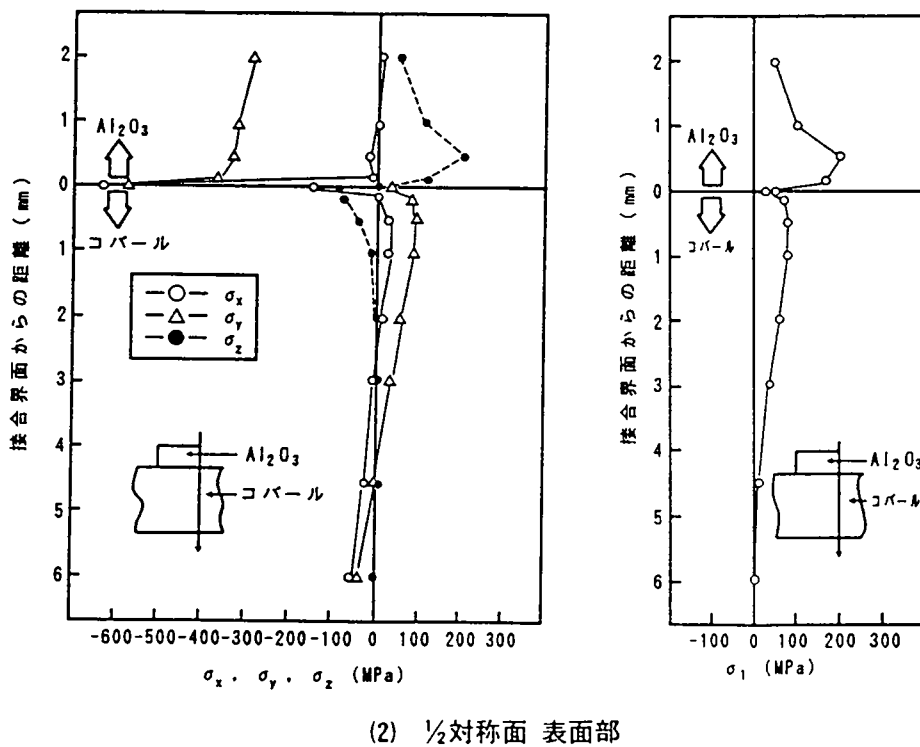
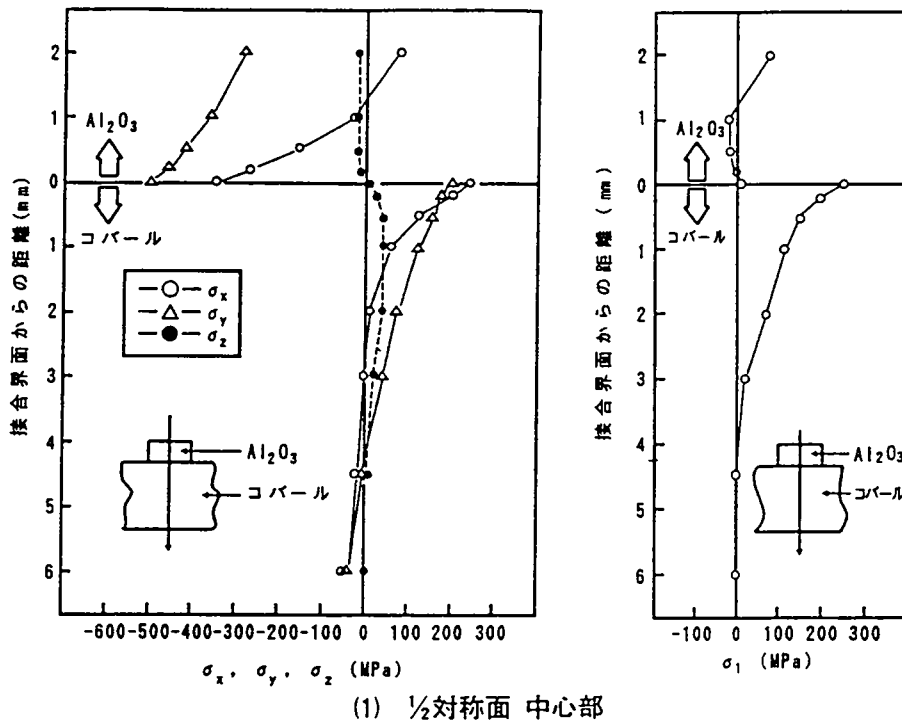
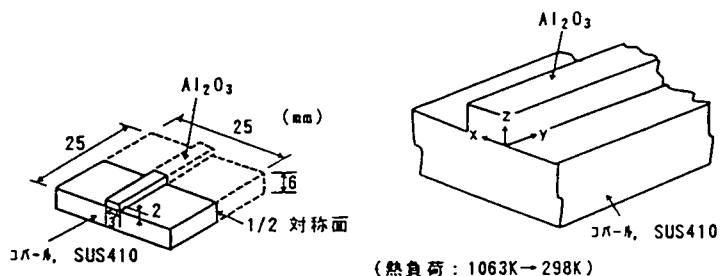
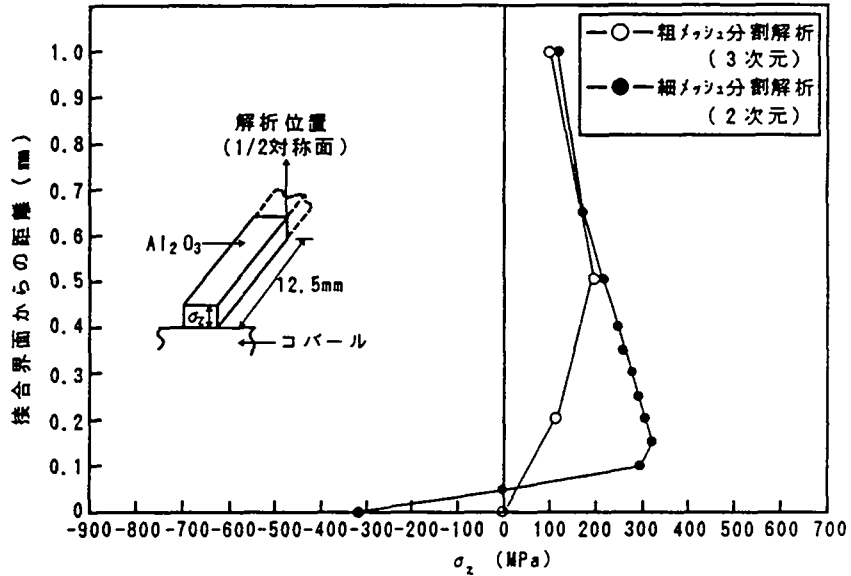
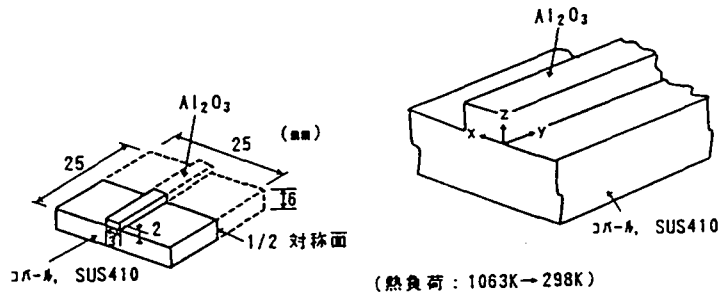
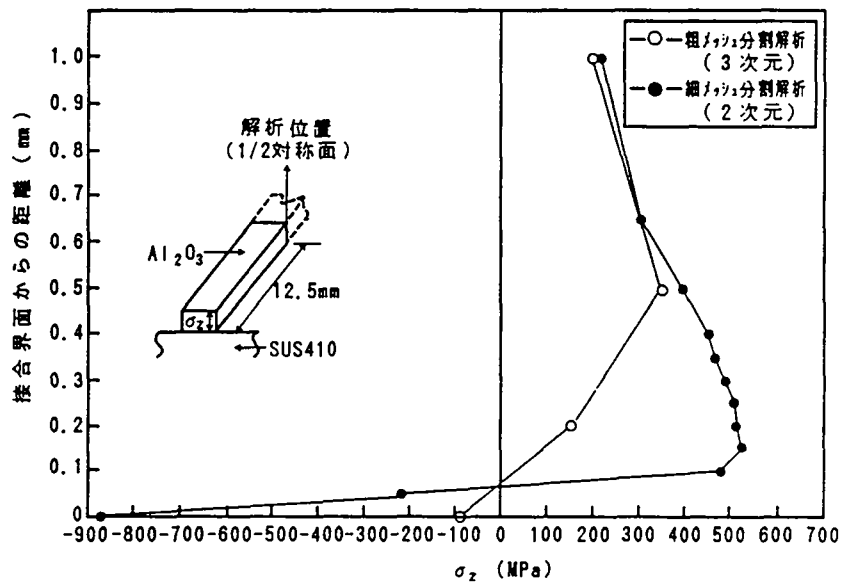


図2.27 Al_2O_3 /コバルド 平板継手における接合時の残留応力分布(3)
(1/2対称面における $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z, \sigma_1$ 分布)



(1) Al_2O_3 /コバル継手 ($1/2$ 対称面表面部)



(2) Al_2O_3 /SUS410継手 ($1/2$ 対称面表面部)

図 2.28 Al_2O_3 /コバル, SUS 410 平板継手における接合時の
残留応力分布(4) (要素分割の差異による応力分布形態の変化)

(1.2) 計測結果

前項の解析結果から、継手強度試験に用いた試験片における $1/2$ 対称面の Al_2O_3 表面の残留応力(σ_z)を計測し、解析値(σ_z)との対比を行った。その結果を図2.29~2.30に示す。

残留応力計測値は、かなりのばらつきを有するが、平均値で評価すると、熱ひずみ差に対応して $Al_2O_3/SUS410$ 継手の方が大きい値を示した。また、計測値と解析値との関係については、計測値が最小要素 $0.04 \times 0.04mm$ と要素分割を小さくした細メッシュ分割解析の解析値より全ての計測点で低い値を示した。これは解析が弾性解析によるためと思われる。しかし、計測値と解析値の比率が、この細メッシュ分割解析の場合には接合界面から約 $0.2mm$ 以上離れると、 $Al_2O_3/コバル$ 継手で $0.5 \sim 0.6$ 、 $Al_2O_3/SUS 410$ 継手で $0.6 \sim 0.7$ とほぼ一定値を示した。

一方、解析結果では、 Al_2O_3 板の長手方向(y方向)端面より約 $3mm$ のところからはほぼ同じ応力分布傾向を示し、応力レベルも大きな差異がないが、その検証を行うためこの部位の応力計測も行った。その結果を $1/2$ 対称面の同位置での計測結果と対比して図2.31に示す。端面より $4.5mm$ 離れたところで計測したが、 $1/2$ 対称面における計測値とほぼ同じ値を示した。

このように、解析による応力値は計測値と対比するとかなり差があり、定量値として用いることは出来ないが、分布傾向については要素分割を小さく(接合界面付近にて最小要素 $0.04 \times 0.04mm$ で分割)した時の解析値と計測値がほぼ同一傾向をもって対応し、弾性解析による応力評価が要素分割の影響を受けるものの定性比較評価には適用できると言える。

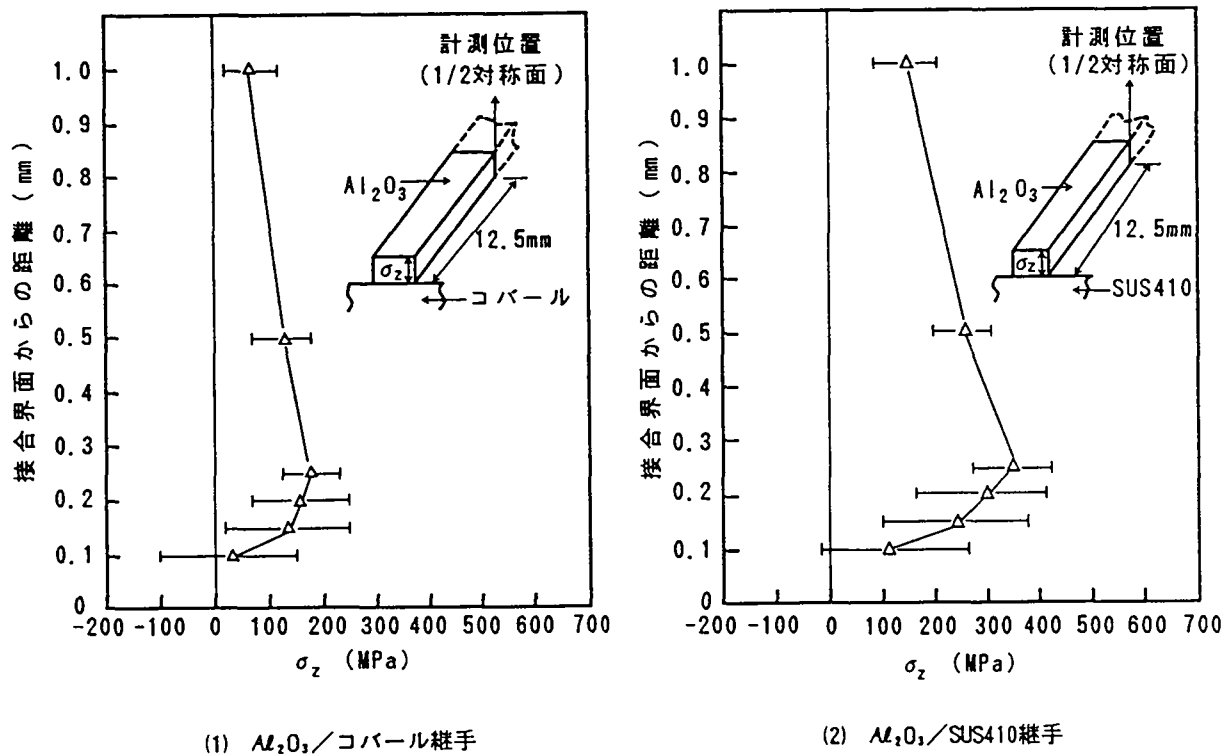
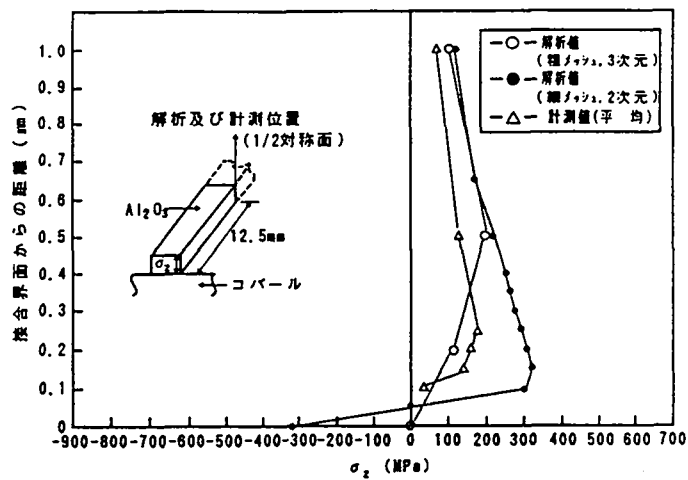
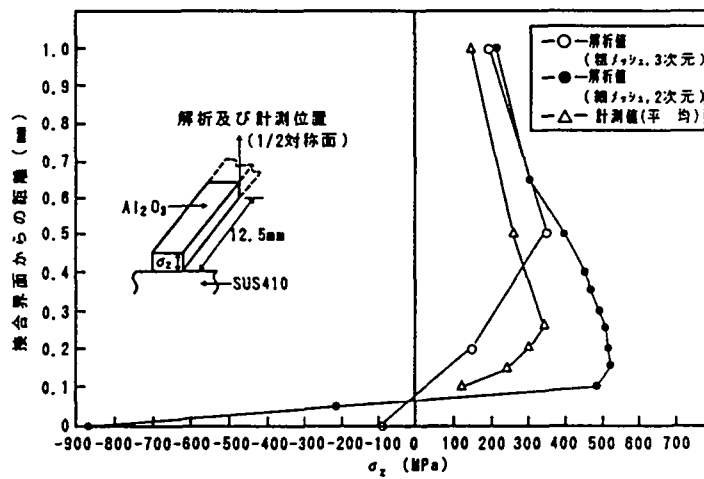


図2.29 $Al_2O_3/コバル$, SUS 410 平板継手における接合時の Al_2O_3 表面の残留応力計測結果 ($1/2$ 対称面)

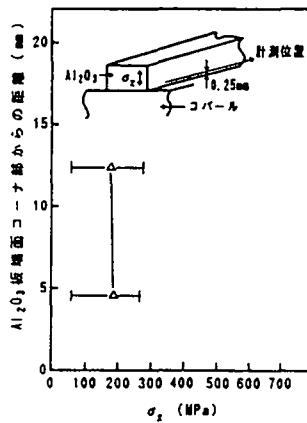


(1) Al_2O_3 /コバルド継手

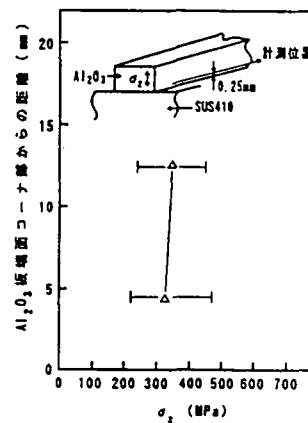


(2) Al_2O_3 /SUS410継手

図2.30 Al_2O_3 /コバルド, SUS 410 平板継手における接合時の Al_2O_3 表面の残留応力計測結果と解析値の対比(1/2対称面)



(1) Al_2O_3 /コバルド継手



(2) Al_2O_3 /SUS410継手

図2.31 Al_2O_3 /コバルド, SUS 410 平板継手における接合時の Al_2O_3 表面の残留応力計測結果 (Al_2O_3 板長手方向)

(2) ZrO₂/コパール, SUS410 管継手

(2.1) 解析結果

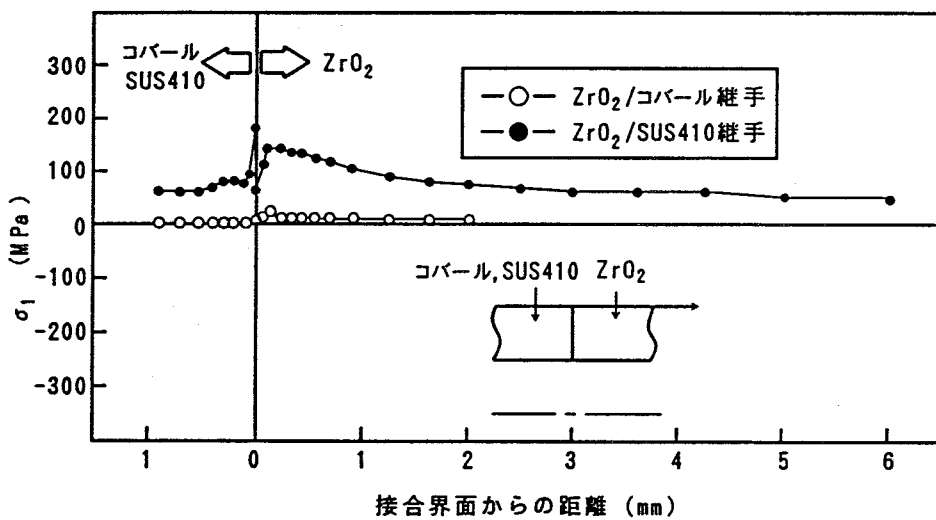
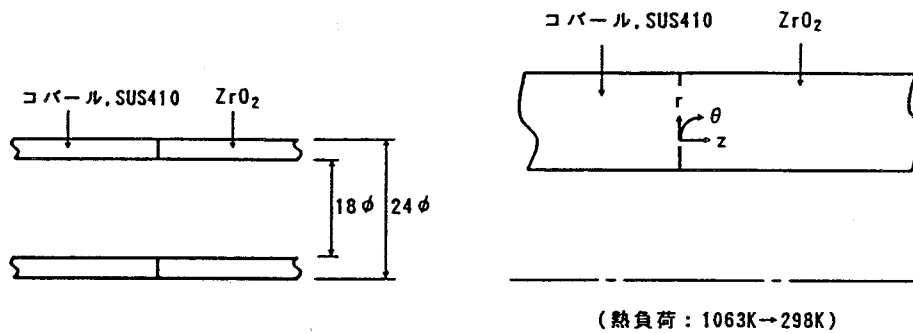
継手強度試験における破断位置は、接合界面又は接合界面近傍のZrO₂母材であり、しかも破断形態から判断して管外表面が起点となっていることが考えられる。平板継手の場合と同じ考え方で、まず、接合界面を含むZrO₂管内外表面部の最大主応力 (σ_1)分布を調査した。図2.32に解析結果を示す。

熱ひずみ差の大きい ZrO₂/SUS410継手の方が応力レベルが高く、ZrO₂/コパール継手と比較すると例えば接合界面近傍のZrO₂管の外表面（最も応力レベルの高い接合界面から約0.1 mm離れた位置）で約15倍となる。また、いずれの継手もこの位置で最大応力が発生し、その最大値はZrO₂/コパール継手で約10MPa、ZrO₂/SUS410継手で約150MPaとなった。ただし、この部位は特異点であり、応力値及び最大応力発生位置共に要素分割の影響が大きいため、あくまでも参考値、参考位置である。

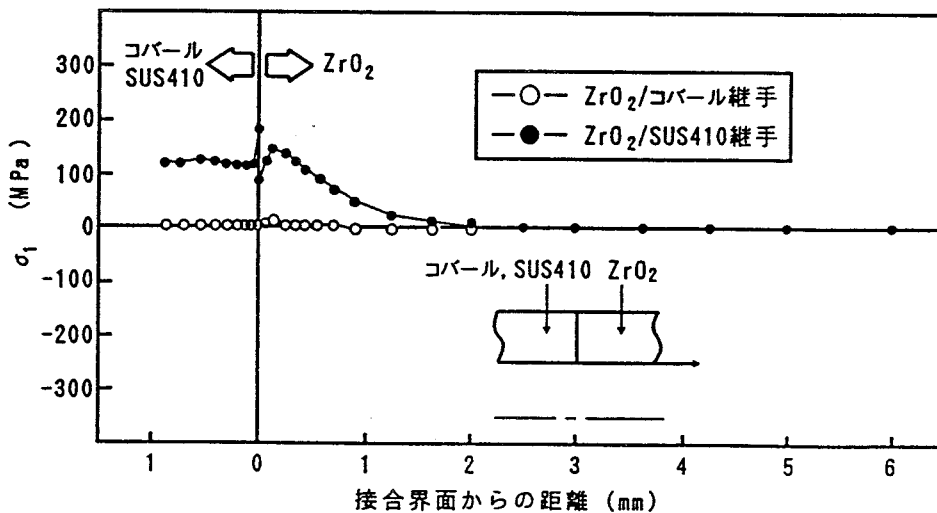
次に、継手強度試験での破断位置がZrO₂母材となる場合は、破断形態から判断して、接合界面近傍のZrO₂管外表面に発生する最大主応力 (σ_1)に依存していることが考えられるため、この最大主応力 (σ_1)のZrO₂管内部への分布状態を把握することとし、その調査を行った。結果を図2.33に示す。ZrO₂/コパール及びZrO₂/SUS410継手のいずれもZrO₂管の内外表面部が引張応力であり、内部に入るとその値が減少することが判る。

また、管の半径方向の応力 (σ_r)、周方向の応力 (σ_θ) 及び軸方向すなわち接合界面に直角方向の応力 (σ_z) を含めた各種応力の分布がどのようになっているかも調査した。ZrO₂/コパール及びZrO₂/SUS410継手いずれも応力レベルに差異はあるが、ほぼ同じ分布傾向を示したので、ZrO₂/SUS410継手における各種応力分布を代表して図2.34に示す。これから、ZrO₂管の外表面部では接合界面に直角方向の応力 (σ_z) がほぼ最大主応力 (σ_1)に対応していることが判る。

このように、管継手では、ZrO₂管内外表面部の最大主応力 (σ_1)は引張応力で接合界面近傍にピークを生じ、その最大値をZrO₂/コパール継手とZrO₂/SUS410継手で比較すると、熱ひずみ差が大きく継手強度試験時に破断位置がZrO₂母材となるZrO₂/SUS410継手の方が大きいことが判った。また、ZrO₂母材で破断する際の破断起点はこのピーク位置付近にあることも判った。

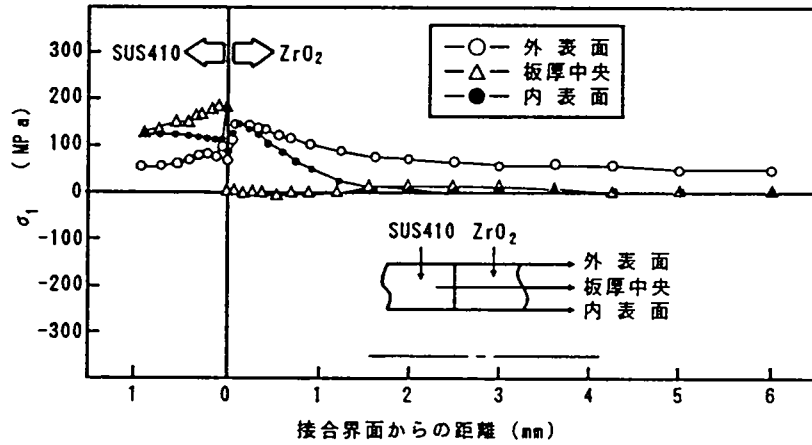
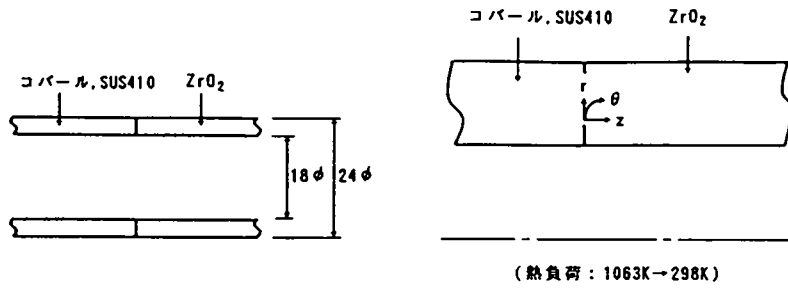


(1) 管の外表面部

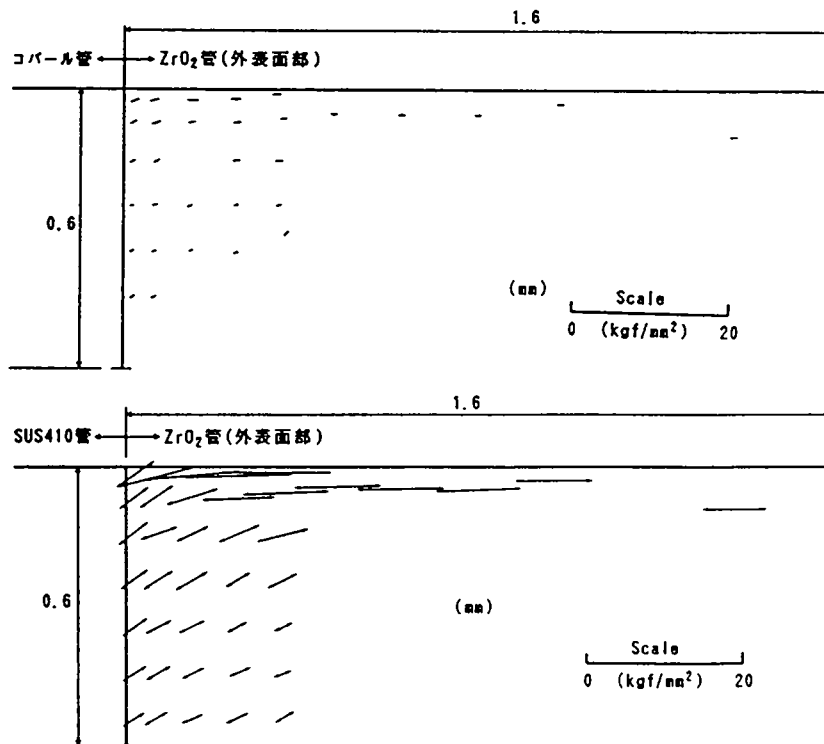


(2) 管の内表面部

図2.32 ZrO₂/コバル, SUS 410 管継手における接合時の
残留応力分布(1) (管の内外表面部における σ_1 分布)



(1) 管の内外表面部および板厚中央部



(2) 管の断面外表面部付近 (ZrO₂中の σ_1 ベクトル図)

図2.33 ZrO₂/コバル, SUS 410 管継手における接合時の
残留応力分布(2) (管の断面における σ_1 分布)

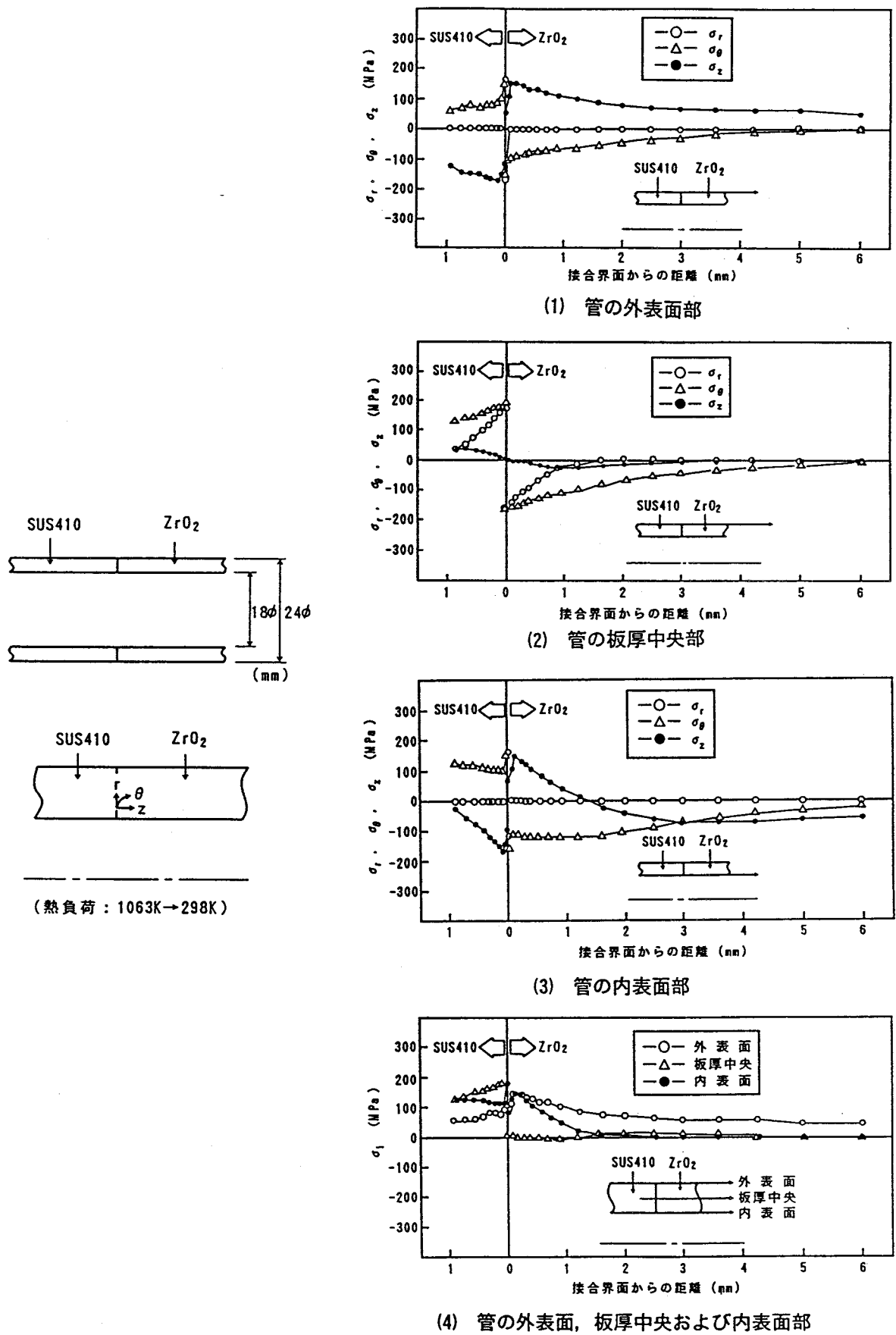


図2.34 ZrO₂/SUS 410 管継手における接合時の残留応力分布(3)
(σ_r , σ_θ , σ_z , σ_1 分布)

(2.2) 計測結果

前項の解析結果から、継手強度試験に用いた試験片の ZrO_2 管の外表面部に大きな残留応力が発生するため、この ZrO_2 表面の残留応力(σ_z)を計測し、解析値(σ_z)との対比を行った。その結果を図2.35～2.36に示す。

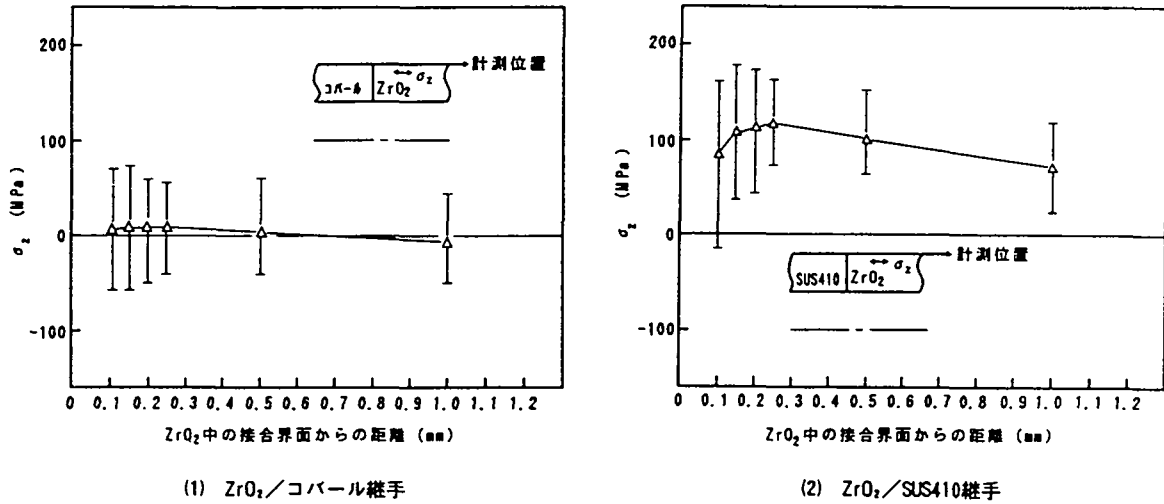


図2.35 ZrO_2 /コバル、SUS 410 管継手における接合時の ZrO_2 管表面部の残留応力計測結果 (管外表面)

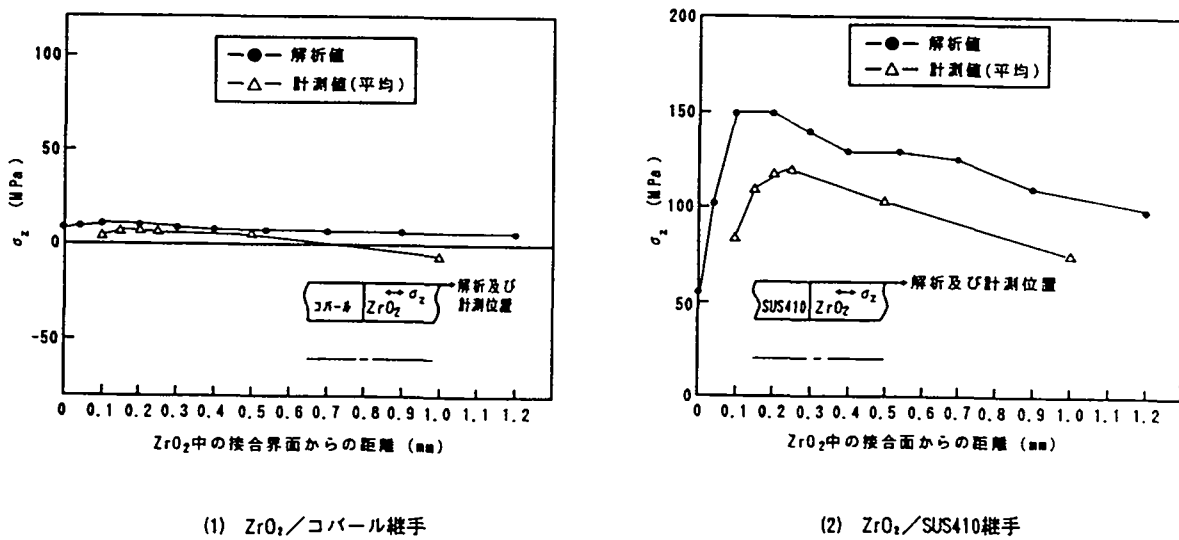


図2.36 ZrO_2 /コバル、SUS 410 管継手における接合時の ZrO_2 管表面部の残留応力計測結果と解析値の対比 (管外表面)

残留応力計測値は、かなりのばらつきを有するが、平均値で評価すると、熱ひずみ差に対応してZrO₂/SUS410継手の方が大きい値を示した。また、計測値と解析値との関係については、計測値がAl₂O₃/コバルト、SUS410平板継手の場合と同様に、全ての計測点で解析値より低い値を示したが、これも解析が弾性解析によるためと思われる。しかし、計測値と解析値の比率が、接合界面から約0.15mm以上離れるとZrO₂/コバルト継手で0.8~0.9、ZrO₂/SUS410継手で0.7~0.9とほぼ一定値を示した。

このように、解析による応力値は計測値と対比するとかなり差があり、定量値として用いることは出来ないが、分布傾向については、平板継手の場合と同様に解析値と計測値がほぼ同一傾向をもって対応した。

(3) Si₃N₄/インコロイ903 かん合継手

(3.1) 解析結果

継手強度試験における破断位置がかん合接合端のSi₃N₄母材であり、しかも破断形態から判断してSi₃N₄軸外表面から生じていることが考えられる。平板及び管継手の場合と同じ考え方で接合界面を含むSi₃N₄軸外表面部の最大主応力(σ_1)分布を調査した。図2.37に解析結果を示す。

熱ひずみ差の大きい1523Kで接合した継手の方が応力レベルが高く、1323Kで接合した継手と比較すると、最大応力値を示すかん合接合端で熱負荷に比例して約1.5倍となる。

次に、継手強度試験での破断位置がいずれの継手もかん合接合端のSi₃N₄母材となり、Si₃N₄軸の外表面に発生する最大主応力(σ_1)に存在していることが考えられるため、Si₃N₄内部への分布状態を調査した。その結果を図2.38に示す。いずれの継手も、Si₃N₄軸の外表面部が引張応力であり、内部に入るとその値が減少することが判る。

また、軸の半径方向の応力(σ_r)、軸の周方向の応力(σ_θ)及び軸方向すなわち接合界面に平行方向の応力(σ_z)を含めた各種応力の分布がどの様になっているかも調査した。いずれの継手も同じ分布傾向を示すので、1323Kで接合した継手における各種応力分布を代表して図2.39に示す。これからSi₃N₄軸の外表面部では、Si₃N₄軸に平行方向の応力(σ_z)がほぼ最大主応力(σ_1)に対応していることが判る。

このように、かん合継手では、Si₃N₄軸外表面部の最大主応力(σ_1)は引張応力でかん合接合端にピークを生じ、その最大値は熱負荷に比例し、熱ひずみ差の大きな1523Kで接合した継手の方が大きい。また、そのピーク位置が継手強度試験時の破断起点になっている。

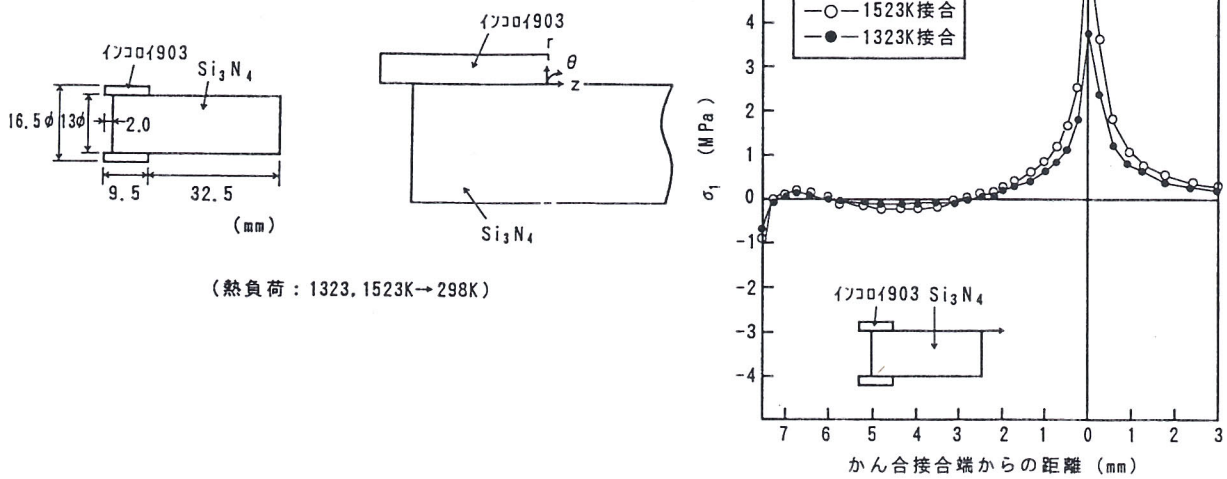
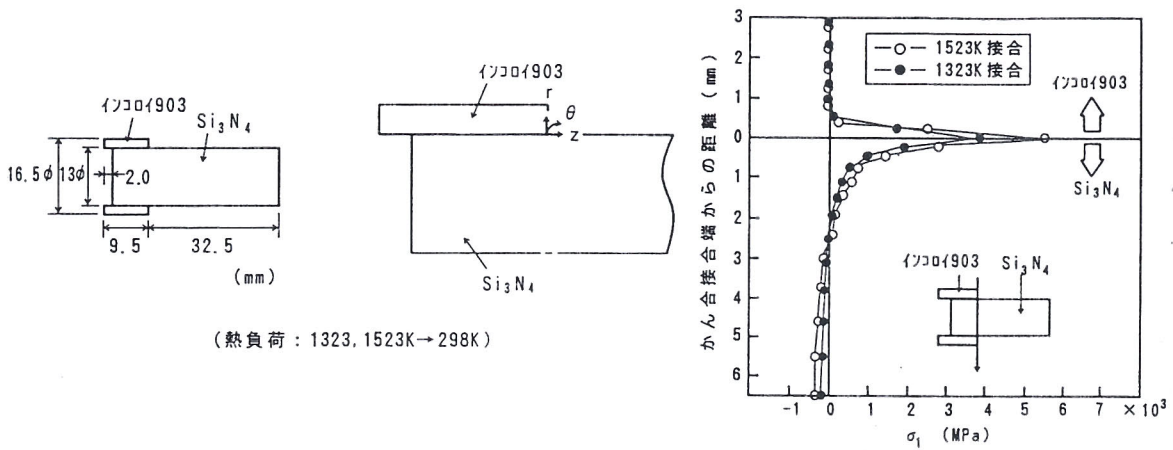
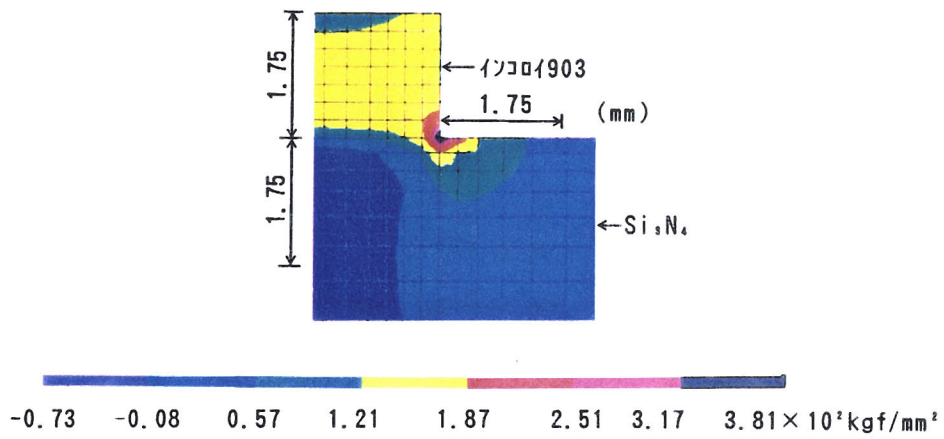


図2.37 Si_3N_4 /インコイ903 かん合継手における接合時の残留応力分布(1)
(かん合接合部及び Si_3N_4 軸の外表面部における σ_1 分布)

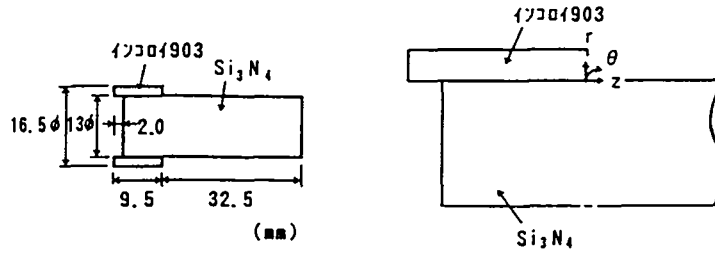


(1) かん合接合面に直角方向のかん合接合端断面部

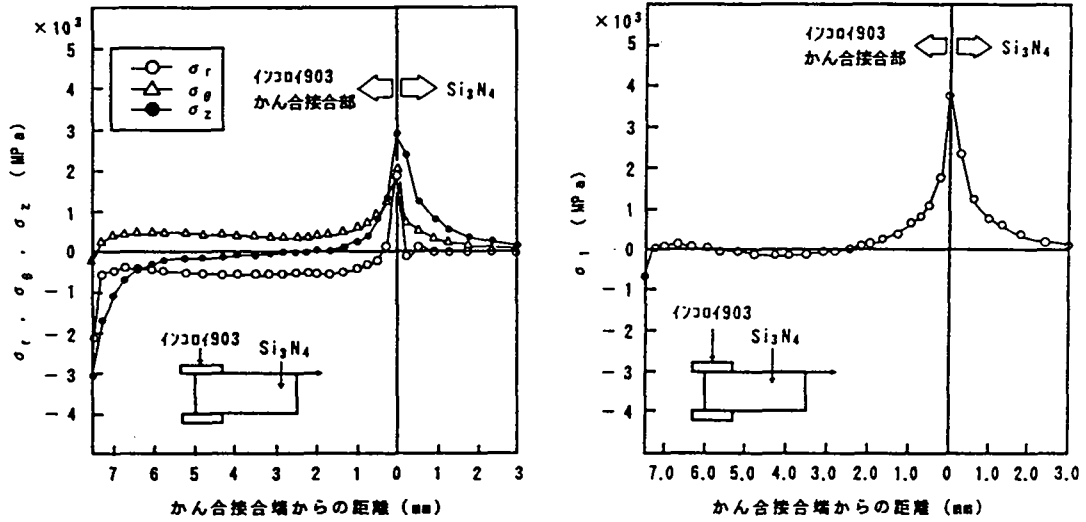


(2) Si_3N_4 軸の断面外表面部付近 (Si_3N_4 中の σ_1 分布図, 1323K接合)

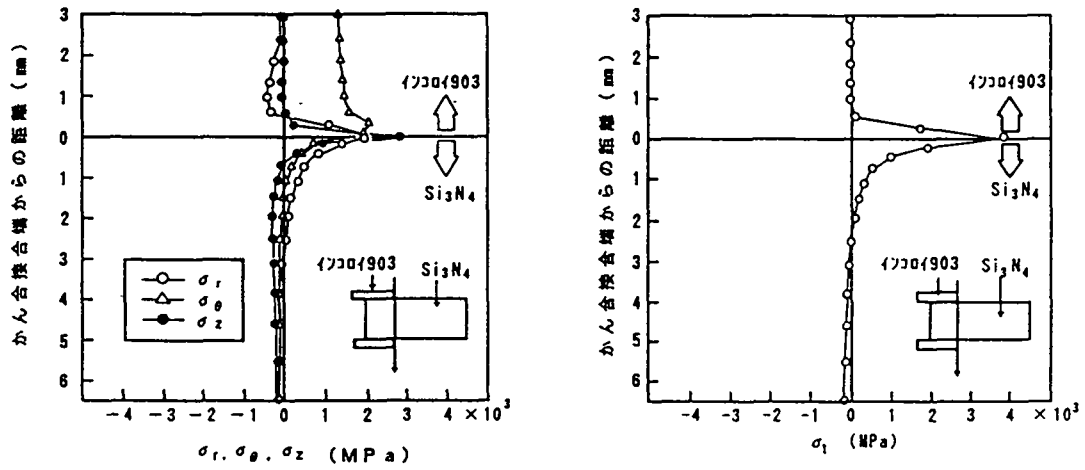
図2.38 Si_3N_4 /インコイ903 かん合継手における接合時の
残留応力分布(2) (Si_3N_4 軸の断面における σ_1 分布)



(熱負荷: 1323K→298K)



(1) かん合接合部およびSi₃N₄軸の外表面部



(2) かん合接合面に直角方向のかん合接合端断面部

図2.39 Si₃N₄/インコイ903 かん合継手における接合時の残留応力分布(3)
(1323K接合における σ_r , σ_θ , σ_z , σ_1 分布)

2.5 継手強度特性と残留応力

2.3項で継手強度試験，2.4項で残留応力の解析と計測を行って検討を加えた。これらを総合して，各種継手形状における継手強度特性に及ぼす残留応力の影響について考察すると次のとおりである。

2.5.1 継手強度

継手強度と接合時の各セラミックス表面の残留応力との関係について，平板継手では $1/2$ 対称面，管及びかん合継手では継手外表面について整理した結果を表2.14～2.16に示す。

Al_2O_3 /コバルト，SUS410平板継手及び ZrO_2 /コバルト，SUS410管継手では，解析及び計測による Al_2O_3 又は ZrO_2 中の残留応力が小さいと，相対的に高強度でばらつきの小さい継手強度特性を示し， Si_3N_4 /インコロイ903かん合継手においても，解析による Si_3N_4 中の残留応力が小さいと，相対的に高強度でばらつきの小さい継手強度特性を示した。

また，セラミックス表面の残留応力の最大値で継手強度特性（平均値，ワイブル形状係数）を整理した結果を図2.40に示す。

いずれの継手形式においても，熱ひずみ差が大きくなると残留応力が大きくなり，残留応力の最大値が大きくなると継手強度が低下すると共にばらつきの大きい継手強度特性を示すことが判る。

表2.14 Al_2O_3 /金属 平板継手における Al_2O_3 中の残留応力と継手強度の関係

材料組合せ	残留応力の指標値 (熱ひずみ差)	セラミックス表面の 残留応力最大値		継手強度				破断位置
		$\sigma_z \max^{注1)}$ (MPa)		平均値 \bar{X} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 v (σ/\bar{X})	ワイブル形状 係数 m	
		解析値	計測値					
Al_2O_3 /コバルト	1.8×10^{-3}	320 ^{注2)}	172 ^{注2)}	59.4	16.3	0.27	4.2	ろう材中
Al_2O_3 /SUS410	3.1×10^{-3}	525 ^{注2)}	343 ^{注2)}	26.6	9.1	0.34	3.0	Al_2O_3 中 (端面のごく 一部ろう材中)

注1) 接合界面に直角方向の応力 (σ_z) の最大値

注2) 図2.30参照 (解析値：最小要素：0.04×0.04mmで算出)

表2.15 ZrO_2 /金属 管継手における ZrO_2 中の残留応力と継手強度の関係

材料組合せ	残留応力の指標値 (熱ひずみ差)	セラミックス表面の 残留応力最大値		継手強度				破断位置
		$\sigma_z \max^{注1)}$ (MPa)		平均値 \bar{X} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 v (σ/\bar{X})	ワイブル形状 係数 m	
		解析値	計測値					
ZrO_2 /コバルト	0.1×10^{-3}	11 ^{注2)}	8.5 ^{注2)}	56.2	9.4	0.17	7.2	ろう材中 (一部 ZrO_2 中)
ZrO_2 /SUS410	1.3×10^{-3}	150 ^{注2)}	123 ^{注2)}	33.1	9.5	0.29	4.3	ZrO_2 中

注1) 接合界面に直角方向の応力 (σ_z) の最大値

注2) 図2.36参照 (解析値：最小要素：0.04×0.04mmで算出)

表2.16 Si₃N₄/金属 かん合継手におけるSi₃N₄中の残留応力と継手強度の関係

材料組合せ	残留応力の指標値 (熱ひずみ差)	セラミックス表面の残留応力最大値 $\sigma_z \max$ ^{注1)} (MPa)		継手強度				破断位置
		解析値	計測値	平均値 \bar{X} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 v (σ/\bar{X})	ワイヤ形状 係数 m	
Si ₃ N ₄ /インコイ903 (接合温度:1323K)	11.4×10^{-3}	2850 ^{注2)}	—	54.3	9.0	0.17	7.4	Si ₃ N ₄ 中
Si ₃ N ₄ /インコイ903 (接合温度:1523K)	16.8×10^{-3}	4207 ^{注2)}	—	26.2	8.8	0.34	3.4	Si ₃ N ₄ 中

注1) Si₃N₄軸に平行方向の応力 (σ_z) の最大値

注2) 図2.39参照 (解析値: 最小要素: 0.21×0.25mmで算出)

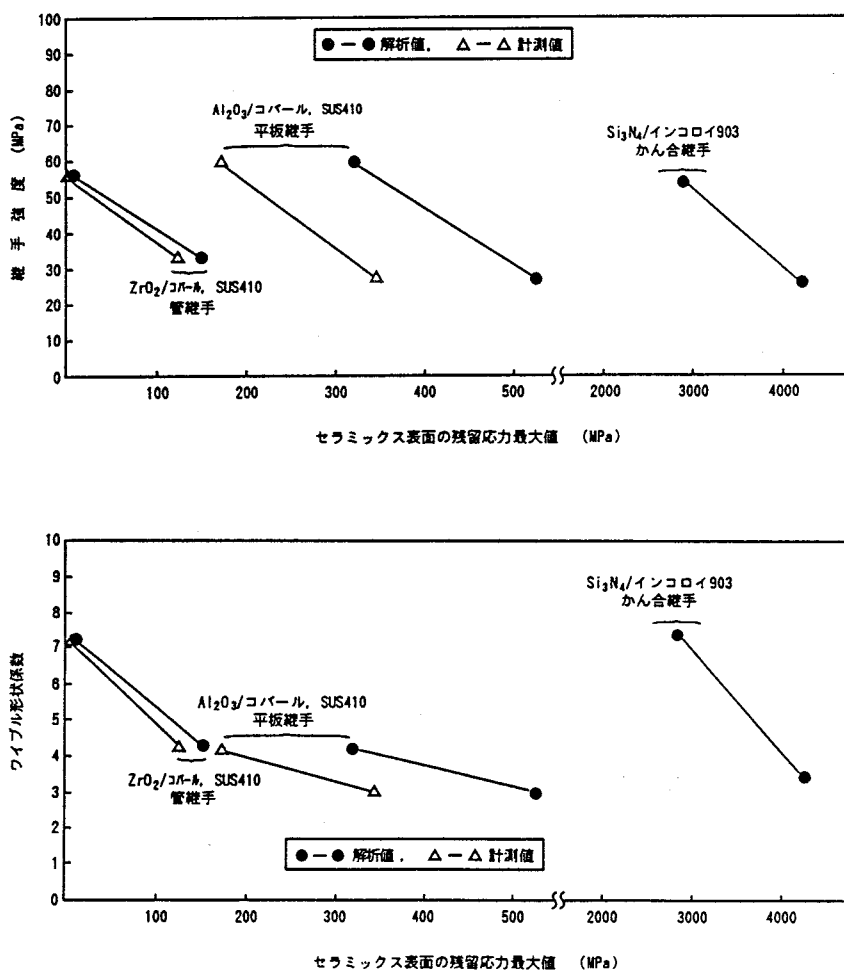


図2.40 セラミックス表面の残留応力最大値 ($\sigma_z \max$)と継手強度特性の関係

これらの結果から、セラミックス中の残留応力が継手強度特性に大きく影響を及ぼし、継手強度の向上には、接合界面強度をあげ、高強度、高靱性セラミックスを用いて接合界面及びセラミックス中の残留応力を低減させることが重要であると言える。

なお、平板及び管継手における残留応力と継手強度のばらつきとの関係であるが、残留応力の

大きさを破断位置が変わることによってばらつき形態が変化するものと思われ、破断がセラミックス母材で生じるとセラミックスの特性、ろう材中で生じると金属の特性に基づくばらつきを示し、前者のばらつきが大きくなったものと判断される。一方、かん合継手におけるばらつきについては、残留応力が大きくなるとばらつきが増すデータとなっているが、破断位置がいずれも Si_3N_4 母材であり、その理由説明は今後の課題として残る。

2.5.2 破断位置

継手強度試験における破断位置と接合時の各セラミックス表面の残留応力との関係について、平板継手では1/2対称面、管及びかん合継手では継手外表面について整理した結果を図2.41～2.43に示す。

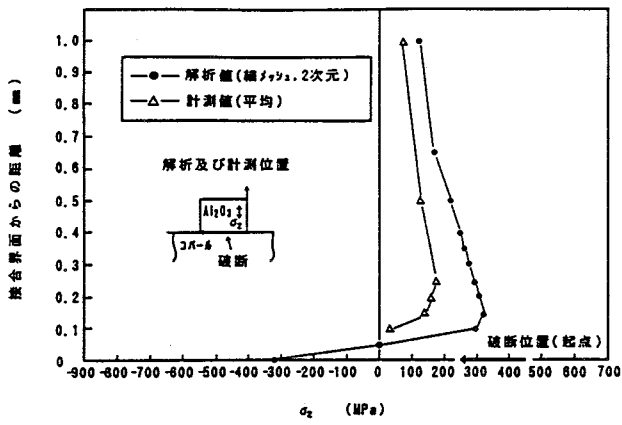
平板及び管継手では、破断位置がセラミックス母材となる $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SUS410}$ 及び $\text{ZrO}_2/\text{SUS410}$ 継手の方が、破断位置がろう材中となる $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{コバル}$ 及び $\text{ZrO}_2/\text{コバル}$ 継手よりもセラミックス中の残留応力が大きく、その解析及び計測による高応力域が破断起点となっている。

また、 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{インコロイ903}$ かん合継手では、 Si_3N_4 中の残留応力の大小に拘らず破断位置がかん合接合端の Si_3N_4 母材となるが、解析による高応力域が同様に破断起点となっている。すなわち、平板及び管継手では、熱ひずみ差が大きくなってセラミックス母材の残留応力が増大すると、荷重負荷時の破断位置が接合界面からセラミックス中に移行するようになり、セラミックス母材の残留応力が破断位置に大きく影響することが判る。これは、継手強度試験時の荷重負荷により作用する応力が残留応力と重畳され、ろう材中破断する前に残留応力の大きなセラミックス母材が破断強度に達し、前述のとおり低荷重破断するためと判断される。一方、かん合継手では、残留応力がかん合接合端に集中し、その集中部から破断すると言える。

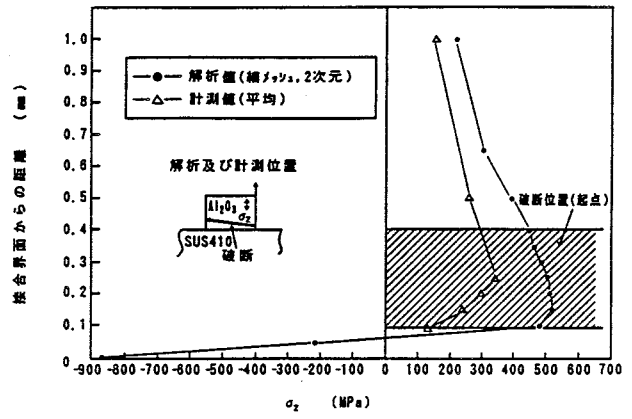
2.5.3 残留応力の緩和の必要性

本試験では、各種継手形式別に材料特性値（熱ひずみ差、ヤング率の比）で生じる残留応力と継手強度特性の関係を調査し、残留応力の緩和には、いずれの継手形式においても、接合材間の熱膨張係数差や接合時の熱負荷を小さくすることの有効性が確認された。実機製品においても、まず、適切な材料組合せや接合温度の設定が必要と言える。

一方、製品ごとに継手形状や寸法が変化し、荷重条件の酷しいものが増えるため、本試験で取扱わなかった形状パラメータに関して、継手部の剛性の低下や変形の抑制などによる継手構造面からの残留応力緩和法を追求し、更に有効な残留応力緩和策の抽出を行っていくことが重要と思われる。

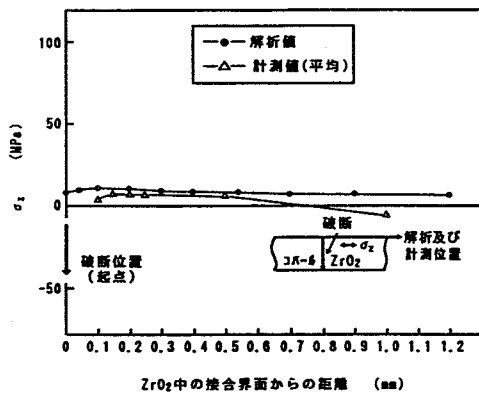


(1) Al_2O_3 /コバール継手

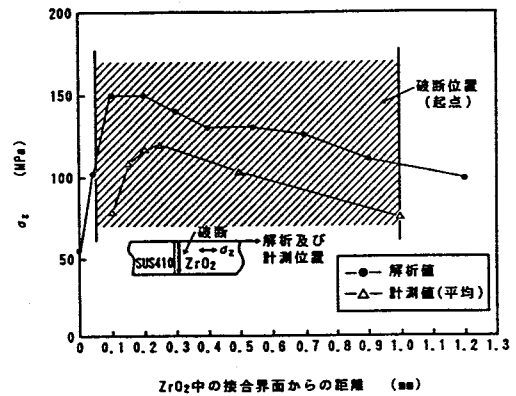


(2) Al_2O_3 /SUS410継手

図2.41 Al_2O_3 /コバール, SUS410 平板継手における Al_2O_3 表面の残留応力分布と継手強度試験時の破断位置 (1/2 対称面, σ_x 分布)

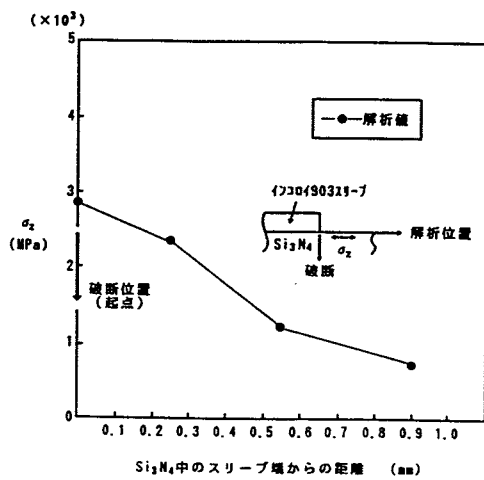


(1) ZrO_2 /コバール継手

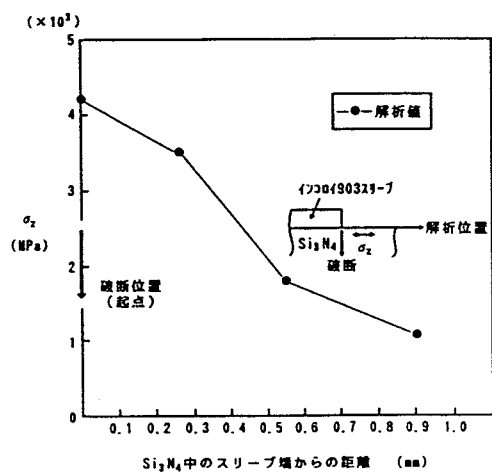


(2) ZrO_2 /SUS410継手

図2.42 ZrO_2 /コバール, SUS410 管継手における ZrO_2 表面の残留応力分布と継手強度試験時の破断位置 (管外表面, σ_x 分布)



(1) 1323K 接合継手



(2) 1523K 接合継手

図2.43 Si_3N_4 /インコイ903 かん合継手における Si_3N_4 表面の残留応力分布と継手強度試験時の破断位置 (軸外表面, σ_x 分布)

2.6 結言

セラミックスと金属の接合継手形式は、平板、管及びかん合継手に大きく分類される。これら各種継手における継手強度特性に及ぼす残留応力の影響を検討した。

平板継手では Al_2O_3 / コバルト, SUS410, 管継手では ZrO_2 / コバルト, SUS410, かん合継手では Si_3N_4 / インコロイ903の材料組合せを用いて残留応力の異なる接合体を作製し、平板継手はせん断強度、管及びかん合継手は曲げ強度試験で継手強度特性との関係を把握した後、残留応力分布をFEM解析とX線計測で求め、継手強度特性に及ぼす残留応力の影響を解析した。

得られた結果を要約すると次のとおりである。

(1) 継手強度試験の結果、平板及び管継手では、熱膨張係数差を主体に材料物性値の差異が小さい継手は破断がろう材中で生じて高い継手強度を示し、差異が大きい継手は接合界面近傍のセラミックス母材で破断して継手強度が相対的に低下すると共に大きなばらつきを示した。ばらつきの差異は破断位置が変わることによると思われる。かん合継手では、接合温度で熱負荷をかえた試験を行ったが、いずれも接合端のセラミックス母材で破断し、熱負荷が増大すると継手強度が低下した。

(2) 接合時の残留応力をFEMで弾性解析すると共に微小X線束(0.3mmφ)を用いたX線応力測定法で計測を行い、上記結果を考察した。平板及び管継手における上記材料物性値の差異が大きい継手では、解析及び計測いずれにおいても接合界面近傍のセラミックス中に大きな残留応力の発生が認められ、これに継手強度試験時の荷重負荷による応力が作用し、ろう材中破断する前にセラミックス母材が破断強度に達して低荷重で破断したと判断される。一方、かん合継手では、解析において接合端のセラミックス中で最大の残留応力が発生し、熱負荷の大きい継手はその値が増大して低荷重で破断したと判断される。

(3) これらの結果から、いずれの継手形式においても、残留応力は材料特性値（熱ひずみ差、ヤング率の比）に依存し、かつ、接合界面及びセラミックス中の残留応力が継手強度を支配する大きな因子になっていることが判った。したがって、継手強度の向上には、接合界面強度をあげ、高強度、高靱性セラミックスを用いて接合界面及びセラミックス中の残留応力を低減させることが重要で、残留応力緩和策の検討が不可欠であると言える。

(4) 残留応力の緩和には、いずれの継手形式においても、接合材間の熱膨張係数差や接合時の熱負荷を小さくするなど材料特性値を適正にすることが有効で、実機製品においても、まず、適切な材料組合せや接合温度の設定が必要となるが、各種製品によって、継手部の形状、寸法が変化するほか、荷重条件の酷しいものが増えるため、更に、継手構造面からの残留応力緩和法も検討し、最善策の追求を行っていくことが重要である。

(5) 残留応力緩和法を検討するにあたって、有限要素法による弾性応力解析が適用できれば、実用上簡便なものとなる。本研究の結果、弾性応力解析法は、解析値が計測値を大きく上廻るなど問題点を内蔵するが、定性的な応力緩和法の抽出には有効であると言える。

付録 2 A Al_2O_3 /コバール, SUS410 平板継手の要素分割

解析に用いた有限要素分割を図 2 A に示す。要素は 6 面体要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍で $0.2 \times 0.25 \times 0.25 \text{mm}$ とした。

なお、熱応力の特異場を考慮して最小要素を $0.04 \times 0.04 \text{mm}$ とした $1/2$ 対称面における 2 次元解析も実施した。

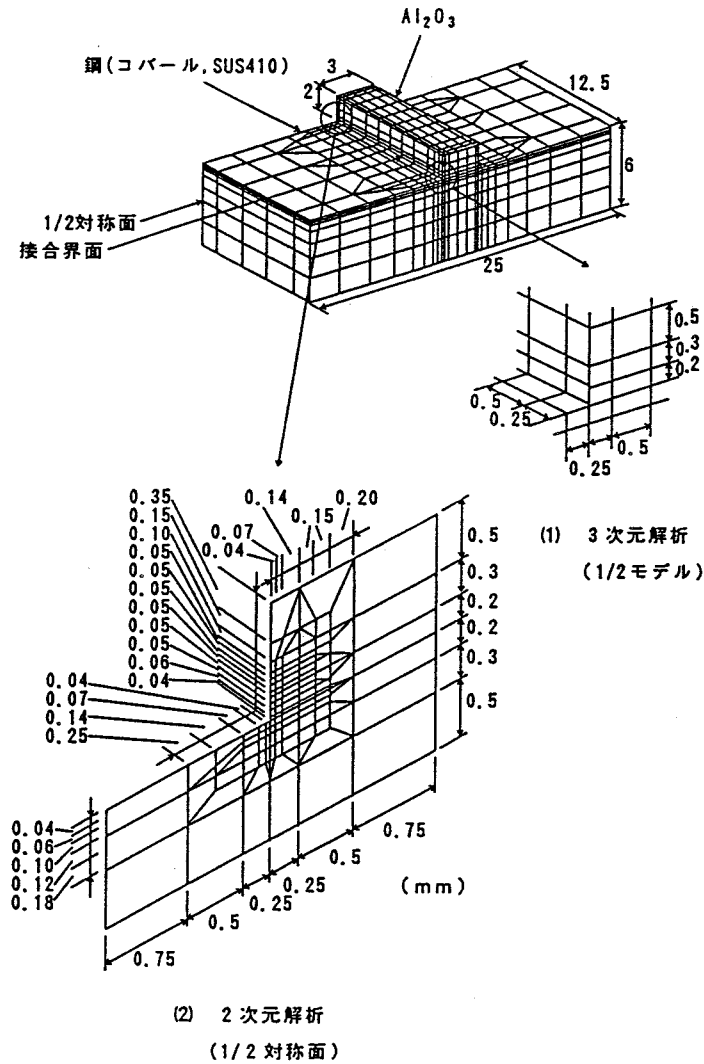


図 2 A Al_2O_3 /コバール, SUS410 平板継手の要素分割図
(継手強度試験に用いた接合体)

付録 2 B ZrO_2 /コバルル, SUS410 管継手の要素分割

解析に用いた有限要素分割を図 2 B に示す。要素は矩形要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍で $0.04 \times 0.04\text{mm}$ とした。

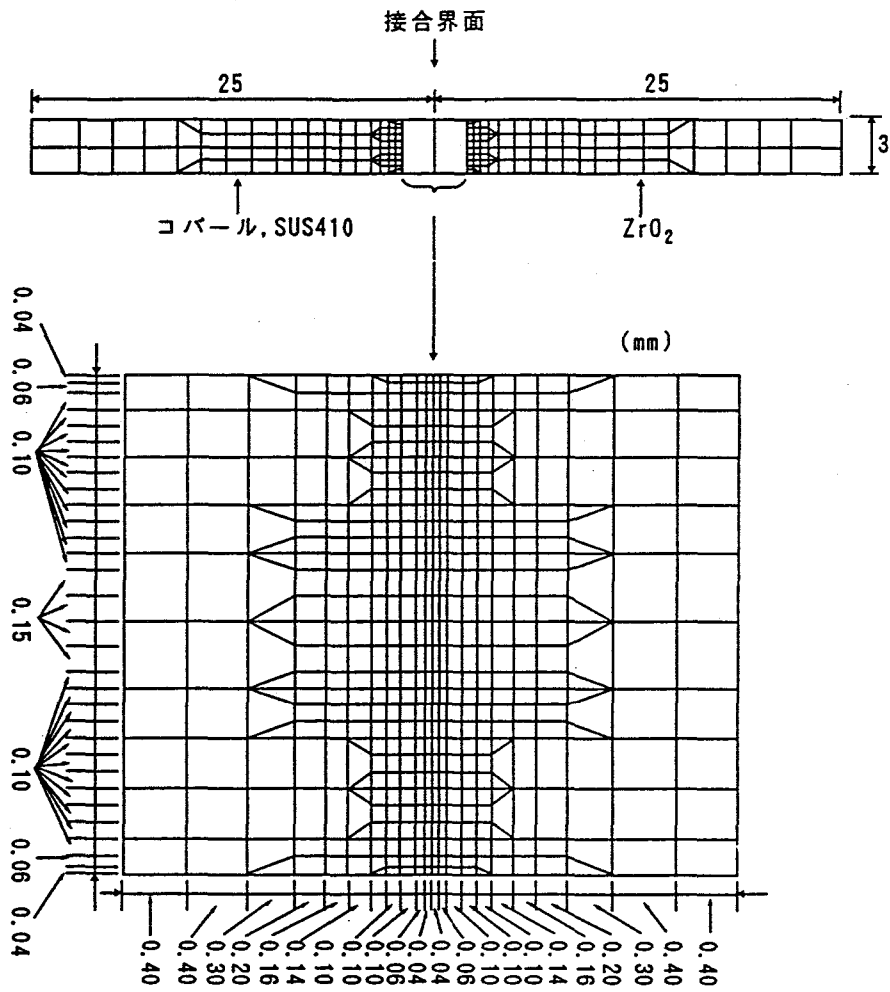


図 2 B ZrO_2 /コバルル, SUS410 管継手の要素分割図
(継手強度試験に用いた接合体)

付録 2 C Si_3N_4 /インコロイ903 かん合継手の要素分割

解析に用いた有限要素分割を図 2 C に示す。要素は矩形要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍の Si_3N_4 中で $0.21 \times 0.25\text{mm}$ とした。

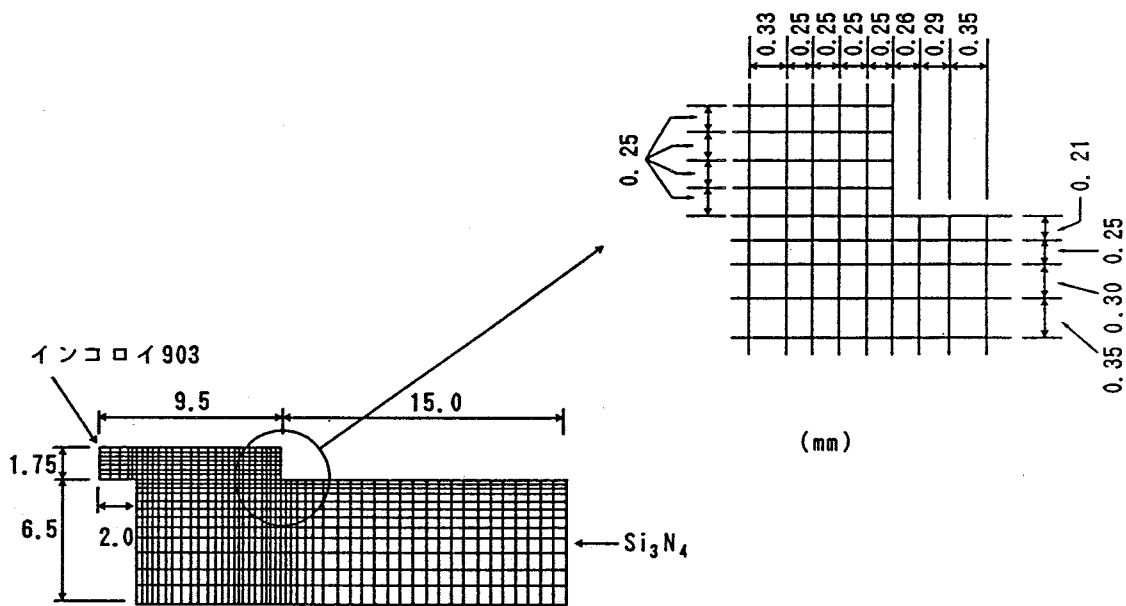


図 2 C Si_3N_4 /インコロイ903 かん合継手の要素分割図
(継手強度試験に用いた接合体)

第 3 章 応力緩和法の提案

3.1 緒言

第 2 章において、平板、管及びかん合継手などの実体継手を代表させた各継手形式別に残留応力と継手強度特性の関係を把握し、適切な材料特性値を選定して残留応力を緩和することが継手強度の向上に対し重要であることを明確にすると共に継手構造面からの残留応力緩和法の検討の必要性を指摘した。

一方、実機製品では、残留応力のほかに使用時の作用応力の緩和による強度の信頼性の確保が必須条件であり、両者が同時に行える方法を設定することが最も合理的である。

本章では、各継手形式別に実機製品を具体的に取上げ、この両者を対象として接合部の応力緩和法の検討を行った。

接合時の残留応力の緩和に対しては、材料特性値のほかに金属部材へのスリット挿入やテーパ取り、補助部材の取付け接合による変形の対称化などの形状パラメータからの検討を行うこととし、その効果を F E M 解析して評価した。

使用時の作用応力の緩和に対しては、上述のとおり、接合時の残留応力の緩和法がそのまま作用応力の緩和法につながることを望ましく、上記方法の中から効果的なものを抽出することを主体に検討を加えた。

3.2 検討対象とした実機製品

接合体の基本継手形式として、平板継手ではセラミックス板と金属板及びセラミックス板どうし、管継手ではセラミックス管と金属板及びセラミックス管と金属管、かん合継手ではセラミックス軸と金属スリーブを取上げ、各々これに対応する具体的実機製品を選定して応力緩和法の検討を行った。なお、セラミックス部材と金属部材の組合せは、金属の熱膨張係数の方が大きいものを対象とした。

図 3.1 に検討対象とした実機製品を示す。

3.2.1 平板継手

図 3.2 にセラミックス板と金属板の接合体例として取上げたセラミックス砥石を金属台金外周面に張合せ接合する研削砥石、セラミックス板どうしの接合体例として取上げた Si_3N_4 翼と Si_3N_4 軸を重ね接合するターボ分子ポンプロータの概要を示す。研削砥石は、現在、接着剤接合で製作されているが使用回転数に限界があるため高速回転化を狙うもので、ターボ分子ポンプロータは、現状の金属製ロータをセラミックスにかえて高性能化をはかるものである。

両者の材質及び構造は以下のとおりである。

(1) セラミックス砥石／金属台金 接合型研削砥石

本研削砥石は、セラミックス砥石として cBN, Al_2O_3 を主成分とし、使用中のドレッシング性を上げるためフリットを添加した cBN・フリット/ Al_2O_3 ・フリット砥石(cBN・フリットを研削面側に配置した積層焼結材)を用い、金属台金の外周面に分割接合した。

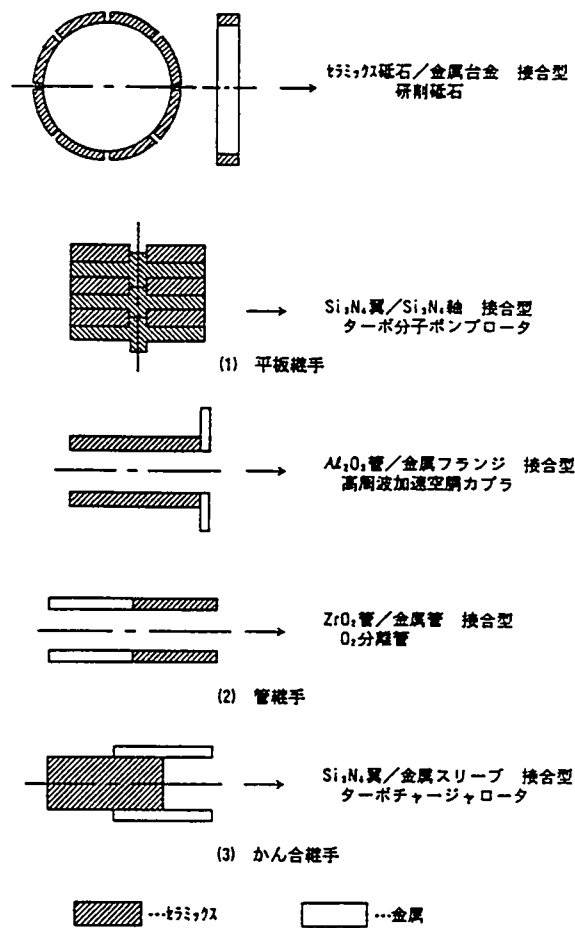


図3.1 検討対象とした実機製品

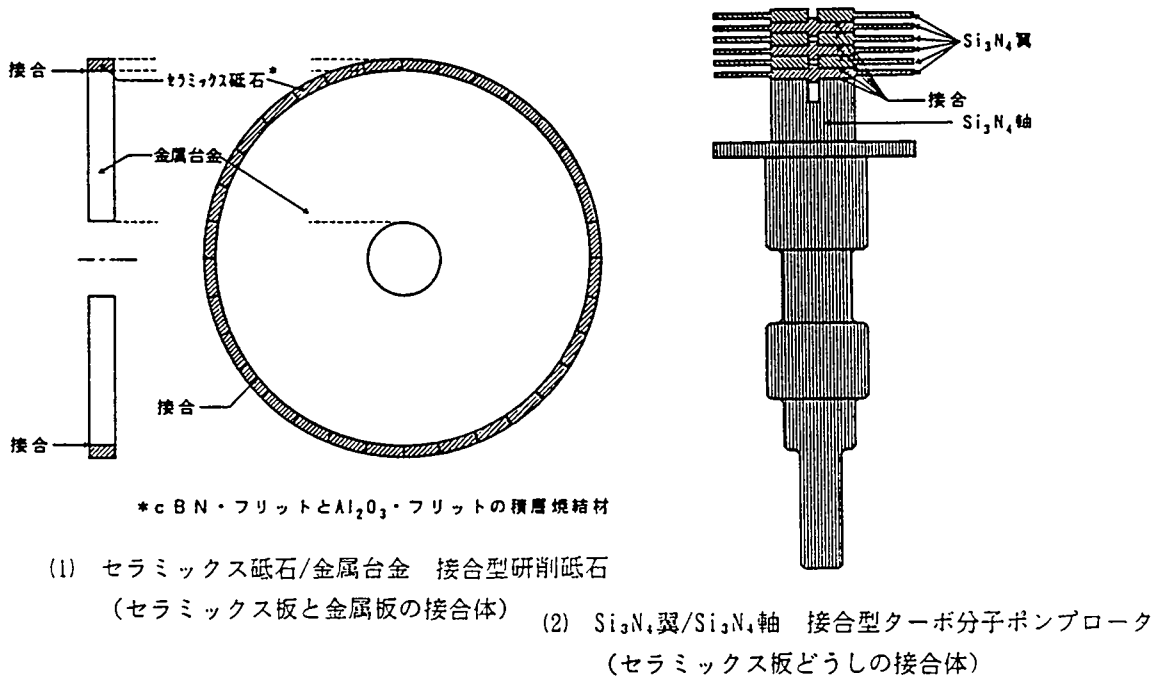


図3.2 検討対象とした平板継手の実機製品

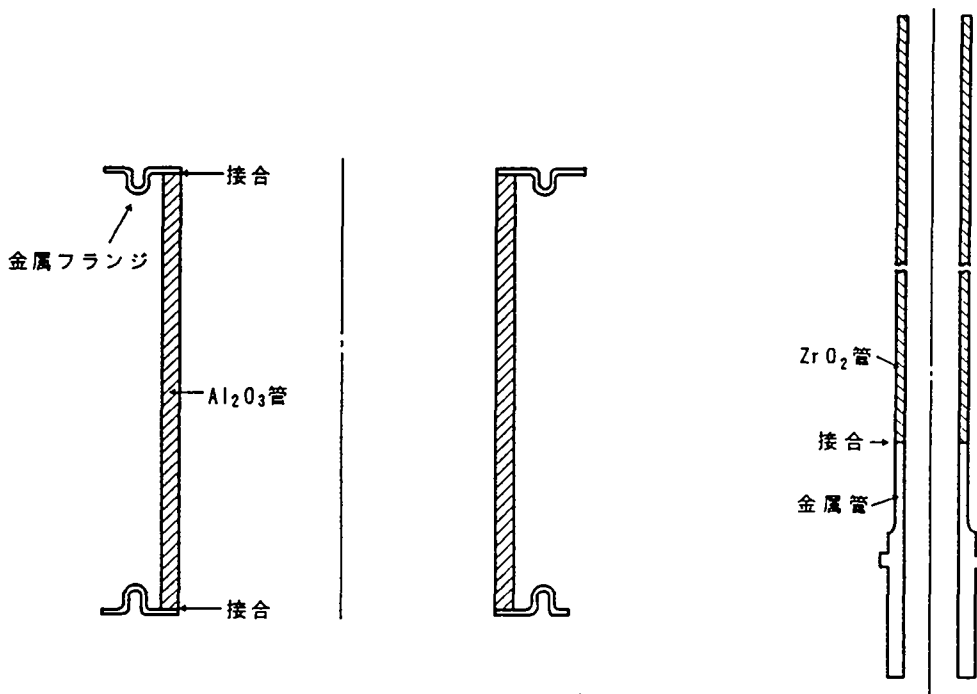
金属合金の材質は、高速回転で使用するため高強度材であることと使用時に発錆のないことが必要であり、候補材として、ステンレス鋼、コバルト、Al合金及びTi合金などが抽出されるが、Al合金ではセラミックスとの接合性、Ti合金ではコスト面で課題があり、検討対象としては、ステンレス鋼及びコバルトを選定した。一方、金属合金の形状については、構造上からの制約はない。

(2) Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータ

本ターボ分子ポンプロータは、急増する半導体製造装置用では腐食環境、核融合炉用では高磁場中で高速回転して使用するため、ロータ材には耐食性にすぐれ、高固有電気抵抗材である Si_3N_4 を採用した。また、部材構成は翼と軸からなるが、これを一体焼結することが困難なため、各々別体焼結した後、接合製作することとした。その際、回転体として酷しい同芯度が要求され、翼と軸の中心をインロー挿入として同芯度をだすこととし、翼は有孔翼と突起付翼、軸については有孔軸とし、孔に突起をさしこむ形で順次積層して位置決め接合した。

3.2.2 管継手

図3.3にセラミックス管と金属板の接合体例として取上げた Al_2O_3 管に金属フランジを接合する高周波加速空洞カプラ及びセラミックス管と金属管の接合体例として取上げた ZrO_2 管と金属管を接合する O_2 分離管の概要を示す。高周波加速空洞カプラは、より高品質化を狙うもので、 O_2 分離管は、新しい高性能機能管の開発を行うものである。



(1) Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ
(セラミックス管と金属板の接合体)

(2) ZrO_2 管/金属管 接合型 O_2 分離管
(セラミックス管と金属管の接合体)

図3.3 検討対象とした管継手の実機製品

両者の材質及び構造は以下のとおりである。

(1) Al_2O_3 管／金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ

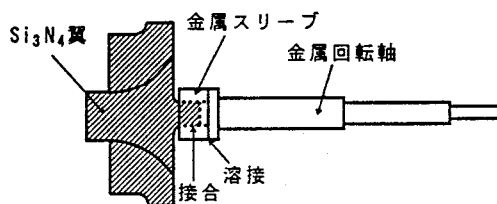
本高周波加速空洞カプラは、管内を高周波が通過するため、管材には発熱防止の点から Al_2O_3 を採用した。また、 Al_2O_3 管を装置本体に取付ける必要があるため、 Al_2O_3 管の端面に金属フランジを接合し、これを介して取付け溶接することとした。このため、フランジの材質は、予熱なしで健全なアーク溶接やろう付ができることが要求され、更に、使用中に発錆のないものが必要なため、ステンレス鋼及びコバルルを選定した。また、フランジの板厚については、溶接性の点から0.5mm以上が必要で厚い方が好ましい。一方、 Al_2O_3 管の形状については、その長さを若干変動させうる構造スペース上の余裕を有している。

(2) ZrO_2 管／金属管 接合型 O_2 分離管

本 O_2 分離管は、 O_2 を選択的に分離する点から、その機能を有する ZrO_2 管を採用した。また、 ZrO_2 管を装置本体に取付ける必要があるため、 ZrO_2 管に金属管を接合し、これを介して取付け溶接することとした。このため、金属管の材質は、溶接性にすぐれることが要求され、更に、使用時に発錆のないものが必要なため、ステンレス鋼及びコバルルを選定した。一方、管径及び管厚については、設計上 ZrO_2 管の機能面から所要寸法が決まるが、金属管の形状的制約はない。

3.2.3 かん合継手

図3.4にセラミックス軸と金属スリーブの接合体例として取り上げた Si_3N_4 翼と金属回転軸を金属スリーブを介して接合するターボチャージャロータの概要を示す。セラミックス翼を用いてターボチャージャロータの高性能化をはかるものである。



Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータ
(セラミックス軸と金属スリーブの接合体)

図3.4 検討対象としたかん合継手の実機製品

材質及び構造は以下のとおりである。

(1) Si_3N_4 翼／金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータ

本ロータは、高温下で高速回転して使用するため、翼材は耐熱及び比強度にすぐれる Si_3N_4 を採用した。また、この Si_3N_4 翼を金属回転軸本体に取付ける必要があるため、一旦金属スリーブと接合し、これを介して取付け溶接することとした。このため、金属スリーブの材質は、高温強度が大きく溶接性にすぐれると共に継手にかん合継手様式を用いる場合、熱膨張係数が Si_3N_4 より若干大きい材質が望ましいため、インコロイ合金を選定した。一方、 Si_3N_4 翼の軸径及び金属スリーブの厚さなどの形状寸法は、剛性面から決まる。

3.3 検討した接合時の残留応力緩和法及び使用時の作用応力緩和法

3.3.1 各種応力緩和法と本研究で検討した応力緩和法の位置付け

残留応力緩和法としては、大別すると、①接合材料面からの対応策（熱膨張係数差低減法、剛性低減法）、②接合条件面からの対応策（接合温度低減法）、③接合体形状面からの対応策（応力緩和構造法）がある⁸⁹⁾。

これらのなかで、熱膨張係数差低減法では、セラミックスに対して熱膨張差の小さい金属材料を採用する方法やセラミックスと金属の間にその中間の熱膨張係数を有する単一又は複数傾斜層を挿入する方法、剛性低減法では、軟質金属、傾斜強度金属あるいは複合材料などを中間層として挿入する方法が提示されており、接合温度低減法では、低温接合（常温接合）が提案されている。また、応力緩和構造法では、界面端部形状の適正化やサンドイッチ構造の適用などが示されている。

本研究では、取上げた実機製品の個々の制約条件を勘案し、①の接合材料面からの対応策として、セラミックスに対し熱膨張係数差の小さい金属材料を選択する最も単純な方法と、③の応力緩和構造法として、接合界面端部の形状改善やサンドイッチ構造を取上げ、各種継手形式を代表する実機製品で具体的方法の抽出検討を行った。

また、使用時の作用応力の緩和法に対しては、接合時の残留応力の緩和法がそのまま適用できる可能性があり、これを主体にやはり実機製品を対象にしてその効果を評価した。

以下に、検討を加えた応力緩和法を述べる。

3.3.2 実機製品で適用検討した応力緩和法

セラミックスと金属の接合継手では、接合時の残留応力の緩和と使用時の作用応力の緩和を検討し、セラミックスどうしの接合継手に対しては、使用時の作用応力の緩和について検討した。以下にその概要を述べる。

(1) 平板継手

(1.1) 金属板へのスリット挿入

セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石を対象に、金属合金へのスリット挿入による接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和効果を検討した。

検討を加えた対象研削砥石の概要を図3.5に示す。

まず、残留応力の緩和については、下記3ケースの材料組合せ（ケース1～3）について調査した後、適正組合せのものについて、スリット挿入の効果（ケース4）を検討した。

スリット挿入による残留応力の緩和は、セラミックス砥石と金属合金との周方向の熱膨張差で周方向の接合界面端部に大きな残留応力の発生が考えられるため、接合界面端の金属合金の半径方向にスリットを設けて金属合金の周方向圧縮剛性を小さくし、熱膨張差を吸収して、応力集中の緩和を狙うものである。

ケース1	cBN・フリット／ Al_2O_3 ・フリット砥石	← 接 合 →	SUS304合金
ケース2	cBN・フリット／ Al_2O_3 ・フリット砥石	← 接 合 →	SUS410合金
ケース3	cBN・フリット／ Al_2O_3 ・フリット砥石	← 接 合 →	コバル合金

ケース4 cBN・フリット/Al₂O₃・フリット砥石 ← 接合 → スリット挿入コバル合金

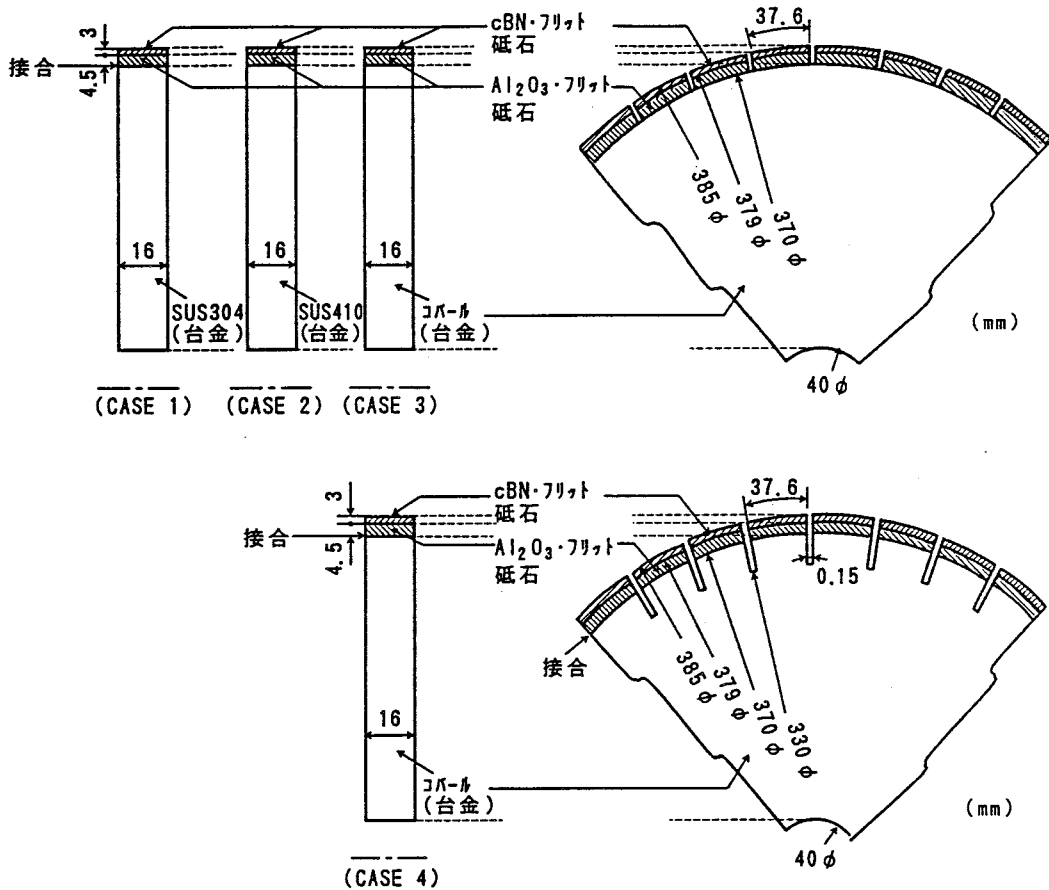


図3.5 検討を加えたセラミックス砥石/金属合金
接合型研削砥石の概要

一方、使用時の作用応力の緩和については、高速回転で発生する応力に対するスリット挿入の効果を検討した。すなわち、研削砥石を高速回転すると、セラミックス砥石を金属合金に単純に接合したものは、金属合金が周方向に伸びることによって接合界面端に応力が集中し、接合界面の剥離及びセラミックスの破断が懸念される。その際、金属合金にスリットを挿入して、金属合金の接合面の周方向の変形を抑え、発生応力の緩和を狙うものである。スリット挿入をしない場合と比較して検討した。

(1.2) 接合領域規制

Si₃N₄翼/Si₃N₄軸 接合型ターボ分子ポンプロータを対象に、接合領域を規制することによる使用時の作用応力の緩和効果を検討した。

検討を加えた対象ターボ分子ポンプロータの概要を図3.6に示す。

本ロータを高速回転すると、有孔翼、突起付翼及び軸の形状差により各々の半径方向の変位特性が異なることから、接合界面には変形を連続化させるための力が作用し、特に、内周側の接合界面端部への大きなせん断及び引張応力の集中による接合界面の剥離が懸念される。その際、応力集中の度合は、接合面の半径方向長さに依存すると考えられるため、接合部内周端をインロー

部から離して継手部に発生する応力の緩和を狙うものである。下記のように接合領域を変化させて、その効果を検討した。

ケース1～3 Si_3N_4 翼 \longleftrightarrow Si_3N_4 翼 \longleftrightarrow Si_3N_4 軸

- ケース1：接合内周端をインロー部から 8.5mm離して接合
- ケース2：接合内周端をインロー部から11.5mm離して接合
- ケース3：接合内周端をインロー部から15.5mm離して接合

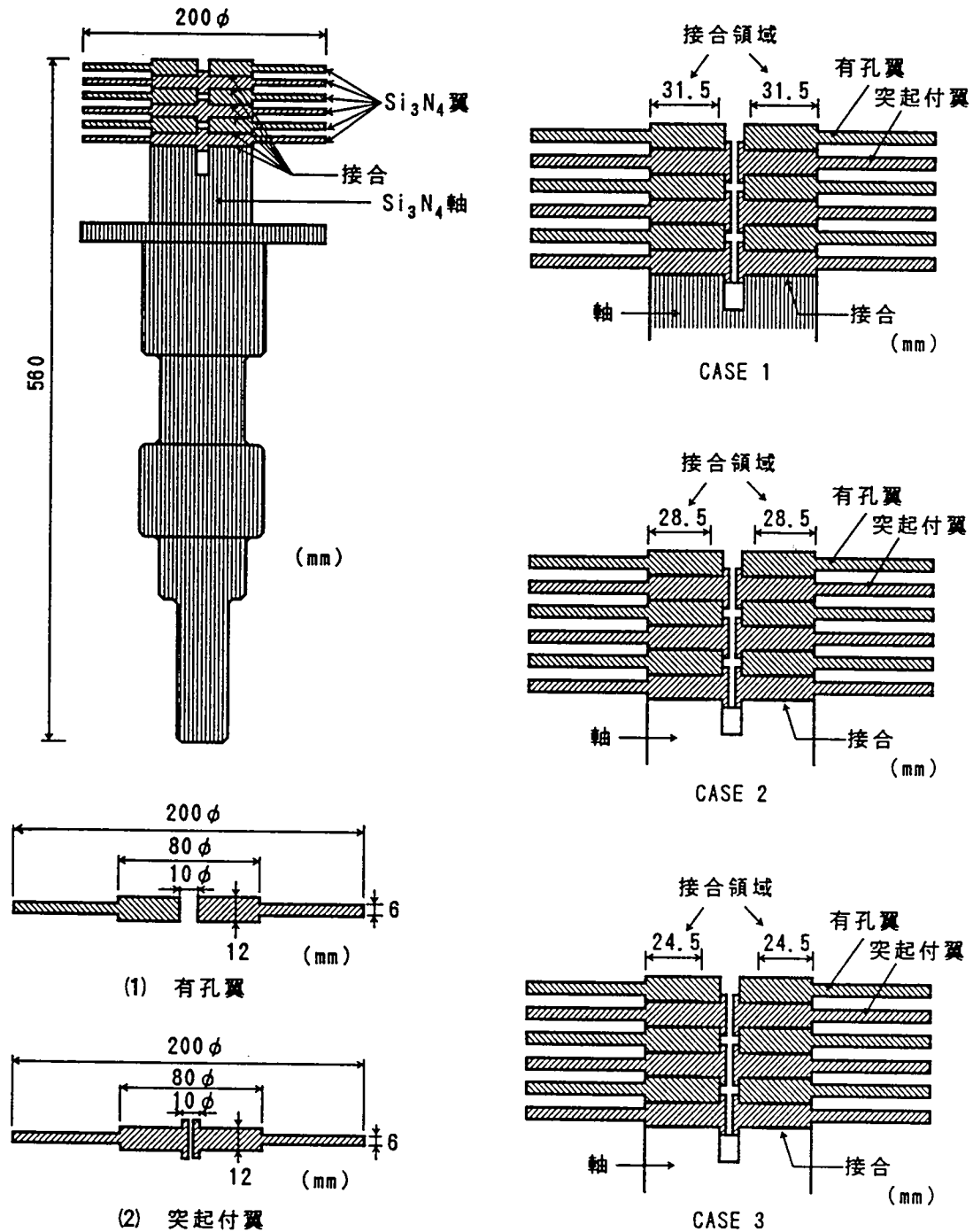


図3.6 検討を加えた Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸
接合型ターボ分子ポンプロータの概要

(2) 管継手

(2.1) 変形の対称化と剛性の適正化

Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラを対象に、継手部のサンドイッチ構造を用いた変形の対称化と剛性の適正化による接合時の残留応力の緩和効果を検討した。

検討を加えた対象カプラの概要を図3.7に示す。

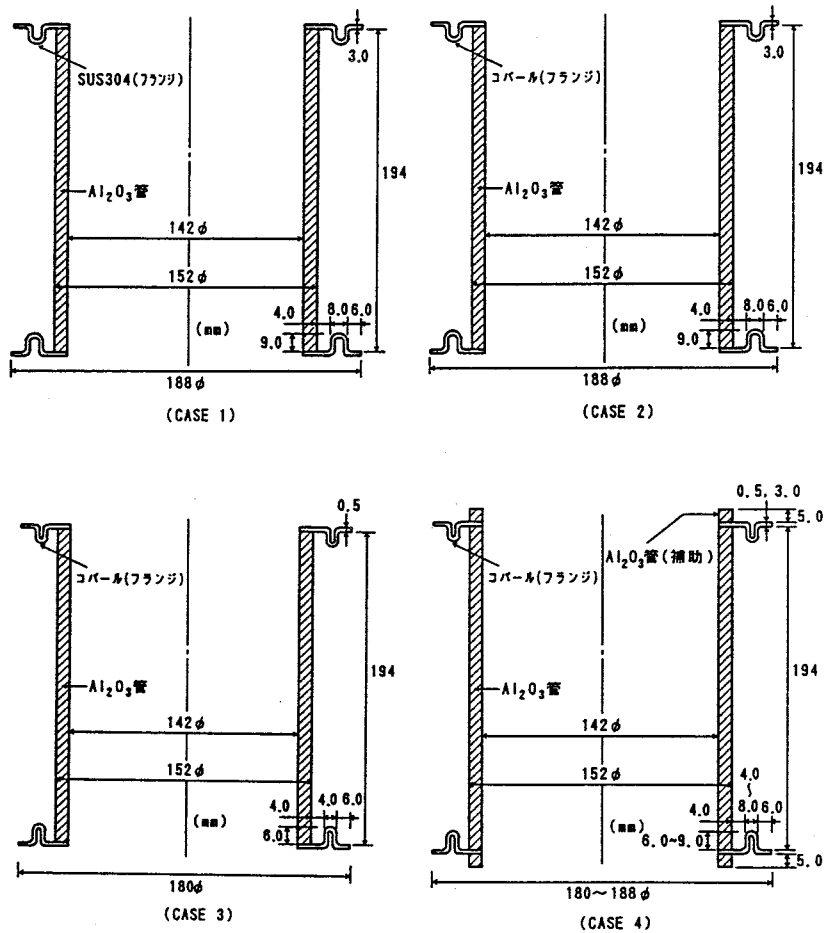


図3.7 検討を加えた Al_2O_3 管/金属フランジ
接合型高周波加速空洞カプラの概要

まず、下記2ケースの材料組合せ（ケース1～2）について調査した後、適正組合せのものについて、金属フランジの減厚（ケース3）及び補助 Al_2O_3 管の取付け接合（ケース4）の効果を検討した。

- | | | | | |
|------|-------------|--------|------------|---|
| ケース1 | Al_2O_3 管 | ← 接合 → | SUS304フランジ | (板厚: 3.0mm) |
| ケース2 | Al_2O_3 管 | ← 接合 → | コバルフランジ | (板厚: 3.0mm) |
| ケース3 | Al_2O_3 管 | ← 接合 → | コバルフランジ | (板厚: 0.5mm) |
| ケース4 | Al_2O_3 管 | ← 接合 → | コバルフランジ | ← 接合 → 補助 Al_2O_3 管
(板厚: 0.5, 3.0mm) |

金属フランジの減厚による残留応力の緩和は、接合冷却時に相対熱変形が与えられた場合、発生する力はフランジの剛性（断面積）に依存するため、板厚を薄くしてこの力の減少をはかり、残留応力の緩和を狙うものである。

また、補助 Al_2O_3 管の取付け接合による残留応力の緩和は、 Al_2O_3 管端に異材を接合すると、熱膨張係数差の違いにより曲がり変形が生じ、大きな曲げ応力の発生が考えられるため、対称的に補助 Al_2O_3 管を接合し、変形の対称化による曲げ応力の低減で残留応力の緩和を狙うものである。

(2.2) 金属管へのスリット挿入

ZrO_2 管/金属管 接合型 O_2 分離管を対象に、金属管へのスリット挿入による接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和効果を検討した。

検討を加えた対象 O_2 分離管の概要を図3.8に示す。

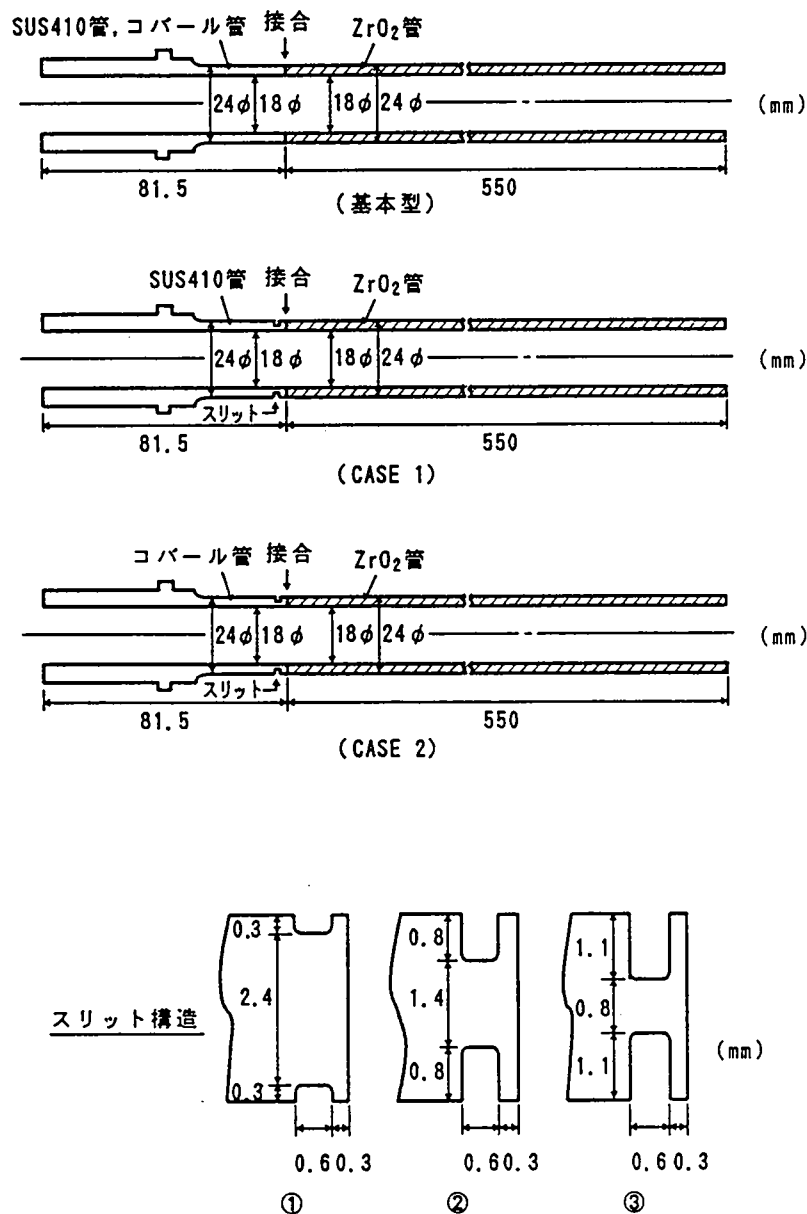


図3.8 検討を加えた ZrO_2 管/金属管 接合型 O_2 分離管の概要

まず、残留応力については、管の半径方向の剛性と板厚内の面内剛性が残留応力に大きく影響すると考えられるため、接合界面から少し離れた位置の金属管内外面にスリットを設けて、これらの剛性を下げることによる残留応力の緩和を狙うものである。下記のように、材料組合せの異なるスリット挿入管を用いた場合について検討した。

ケース1 ZrO_2 管 ← 接合 → スリット挿入SUS410管

ケース2 ZrO_2 管 ← 接合 → スリット挿入コバルト管

一方、使用時の作用応力の緩和については、曲げ荷重による発生応力に対するスリット挿入の効果を検討した。すなわち、本接合管は、使用時に ZrO_2 管に曲げ荷重が負荷され、継手部の外周面に引張応力が発生して、接合界面あるいは ZrO_2 中の破断が懸念される。その際、金属管にスリットを挿入することにより、力線を管外周面から内部にもっていくことにより、接合界面及びその近傍の ZrO_2 管の外周部における発生応力の緩和を狙うものである。スリット挿入をしない場合と比較して検討した。

(3) かん合継手

(3.1) 金属スリーブのテーパ取り及びスリット挿入

Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータを対象に、金属スリーブのテーパ取り及びスリット挿入による接合時の残留応力の緩和効果を検討した。

検討を加えた対象ターボチャージャロータの概要を図3.9に示す。

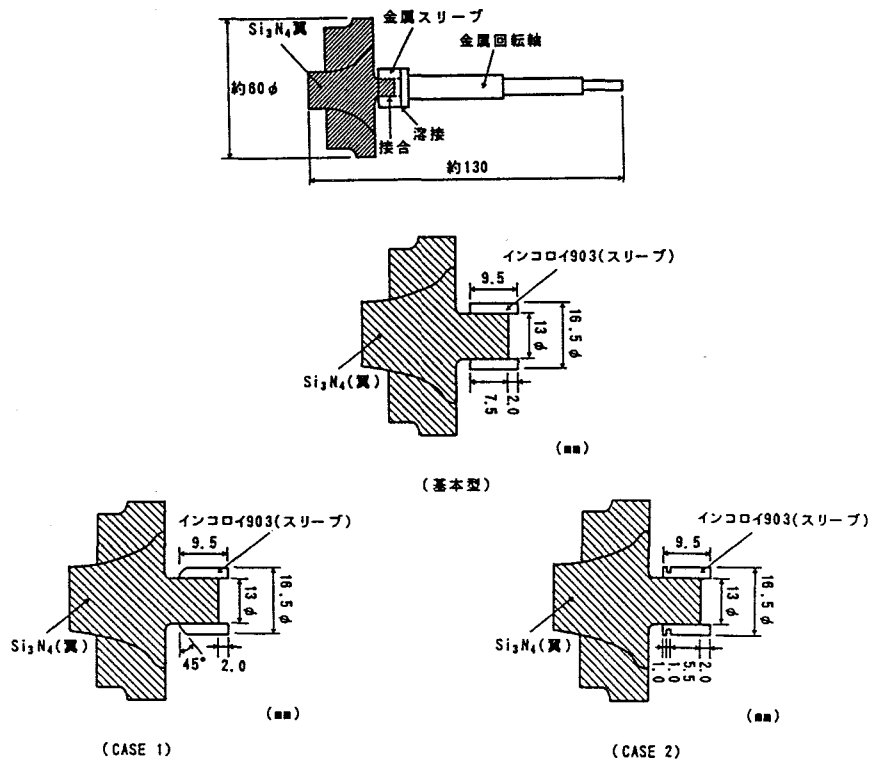
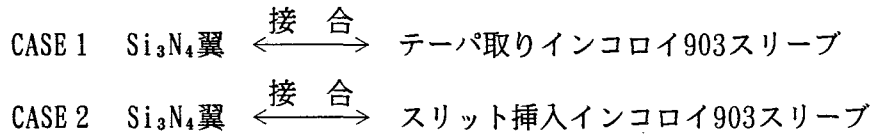


図3.9 検討を加えた Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータの概要

Si₃N₄翼軸部と金属スリーブの熱膨張差によって、かん合接合端のSi₃N₄表面に大きな残留応力が発生するため、金属スリーブの外周面先端にテーパ取り又はスリット挿入を行い、半径方向及び軸方向の剛性をさげて、残留応力の緩和を狙うものである。下記のように、スリーブにインコロイ903を用いた場合について検討した。



3.4 応力解析

FEMで弾性応力解析を行った。

3.4.1 解析方法

(1) 平板継手

(1.1) 金属板へのスリット挿入

解析対象はセラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石である。

(1.1.1) 接合時の残留応力の解析

解析モデルを図3.10に示す。セラミックス砥石の1分割片に相当する部位の周方向 $\frac{1}{2}$ 、厚さ方向 $\frac{1}{2}$ の領域の3次元体とした。図中に座標系及び境界条件をあわせて示す。砥石の半径方向すなわち接合界面に直角方向を r 、周方向を θ 、厚さ方向を z とし、分割片の側面で θ 方向、底面で z 方向の変位を拘束した。

また、解析に用いた要素分割を付録3Aに示すが、要素は6面体要素を主体とし、最小要素は $0.3 \times 0.3 \times 0.3\text{mm}$ とした。

荷重条件としては、セラミックス砥石及び金属合金に比べ厚さが薄いろう材の存在を無視し、接合体中で温度勾配がつかず、均熱状態でろう材の凝固温度(1063K)から室温(298K)まで冷却すると仮定した時の温度差を熱負荷として与えた。

(1.1.2) 使用時の作用応力の解析

解析モデル、座標系及び要素分割とも接合時の残留応力の解析の場合と同じである。

荷重条件としては、目標回転周速300m/s(回転数14900rpm)を採用した。

(1.2) 接合領域規制

解析対象はSi₃N₄翼／Si₃N₄軸 接合型ターボ分子ポンプロータである。

(1.2.1) 使用時の作用応力の解析

解析モデルを図3.11に示す。Si₃N₄軸は接合部より57mm離れた位置までを解析領域とし、全体を軸対称体とした。図中に座標系及び境界条件をあわせて示す。Si₃N₄翼の半径方向を r 、周方向を θ 、軸方向すなわち接合界面に直角方向を z とし、接合部より57mm離れたSi₃N₄軸部で z 方向の変位を拘束した。

また、解析に用いた要素分割を付録3Bに示すが、要素は三角形要素とし最小要素は $1.0 \times 1.0\text{mm}$ とした。

荷重条件としては、目標回転周速290m/s(回転数28000rpm)を採用した。

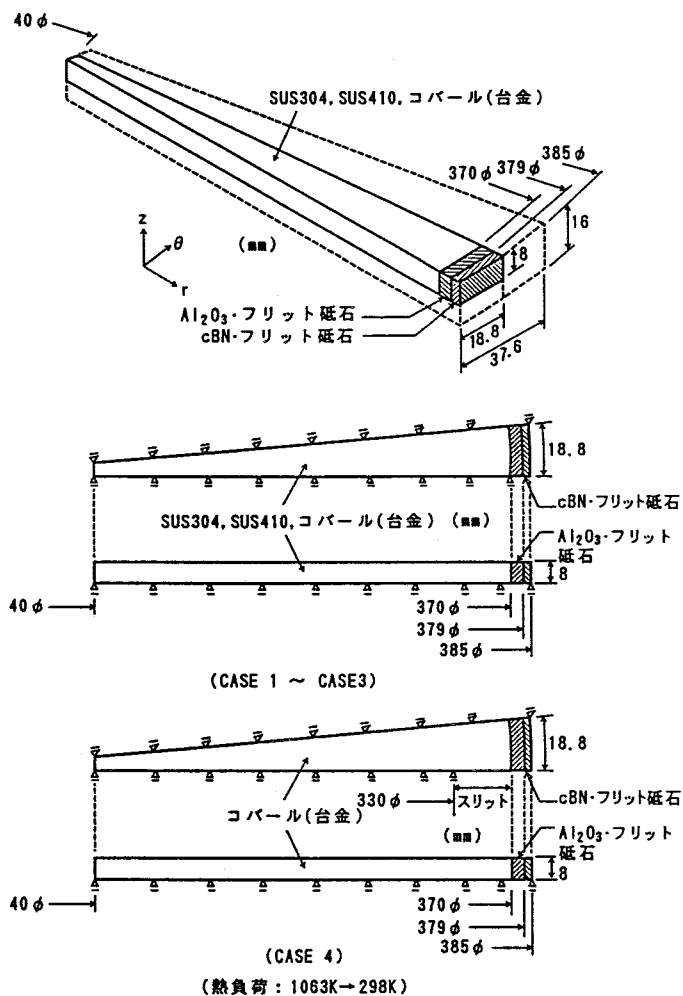


図3.10 セラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石における
接合時の残留応力解析モデル

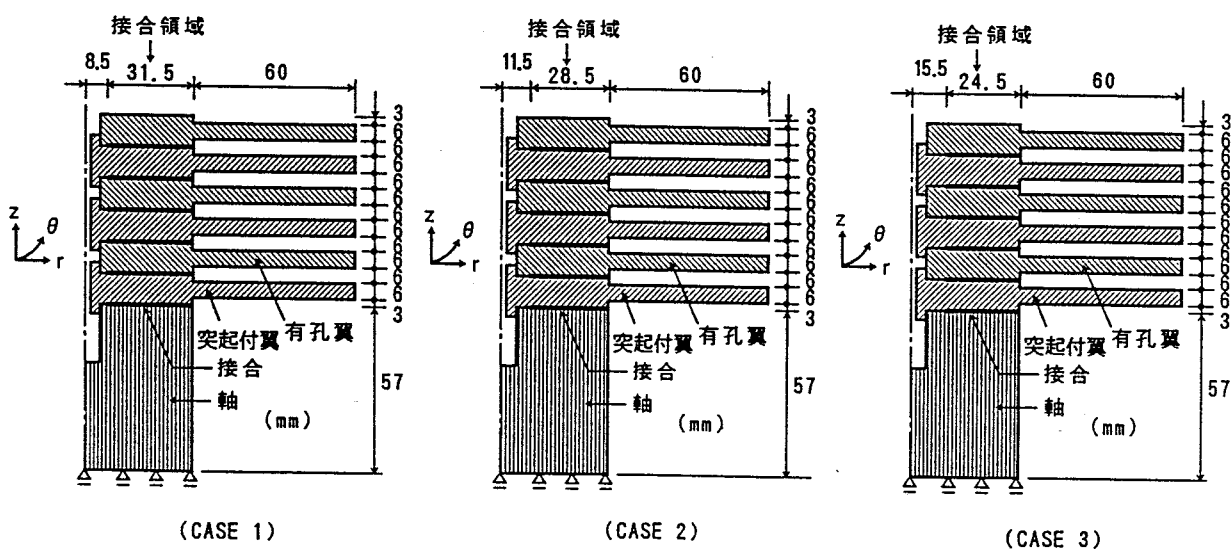


図3.11 Si₃N₄翼/Si₃N₄軸 接合型ターボ分子ポンプロータにおける
使用時の作用応力解析モデル

(2) 管継手

(2.1) 変形の対称化と剛性の適正化

解析対象は Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラである。

(2.1.1) 接合時の残留応力の解析

解析モデルを図3.12に示す。長い円筒条件が成立する管長さとし、 Al_2O_3 管は接合界面から97mm離れたところ (Al_2O_3 管全長の $\frac{1}{2}$)、フランジは折り曲がりまでの4mmと立上り4mmのところまでを解析領域とする軸対称体とした。図中に座標系及び境界条件をあわせて示す。管の半径方向を r 、周方向を θ 、軸方向すなわち接合界面に直角方向を z とし、接合界面から97mm離れた Al_2O_3 管の内径位置で z 方向の変位を拘束した。

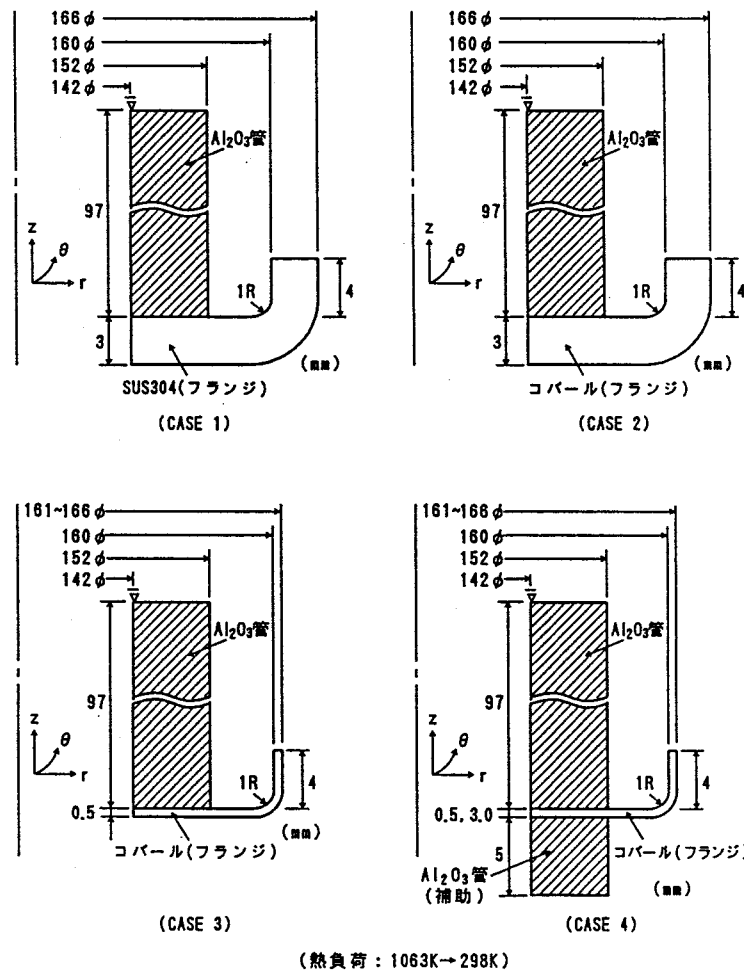


図3.12 Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラにおける接合時の残留応力解析モデル

また、解析に用いた要素分割を付録3Cに示すが、要素は矩形要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍の Al_2O_3 中で 0.28×0.30 mmとした。

荷重条件としては、 Al_2O_3 、鋼に比べ厚さが薄いろう材の存在を無視し、接合体中で温度勾配がつかず、均熱状態でろう材の凝固温度 (1063K)から室温(298K)まで冷却すると仮定した時の温度差を熱負荷として与えた。

(2.2) 金属管へのスリット挿入

解析対象はZrO₂管/金属管 接合型O₂分離管である。

(2.2.1) 接合時の残留応力の解析

解析モデルを図3.13に示す。長い円筒条件が成立する管長さとし、接合界面からZrO₂管、金属管各々25mmまでの全長50mmを解析領域とする軸対称体とした。図中に座標系及び境界条件をあわせて示す。管の半径方向を r ，周方向を θ ，軸方向すなわち接合界面に直角方向を z とし、接合界面の内径端で z 方向の変位を拘束した。

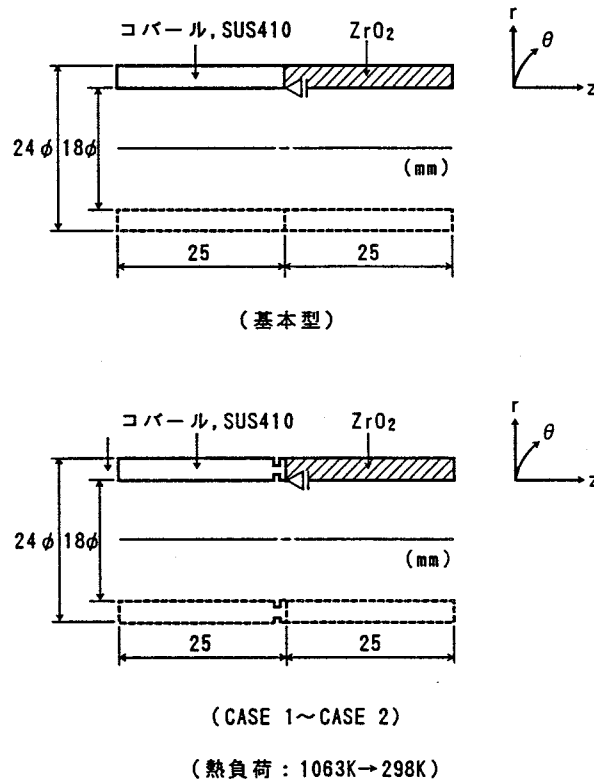


図3.13 ZrO₂管/金属管 接合型O₂分離管における接合時の残留応力解析モデル

また、解析に用いた要素分割を付録3Dに示すが、要素は矩形要素を主体とし、最小要素は 0.04×0.04 mmとした。

荷重条件としては、ZrO₂、鋼に比べ厚さが薄いろう材の存在を無視し、接合体中で温度勾配がつかず、均熱状態でろう材の凝固温度(1063K)から室温(298K)まで冷却すると仮定した時の温度差を熱負荷として与えた。

(2.2.2) 使用時の作用応力の解析

解析モデル、座標系及び要素分割とも接合時の残留応力の解析の場合と同じである。

荷重条件としては、継手部より550mm離れたZrO₂管端に5kgfの荷重が負荷された時の継手部外表面における曲げ公称応力(σ_{bm})と等しい一様引張応力(σ_{mm})となる引張外力(Q)をZrO₂管の端面に加えた。すなわち、第2章の継手強度試験結果から、破断は接合界面又は接合界面か

ら0.05~1.0mm程度離れた梁理論による曲げ応力が最大となる外表面から生じており、また、接合界面端の応力集中場すなわち特異点の影響波及域は、同様に第2章の接合時の残留応力解析及び計測結果によると、接合界面から0.3~0.4mm程度であったことから、曲げ外力を外表面の応力が等しい引張応力に置き換えて負荷しても、接合界面近傍の応力状態の把握が可能であると推察され、接合界面近傍の応力分布状態について、曲げ外力を上述した引張外力に置き換えた解析を行って求めることとした。図3.14~3.15に荷重及び境界条件を示す。

$$M = 550 \times 5, \quad Z = \frac{\pi}{32} \left(\frac{24^4 - 18^4}{24} \right), \quad \sigma_{bm} = \frac{M}{Z} = 2.96 \text{kgf/mm}^2$$

$$\sigma_{nn} = \frac{Q}{A} = \sigma_{bm}, \quad Q = A \sigma_{bm} = 2.96 \text{kgf/mm}^2$$

M : 曲げモーメント, Z : 断面係数, A : 断面積

σ_{bm} : 公称曲げ応力, σ_{nn} : 公称引張応力, Q : 等価引張外力

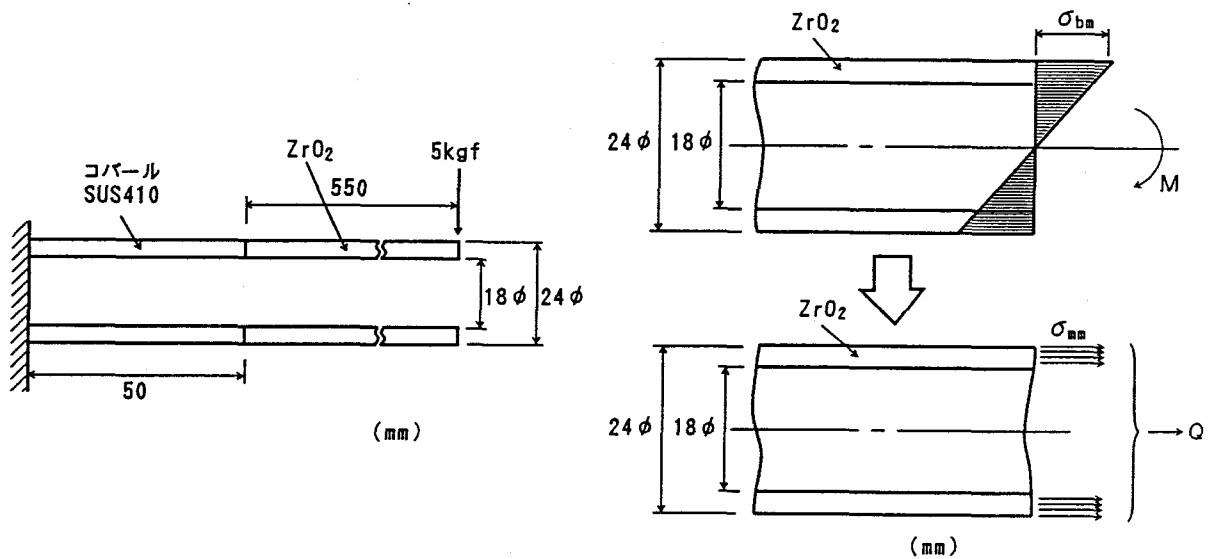


図3.14 ZrO₂管/金属管 接合型O₂分離管における使用時の作用応力解析時の荷重条件

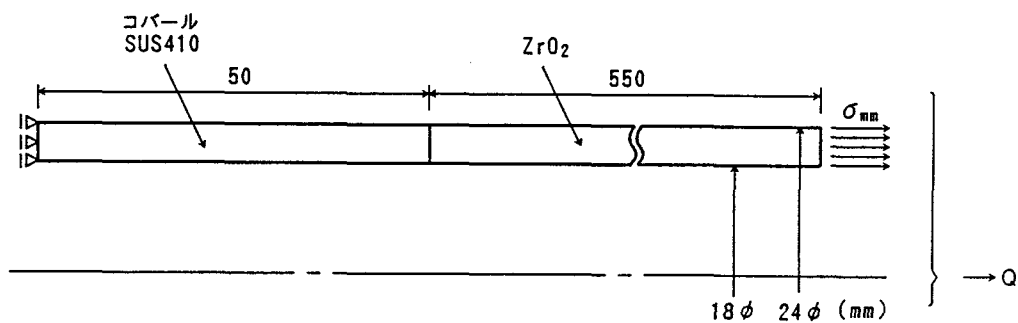


図3.15 ZrO₂管/金属管 接合型O₂分離管における使用時の作用応力解析時の境界条件

(3) かん合継手

(3.1) 金属スリーブのテーパ取り及びスリット挿入

解析対象は Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータである。

(3.1.1) 接合時の残留応力の解析

解析モデルを図3.16に示す。インコロイ903 スリーブ端より15mm離れたところまでを解析領域とする軸対象体とした。図中に座標系及び境界条件をあわせて示す。 Si_3N_4 軸の半径方向を r ，周方向を θ ，軸方向を z とし， Si_3N_4 翼軸端の中心部で z 方向の変位を拘束した。

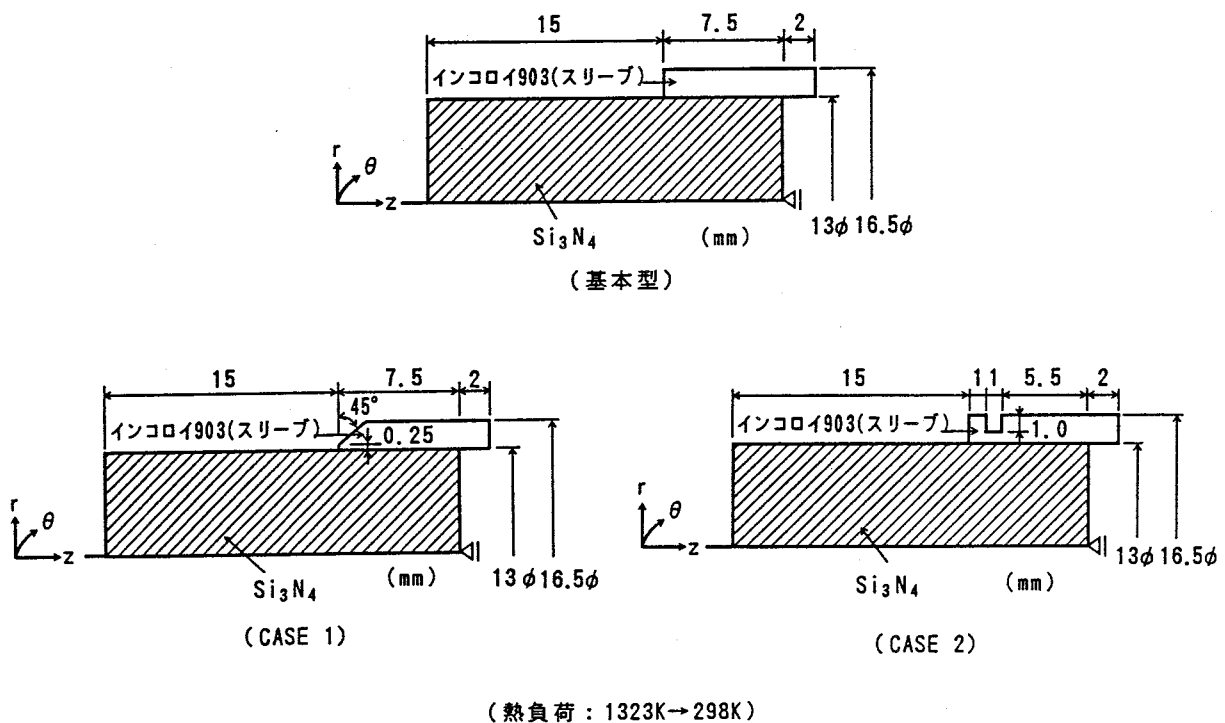


図3.16 Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータにおける接合時の残留応力解析モデル

また，解析に用いた要素分割を付録3 Eに示すが，要素は矩形要素とし，最小要素は 0.21×0.25 mmとした。

荷重条件としては， Si_3N_4 及び鋼に比べ厚さが薄いインサート材の存在を無視し，接合体中で温度勾配がつかず，均熱状態で接合温度(1323K) から室温(298K)まで冷却すると仮定した時の温度差を熱負荷として与えた。

なお，解析に用いた材料定数を一括して表3.1に示す。熱膨張係数は室温からろう材の凝固温度付近又は接合温度までの平均熱膨張係数，ヤング率及びポアソン比は温度変化に対し一定値(室温値)とした。

表 3. 1 計算に用いた材料定数

材 料	ヤング率 MPa (室温)	ポアソン比	熱膨張係数 1/K
cBN・フリット砥石	9.03×10^4	0.20	4.8×10^{-6} (室温~1073K)
Al_2O_3 ・フリット砥石	6.18×10^4	0.22	7.5×10^{-6} (")
Al_2O_3	3.43×10^5	0.25	7.9×10^{-6} (")
ZrO_2	1.86×10^5	0.20	10.2×10^{-6} (")
Si_3N_4	2.94×10^5	0.28	4.0×10^{-6} (室温~1323K)
コバルル	1.37×10^5	0.32	10.3×10^{-6} (室温~1073K)
SUS410	2.01×10^5	0.24	11.9×10^{-6} (室温~1060K)
SUS304	1.93×10^5	0.25	18.7×10^{-6} (室温~ 922K)
インコ1903	1.47×10^5	0.24	15.1×10^{-6} (室温~1323K)

3. 4. 2 解析結果

(1) 平板継手

(1. 1) 金属板へのスリット挿入による応力緩和

セラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石を対象に、接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和について検討した。

第2章で、金属板上に小寸法のセラミックス板を接合する平板継手では、接合界面近傍のセラミックス表面において接合界面に直角方向の残留応力(引張)が発生し、その値が大きくなると低荷重破断することを述べたが、本研削砥石は基本的に継手形状が同一であることと使用時に高速回転によって上記残留応力と同一方向の引張応力が発生するため、接合時の残留応力及び使用時の作用応力いずれについても、接合界面に直角方向の応力(σ_r)で検討を行った。

残留応力に関しては、まず、金属合金へのスリット挿入がない場合について、金属合金の材質をSUS304、SUS410及びコバルルと変え、接合時の接合界面及び砥石部に発生する応力分布を解析した。その結果、いずれもほぼ同じ分布傾向を示したので、SUS304合金の場合を代表して図3.17に示す。

接合界面に直角方向のコーナ部(Aライン)、側面中心部(B、Cライン)、砥石中心部(Dライン)及びこれに接合界面(Eライン)、 Al_2O_3 ・フリット砥石とcBN・フリット砥石の界面(Fライン)を加えて図示したが、コーナ部(Aライン)及び砥石中心部(Dライン)で大きな引張応力、コーナ部(Aライン)で大きな圧縮応力の発生が認められた。

このため、このコーナ部(Aライン)及び砥石中心部(Dライン)における応力分布に着目し、金属合金の材質を変えた場合と金属合金をコバルルとしてスリット挿入を行った場合の比較評価を行った。その結果を図3.18に示す。

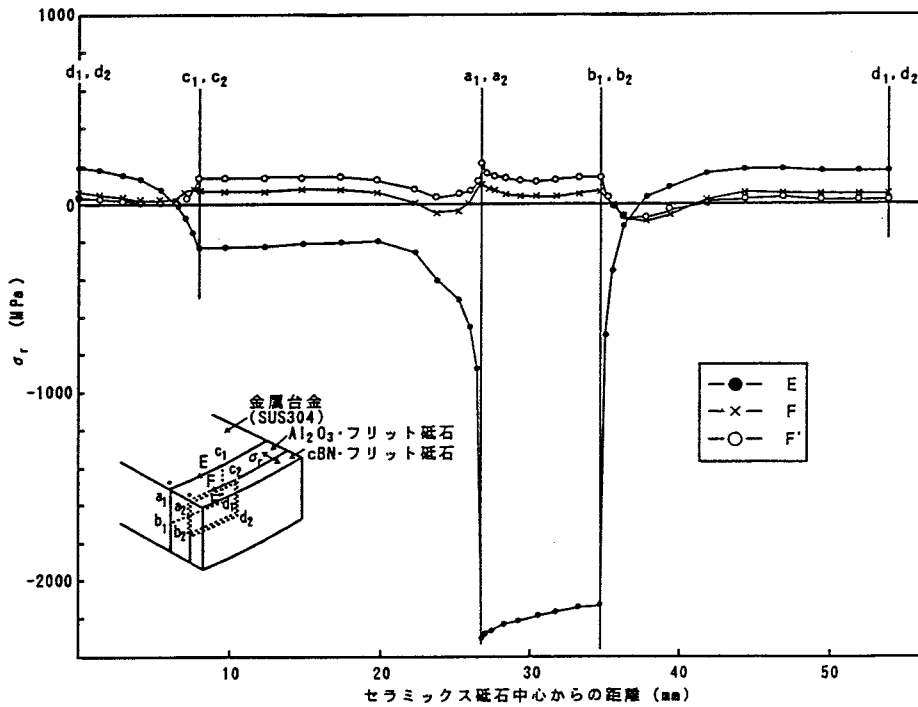
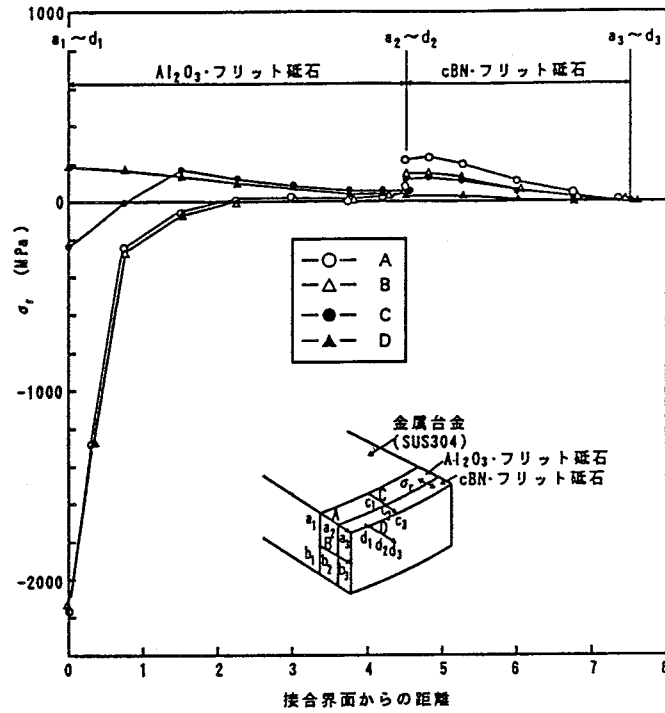


図3.17 セラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石において
金属合金にSUS304を用いた時の接合時の残留応力分布
(接合界面及び砥石部における σ_r 分布)

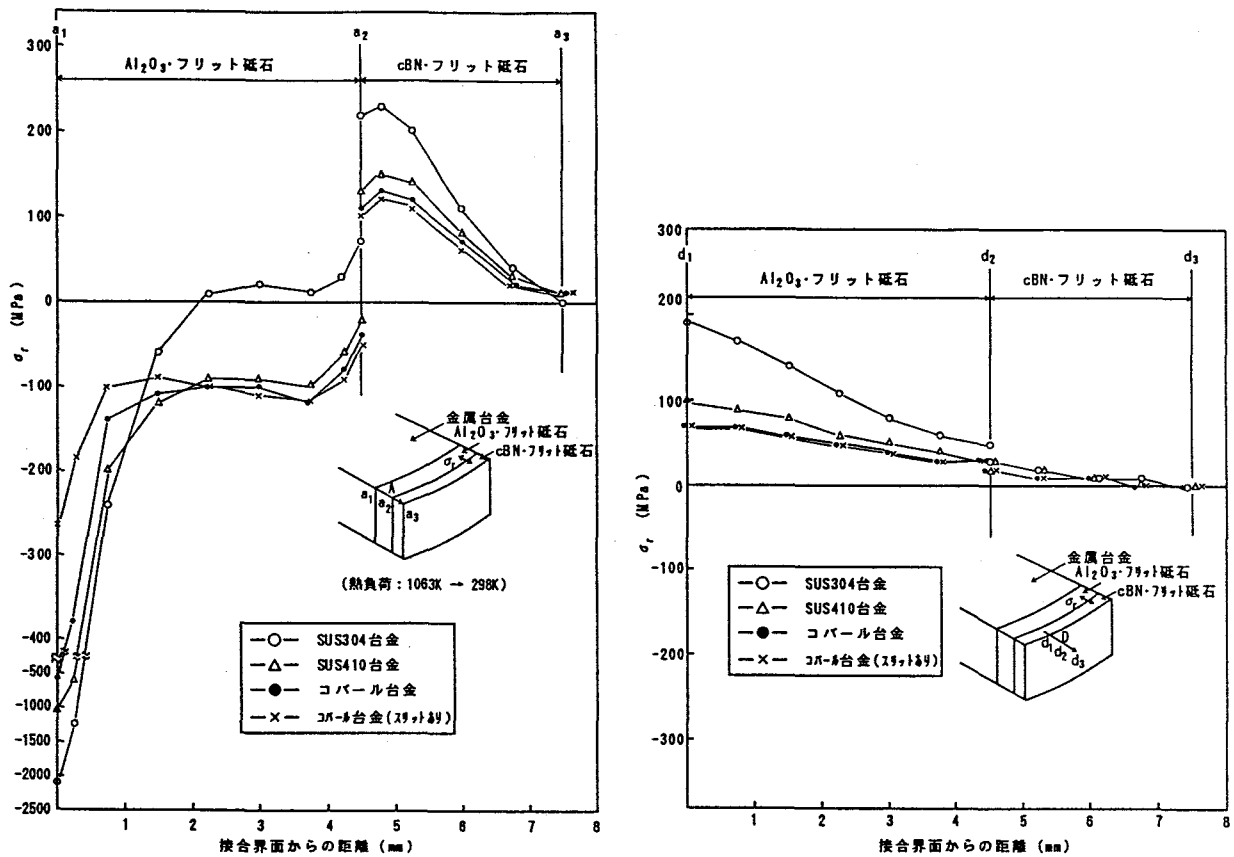


図3.18 セラミックス砥石/金属台金 接合型研削砥石における接合時の残留応力分布に及ぼす金属台金材質及び金属台金へのスリット挿入の影響 (接合界面及び砥石部における σ_r 分布)

接合界面及び Al_2O_3 ・フリット砥石部では、コーナ部（Aライン）で圧縮応力を主体に、砥石中心部（Dライン）で引張応力が発生し、接合界面で応力値が高くなるが、その最大値はSUS304、SUS410、コバル合金の順に低下して、セラミックス砥石と金属台金との熱膨張係数差の減少で残留応力の緩和が認められた。

一方、cBN・フリット砥石部では、コーナ部（Aライン）及び砥石中心部（Dライン）で引張応力が発生し、 Al_2O_3 ・フリット砥石とcBN・フリット砥石の界面又はその近傍で応力値が高くなるが、やはり、上記と同じ材料組合せの順に低下した。なお、材料組合せとして、最も適切なコバル合金の場合にスリット挿入を行った場合であるが、引張の残留応力の低減効果はあまり認められなかった。

以上より、セラミックス砥石と金属台金の熱膨張係数差を小さくする材料組合せとすることが最もすぐれた残留応力の緩和効果をもたらすと言える。

次に、使用時の高速回転（回転周速度 300m/s、回転数 14900rpm）による作用応力についても、残留応力の場合と同様に、金属台金へのスリット挿入がない場合について、金属台金の材質をSUS304、SUS410及びコバルと変えて解析した。その結果、いずれもほぼ同じ応力分布傾向を示したので、SUS304合金の場合を代表して図3.19に示す。

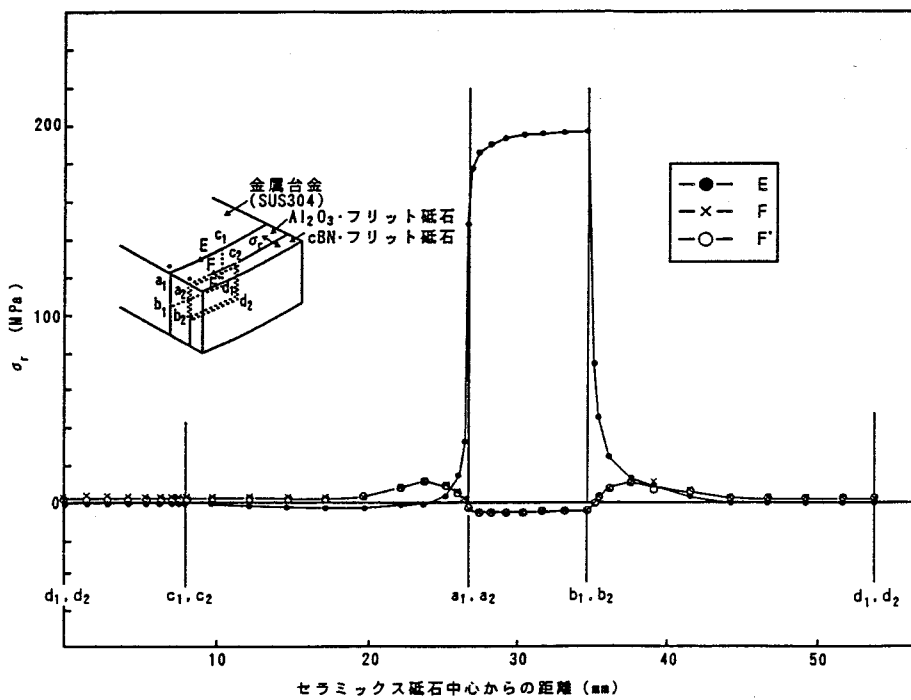
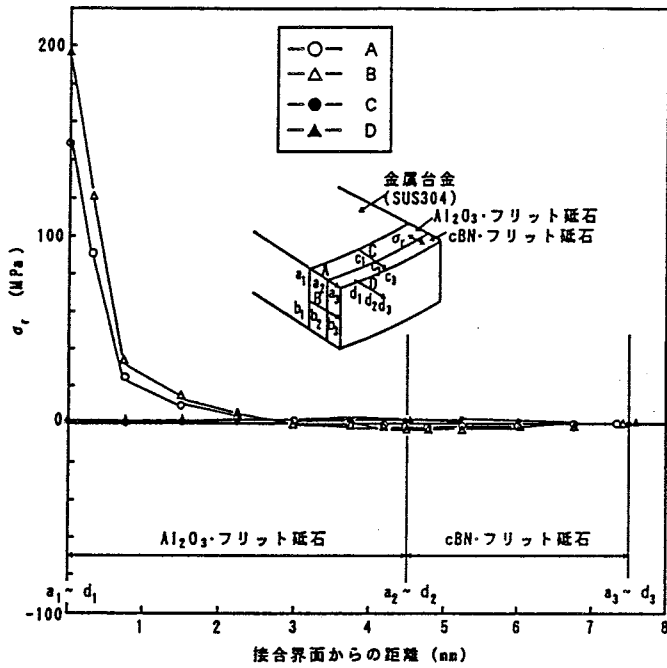


図3.19 セラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石において
金属合金にSUS304を用いた時の使用時(回転)の作用応力分布
(接合界面及び砥石部における σ_r 分布)

残留応力と同様の位置について図示したが、側面中心部（Bライン）で大きな引張応力の発生が認められた。

このため、この側面中心部（Bライン）における応力分布を取上げ、金属合金の材質が変化した場合と金属合金をコバルトとしてスリット挿入を行った場合の比較評価を行った。その結果を図3.20に示す。

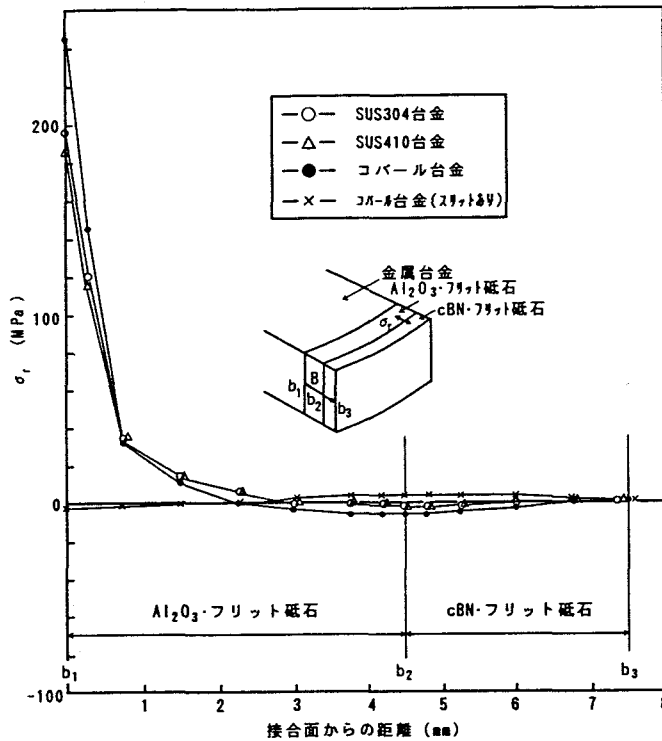


図3.20 セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石における使用時（回転）の作用応力分布に及ぼす金属合金材質及び金属合金へのスリット挿入の影響（セラミックス砥石の側面中心部における σ_t 分布）

接合界面で最も大きな引張応力を発生し、SUS304、SUS410及びコバルト合金いずれにおいても180MPa以上となる。これに対し、コバルト合金にスリット挿入を行った場合は、接合界面、 Al_2O_3 ・フリット砥石部及びcBN・フリット砥石部全域に亘って、ほとんど発生応力が消失している。

すなわち、金属合金にスリットを挿入することにより、金属合金の接合面の周方向の変形が抑えられ、予測どおり回転による発生応力を抑制できることが判った。

以上、金属円板の外周面にセラミックス板を分割接合した平板継手の回転体においては、セラミックスと金属の熱膨張係数やヤング率等の物性値の差異を小さくする材料組合せを採用した後、金属側にスリット挿入を行うと、前者で接合時の残留応力が緩和され、後方で回転作動する際の発生応力をほとんど消失させて、優れた応力緩和がはかられると言える。

(1.2) 接合領域規制による応力緩和

Si₃N₄翼/Si₃N₄軸 接合型ターボ分子ポンプロータを対象に、使用時の作用応力の緩和について検討した。

本ロータはセラミックスどうしの接合体であるため、セラミックスと金属の接合体に比べ接合時の残留応力は軽微なものとなる。このため、解析は、使用時の高速回転（回転周速290m/s、回転数28000rpm）によって継手部の損傷を招く懸念のある応力成分に着目し、接合界面に発生する半径/軸方向のせん断応力（ τ_{rz} ）と接合界面に直角方向の応力（ σ_z ）を取上げて行った。解析結果を図3.21～3.22に示す。

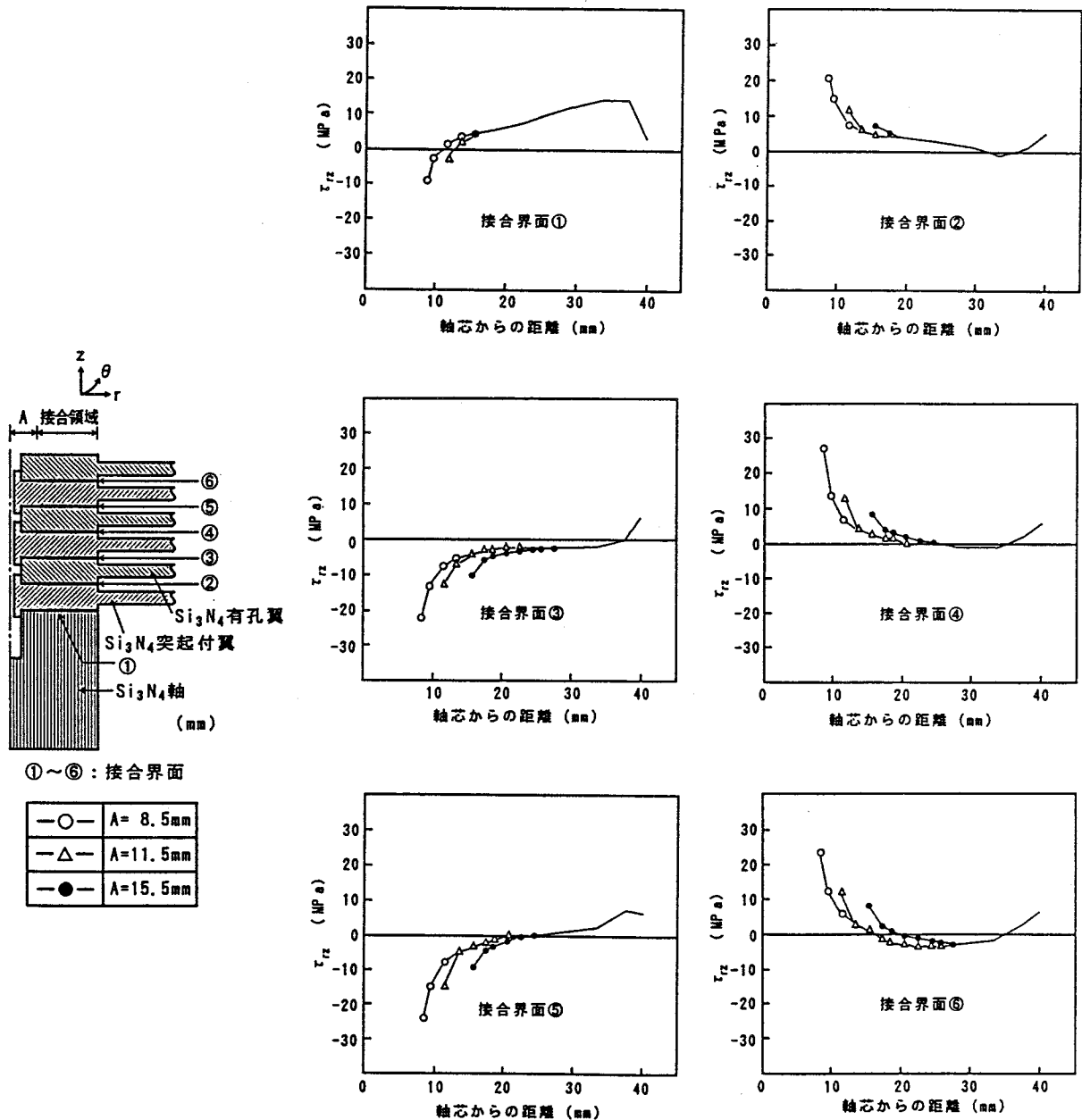


図3.21 Si₃N₄翼/Si₃N₄軸 接合型ターボ分子ポンプロータにおける使用時（回転）の作用応力分布に及ぼす接合領域の影響（接合界面における τ_{rz} 分布）

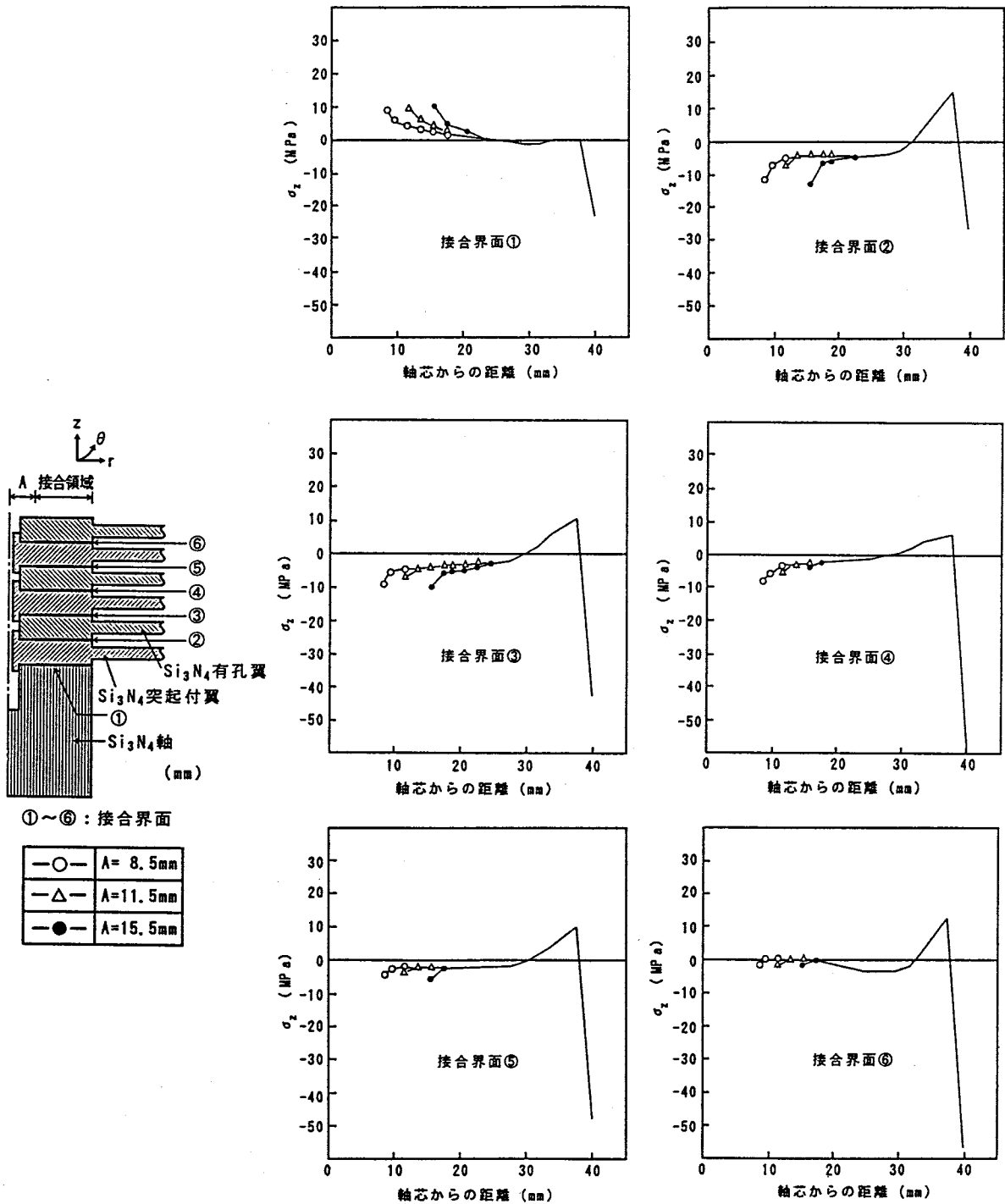


図3.22 Si₃N₄翼/Si₃N₄軸 接合型ターボ分子ポンプロータにおける
使用時（回転）の作用応力分布に及ぼす接合領域の影響
(接合界面における σ_z 分布)

図中には、接合を軸芯から8.5mm、11.5mm及び15.5mm離れたところから外周端まで行った3ケースについて比較して示すが、これより接合領域を変化させた時、内周部のせん断応力(τ_{rz})が接合領域を軸芯から離すことにより低減し、最も顕著な差異の表れる接合界面④では、軸芯から8.5mmで27MPa、11.5mmで14MPa、15.5mmで8MPaとなる。このように、接合領域を規制すること

により、接合界面内周端に発生するせん断応力を約1/3に緩和できることが判った。一方、軸方向応力(σ_z)については、接合界面④では接合領域を軸芯から離すことにより、その低減効果が認められるが、接合界面②、③、⑤では中間のものが最も小さくなっており、必ずしも接合領域を軸芯から離すことが応力低減にはつながらず、最適条件が存在するようである。

第4章で、 Si_3N_4 どちらの接合強度について述べるが、現状では、いずれの接合法を用いてもせん断強度が著しく低く、上記せん断応力(τ_{rz})を低減させることは非常に有効となる。

以上、複数のセラミックス板をその中心にインローを設けて、孔に突起をさしこむ形で積層接合する回転体においては、接合部を応力集中の著しいインロー部から離して、接合領域規制を行うことにより、回転作動する際の接合界面内周端に発生するせん断応力を緩和でき、効果的な応力緩和がはかれると言える。

(2) 管継手

(2.1) 変形の対称化と剛性の適正化による応力緩和

Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラを対象に、接合時の残留応力の緩和について検討した。

本カプラは、使用時に熱負荷がかかるが機械的な荷重の負荷はない。このため、解析は管の周方向の応力(σ_θ)、軸方向すなわち接合界面に直角方向の応力(σ_z)、半径/軸方向のせん断応力(τ_{rz})及び最大主応力(σ_1)を取上げて行った。

まず、補助 Al_2O_3 管の取付け接合を行わない場合について、フランジ材質をSUS304及びコバルトと変えて継手部に発生する応力分布を解析したが、接合界面及び接合界面近傍の Al_2O_3 管の内外表面部に最も大きな応力発生が認められた。図3.23～3.24に分布状況を示す。

接合界面では、フランジ材質に拘らず内外径端又はその近傍で応力レベルが高くなり、引張応力については内径端、せん断応力については外径端近傍で最大となった。また、その最大値はSUS304、コバルトの順で低下し、 Al_2O_3 管と金属フランジの熱膨張係数差の減少で残留応力が緩和されることが判る。

一方、 Al_2O_3 管の内外表面部では、フランジ材質に拘らず接合界面近傍の Al_2O_3 中に大きな引張応力の発生が認められ、その最大値はSUS304、コバルトの順に低下して、接合界面の場合と同様に Al_2O_3 管と金属フランジの熱膨張係数差の減少が残留応力緩和に大きく寄与することが判る。

次に、これらの解析から、金属フランジにコバルトを用いた場合について、フランジ板厚を変化させて補助 Al_2O_3 管を対称的に取付け接合した場合の残留応力の緩和効果を検討した。接合界面については最大主応力(σ_1)及び半径/軸方向のせん断応力(τ_{rz})、 Al_2O_3 管の内外表面部については最大主応力(σ_1)を取上げ、比較した結果を図3.25～3.26に示す。

これより、フランジ板厚を減少し、補助 Al_2O_3 管の取付け接合を行うと、接合界面及び Al_2O_3 管内外表面部とも、補助 Al_2O_3 管の取付け接合を行わない場合に発生する応力ピークを大きく低減でき、すぐれた残留応力の緩和効果が認められた。

以上、セラミックス管への金属フランジの取付け接合体においては、セラミックスと金属の熱膨張係数差を小さくする材料組合せを採用した後、金属フランジの減厚と補助セラミックス管の取付け接合により、変形の対称化と剛性の適正化を行うと、更に、接合時の残留応力の緩和が大きくはかれると言える。

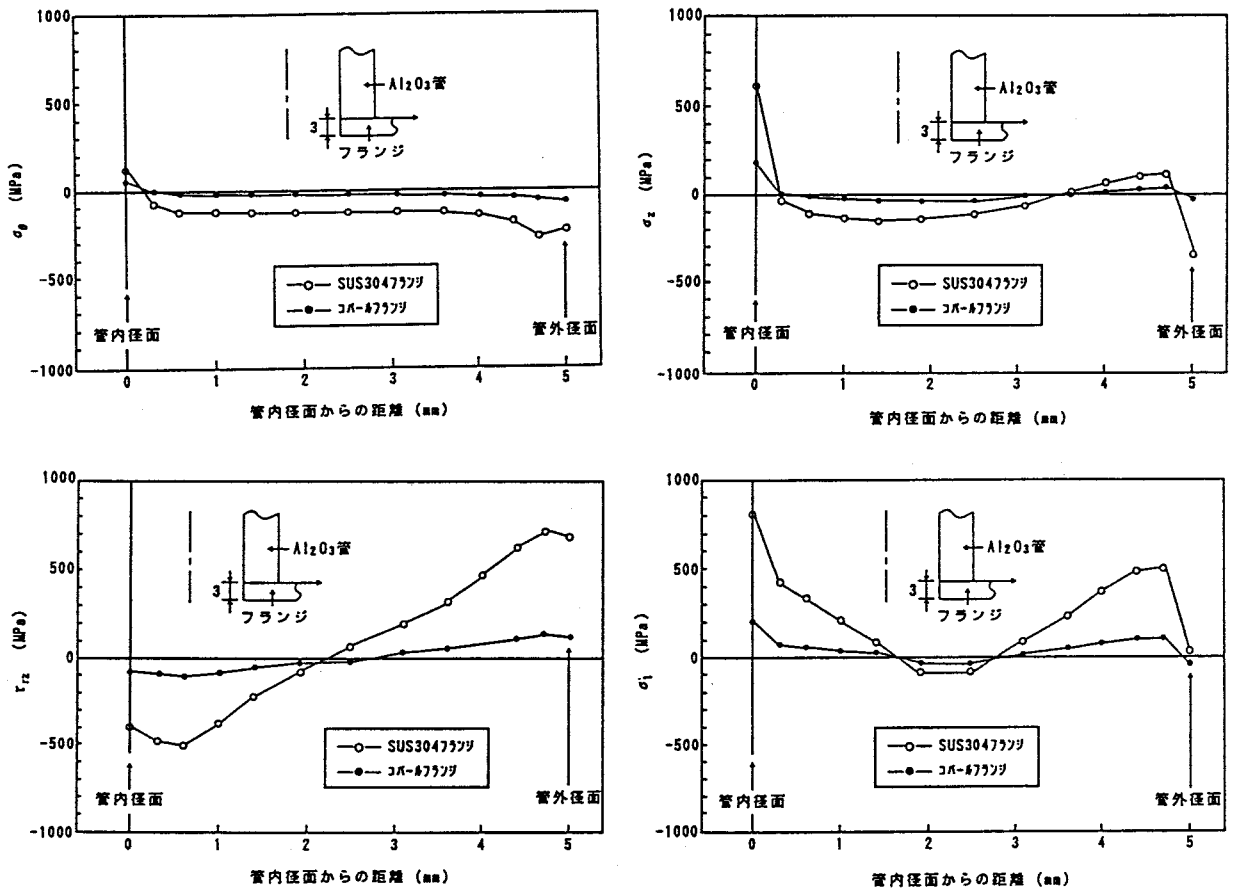


図3.23 Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラにおける
 接合時の残留応力分布に及ぼすフランジ材質の影響(1)
 (接合界面における σ_{θ} , σ_z , τ_{rz} , σ_1 分布)

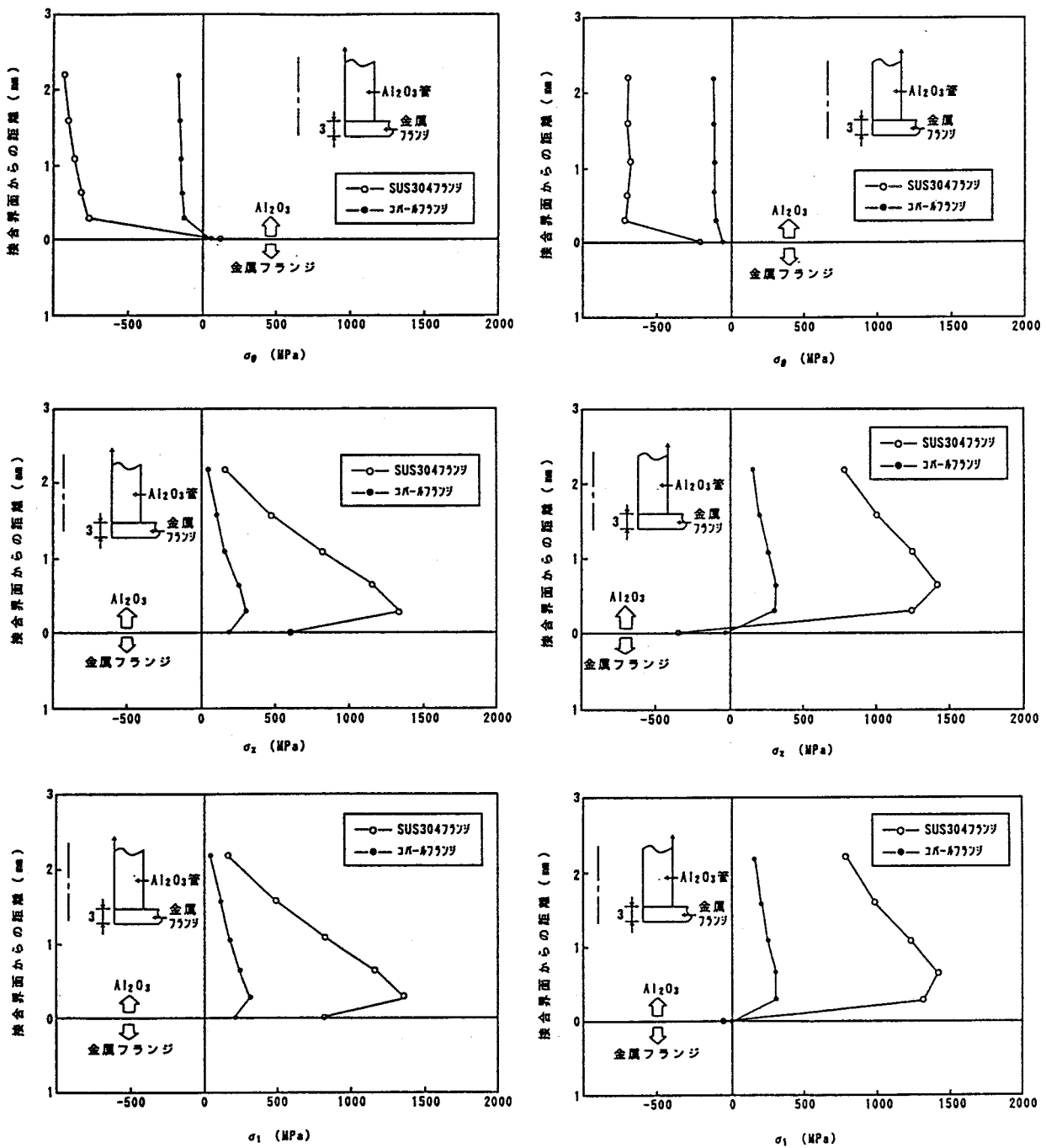


図3.24 Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラにおける
 接合時の残留応力に及ぼすフランジ材質の影響(2)
 (Al_2O_3 管内外表面部における σ_θ , σ_z , σ_1 分布)

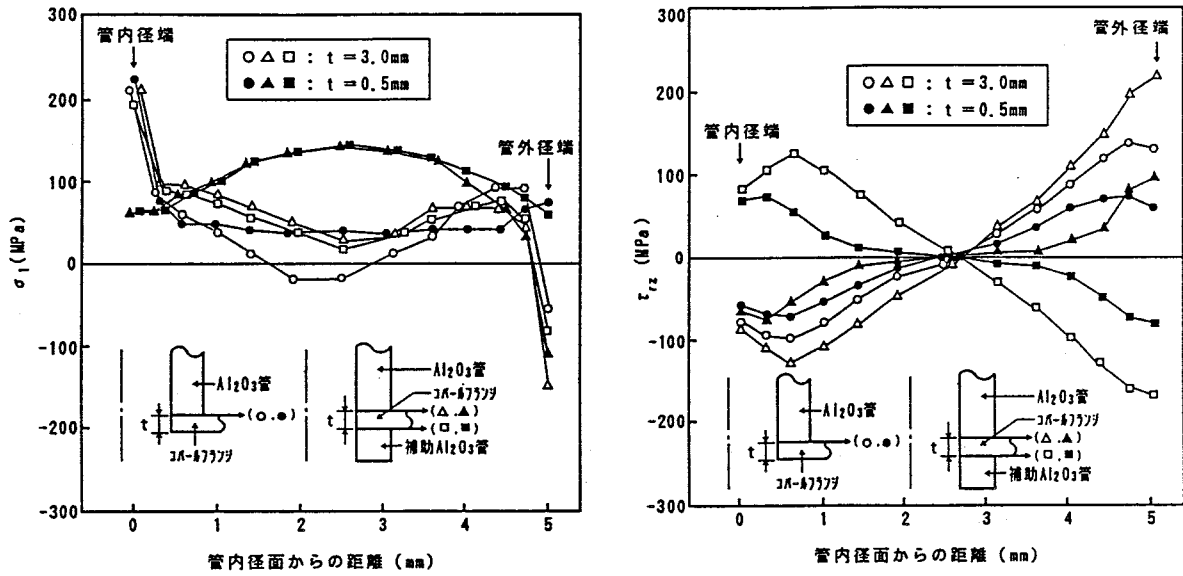


図3.25 Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラにおける補助 Al_2O_3 管の取付け接合の有無及びフランジ板厚と接合時の残留応力分布の関係(1)
(接合界面における σ_1 , τ_{rz} 分布)

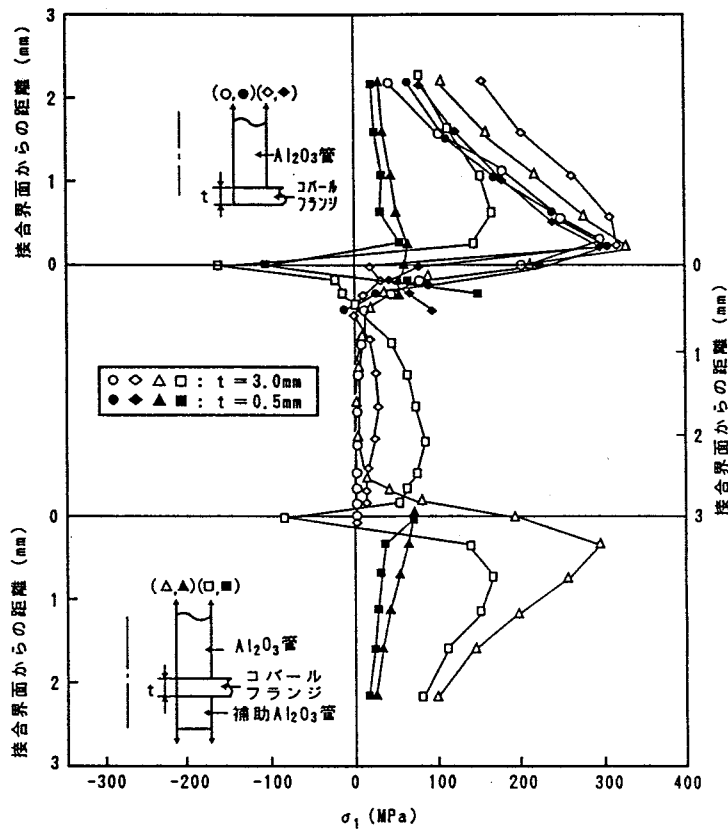


図3.26 Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラにおける補助 Al_2O_3 管の取付け接合の有無及びフランジ板厚と接合時の残留応力分布の関係(2)
(Al_2O_3 管内外表面部における σ_1 分布)

(2.2) 金属管へのスリット挿入による応力緩和

ZrO₂管/金属管 接合型O₂分離管を対象に、接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和について検討した。

第2章で、セラミックス管と金属管の管継手では、セラミックス管外表面において接合界面に直角方向の残留応力(引張)が発生し、その値が大きくなると、低荷重破断することを述べたが、本O₂分離管は、継手形状が同一であることと使用時に曲げ荷重負荷によって上記残留応力と同一方向の引張応力が発生するため、接合時の残留応力及び使用時の作用応力いずれについても、接合界面に直角方向の応力すなわち管外表面ではこれと対応する最大主応力(σ_1)で検討を行った。

残留応力に関しては、金属管の材質をSUS410及びコバルトと変えて、通常のスリットなしの場合をベースに、これにスリット挿入を行った場合における接合界面及びZrO₂管外表面部に発生する応力分布を解析した。その結果を図3.27~3.28に示す。

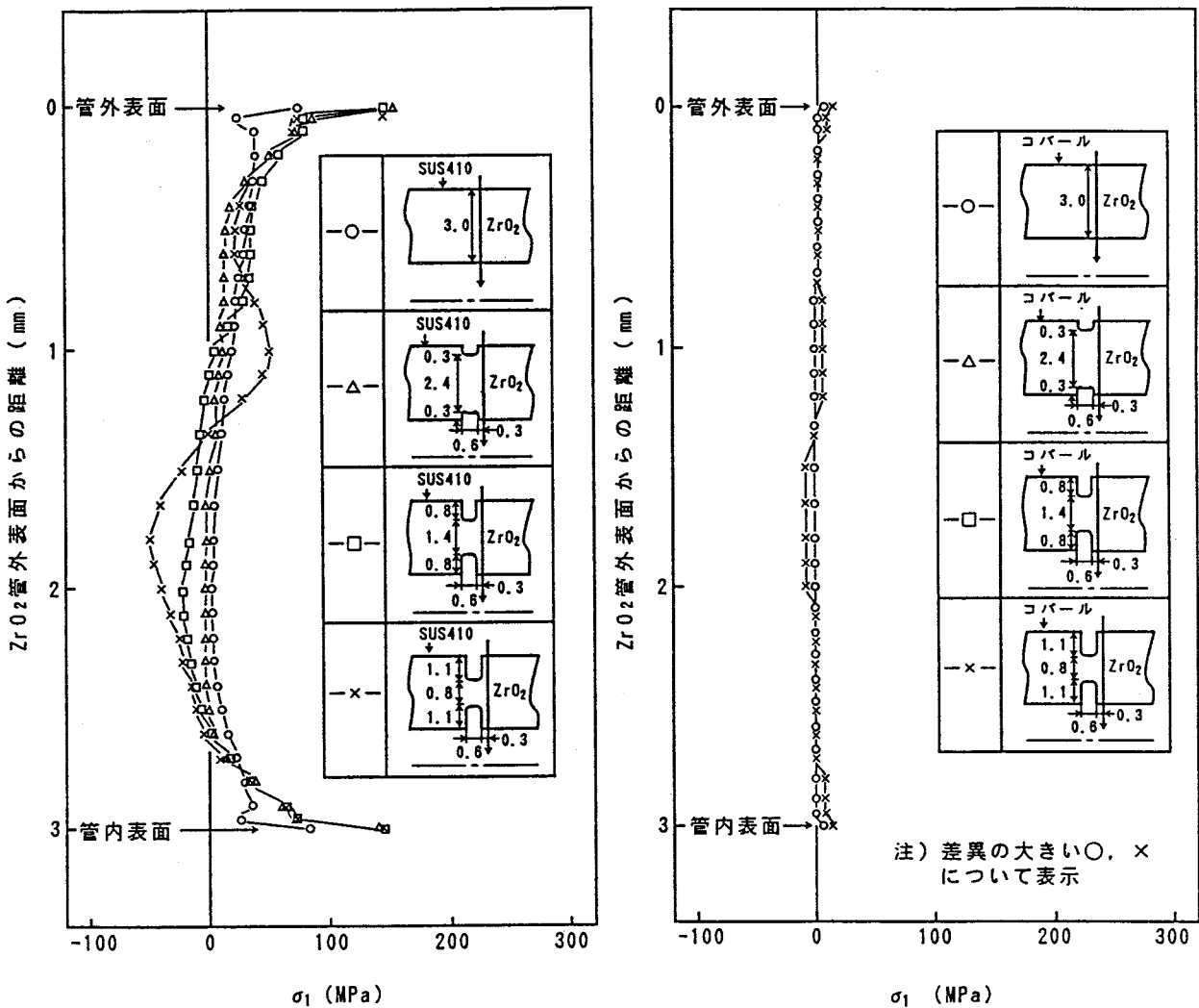


図3.27 ZrO₂管/金属管 接合型O₂分離管における接合時の残留応力分布
に及ぼす金属管へのスリット挿入の影響(1)
(接合界面における σ_1 分布)

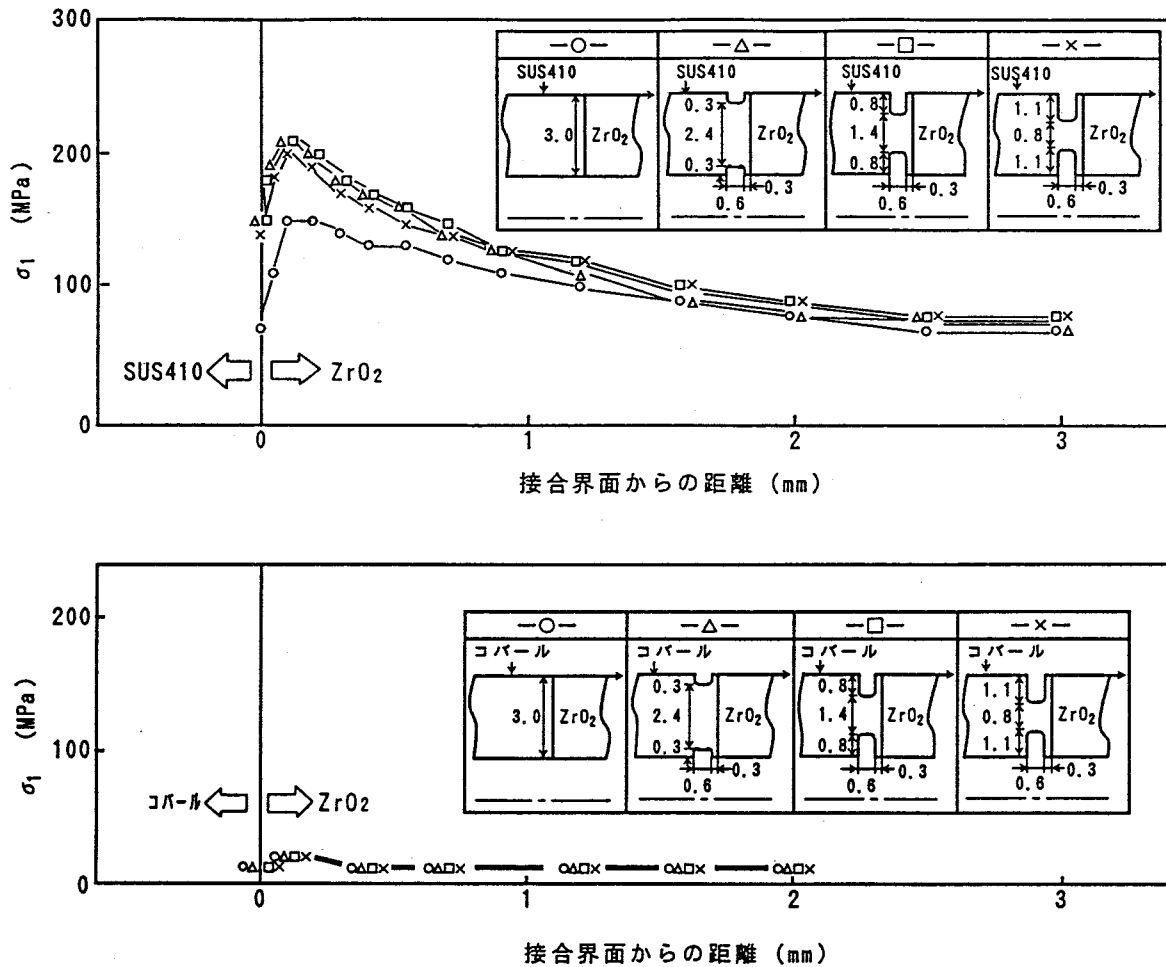


図3.28 ZrO₂管/金属管 接合型O₂分離管における接合時の残留応力分布
 に及ぼす金属管へのスリット挿入の影響(2)
 (ZrO₂管外表面部におけるσ₁分布)

接合界面では、材料組合せ及びスリット挿入の有無に拘らず、接合界面端に引張応力のピークが認められるが、SUS410管の場合にはスリット挿入によってこのピーク値が増大し、コバル管の場合には僅かな増大傾向はあるがほとんど変化が認められなかった。

一方、ZrO₂管外表面部では、材料組合せ及びスリット挿入の有無に拘らず、接合界面近傍で引張応力のピークが認められるが、接合界面におけると同様に、SUS410管の場合にはスリット挿入によってこのピーク値が増大し、コバル管の場合にはほとんど変化が認められなかった。

すなわち、金属管へのスリット挿入による残留応力緩和は、材料組合せによってはSUS410の場合のように逆効果となり、コバルの場合にはほとんど変化がないことが判った。

次に、使用時の曲げ荷重による作用応力についても、残留応力の場合と同様に、金属管の材質をSUS410及びコバルと変え、通常のスリットなしの場合をベースに、これにスリット挿入を行った場合における接合界面及びZrO₂管外表面部に発生する応力分布を解析した。その結果を図3.29～3.30に示す。

接合界面では、いずれの材料組合せについても、スリット挿入によって管外表面の接合界面端の作用応力がほぼ消失し、 ZrO_2 管外表面部では接合界面近傍で作用応力が大きく低下した。

すなわち、金属管へのスリット挿入によって、曲げ荷重負荷による接合界面端及びその近傍のセラミックス管外表面部の作用応力を大きく低下させることが判った。

以上、セラミックス管と金属管の接合体においては、セラミックスと金属の熱膨張係数差を小さくする材料組合せを採用した後、金属管にスリット挿入を行うと、残留応力をほとんど増大させることなく、曲げ荷重が負荷された時の管外表面の接合界面端の作用応力をほぼ消失させ、かつ、その近傍のセラミックス管外表面部の作用応力も大きく低下して、有効な応力緩和がはかれると言える。

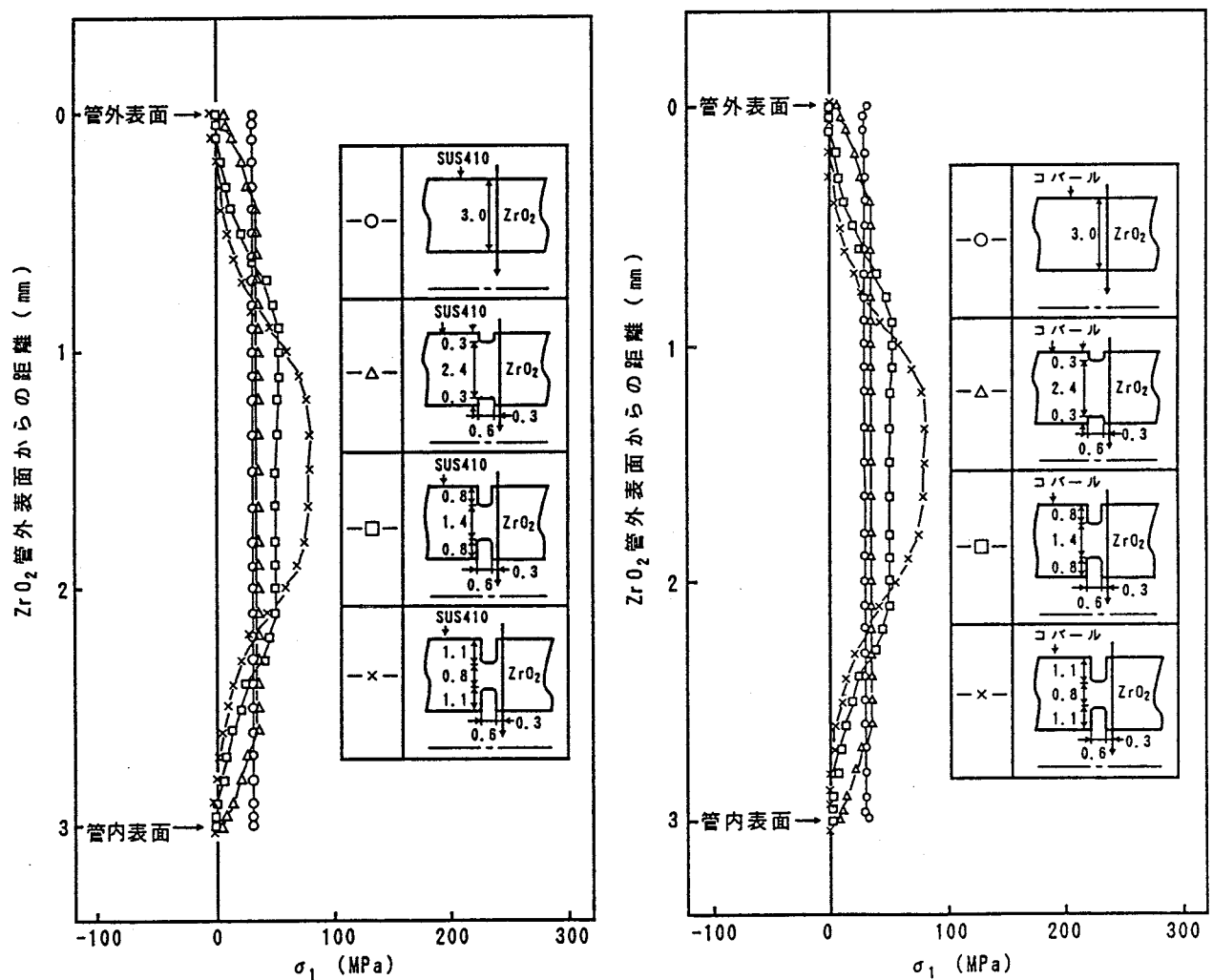


図3.29 ZrO_2 管/金属管 接合型 O_2 分離管における使用時(曲げ)の作用応力分布に及ぼす金属管へのスリット挿入の影響(1)
(接合界面における σ_1 分布)

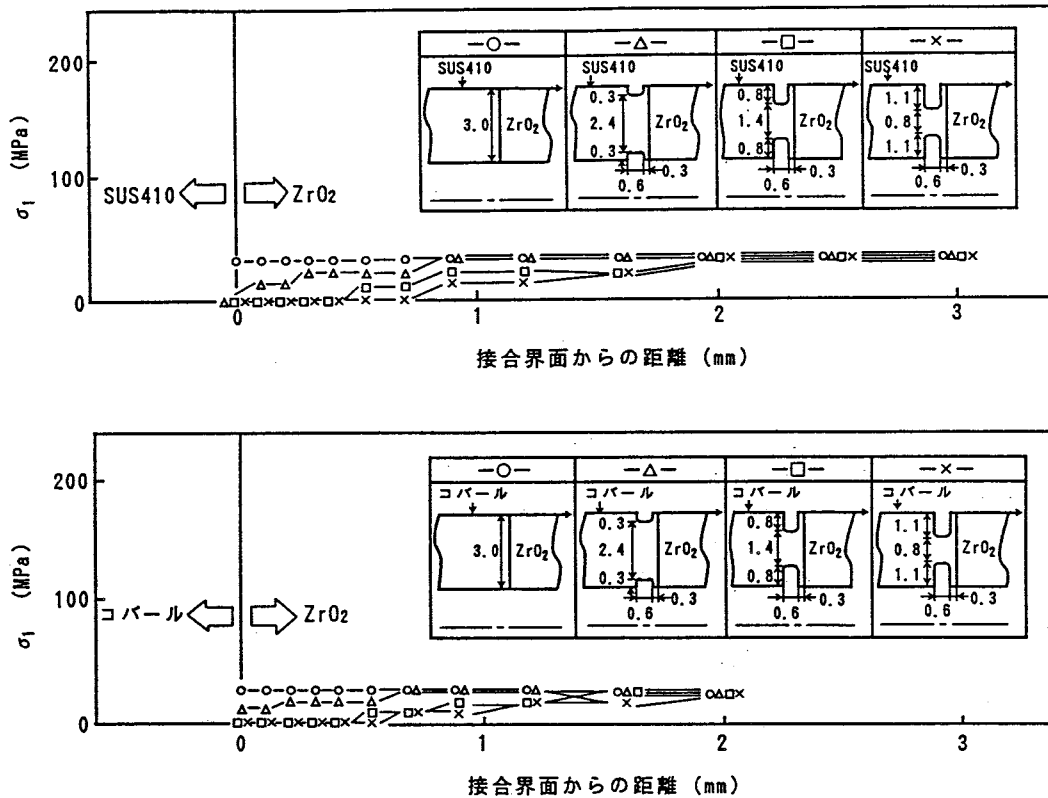


図3.30 ZrO₂管/金属管 接合型O₂分離管における使用時(曲げ)の作用応力分布に及ぼす金属管へのスリット挿入の影響(2) (ZrO₂管外表面部における σ_1 分布)

(3) かん合継手

(3.1) 金属スリーブのテーパ取り及びスリット挿入による応力緩和

Si₃N₄翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータを対象に、接合時の残留応力の緩和について検討した。

第2章で、セラミックス軸に金属スリーブを接合するかん合継手では、セラミックス軸の外表面部に軸方向の残留応力(引張)が発生し、その値が大きくなると、低荷重破断することを述べたが、本ターボチャージャは、基本的に継手形状が同一であることと使用時の高速回転によって上記残留応力と同一方向の引張応力が発生するため、軸方向の応力すなわち軸表面ではこれと対応する最大主応力(σ_1)で検討を行った。

通常のインコロイ903スリーブと比較して、テーパ取り及びスリット挿入を行った場合のSi₃N₄軸外表面部の応力分布を解析したが、その結果を図3.31~3.32に示す。

インコロイ903スリーブの先端に45°のテーパ取りを行ったものは、ほとんど応力分布に変化がなく、スリット挿入を行った場合に、かん合接合端での応力低下が認められた。

これより、セラミックス軸に金属スリーブを接合するかん合継手の回転体においては、スリーブにスリット挿入を行うことにより、接合時の残留応力の緩和がはかられると言える。しかし、数値的には非常に大きな応力レベルにあるため、かん合面への軟質金属の挿入などと併用することがより効果的なものになると考えられる。

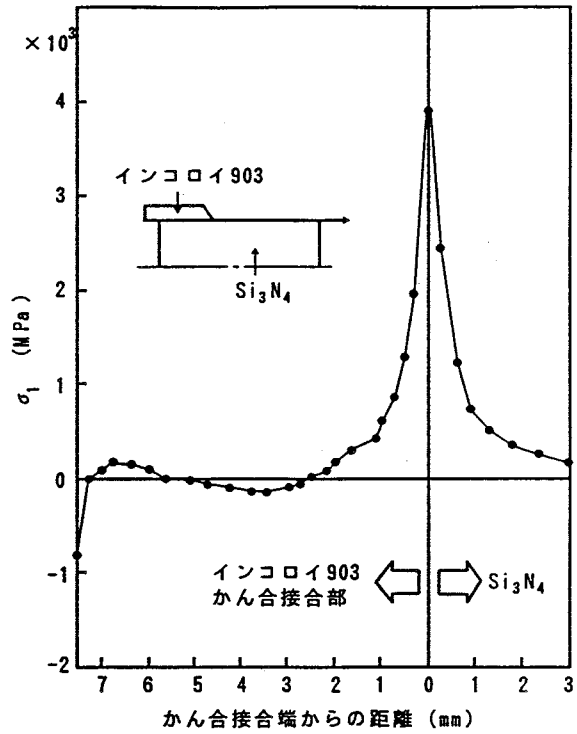
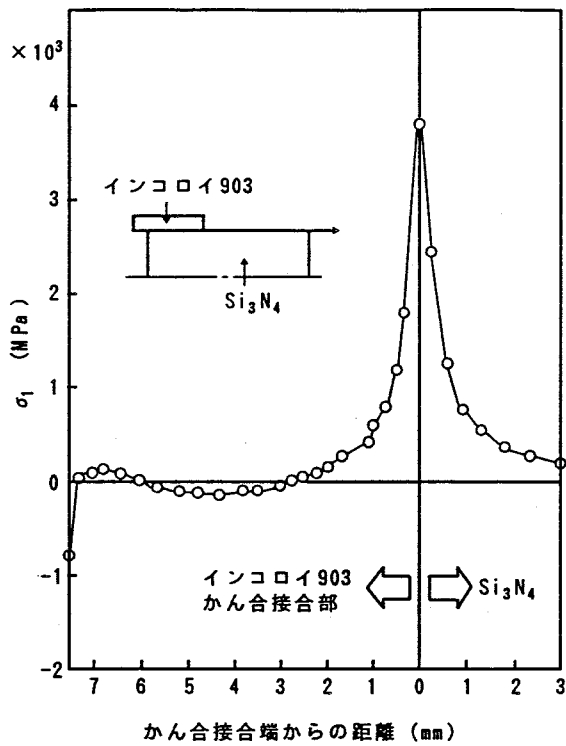


図3.31 Si₃N₄翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータにおける
接合時の残留応力分布に及ぼす金属スリーブのテーパ取りの影響
(Si₃N₄軸外表面部におけるσ₁分布)

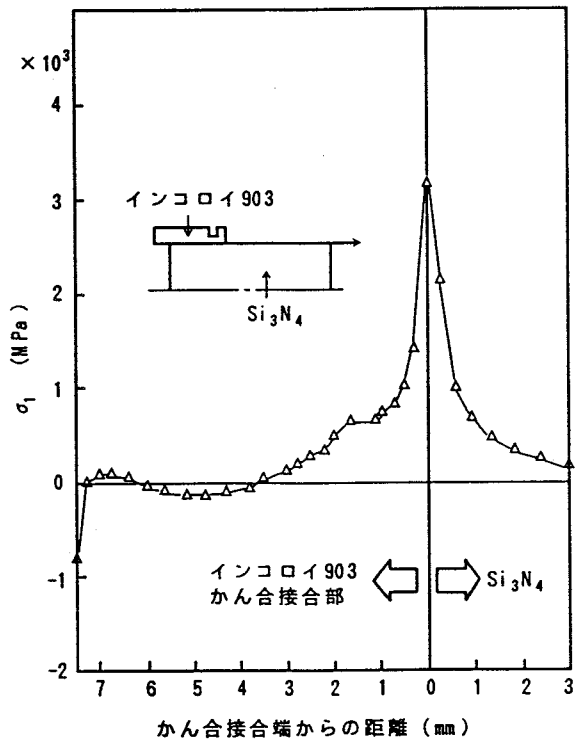
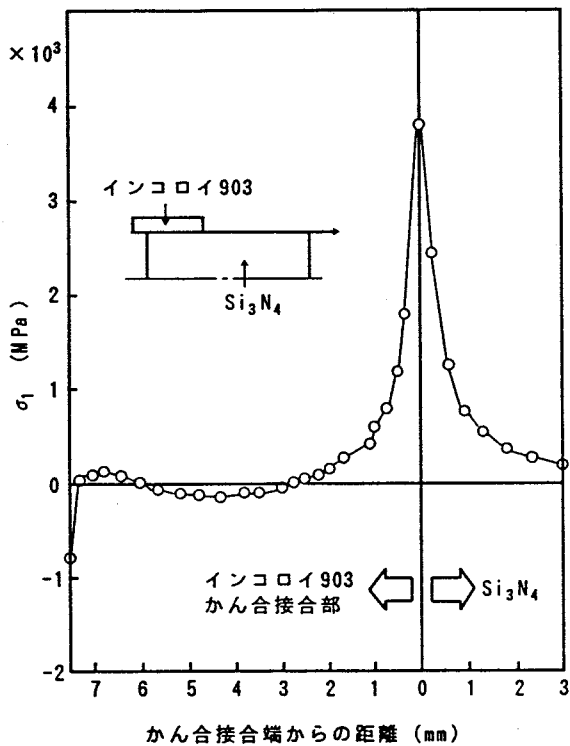


図3.32 Si₃N₄翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータにおける
接合時の残留応力分布に及ぼす金属スリーブへのスリット挿入の影響
(Si₃N₄軸外表面部におけるσ₁分布)

3.5 結言

セラミックス接合体の継手形式を代表する平板、管及びかん合継手について、各々実機製品を取上げ、接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和法をFEMで弾性解析して抽出した。得られた結果を要約すると次のとおりである。

(1) 平板継手では、セラミックス板と金属板及びセラミックス板どうしの接合を取上げた。

セラミックス板と金属板の接合に対しては、金属円板の外周面にセラミックス板を分割接合する平板継手の回転体を対象とし、実機製品としてセラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石を取上げ、接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和法を検討したが、適切な材料特性値を有する材料組合せを採用した後、セラミックス板の接合端で金属板側にその半径方向にスリット挿入を行う継手を採用すると、前者で残留応力の緩和がはかられ、後方で回転作動時の継手部の作用応力がほとんど消失して、優れた応力緩和がはかられることが判った。スリット挿入は、使用時の作用応力に対して金属板の接合面の周方向の変形抑制と剛性低下がはかられるため、応力緩和効果を生じたものと思われる。

セラミックス板どうしの接合に対しては、セラミックス板をインロー継手で積層接合する平板継手の回転体を対象とし、実機製品として Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータを取上げ、使用時の作用応力の緩和法を検討したが、接合部を応力集中の著しいインロー部から離して接合領域規制を行う継手を採用すると、回転時の継手部の作用応力を低下でき、有効な応力緩和を行いうることが判った。

(2) 管継手では、セラミックス管と金属フランジ及びセラミックス管と金属管の接合を取上げた。

セラミックス管と金属フランジの接合に対しては、実機製品として Al_2O_3 管/金属フランジ接合型高周波加速空洞カプラを取上げ、接合時の残留応力の緩和法を検討したが、適切な材料特性値を有する材料組合せを採用した後、金属フランジを薄肉化し補助セラミックス管を対称的に取付け接合する継手を採用すると、更に、効果的な応力緩和がはかられることが判った。金属フランジの薄肉化はフランジの剛性を下げ、補助 Al_2O_3 管の取付けは曲がり変形を抑制して変形の対称化がはかられるため、応力緩和効果が生じたものと思われる。

セラミックス管と金属管の接合に対しては、実機製品として ZrO_2 管/金属管 接合型 O_2 分離管を取上げ、接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和法を検討したが、適切な材料特性値を有する材料組合せを採用した後、金属管の接合界面近傍にスリット挿入を行う継手を採用すると、残留応力を増大させることなく曲げ荷重が負荷された時の管外表面の接合界面端の作用応力をほぼ消失させ、かつ、その近傍のセラミックス管外表面部の作用応力も大きく低下して、効果的な応力緩和がはかられることが判った。スリット挿入は、荷重負荷による力線を管外周面から内部に移行させるため、応力緩和効果が生じたものと思われる。

(3) かん合継手では、セラミックス軸と金属スリーブの接合を取上げた。セラミックス軸に金属スリーブを挿入接合するかん合継手の回転体を対象とし、実機製品として Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータを取上げ、接合時の残留応力の緩和法を検討したが、かん合接合部の金属スリーブの外周面先端にスリット挿入を行う継手を採用すると、応力緩和がはか

られることが判った。スリット挿入は、金属スリーブの剛性を下げるため、応力緩和効果を生じたものと思われる。しかし、数値的には非常に大きな応力レベルにあるため、かん合面への軟質金属の挿入などと併用することがより効果的なものになると考えられる。

(4) 以上に示すとおり、平板、管及びかん合の各継手形式別に、材料特性値及び形状パラメータの両面より、接合時の残留応力と使用時の作用応力の緩和効果を検討したが、接合時の残留応力の緩和に対しては、適切な材料特性値を選定して熱ひずみ差やヤング率の比をできる限り少なくすることが極めて有効であり、これに補助部材の取付けなど形状パラメータ面からの手段を講じると、より効果的な応力緩和がはかられると言える。

使用時の作用応力の緩和に対しては、材料特性値より形状パラメータを適切に選定することが有効で、特に、金属側にスリット挿入を行う方法で力線を変えることが最も効果的であることが判った。

また、セラミックスどうしの接合体で接合領域を規制する方法を検討したが、使用中の応力緩和に対し有効なものになることも判った。

付録 3 A セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石の要素分割

解析に用いた有限要素分割を図 3 A に示す。要素は 6 面体要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍で $0.3 \times 0.3 \times 0.3 \text{mm}$ とした。

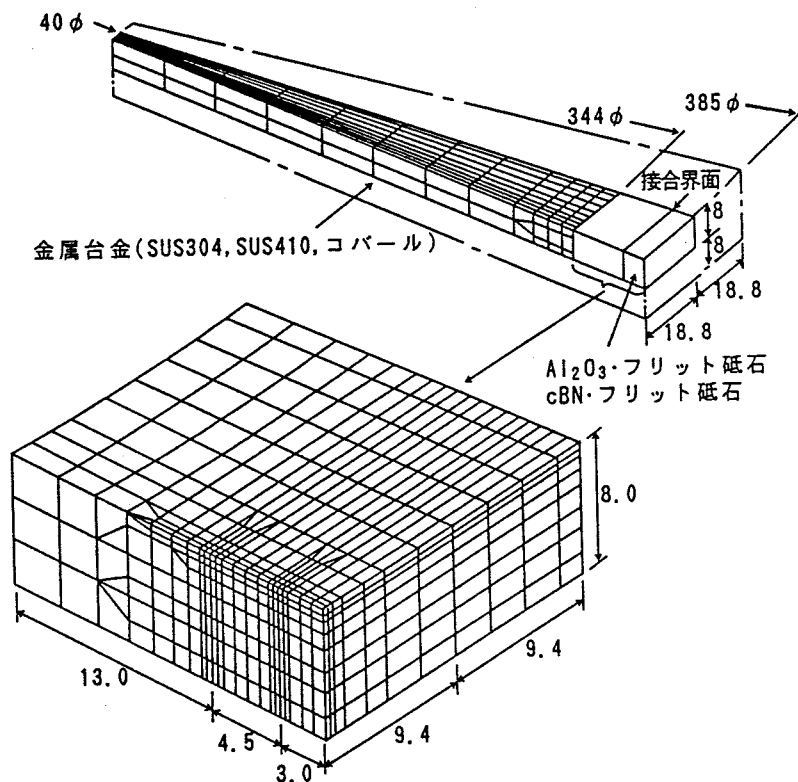


図 3 A セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石の要素分割図

付録 3 B Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータの要素分割

解析に用いた有限要素分割を図 3 B に示す。要素は三角形要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍で $1.0 \times 1.0\text{mm}$ とした。

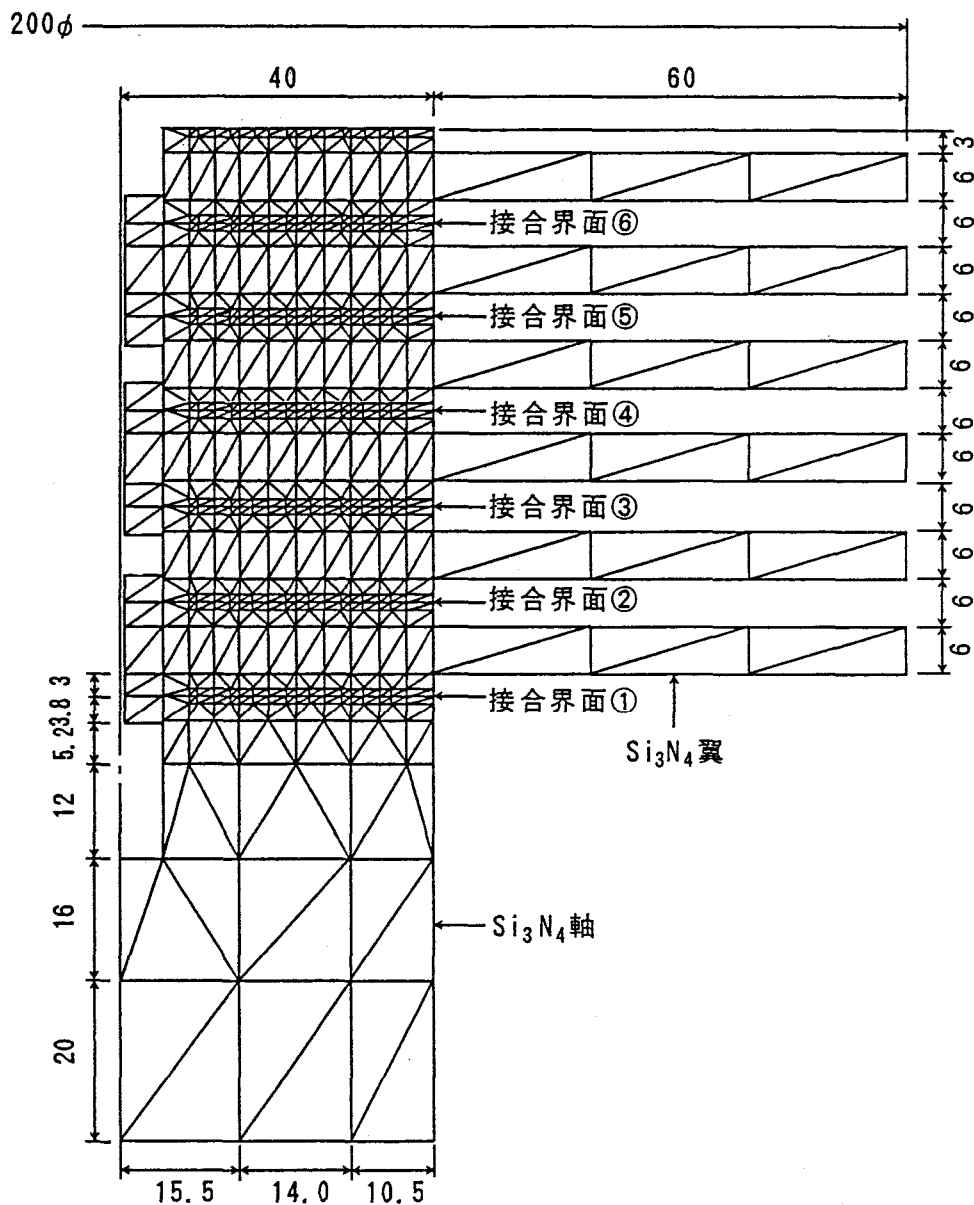


図 3 B Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータの要素分割図

付録 3 C Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラの要素分割

解析に用いた有限要素分割を図 3 C.1~3 C.2に示す。要素は矩形要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍の Al_2O_3 中での $0.28 \times 0.30mm$ とした。

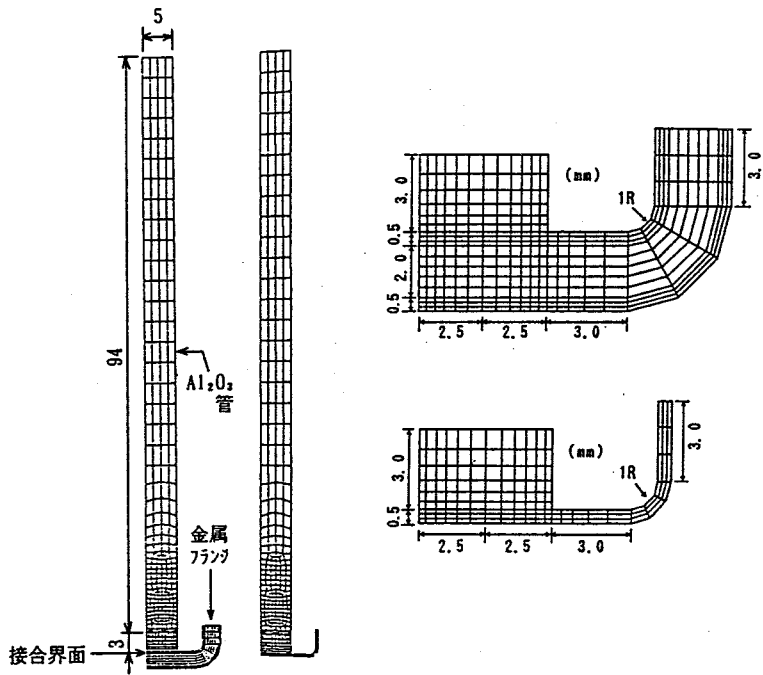


図 3 C.1 Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラの要素分割図

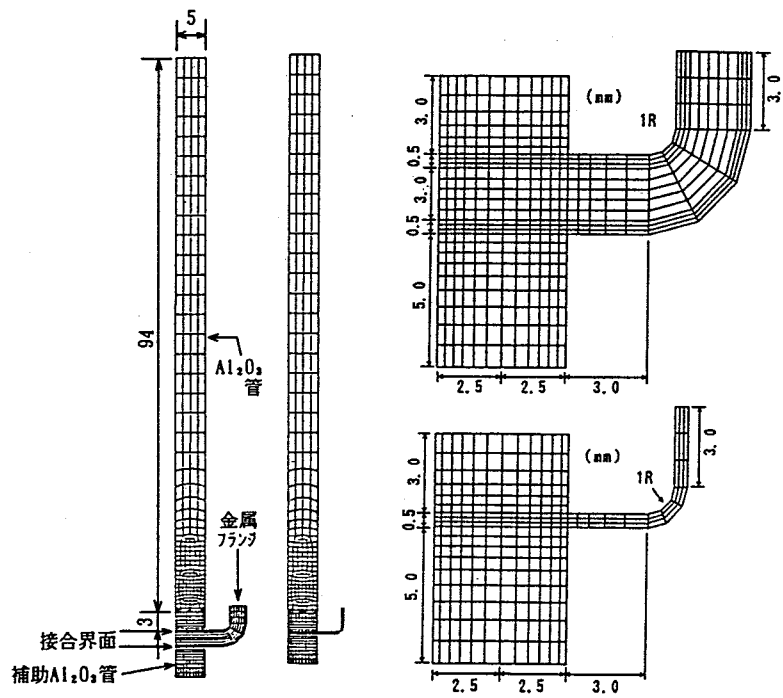


図 3 C.2 Al_2O_3 管/金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラの要素分割図
(補助 Al_2O_3 管の取付け接合)

付録 3 D ZrO₂管／金属管 接合型O₂分離管の要素分割

解析に用いた有限要素分割を図 3 D. 1～ 3 D. 3に示す。要素は矩形要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍で0.04×0.04mmとした。

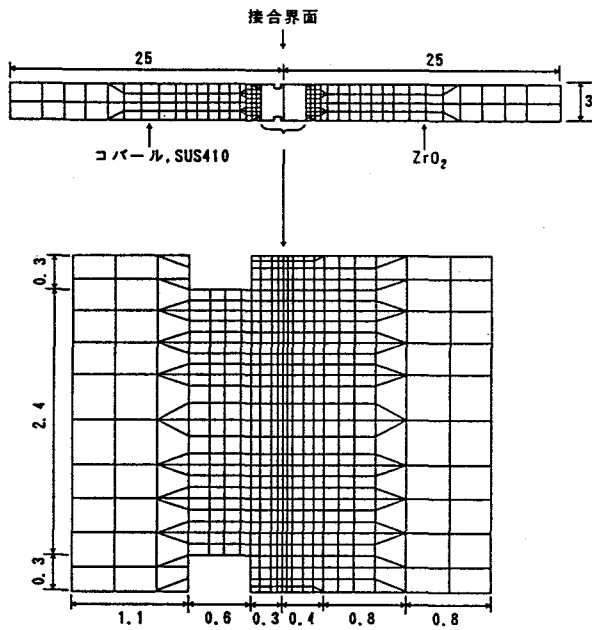


図 3 D. 1 ZrO₂管／金属管 接合型O₂分離管の要素分割図(1)

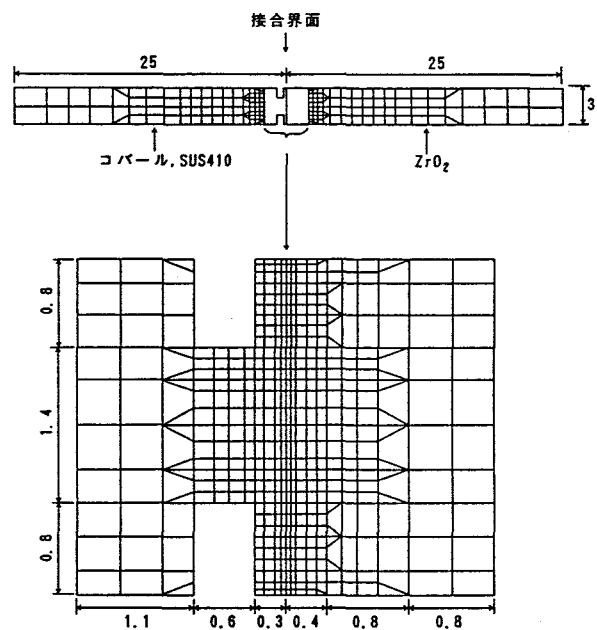


図 3 D. 2 ZrO₂管／金属管 接合型O₂分離管の要素分割図(2)

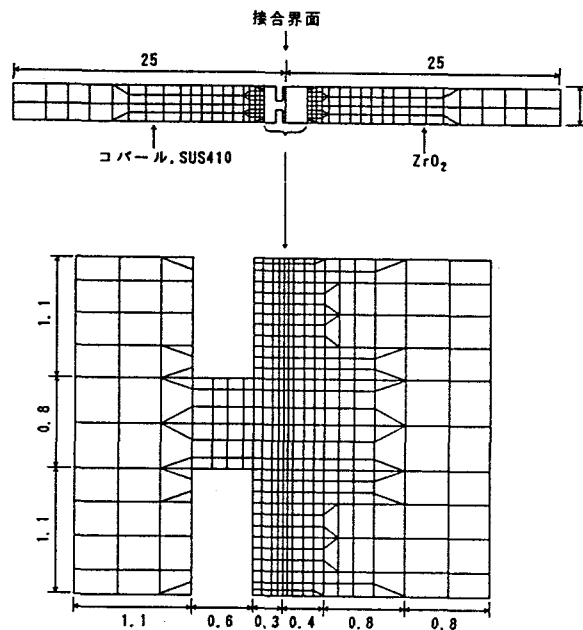


図 3 D. 3 ZrO₂管／金属管 接合型O₂分離管の要素分割図(3)

付録 3 E Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータの要素分割

解析に用いた有限要素分割を図 3 E に示す。要素は矩形要素を主体とし、最小要素は接合界面近傍の Si_3N_4 中で $0.21 \times 0.25\text{mm}$ とした。

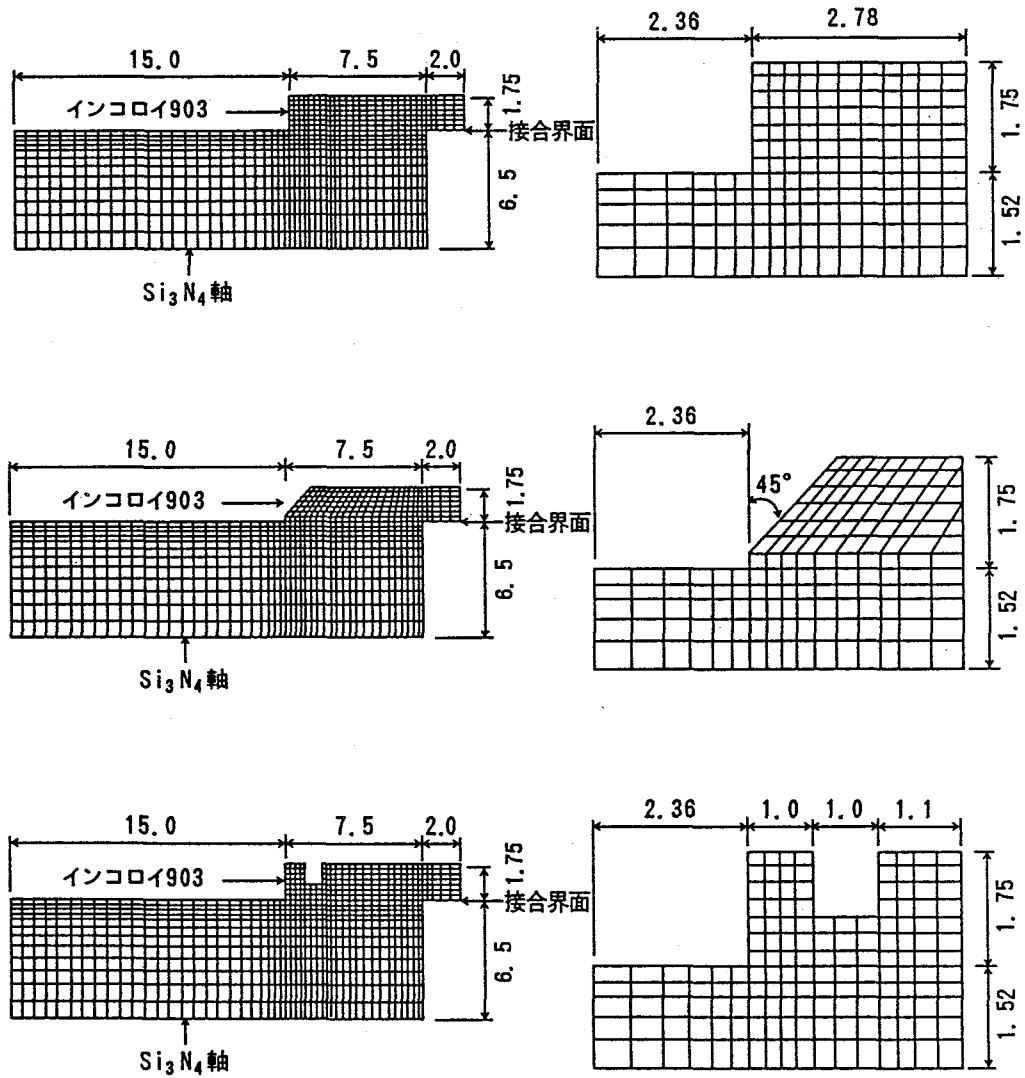


図 3 E Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータの要素分割図

第 4 章 応力緩和法を具体化する接合法の選定 並びに接合条件の最適化

4.1 緒言

第 3 章においてセラミックスと金属の接合体を主体に、一部セラミックスどうしの接合体を取上げ、接合時の残留応力及び使用時の作用応力を低減する応力緩和法を各々実機製品について提案した。

本章では、この応力緩和法を具体化するための接合法の選定並びに接合条件の最適化をはかることを目的にその検討を行った。

4.2 セラミックス接合体に要求される接合形態

セラミックス接合体では、継手形状により加圧接合が可能なものと加圧接合が適しないものとに区分けされる。平板及び管継手では、基本的には加圧接合が可能であるが、接合材どうしや接合材と加圧体間の平坦度に対する要求が酷しく、僅かな片当りが生じてもセラミックスの損傷を招くことになる。このため、ろう付タイプの強制加圧を行わない接合法が望ましいと言える。一方、かん合継手では、セラミックス軸に金属スリーブを外挿して接合する方式が多用されるが、金属スリーブの肉厚を適切に調整することによりスリーブを軸対称的に塑性変形及びクリープ変形させると緩やかな密着かん合が得られ易く、加圧接合に適した継手と判断される。

これらを勘案して、本研究では、平板及び管継手に関してはろう付法を主体に、かん合継手についてはろう付法に加圧を伴った固相接合法を加え、これらの基本接合方式の中から、最も適切な接合法を選定することとした。

なお、応力緩和の点からは、接合温度を低くし熱負荷を小さくすることによって残留応力の低減がはかれるため、できる限り熱負荷の小さい接合法の選定並びに接合条件の最適化をはかることとした。

4.3 供試材料及び実験方法

4.3.1 供試材料

第 3 章で設定した各対象製品の材料組合せは、高周波加速空洞カプラでは Al_2O_3 /コバルト、研削砥石では Al_2O_3 ・フリット/コバルト、 O_2 分離管では ZrO_2 /コバルト、ターボチャージャロータでは Si_3N_4 /インコロイ 903、ターボ分子ポンプロータでは Si_3N_4/Si_3N_4 となるため、これらの接合試験を実施した。表 4.1～4.2 に供試材料を示す。

4.3.2 実験方法

各材料組合せについて、継手強度を評価の主対象に接合法の選定と最適接合条件の抽出を行った。なお、気密性の要求される対象製品においてろう付を採用する場合には、その品質を左右することになるろう材のセラミックスに対するぬれ性も評価した。また、継手部の破断面や接合界面の性状を調査し、抽出接合法、接合条件の妥当性を評価した。

表4.1 供試セラミックス

セラミックス		焼結助剤, 安定化剤	焼結	曲げ強度		
				平均値 (MPa)	変動係数	形状係数
カブラ 付加速管	注1) Al ₂ O ₃	焼結助剤: SiO ₂ , CaO	常圧焼結	262	0.07	16.6
O ₂ 分離管	ZrO ₂	安定化剤: Y ₂ O ₃ (安定化度100%)	〃	121	0.07	17.0
研削砥石	注2) Al ₂ O ₃ ・フリット	フリット: SiO ₂ , B ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ , Na ₂ O	〃	60	0.16	8.1
カーボン分子篩 カーボン・シリカ	Si ₃ N ₄	焼結助剤: Al ₂ O ₃ , Y ₂ O ₃ , MgO	〃	579	0.09	14.6

注1) 99wt%Al₂O₃, 注2) 50vol%Al₂O₃-15vol%フリット-35vol% 気孔
 cBN・フリットは25vol%cBN-25vol%Al₂O₃-15vol%フリット-35vol%気孔

表4.2 供試金属材料

材料	化 学 成 分 (wt%)													
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Co	Fe	Ag	Cu	Ti	Al	Nb
コバルト	-	-	-	-	-	29	-	16	残	-	-	-	-	-
SUS410	0.05	0.42	0.45	0.023	0.005	0.08	12.48	-	残	-	-	-	-	-
インコ4903	-	-	-	-	-	38.10	-	14.90	残	-	-	-	0.71	2.95
Al	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	99.9	-
Ag-Cu-Ti	-	-	-	-	-	-	-	-	-	70.5	27.5	2.0	-	-
Cu-Ti	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	57.0	43.0	-	-
Cu	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	99.9	-	-	-
Ti	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	>99	-	-

(1) Al₂O₃/コバルトの接合

本継手は、Al₂O₃管/金属フランジ接合型高周波加速空洞カプラを対象としたもので使用環境は373K以下の低温である。また、継手が環状継手のため、接合面の平坦度を完全に確保することが困難となり、加圧接合を採用するとAl₂O₃の損傷が懸念される。この両者を勘案し、応力緩和に対して有効な接合温度が低く熱負荷の小さいAg-Cu-Ti系の活性金属法によるろう付法を検討することとした。

以下に試験概要を述べる。

(1.1) 接合方法

下記2方法を取上げた。図4.1に詳細を示す。

- ① Al_2O_3 とコバルトとの間にAg-Cu-Ti箔を挿入しろう付する (Ag-Cu-Tiろう付)。
- ② Al_2O_3 に Cu_2O+Cu をプレーティングした後、コバルトとの間にAg-Cu-Ti箔を挿入しろう付する ($Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付)。

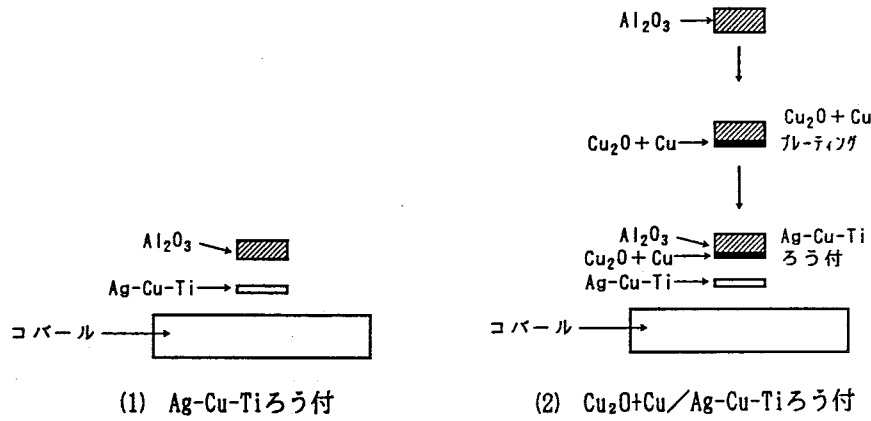


図4.1 Al_2O_3 /コバルトの接合法

(1.2) 試験片

下記のせん断、曲げ強度試験片及びろう材のぬれ性評価試験片を作製した。

図4.2～4.3に詳細を示す。

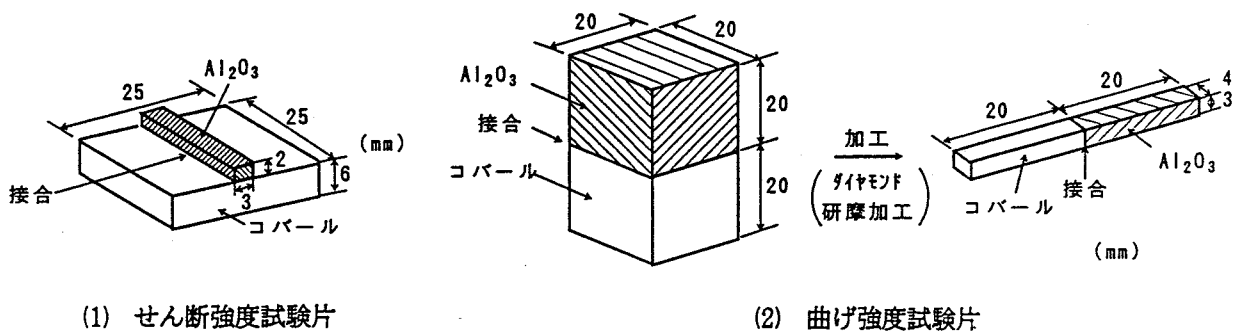


図4.2 Al_2O_3 /コバルト継手の継手強度試験片

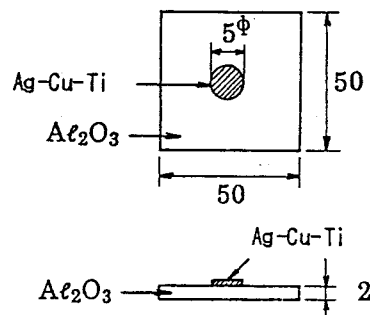


図4.3 ろう材の Al_2O_3 へのぬれ性評価試験片

- ① 6 mmφ (厚さ) × 25mm (幅) × 25mm (長さ) のコパールの中央部に2mm (厚さ) × 3mm (幅) × 25mm (長さ) の Al_2O_3 を接合し、せん断強度試験片とした。
- ② 20mm (厚さ) × 20mm (幅) × 20mm (長さ) の Al_2O_3 と同寸法のコパールを接合したあと、JIS R 1601に規定された3 mm (厚さ) × 4 mm (幅) × 40mm (長さ) 片を切出し、曲げ強度試験片とした。
- ③ 2 mm (厚さ) × 50mm (幅) × 50mm (長さ) の Al_2O_3 に5 mmφのAg-Cu-Ti箔を載置し、加熱溶融してぬれ性評価試験片とした。

(1.3) 接合前処理及び接合条件

表4.3に詳細を示すが、接合条件についてはいずれの接合法においてもろう付温度をAg-Cu-Tiの溶融点(1063K)より50K高い1113Kに固定し、ろう付時間を0.6~1.8ksと変化させて接合性を評価した。

表4.3 Al_2O_3 /コパールの接合における接合前処理及び接合条件

接合法		Ag-Cu-Tiろう付	$Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付
接合前処理	表面処理	Al_2O_3 : Rmax 3 μm ダイヤンド研摩加工 → 7 ϵ ト脱脂 コパール: Rmax 6 μm 加工 → 7 ϵ ト脱脂	同 左
	プレーティング	なし	るつぼ内にCuを挿入し雰囲気 2.7×10^{-2} Paに減圧後、所定酸素量を流入し、プラズマ溶解して、20wt% Cu_2O +80wt%Cu (10 μm) を Al_2O_3 (773K予熱) 表面に真空蒸着
接合条件	ろう箔の組成, 厚さ	70.5wt%Ag-27.5wt%Cu-2.0wt%Ti (50 μm)	同 左
	温度・荷重 時間 雰囲気	<p>1113K × 0.6~1.8ks 0.03MPa 時間 雰囲気: 6.7×10^{-2} Pa</p>	同 左
	昇降温度速度	室温 → ろう付温度: 0.083K/S ろう付温度 ~ 473K: 同上 473K ~ 室温: 炉冷	同 左

(1.4) 継手強度試験法

せん断及び曲げ強度試験を行った。図4.4に詳細を示す。

いずれの試験も、試験機のクロスヘッド速度を0.5mm/minとし、試験片数は接合法及び接合条件の抽出試験では1条件あたり3個、抽出された接合法、接合条件による継手強度試験では1系列あたり10個とした。継手強度は、せん断強度では破断荷重/接合部面積、曲げ強度では破断曲げモーメント/接合部断面係数によって算出し、平均値のほかにはばらつきを整理した。

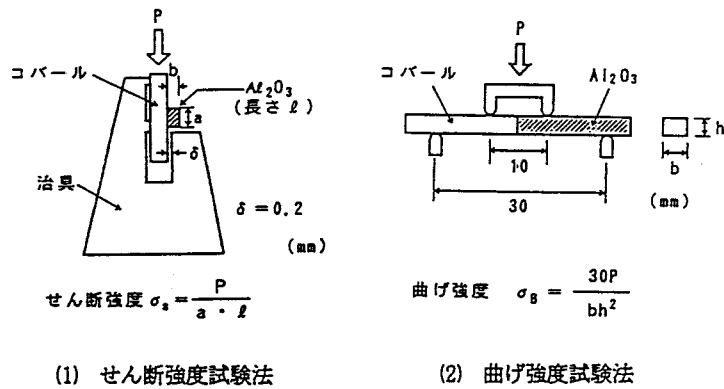


図4.4 Al_2O_3 /コバルド継手の継手強度試験法

(1.5) ろう材のぬれ性評価

Ag-Cu-Tiろうの Al_2O_3 上での拡がり面積を調査し、ぬれ性の評価を行った。

(1.6) 継手部の破断面及び Al_2O_3 接合界面の解析

抽出されたろう付条件で得られる継手について、その継手強度を支配すると思われる継手強度試験片の破断面をXPSによって状態分析すると共に Al_2O_3 側破断面の金属部分を20% HNO_3 で溶解後、同様にXPSによって Al_2O_3 接合界面を状態分析した。

(2) Al_2O_3 ・フリット/コバルドの接合

本継手は、セラミックス砥石/金属合金接合型研削砥石を対象としたもので、セラミックス砥石はcBN・フリット/ Al_2O_3 ・フリットの積層焼結材であるが、接合は Al_2O_3 ・フリットとコバルドとなり、使用環境はほぼ常温である。また、継手が曲率半径の大きな曲面継手のため、接合面を完全に密着させることは困難となり、加圧接合を採用するとセラミックス砥石の損傷が懸念される。この両者を勘案し、 Al_2O_3 /コバルドの接合の場合と同じ考え方で応力緩和に有効な接合温度が低く熱負荷の小さいAg-Cu-Ti系の活性金属法によるろう付法を検討することとした。

以下に試験概要を述べる。

(2.1) 接合方法

図4.1に示した Al_2O_3 /コバルドの接合における Al_2O_3 を Al_2O_3 ・フリットに変えたものを取上げた。

(2.2) 試験片

図4.2に示した Al_2O_3 /コバルド継手の継手強度試験片における Al_2O_3 を Al_2O_3 ・フリットに変えたものとした。

(2.3) 接合前処理及び接合条件

表4.3に示した Al_2O_3 /コバルドの接合における接合前処理及び接合条件を採用した。

(2.4) 継手強度試験法

図4.4に示した Al_2O_3 /コバル継手の継手強度試験法と同じものを用いた。また、継手強度も、せん断強度では破断荷重/接合部面積、曲げ強度では破断曲げモーメント/接合部断面係数によって算出し、平均値のほかにはばつきを整理した。

(3) ZrO_2 /コバルの接合

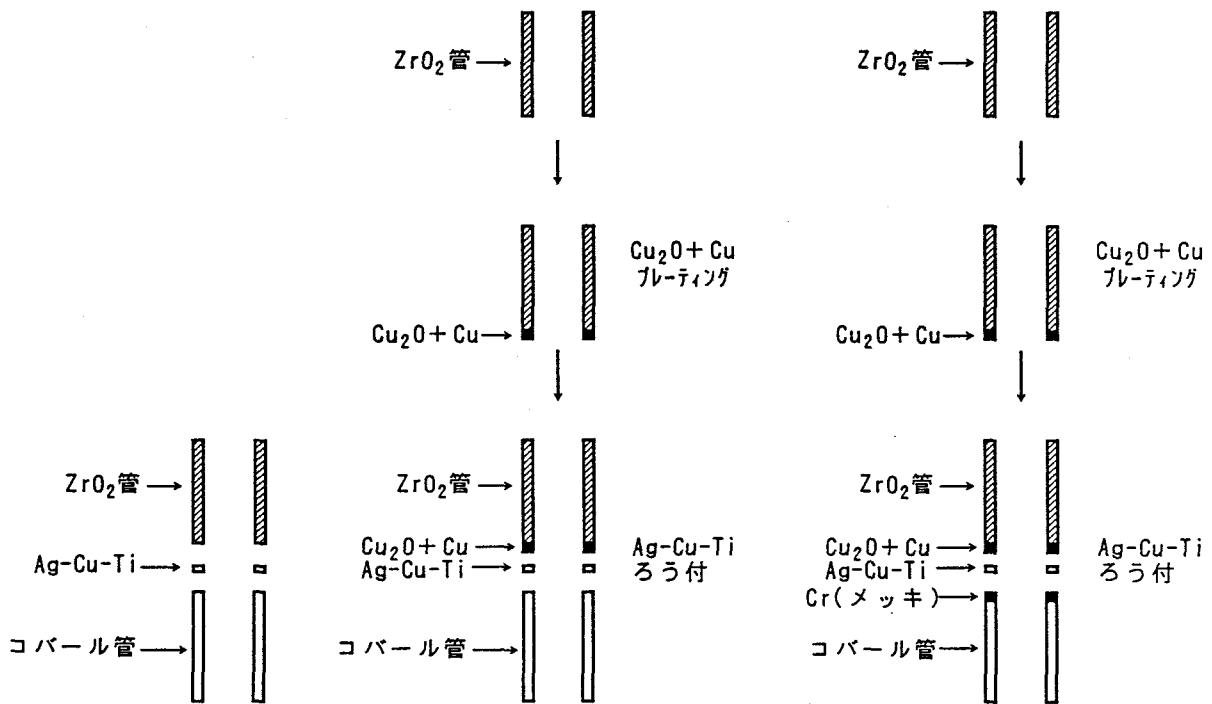
本継手は、 ZrO_2 管/金属管接合型 O_2 分離管を対象としたもので、使用環境は473K以下で比較的低温である。また、継手が長尺管突合せ継手のため加圧接合の採用は実用面より困難を伴う。この両者を勘案し、本継手についても応力緩和接合に対して有効な接合温度が低く熱負荷の小さいAg-Cu-Ti系の活性金属法によるろう付法を検討することとした。

以下に試験概要を述べる。

(3.1) 接合法

下記3方法を取上げた。図4.5に詳細を示す。

- ① ZrO_2 とコバルとの間にAg-Cu-Ti箔を挿入しろう付する (Ag-Cu-Tiろう付)。
- ② ZrO_2 に Cu_2O+Cu をプレーティングしたあと、コバルとの間にAg-Cu-Ti箔を挿入しろう付する (Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Tiろう付)。
- ③ ZrO_2 に Cu_2O+Cu をプレーティングしたあと、コバルにCrメッキを行い、その間にAg-Cu-Ti箔を挿入しろう付する (Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Ti/Crろう付)。



(1) Ag-Cu-Tiろう付 (2) Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Tiろう付 (3) Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Ti/Crろう付

図4.5 ZrO_2 /コバルの接合法

(3.2) 試験片

下記の曲げ強度試験片及びろう材のぬれ性試験片を作製した。図4.6に曲げ強度試験片の詳細を示す。ろう材のぬれ性評価試験片は Al_2O_3 /コバルト継手の項で示した図4.3の試験片において Al_2O_3 を ZrO_2 にかえたものを用いた。

- ① 24mm (外径) × 18mm (内径) × 50mm (長さ) の ZrO_2 管と同寸法のコバルト管 (通常管及びスリット挿入管) を接合し、曲げ強度試験片とした。
- ② 2mm (厚さ) × 50mm (幅) × 50mm (長さ) の ZrO_2 に5mmφのAg-Cu-Ti箔を載置し、加熱溶融してぬれ性評価試験片とした。

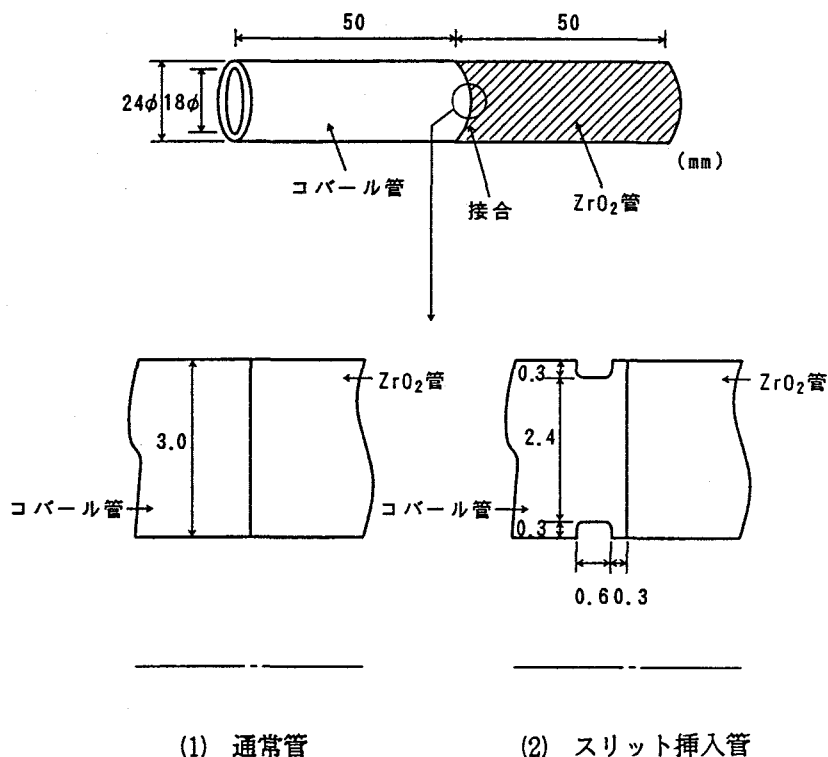


図4.6 ZrO_2 /コバルト継手の継手強度試験片
(曲げ強度試験片)

(3.3) 接合前処理及び接合条件

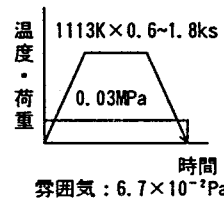
表4.4に詳細を示すが、接合条件についてはいずれの接合法においてもろう付温度をAg-Cu-Tiの溶融点(1063K)より50K高い1113Kに固定し、ろう付時間を0.6~1.8ksと変化させて接合性を評価した。

(3.4) 継手強度試験法

曲げ強度試験を行った。図4.7に詳細を示す。

試験機のクロスヘッド速度を0.5mm/minとし、試験片数は接合法及び接合条件設定の抽出試験では1条件あたり3個、抽出された接合法、接合条件による継手強度試験では1系列あたり10個とした。継手強度は破断曲げモーメント/接合部断面係数によって算出し、平均値のほかにはばらつきを整理した。

表 4. 4 ZrO₂/コパールの接合における接合前処理及び接合条件

接合法		Ag-Cu-Tiろう付	Cu ₂ O+Cu/Ag-Cu-Ti ろう付	Cu ₂ O+Cu/Ag-Cu-Ti/Cr ろう付
接合前処理	表面処理	ZrO ₂ :Rmax5μmダイエンド 研磨加工→7t脱脂 コパール:Rmax6μm加工 →7t脱脂	同 左	同 左
	プレーティング	なし	るつぼ内にCuを挿入し雰囲気 を2.7×10 ⁻² Paに減圧後、 所定酸素量を流入し、プラ ズマ溶解して、20wt%Cu ₂ O+ 80wt%Cu (10μm)をZrO ₂ (773K予熱)表面に真空 蒸着	ZrO ₂ 表面に同左のCu ₂ O+Cu を真空蒸着すると共にコパ ールにCr (10μm)を電気 メッキ
接合条件	ろう箔の組成,厚さ	70.5wt%Ag-27.5wt%Cu-2.0wt%Ti (50μm)	同 左	同 左
	温度 時間 荷重 雰囲気	 1113K×0.6~1.8ks 0.03MPa 雰囲気: 6.7×10 ⁻² Pa	同 左	同 左
	昇降温速度	室温～お付温度:0.083K/S お付温度～473K:同上 473K～室温:炉冷	同 左	同 左

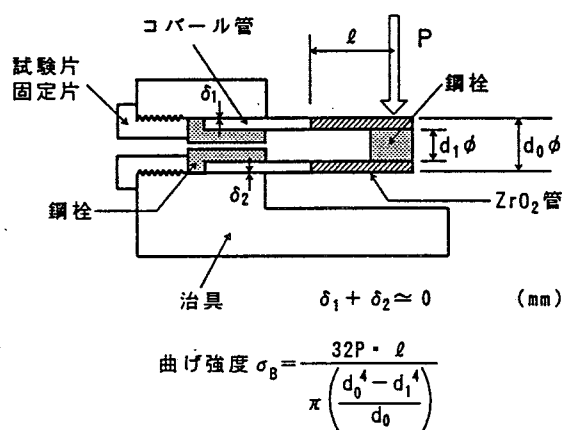


図 4. 7 ZrO₂/コパール継手の継手強度試験法
(曲げ強度試験)

(3. 5) ろう材のぬれ性評価

Ag-Cu-TiろうのZrO₂上での拡がり面積を調査し、ぬれ性の評価を行った。

(3. 6) 継手部の破断面及びZrO₂接合界面の解析

抽出されたろう付条件で得られる継手について、その継手強度を支配すると思われる継手強度試験片の破断面をXPSによって状態分析すると共にZrO₂側破断面の金属部分を20% HNO₃で溶解後、同様にXPSによってZrO₂接合界面を状態分析した。

(4) Si_3N_4 /インコロイ903の接合

本継手は、 Si_3N_4 翼/金属スリーブ接合型ターボチャージャロータを対象としたもので、使用環境は継手部の温度が約773Kまで昇温し、高温強度が要求される。また、継手が Si_3N_4 を内側とした軸対称のかん合継手で、加熱接合時に金属スリーブを軸対称的に塑性変形及びクリープ変形させると、緩やかな密着かん合が得られ易く、加圧接合を採用しても Si_3N_4 の損傷を避けうる可能性が大きい。この両者を勘案し、高温ろうを用いたろう付法及び加圧を伴った固相接合法を検討することとした。

以下に試験概要を述べる。

(4.1) 接合法

下記2方法を取上げた。図4.8に詳細を示す。

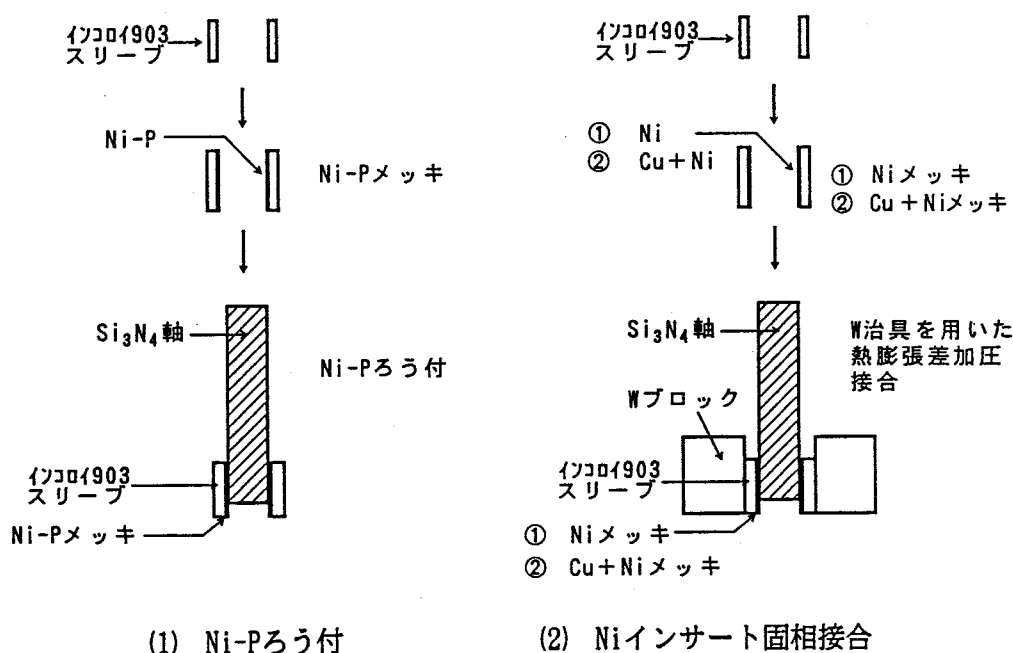


図4.8 Si_3N_4 /インコロイ903の接合法

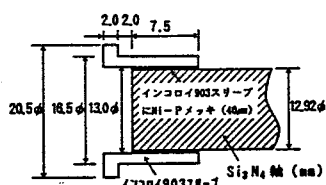
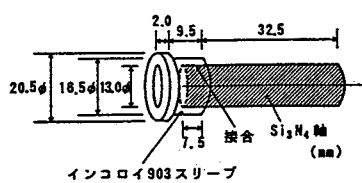
- ① 内径面にNi-Pメッキしたインコロイ903スリーブに Si_3N_4 軸を焼ばめ挿入した後、加熱してろう付する（Ni-Pろう付）。
- ② 内径面にNiメッキ又は残留応力緩和を狙ったCuとNiの積層メッキを行ったインコロイ903スリーブに Si_3N_4 軸を焼ばめ挿入した後、低熱膨張係数を有すると共に高温での高降伏点材料であるW製治具をスリーブに外挿し、加熱時にWとインコロイ903の熱膨張差を用いて、インコロイ903を塑性変形及びクリープ変形させてNiインサート面を Si_3N_4 に密着させ固相接合する（Niインサート固相接合）。

なお、ろう付でNi-P、固相接合でNiを取上げたのは、いずれも他のろう材やインサート材に比べ融点が高く高温強度にすぐれることと、かん合継手ではこれらを箔や粉末の形で挿入することが難しく、メッキ施工できることが実用上有利となるため、メッキ可能なことを材質選定の大きな因子として捉えたことによる。

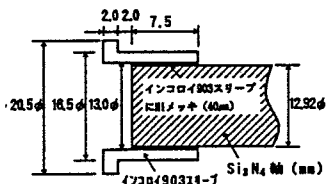
(4.2) 試験片

下記のせん断、曲げ強度試験片及びろう材のぬれ性試験片を作製した。図4.9～4.10にせん断及び曲げ強度試験片の詳細を示す。ろう材のぬれ性評価試験片は Al_2O_3 /コバルト継手の項で示した図4.3の試験片において Al_2O_3 を Si_3N_4 にかえたものを用いた。

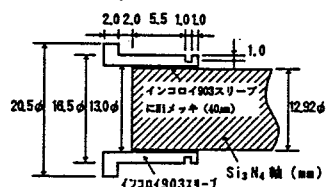
- ① 16.5mm (外径) × 13.0mm (内径) × 9.5mm (長さ) のインコイ903スリーブ〈端面に20.5mm (直径) × 2.0mm (長さ) のつばをつけた通常スリーブ及びスリット挿入スリーブ〉の内径面に、ろう付の場合はNi-Pメッキ (40 μ m)、固相接合の場合にはNiメッキ (40 μ m)及び残留応力緩和を狙ったCuの下地メッキ(250 μ m)を行った後、Niメッキ (40 μ m)する積層メッキを行い、これに12.92mm (直径) × 40mm (長さ) の Si_3N_4 軸を挿入接合 (ろう付および固相接合) してせん断強度試験片とした。



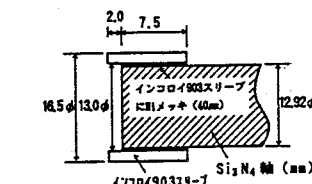
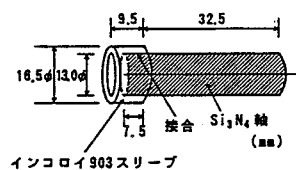
① 通常スリーブ



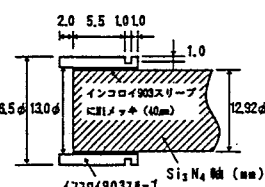
② スリット挿入スリーブ



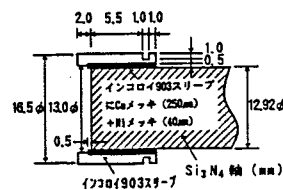
③ スリット挿入+Cu下地メッキスリーブ



① 通常スリーブ



② スリット挿入スリーブ



③ スリット挿入+Cu下地メッキスリーブ

図4.9 Si_3N_4 /インコイ903継手の継手強度試験片(1) (せん断強度試験片)
-Ni-ろう付, Niインサート固相接合-

図4.10 Si_3N_4 /インコイ903継手の継手強度試験片(2) (曲げ強度試験片)
-Ni インサート固相接合-

- ② 16.5mm (外径) × 13.0mm (内径) × 9.5mm (長さ) のインコロイ903スリーブ (通常スリーブ及びスリット挿入スリーブ) の内径面に、Niメッキ (40 μ m)及び残留応力緩和を狙ったCuの下地メッキ(250 μ m)を行った後、Niメッキ (40 μ m)する積層メッキを行い、これに12.92mm (直径) × 40mm (長さ) のSi₃N₄軸を挿入接合 (固相接合) して曲げ強度試験片とした。
- ③ 2mm (厚さ) × 50mm (幅) × 50mm (長さ) のSi₃N₄に5mm ϕ のNi-P箔を載置し、加熱溶融してぬれ性評価試験片とした。

(4.3) 接合前処理及び接合条件

表4.5に詳細を示すが、接合条件については下記のように変化させて接合性を評価した。

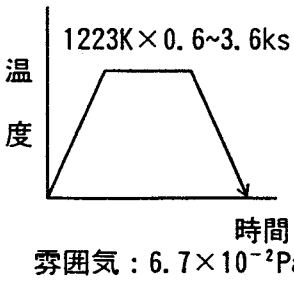
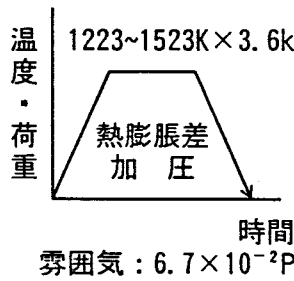
① Ni-Pろう付

ろう付温度をNi-Pの溶融点 (1148K)より75K高い1223K に固定し、ろう付時間を0.6~3.6ks と変化させて接合性を評価した。

② Niインサート固相接合

接合時間を3.6ks と固定し、接合温度を1223~1523K と変化させて接合性を評価した。

表4.5 Si₃N₄/インコロイ903の接合における接合前処理及び接合条件

接合法		Ni-Pろう付	Niインサート固相接合
接合前処理	表面処理	Si ₃ N ₄ :Rmax 1 μ mダイヤモンド研摩加工→アセトン脱脂 インコロイ903:Rmax 6 μ m加工→アセトン脱脂	同 左
	プレーティング	インコロイ903にNi-10wt%P(40 μ m)を無電解メッキ	①インコロイ903にNi (40 μ m)を電気メッキ ②インコロイ903にCu(250 μ m)を無電解メッキ後、Ni(40 μ m)を電気メッキ
接合条件	かん合	焼ばめ挿入 (焼ばめ挿入前間隙 \approx 0)	同 左
	温度・時間・荷重・雰囲気	 <p>1223K × 0.6~3.6ks 雰囲気: 6.7 × 10⁻²Pa</p>	 <p>1223~1523K × 3.6ks 熱膨脹差加圧 雰囲気: 6.7 × 10⁻²Pa</p>
	昇降温速度	室温~ろう付温度:0.083K/S ろう付温度~473K: 同上 473K~室温: 炉冷	室温~接合温度:0.083K/S 接合温度~473K: 同上 473K~室温: 炉冷

(4.4) 継手強度試験法

せん断及び曲げ強度試験を行った。図4.11に詳細を示す。

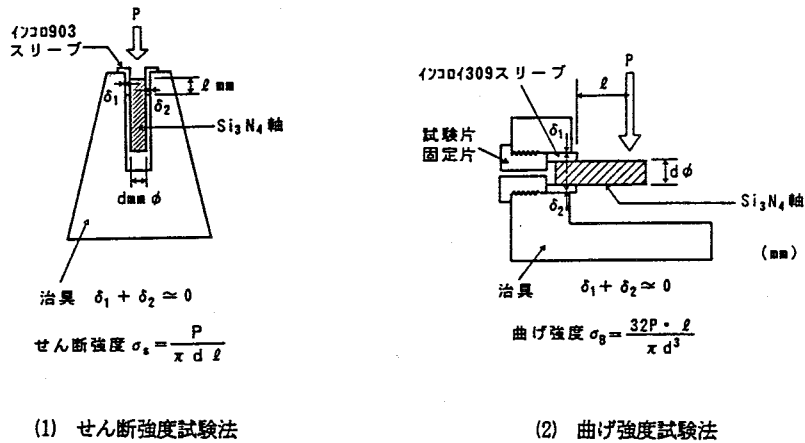


図4.11 Si₃N₄/インコイ903継手の継手強度試験法

いずれの試験も、試験機のクロスヘッド速度を 0.5mm/minとし、試験片数は接合法及び接合条件の抽出試験では1条件あたり3個、抽出された接合法、接合条件による継手強度試験では1系列あたり10個とした。継手強度は、せん断強度では破断荷重/接合部面積、曲げ強度では破断曲げモーメント/接合部断面係数によって算出し、平均値のほかにはばらつきを整理した。

(4.5) ろう材のぬれ性評価

Ni-PろうのSi₃N₄上での拡がり面積を調査し、ぬれ性の評価を行った。

(5) Si₃N₄/Si₃N₄の接合

本継手は、Si₃N₄翼/Si₃N₄軸接合型ターボ分子ポンプロータを対象としたもので、使用環境は室温から比較的高温の573K程度まで広範に亘る。また、継手が完全平板継手のため、接合面の平坦度を比較的容易に得ることが出来、加圧接合を採用してもSi₃N₄の損傷を避けうる可能性がある。この両者を勘案し、活性金属法を主体とした各種ろう付法と共に加圧接合法についても検討することとした。なお、本接合は同材接合のため、熱負荷に対しては制約を設けず、各種接合法、接合条件を取上げた。

以下に試験概要を述べる。

(5.1) 接合法

下記2方法を取上げた。図4.12に詳細を示す。

- ① Si₃N₄間にAl箔、Ag-Cu-Ti箔、Cu/Ti/Cu3層重ね箔及びCu-Tiアモルファス箔を挿入しろう付する (Al, Ag-Cu-Ti, Cu-Tiろう付)。
- ② Si₃N₄間にAl箔を挿入し、第1工程で減圧下でAlを熔融し、第2工程で雰囲気を変えて高温に昇温して加圧接合する。また、これに第3工程としてカプセリングなしのN₂雰囲気HIP処理を加えるものも行う (Alインサート高温加熱加圧接合)。
- ③ Si₃N₄を直接、加熱加圧接合する (直接加熱加圧接合)。

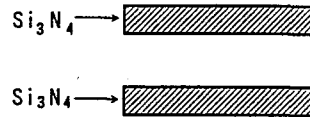
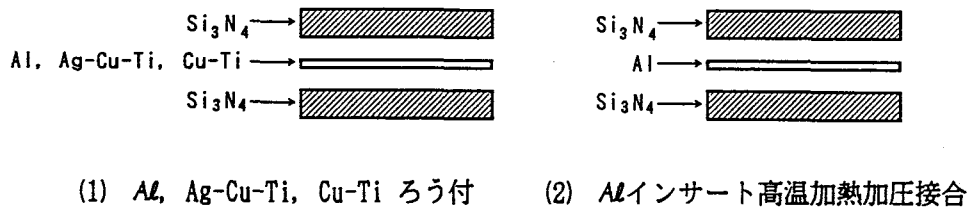


図4.12 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 継手の接合法

(5.2) 試験片

下記のせん断及び曲げ強度試験片を作製した。図4.13に詳細を示す。

- ① 6mm (厚さ) × 25mm (幅) × 25mm (長さ) の Si_3N_4 に2mm (厚さ) × 3mm (幅) × 25mm (長さ) の Si_3N_4 を接合し、せん断強度試験片とした。
- ② 20mm (厚さ) × 20mm (幅) × 20mm (長さ) の Si_3N_4 どうしを接合した後、JIS R 1601に規定された3mm (厚さ) × 4mm (幅) × 40mm (長さ) 片を切りだし、曲げ強度試験片とした。

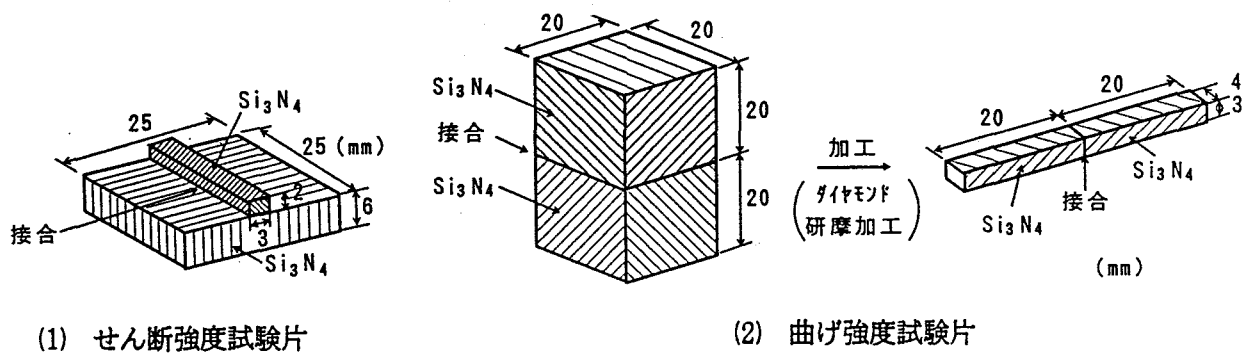


図4.13 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 継手の継手強度試験片

(5.3) 接合前処理及び接合条件

表4.6に詳細を示すが、接合条件については下記のように変化させて接合性を評価した。

- ① Al, Ag-Cu-Ti, Cu-Ti ろう付については、ろう付温度をAl ろう付では溶融点 (933K) より140K高い1073K, Ag-Cu-Ti ろう付では溶融点 (1063K) より50K高い1113K, Cu-Ti ろう付では溶融点 (1253K) より120K高い1373Kに固定し、減圧下でろう付時間を0.6~3.6ks と変化させて接合性を評価した。
- ② Alインサート高温加熱加圧接合では、第1工程で1073K × 0.6ksの加熱を減圧下で行い、Alを溶融した後、第2工程で Si_3N_4 の焼結温度より200~300K低い1773Kから焼結温度直下

付近の1973Kまで加熱温度を変化させ、実用上適切と考えられる3MPa×3.6ksの加圧接合を0.1MPaのN₂雰囲気中で行って接合性を評価した。また、これに第3工程としてSi₃N₄の焼結温度直下付近の1973Kに加熱し、200MPa×3.6ksのN₂雰囲気HIP処理（カプセリングなし）を加えるものも実施し、その接合性を評価した。

- ③ 直接接合では、加熱温度をSi₃N₄の焼結温度より300~400K低い1673Kから焼結温度直下付近の1973Kまで変化させ、減圧下および0.1MPaのN₂雰囲気下で24MPa×3.6ksの加圧接合を行って接合性を評価した。

表4.6 Si₃N₄/Si₃N₄の接合における接合前処理及び接合条件

接合法		インサート接合		直接加熱加圧接合
		Al, Ag-Cu-Ti, Cu-Ti ろう付	Alインサート 高温加熱加圧接合	
接合前処理	表面処理	Si ₃ N ₄ :Rmax 1 μm grit 研磨加工→アセトン脱脂	同左	同左
接合条件	ろう箔 または インサート材の 組成, 厚さ	Al: 99.9wt%Al (30 μm) Ag-Cu-Ti: 70.5wt%Ag-27.5wt% Cu-2.0wt%Ti (50 μm) Cu-Ti: 57.0wt%Cu-43.0wt%Ti (50 μm)およびCu/Ti/Cu (各10 μm)	Al: 99.9wt%Al (30 μm)	なし
	温度 時間 荷重 雰囲気	<p>1073K×0.6~3.6ks (Alろう付) 1113K×0.6~3.6ks (Ag-Cu-Tiろう付) 1373K×0.6~3.6ks (Cu-Tiろう付)</p> <p>0.03MPa</p> <p>雰囲気: 6.7×10^{-2} Pa</p>	<p>1st step 2nd step</p> <p>1773~1973K×3.6ks 1073K×0.6ks 0.03MPa 3MPa</p> <p>3rd step 1973K×3.6ks 200MPa</p> <p>雰囲気: 6.7×10^{-2} Pa (1st step) 0.1MPa <N₂> (2nd step) 200MPa <N₂> (3rd step)</p>	<p>1673~1973K×3.6ks 24MPa</p> <p>雰囲気: 6.7×10^{-2} Pa または 0.1MPa <N₂></p>
	昇降温 速度	室温~ろう付温度: 0.083K/s ろう付温度~473K: 同上 473K~室温: 炉冷	(1st, 2nd step) 室温~接合温度: 0.083K/s 接合温度~473K: 同上 473K~室温: 炉冷 (3rd step) 室温~接合温度: 0.157K/s 接合温度~室温: 0.236K/s	室温~接合温度: 0.083K/s 接合温度~473K: 同上 473K~室温: 炉冷

(5.4) 継手強度試験法

せん断及び曲げ強度試験を行った。図4.14に詳細を示す。

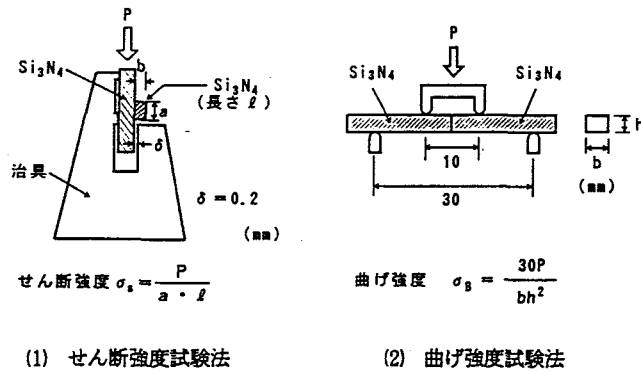


図4.14 Si₃N₄/Si₃N₄継手の継手強度試験法

いずれの試験も、試験後のクロスヘッド速度を 0.5mm/minとし、試験片数は接合法及び接合条件の抽出試験では1条件あたり3個、抽出された接合法及び接合条件による継手強度試験では1系列あたり10~12個とした。継手強度は、せん断強度では破断荷重/接合部面積、曲げ強度では破断曲げモーメント/接合部断面係数によって算出し、平均値のほかにはばらつきを整理した。

(5.5) 継手部の破断面及びSi₃N₄接合界面の解析

抽出された接合条件で得られる継手について、その継手強度を支配すると思われる継手強度試験片の破断面をXPSによって状態分析すると共に該破断面の金属部分をAlろう付ではNaOH、Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付ではHNO₃で溶解後、同様にXPSによりSi₃N₄接合界面を状態分析した。なお、Alインサート高温加熱加圧接合については破断面をそのままXPSにより解析した。

4.4 各種継手の継手特性調査試験結果

4.4.1 Al₂O₃/コバルト継手

(1) 接合法及び接合条件の抽出

図4.15にAl₂O₃とコバルトとの間にAg-Cu-Ti箔を挿入してろう付する通常のAg-Cu-Tiろう付及びAl₂O₃にCu₂O+Cuをプレーティングした後、コバルトとの間にAg-Cu-Ti箔を挿入してろう付するCu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付について、ろう付温度を一定とし、ろう付時間を変化させた時のAl₂O₃/コバルト平板継手の継手強度(室温せん断強度)試験結果を示す。

接合性が界面反応に支配されるとすると、ろう付温度とろう付時間の双方の影響を受けると考えられるが、真空中でのAg-Cu系ろう付ではろう付温度を上げすぎると蒸発現象を招くことから、通常のろう付温度(1113K)とし、ろう付時間を変化させて(0.6~1.8ks)評価した。

その結果、Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付の方がAg-Cu-Tiろう付より、すぐれた継手強度を示し、優位性が認められた。一方、ろう付条件による継手強度の変化については両ろう付法ともほとんど差異が認められず、経済性の点から短時間ろう付の採用が合理的と考えられる。

以上の結果より、接合法としてCu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付、ろう付条件として1113K×0.6ks(雰囲気6.7×10⁻²Pa)を抽出した。

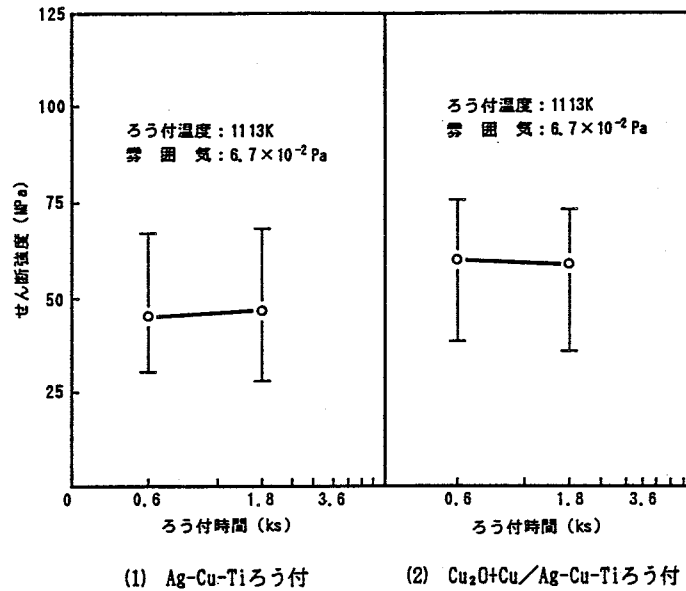


図4.15 Al_2O_3 /コバル平板継手の接合法，接合条件抽出試験結果
(室温せん断強度による評価)

(2) 抽出接合法及び接合条件で得られる継手特性

抽出した $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付で， $1113K \times 0.6ks$ ($6.7 \times 10^{-2}Pa$) のろう付条件で得られる継手について，ばらつきを考慮した継手強度特性を評価すると共に本継手が気密性の要求される部材接合にしばしば用いられ，非接合部を生じないことが望まれるため，ろう材の Al_2O_3 へのぬれ性評価も行った。また，継手部の破断面や接合界面の性状を調査し，その特性評価も行った。

なお，その際の評価にあたっては， $1113K \times 0.6ks$ ($6.7 \times 10^{-2}Pa$) のろう付条件による通常の $Ag-Cu-Ti$ ろう付けと比較して実施した。

(2.1) 継手強度

表4.7，図4.16に試験片数を10本として，ばらつきを評価した継手強度特性（室温せん断強度，室温曲げ強度）を示す。

表4.7 $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付で得られる Al_2O_3 /コバル継手の継手強度特性

接合法	強度種別	平均値 \bar{X} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 V (σ/\bar{X})	ワイヤ形状 係数 m	破断位置
$Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付 注1)	せん断強度 (室温)	59.4	16.3	0.27	4.2	ろう材中破断
	曲げ強度 (室温)	186.3	19.3	0.10	11.8	
$Ag-Cu-Ti$ ろう付 注2)	せん断強度 (室温)	48.0	18.8	0.39	2.7	同上
	曲げ強度 (室温)	133.7	17.9	0.13	8.8	

注1) ろう付条件： $1113K \times 0.6ks$ ($6.7 \times 10^{-2}Pa$)

注2) 比較参考とした通常の $Ag-Cu-Ti$ ろう付。ろう付条件は $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付と同じ。

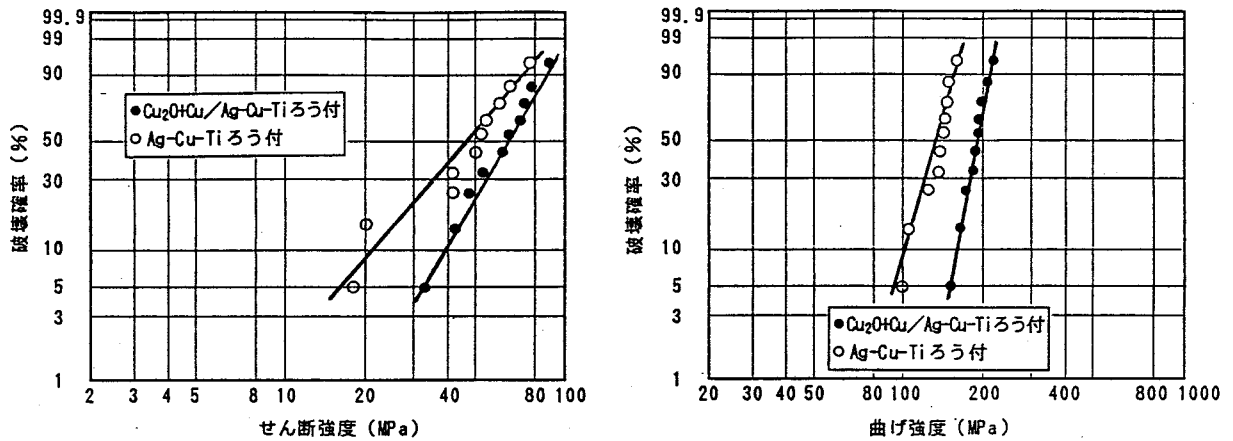


図4.16 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付で得られる Al_2O_3 /コバル平板継手の継手強度特性 (ワイブルプロット)

$\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付が 48.0MPa (室温せん断強度), 133.7MPa (室温曲げ強度) を示すのに対し, $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付は 59.4MPa (室温せん断強度), 186.3MPa (室温曲げ強度) と高強度を示し, ばらつきも小さな良好な継手強度特性を示した。

(2.2) ろう材の Al_2O_3 へのぬれ性



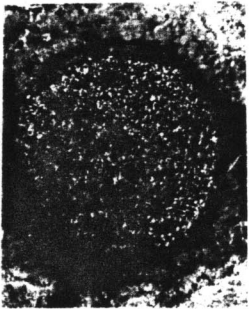

表4.8, 図4.17にろう材の Al_2O_3 へのぬれ性調査結果を示す。

表4.8 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付で得られる Al_2O_3 へのぬれ性

種別	$\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付 注1)			Ag-Cu-Tiろう付 注2)		
	ろう材の初期面積 (A_0)	熔融凝固ろの面積 (A)	A/ A_0	ろう材の初期面積 (A_0)	熔融凝固ろの面積 (A)	A/ A_0
99wt% Al_2O_3	19.6mm ²	17.6mm ²	0.90	19.6mm ²	6.7mm ²	0.34
96wt% Al_2O_3	19.6mm ²	42.3mm ²	2.16	19.6mm ²	8.6mm ²	0.44

注1) 加熱条件: 1113Kx0.6ks (6.7×10^{-2} Pa)

注2) 比較参考とした通常のAg-Cu-Tiろう付。加熱条件は $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付と同じ。

Cu ₂ O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付 ^{注1)}	Ag-Cu-Tiろう付 ^{注2)}
	
99wt% Al ₂ O ₃	99wt% Al ₂ O ₃
	
96wt% Al ₂ O ₃	96wt% Al ₂ O ₃

注1) 加熱条件：1113Kx0.6ks (6.7x10⁻²Pa)
注2) 比較参考とした通常のAg-Cu-Tiろう付。加熱条件はCu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付と同じ。

図4.17 Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付で得られるAl₂O₃へのぬれ性

ろう材の初期面積をA₀とし、加熱後の溶融凝固ろうの面積をAとした時のろう材の拡がり面積比A/A₀を用いて評価を行ったが、Ag-Cu-Tiろう付では0.34、Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付では0.90となり、約2.5倍のろうの拡がり性を示した。さらに、Al₂O₃の純度が低い96%Al₂O₃の場合も比較評価したが、この傾向は一層顕著にあらわれることが判った。この様に、Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付は高い継手強度特性を示すと共に継手の気密性にもすぐれる接合法であると言える。

このCu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付がAl₂O₃へのすぐれたぬれを示す理由であるが、Ag-Cu-Tiろうの挙動を考えた時、Ag-Cu-TiろうはAl₂O₃に強固に密着したCu₂O+Cuプレーティング層のCu成分と先ずよくぬれ、次いで時間経過と共にAg-Cu-Tiろうが図4.22の組織観察から判断されるように、Cu₂O+Cuプレーティング層を溶解してAl₂O₃界面に到達し、後述する継手部の破断面及びAl₂O₃接合界面の解析から存在が確認された溶融ろう中のTiO₂やCu₂Oの酸化物成分がAl₂O₃及びAl₂O₃中の焼結助剤(SiO₂, CaOのガラス質)と結合して、すぐれたぬれ性を示したものと思われる。後者の段階においては、酸化物の存在がぬれ性を上昇せしめるというこれまでのデータ・考察から⁹⁰⁾、その妥当性が裏付けられる。なお、Al₂O₃の純度が低下するとAg-Cu-Tiろうのぬれ性が向上しているのは、低純度Al₂O₃ほど焼結助剤(ガラス質)が多く、これが反応性に富み⁹¹⁾、ぬれ性を増大せしめたと思われる。

なお、このCu₂O+Cuプレーティング層のSEM像を図4.18、X線回折結果を図4.19に示す。

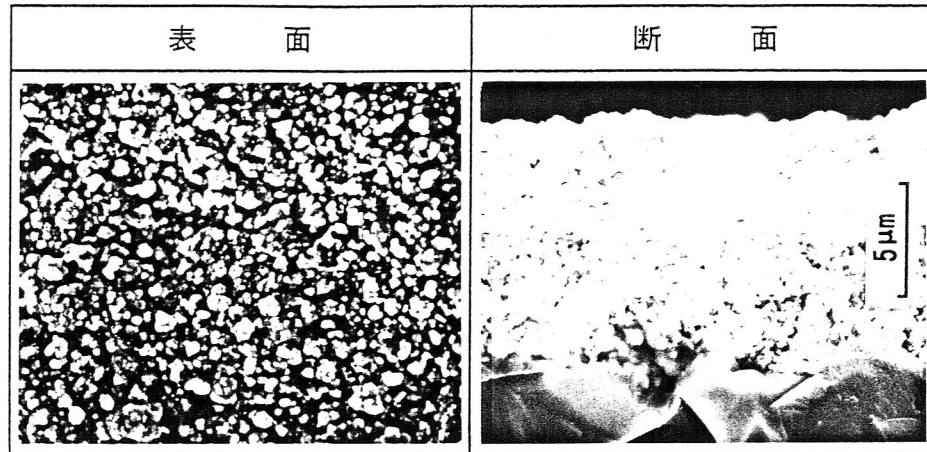


図4.18 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}$ プレーティング層のSEM像

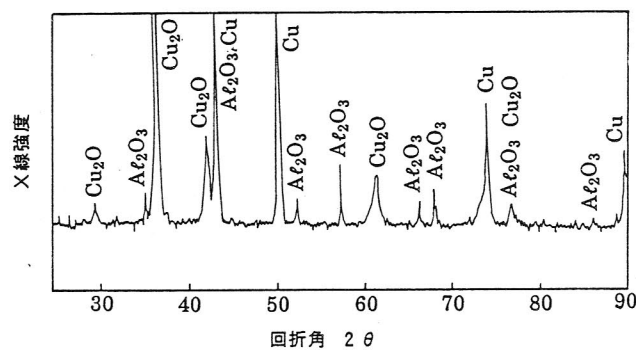


図4.19 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}$ プレーティング層のX線回折結果

(2.3) 継手部の破断面及び Al_2O_3 接合界面の性状

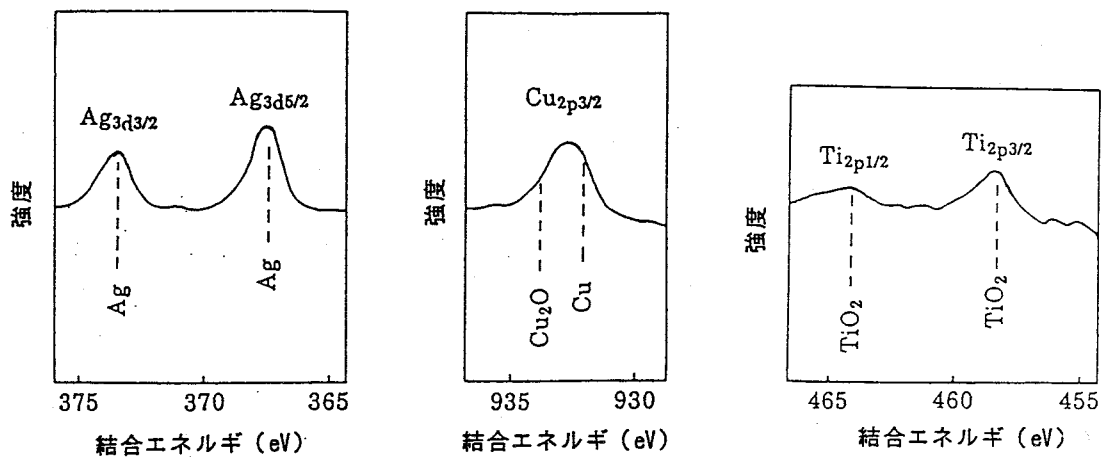
図4.20に継手部の破断面（せん断強度試験片の Al_2O_3 側）のXPSによる状態分析結果を示す。Wide scanningを行った後、Narrow scanningを実施したが、 Al_2O_3 側及びコバル側破断面いずれにおいても、Ag-Cu-Tiろう付ではAg、Cu及び TiO_2 、 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付ではAg、 TiO_2 及びピークがブロードで共存状態を示すCu、 Cu_2O が検出された。

これらの結果から、Ag-Cu-Tiろう付ではろう材成分のTiが酸化した TiO_2 の存在するAg-Cu内破断、 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付では TiO_2 、 Cu_2O の存在するAg-Cu内破断を生じていることが判った。

Ag-Cu-Tiろう付と $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付で継手強度特性に差異を生じたのは、この様に破断位置の組成が $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}$ プレーティング層の存在有無で変化することから、 Cu_2O の挙動に起因していると考えられる。

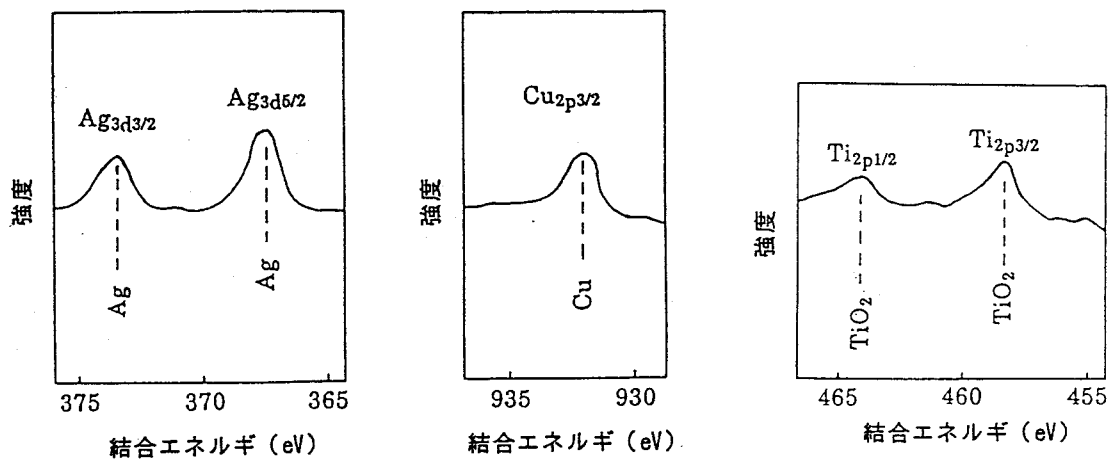
次に、図4.21に継手部の破断面（せん断強度試験片の Al_2O_3 側）の金属成分（ろう材）を20% HNO_3 で溶解し、 Al_2O_3 接合界面をXPSで状態分析した結果を示す。

破断面と同様にWide scanningを行った後、Narrow scanningを実施したが、Ag-Cu-Tiろう付では Al_2O_3 母材と TiO_2 、Ag、Cu、 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付では Al_2O_3 母材と TiO_2 、Ag及びピークがブロードで共存状態を示すCu、 Cu_2O が検出された。



観察面：せん断強度試験片の Al_2O_3 側破断面
 ろう付条件：1113K×0.6ks(6.7×10^{-2} Pa)

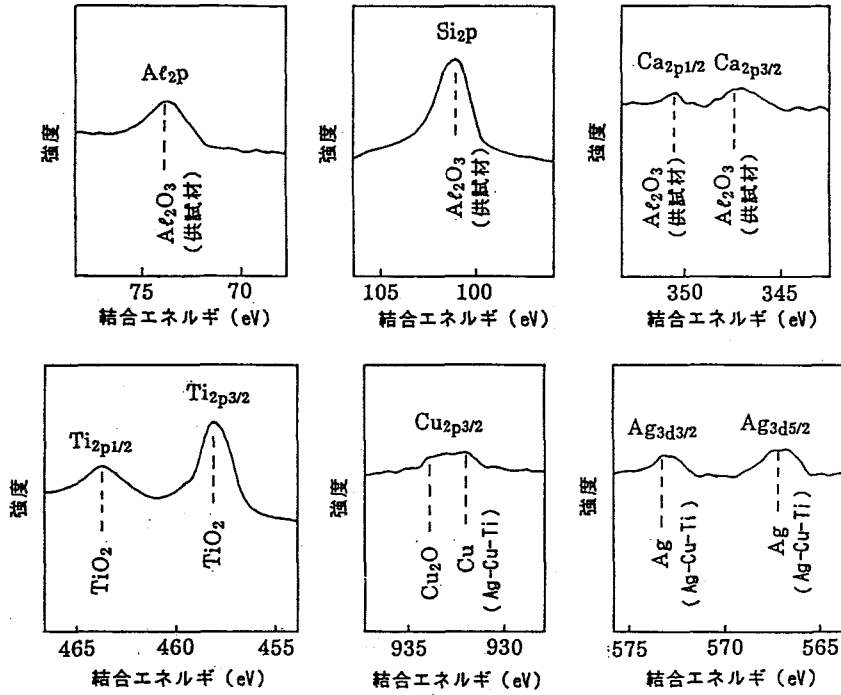
(1) $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付



観察面：せん断強度試験片の Al_2O_3 側破断面
 ろう付条件：1113K×0.6ks(6.7×10^{-2} Pa)

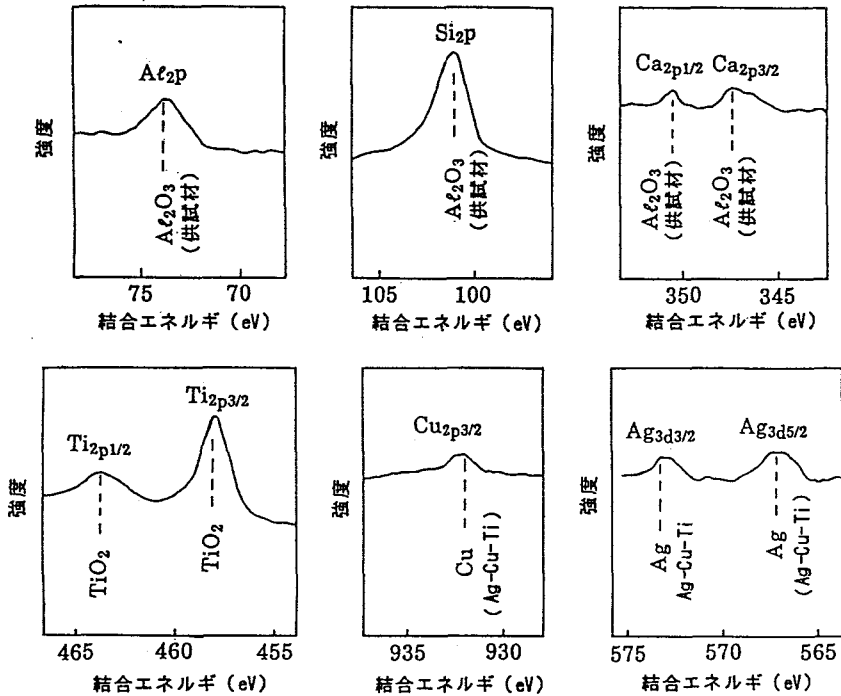
(2) $Ag-Cu-Ti$ ろう付

図4.20 $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付で得られる Al_2O_3 /コバルト継手の破断面のXPS結果



観察面：せん断強度試験片の Al_2O_3 接合界面
ろう付条件：1113K×0.6ks(6.7×10^{-2} Pa)

(1) $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付



観察面：せん断強度試験片の Al_2O_3 接合界面
ろう付条件：1113K×0.6ks(6.7×10^{-2} Pa)

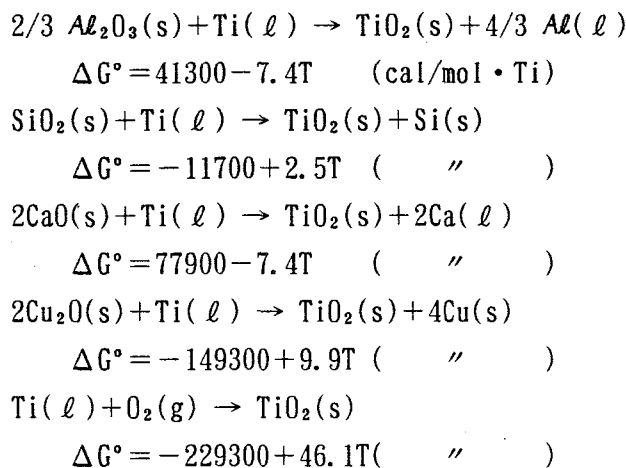
(2) $Ag-Cu-Ti$ ろう付

図4.21 $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付で得られる Al_2O_3 /コバルト継手の Al_2O_3 接合面のXPS結果

Ag, Cuが微量検出されるのは Al_2O_3 表面に存在するポイド等の微少欠陥に浸透したAg, Cuが HNO_3 で十分溶解除去できず、微量残存したためと思われ、 Al_2O_3 接合界面には、Ag-Cu-Tiろう付では TiO_2 , $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付では TiO_2 , Cu_2O が存在していると言える。そして、これらが焼結助材として SiO_2 , CaO を含有する Al_2O_3 と酸化物結合により接合していることが有力な接合形態として推測される。これは Al_2O_3 をCu-Tiろうを用いてろう付けした場合に Al_2O_3 接合界面に $(Al, Ti)_2O_3$, TiO_x の形成存在が接合に寄与しているというこれまでの解析^{9,2)}からも妥当性がうかがえる。

また、継手強度試験及びこれら破断面、接合界面の解析結果より、 TiO_2 単独より TiO_2 , Cu_2O の併存が接合界面および破断相の強度をあげ、継手強度特性を向上させたと考えられる。

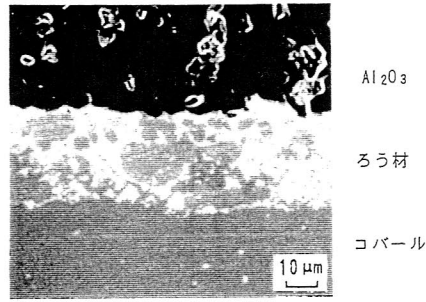
なお、最後に活性金属法によるろう付の主因をなし、接合の促進を律速していると推定される TiO_2 の生成について考察すると、考えられる反応としては、まず、Ag-Cu-Tiろう中のTiが Al_2O_3 又はその焼結助材成分の SiO_2 , CaO を還元して TiO_2 に変化することや接合雰囲気中の微量 O_2 との反応で TiO_2 に変化することが挙げられる。また、 Cu_2O+Cu プレーティングを行った時は Cu_2O を還元して TiO_2 に変化することも考えられる。今、ろう付温度(1113K)におけるこれらの反応を熱力学的に標準生成自由エネルギー変化(ΔG°)で考察すると(その際のTiは溶融したAg-Cu-Ti中のTiとして取り扱わねばならぬが、関数値が不明のため近似として、溶融Tiを用いた)、下記のようになり、 ΔG° が負となる接合雰囲気中の微量 O_2 との反応及び Cu_2O+Cu プレーティングを行った時の Cu_2O との反応が TiO_2 生成の主因になっていると考えられる。



すなわち、 Al_2O_3 母材及び焼結助剤の SiO_2 , CaO とろう材中のTiとの反応は ΔG° が正となり、接合はTiによる還元反応にもとづくものではなく、上述の反応で生じた TiO_2 が接合界面で酸化物結合することによると推定される。

(2.4) 継手部の組織

図4.22に $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付で得られる Al_2O_3 /コバル継手のマイクロ組織を示す。ポイドなど欠陥のない良好な継手が得られている。



ろう付条件 : 1113K × 0.6ks ($6.7 \times 10^{-2} \text{Pa}$)

図 4.22 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付で得られる $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{コバル}$ 継手のマイクロ組織

以上、これらの試験及び考察結果より、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{コバル}$ 継手では、 $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}$ を Al_2O_3 にプレATINGしたあと、コバルとの間に $\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ 箔を挿入して $1113\text{K} \times 0.6\text{ks}$ ($6.7 \times 10^{-2} \text{Pa}$) の条件でろう付する $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付法が適切であると判断される。また、本法は $\text{Cu}-\text{Ti}$ 系など他の活性金属法によるろう付より接合温度が低く、熱負荷も低減して応力緩和に合致した接合法であると言える。

4.4.2 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{フリット}/\text{コバル}$ 継手

(1) 接合法及び接合条件の抽出

$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{フリット}$ は前項の Al_2O_3 と基本組成上大きな差異がないことから、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{コバル}$ 継手の場合と同じ考え方で $\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付及び $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}/\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ ろう付を取上げ、ろう付温度を一定 (1113 K) とし、ろう付時間を変化させて ($0.6 \sim 1.8 \text{ ks}$) 接合試験した。

図 4.23 に $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{フリット}/\text{コバル}$ 平板継手の継手強度 (室温せん断強度) 試験結果を示す。

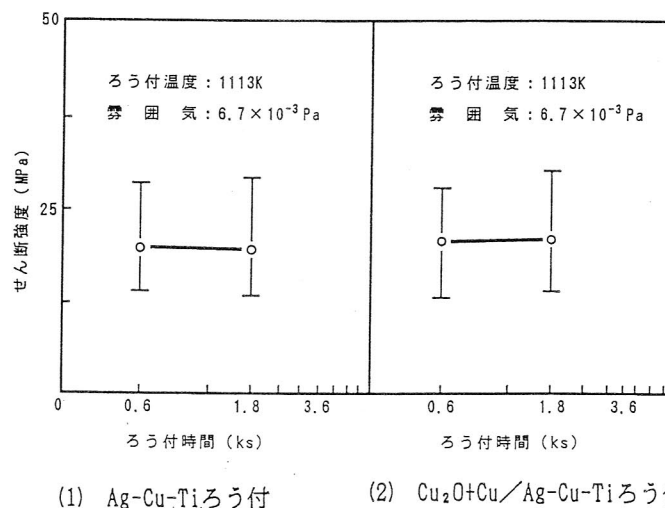


図 4.23 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{フリット}/\text{コバル}$ 平板継手の接合法、接合条件抽出試験結果 (室温せん断強度による評価)

Ag-Cu-Tiろう付とCu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付との間に優位差が認められず、ろう付条件による継手強度の変化もほとんど生じなかった。このため、接合プロセスが簡易で短時間ろう付が経済性の点から合理的であることから、接合法としてAg-Cu-Tiろう付、ろう付条件として1113K×0.6ks（雰囲気6.7×10⁻²Pa）を抽出した。

なお、両ろう付法に間に優位差が認められなかったのは、継手部の破断面の性状の項で詳述するが、いずれもAl₂O₃・フリット中で破断し、見掛上、接合部の真の強度が継手強度特性に係わりのない結果になったためと思われる。

(2) 抽出接合法及び接合条件で得られる継手特性

抽出したAg-Cu-Tiろう付で、1113K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)のろう付条件で得られる継手について、ばらつきを考慮した継手強度特性を評価すると共に継手部の破断面や接合界面の性状に考察を加え、その特性評価も行った。

(2.1) 継手強度

表4.9, 図4.24に試験片数を10本として、ばらつきを評価した継手強度特性（室温せん断強度, 室温曲げ強度）を示す。

表4.9 Ag-Cu-Tiろう付で得られるAl₂O₃・フリット/コバルト継手の継手強度特性

強度種別	平均値 X (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 V (σ/X)	ワイブル形状 係数 m	破断位置
せん断強度 (室温)	21.4	6.1	0.29	4.0	Al ₂ O ₃ ・フリット中破断
曲げ強度 (室温)	50.3	11.1	0.22	5.3	

注) ろう付条件: 1113K×0.6ks (6.7×10⁻²Pa)

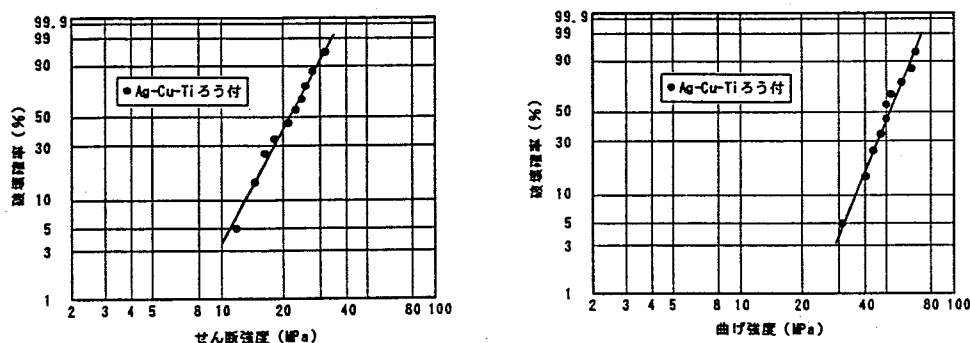


図4.24 Ag-Cu-Tiろう付で得られるAl₂O₃・フリット/コバルト平板継手の継手強度特性（ワイブルプロット）

21.4MPa（室温せん断強度），50.3MPa（室温曲げ強度）の継手強度が得られ、いずれも前述したようにAl₂O₃・フリット中破断を示した。Al₂O₃・フリット中で破断することから、Al₂O₃・フリット母材の室温曲げ強度特性と比較したが、変動係数とワイブル係数を含め強度特性は全般に低

下するものの、強度値としては母材室温曲げ強度（60.0MPa）の約80%が得られると言える。

なお、この強度低下は残留応力に起因するところが大きいと思われるが、低下の度合いが少ないのは Al_2O_3 ・フリットがヤング率の低いこと（61800MPa）や気孔を強制的に含有させているセラミックスであるため残留応力値があまり大きくならないためではないかと推定される。

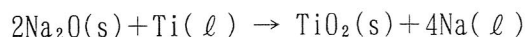
(2.2) 継手部の破断面及び Al_2O_3 ・フリット接合界面の性状

継手の破断位置は、前述したようにAg-Cu-Tiろう付、 $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付いずれも Al_2O_3 ・フリット中となった。

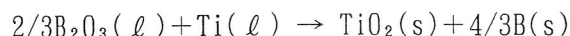
Al_2O_3 ・フリット/コバル継手では、 Al_2O_3 ・フリットの母材強度が著しく低いため、ろう材中破断や Al_2O_3 ・フリット接合界面破断にいたる前に Al_2O_3 ・フリット中破断を招いて、見掛上、接合部の真の強度が継手強度特性に係わりのない結果を示したと言える。

このため、 Al_2O_3 ・フリット接合界面の性状調査は割愛したが、接合界面での接合形態は Al_2O_3 /コバル継手の場合と基本的に同じものと思われる。

なお、接合の促進を律速していると推定される TiO_2 の生成については、 Al_2O_3 /コバル継手の際の Al_2O_3 よりガラス質の多い Al_2O_3 ・フリットではろう付温度（1113K）において熱力学的には下記反応も考えられ、ろう材の Al_2O_3 ・フリットへのぬれ性も前項の図4.17で示したように Al_2O_3 の純度が低下（ガラス質が増大）すると増加傾向が認められた点から考えて、 Al_2O_3 より改善されていると推定される。



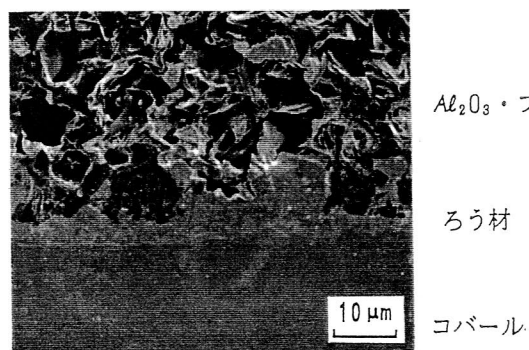
$$\Delta G^\circ = -28380 - 22.8T \text{ (cal/mol} \cdot \text{Ti)}$$



$$\Delta G^\circ = -26633 + 3.8T \text{ (")}$$

(2.3) 継手部の組織

図4.25にマイクロ組織を示す。 Al_2O_3 ・フリットの気孔中にろう材が浸透し、凹凸のあるろう材凝固組織となっている。



ろう付条件：1113K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)

図4.25 Ag-Cu-Tiろう付で得られる
 Al_2O_3 ・フリット/コバル継手の
マイクロ組織

以上、これらの試験及び考察結果より、 Al_2O_3 ・フリット/コバル継手では、 Al_2O_3 ・フリットとコバルとの間にAg-Cu-Ti箔を挿入して1113K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)の条件でろう付するAg-Cu-Tiろう付法が適切であると判断される。また、本法はCu-Ti系など他の活性金属法によるろう付より接合温度が低く、熱負荷も低減して応力緩和に合致した接合法であると言える。

4.4.3 ZrO₂/コバル管継手

(1) 接合法及び接合条件の抽出

図4.26にZrO₂管とコバル管との間にAg-Cu-Ti箔を挿入してろう付する通常のAg-Cu-Tiろう付, ZrO₂管端にCu₂O+Cuをプレーティングしコバル管との間にAg-Cu-Ti箔を挿入してろう付するCu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付及びZrO₂管端にCu₂O+Cuをプレーティングすると共にコバル管端にCrメッキし, 両者間にはAg-Cu-Ti箔を挿入してろう付するCu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付について, ろう付温度を一定とし, ろう付時間を変化させた時のZrO₂/コバル管継手の継手強度(室温曲げ強度)試験結果を示す。

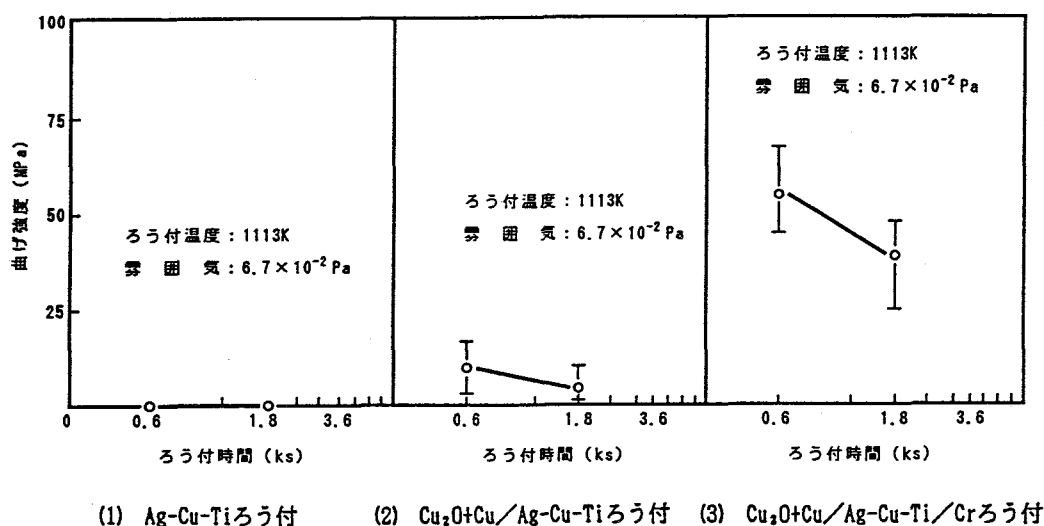


図4.26 ZrO₂/コバル管継手の接合法, 接合条件抽出試験結果
(室温曲げ強度による評価)

接合性が界面反応に支配されるとすると, ろう付温度とろう付時間の双方の影響を受けると考えられるが, Al₂O₃/コバル管継手において述べたように真空中でのAg-Cu-Tiろう付ではろう付温度を上げすぎると蒸発現象を招くことから, 通常のろう付温度(1113K)とし, ろう付時間を変化させて(0.6~1.8ks)評価した。

その結果, Ag-Cu-Tiろう付では, いずれのろう付条件でも接合終了時点でZrO₂管とコバル管が接合界面で剥離し, Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Tiろう付では極めて低い継手強度しか得られなかった。それに対し, Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付では0.6ksとろう付時間を短かくすると良好な継手強度が得られた。

以上の結果より, 接合法としてCu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付, ろう付条件として1113K×0.6ks(雰囲気6.7×10⁻²Pa)を抽出した。

なお, Ag-Cu-Tiろう付で接合終了時点で剥離する現象は, ZrO₂の特徴である酸素イオンの高移動度に起因してろう材中のTiがZrO₂界面でTiO₂となって集積することによるものと考えられ, Cu₂O+CuをプレーティングしたものはCu₂Oがろう材中のTiをトラップし, これが若干緩和されて剥離には至らなかったものと推定される。ZrO₂管には接合界面から数mmに亘って酸素欠乏相の特徴である灰色変色相(ZrO_{2-x})が認められることからこれが傍証される。

これに対し、コバル管にCrメッキした場合は既に報告されているように、ろう材中に溶解したCrがTiを捕捉し⁹³⁾、TiのZrO₂接合界面への集積を抑制して適切な接合結果が得られたものと考えられる。

(2) 抽出接合法及び接合条件で得られる継手特性

抽出したCu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付で、1113K×0.6ks (6.7×10⁻²Pa) のろう付条件で得られる継手について、通常の管継手に加え、第3章で提案したコバル管にスリットを挿入した管継手を取上げ、ばらつきを考慮した継手強度特性を評価すると共に本継手も気密性の要求される部材接合にしばしば用いられ、非接合部を生じないことが望まれるため、ろう材のZrO₂へのぬれ性評価も行った。また、継手部の破断面や接合界面の性状を調査し、その特性評価も行った。

(2.1) 継手強度

表4.10、図4.27に試験片数を10本として、ばらつきを評価した継手強度特性（室温曲げ強度）を示す。

表4.10 Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付で得られるZrO₂/コバル管継手の継手強度特性

強度種別	コバル管種別	平均値 X̄ (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 V (σ/X̄)	ワイブル形状 係数 m	破断位置
曲げ強度 (室温)	通常管	56.2	9.4	0.17	7.2	ろう材中 (一部ZrO ₂ 中)
	スリット挿入管	71.3	9.1	0.13	9.5	

注) ろう付条件: 1113K×0.6ks (6.7×10⁻²Pa)

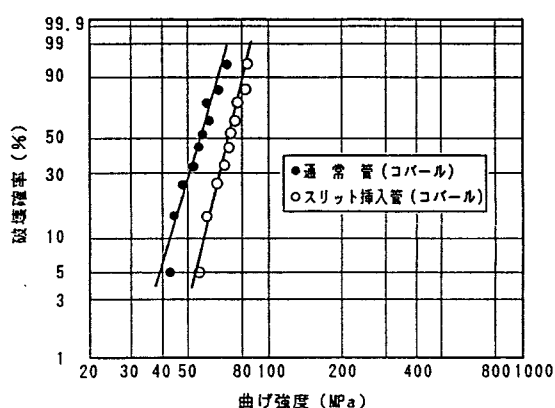


図4.27 Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付で得られるZrO₂/コバル管継手の継手強度特性（ワイブルプロット）

通常の管継手が 56.2MPa (室温曲げ強度)、コバル管にスリットを挿入した管継手が71.3MPa (室温曲げ強度) となり、スリット挿入の管継手では高強度を示すと共にばらつきの小さい良好な継手強度特性を示した。

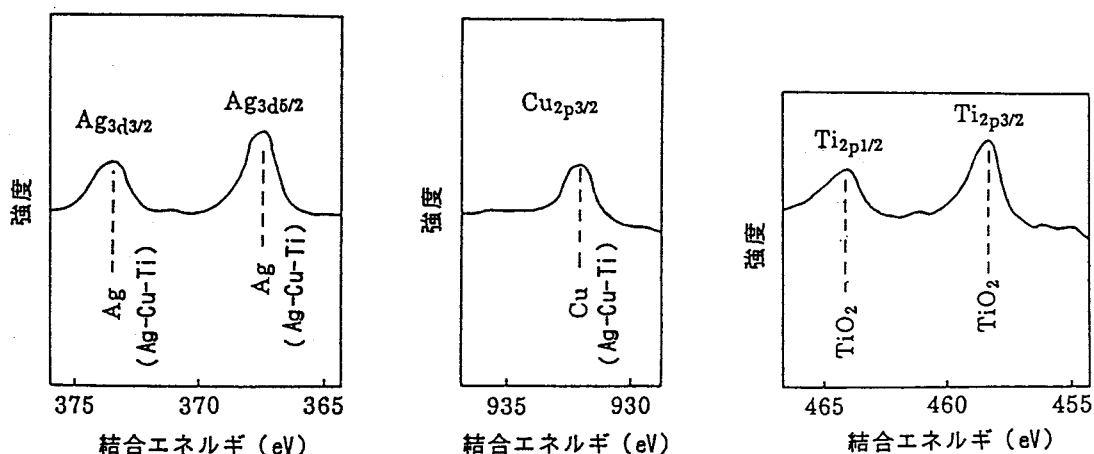
この継手形状によって継手強度特性に差異が生じたのは、コバル管にスリットを挿入すると曲げ負荷を受けた際の継手外表面の応力レベルが低下すると共に接合界面端における微小接合欠陥等の切欠きに対する感受性も低減されるためと考えられる。第3章でコバル管にスリットを挿入した管継手が計算上有効な継手形式になることを提案したが、実験によってこれが立証されたと言える。

(2.2) ろう材の ZrO_2 へのぬれ性

Al_2O_3 /コバル継手の場合と同じ試験法で ZrO_2 へのぬれ性調査を行ったが、ろう材の拡がり面積比は1.05となり、 Al_2O_3 への $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付の場合の0.90より大きな値を示してすぐれたぬれ性を示した。その理由は ZrO_2 、 Al_2O_3 とも同じ酸化物系セラミックスであることから、 Al_2O_3 /コバル継手で述べたものに準ずると考えられる。

(2.3) 継手部の破断面及び ZrO_2 接合界面の性状

図4.28に継手部の破断面（通常の管継手における曲げ強度試験片の破断起点近傍の ZrO_2 側）のXPSによる状態分析結果を示す。



観察面：曲げ強度試験片の ZrO_2 側破断面
ろう付条件：1113K×0.6ks(6.7×10^{-2} Pa)

図4.28 $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti/Cr$ ろう付で得られる ZrO_2 /コバル継手の破断面のXPS結果

Wide scanningを行った後、Narrow scanningを実施したが、 ZrO_2 側及びコバル側破断面いずれにおいてもAg、Cu及び TiO_2 が検出された。

これより、 $Ag-Cu-Ti$ ろう中のTiが酸化した TiO_2 の存在する $Ag-Cu$ 内破断を生じていることが判った。

次に、図4.29に継手部の破断面（通常の管継手における曲げ強度試験片の破断起点近傍の ZrO_2 側）の金属成分を20% HNO_3 で溶解し、 ZrO_2 接合界面をXPSで状態分析した結果を示す。

破断面と同様にWide scanningを行った後、Narrow scanningを実施したが、 ZrO_2 母材、 TiO_2 、Ag及びCuが検出された。

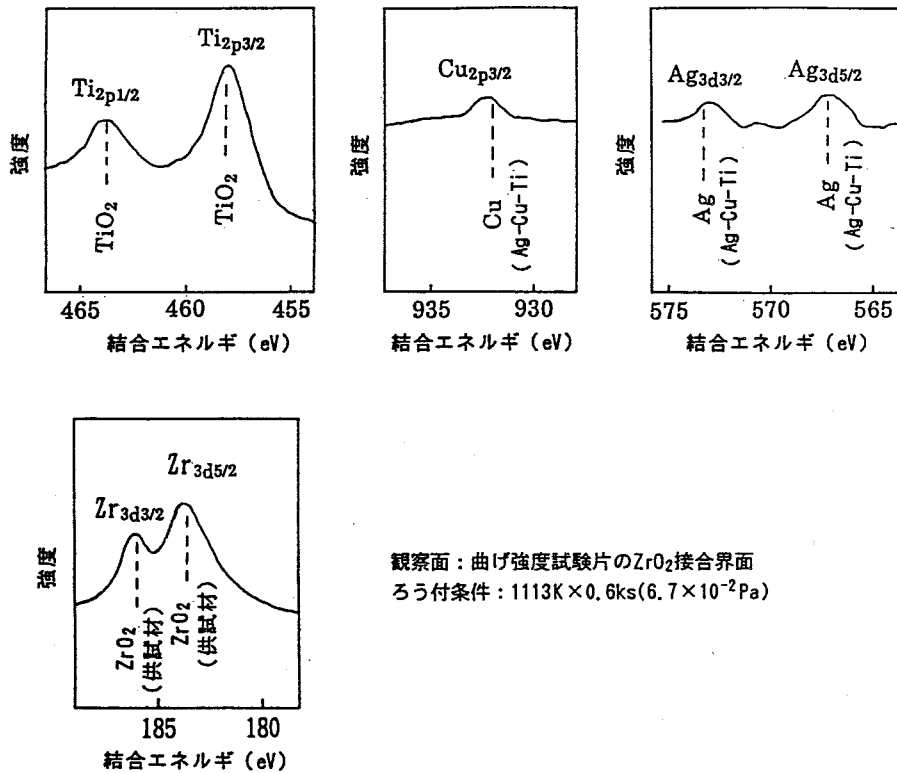


図4.29 Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付で得られるZrO₂/コバル継手のZrO₂接合界面のXPS結果

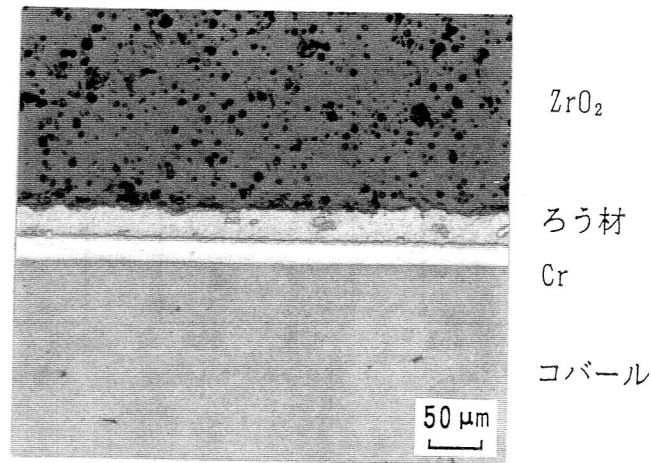
Ag, Cuが微量検出されるのはZrO₂表面に存在するボイド等の微小欠陥に浸透したAg, CuがHNO₃で十分溶解除去できず微量残存したためと思われる, ZrO₂接合界面にはTiO₂が存在していると言える。そして, このTiO₂がY₂O₃を焼結助材としたZrO₂と酸化物結合により結合していることが接合形態として推測される。

なお, 接合過程を律速していると思われるTiO₂の生成はAl₂O₃/コバル継手やAl₂O₃・フリット/コバル継手の場合と異なり, Ag-Cu-Tiろう中のTiが前述したZrO₂の特徴である酸素イオンの移動を引起し, ZrO₂界面でTiO₂を生成することが最も大きな要因になっていると思われる。そして, このTiO₂が過剰に生成すると継手強度を低下させ, 適量にすることが高強度継手を得る重要因子になると言える。

(2.4) 継手部の組織

図4.30にマイクロ組織を示す。Al₂O₃/コバル継手の場合と同様に, ボイドなど欠陥のない良好な継手が得られている。

以上, これらの試験及び考察結果より, ZrO₂/コバル継手では, Cu₂O+CuをZrO₂にプレーティングすると共にコバルにCrメッキし, 両者間にAg-Cu-Ti箔を挿入して1113K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)の条件でろう付するCu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付法が適切であると言える。また, 本法はCu-Ti系など他の活性金属法によるろう付より接合温度が低く, 熱負荷も低減して応力緩和に合致した接合法と言える。



ろう付条件 : 1113K × 0.6ks (6.7×10^{-2} Pa)

図4.30 Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付で得られる
ZrO₂/コバル継手のマイクロ組織

4.4.4 Si₃N₄/インコイ903継手

(1) 接合法及び接合条件の抽出

図4.31に内径面にNi-Pメッキしたインコイ903スリーブに Si₃N₄軸を焼ばめ挿入した後、加熱してろう付するNi-Pろう付及び内径面にNiメッキしたインコイ903スリーブに Si₃N₄軸を焼ばめ挿入した後、W製治具を該スリーブに外挿し加熱時のWの低熱膨張を利用してインコイ 903のNiメッキ面をSi₃N₄に密着させて接合するNiインサート固相接合について、Ni-Pろう付ではろう付温度を一定としてろう付時間を変化させ、Niインサート固相接合では接合時間を一定として接合温度を変化させた時のSi₃N₄/インコイ903 かん合継手の継手強度（室温せん断強度）試験結果を示す。

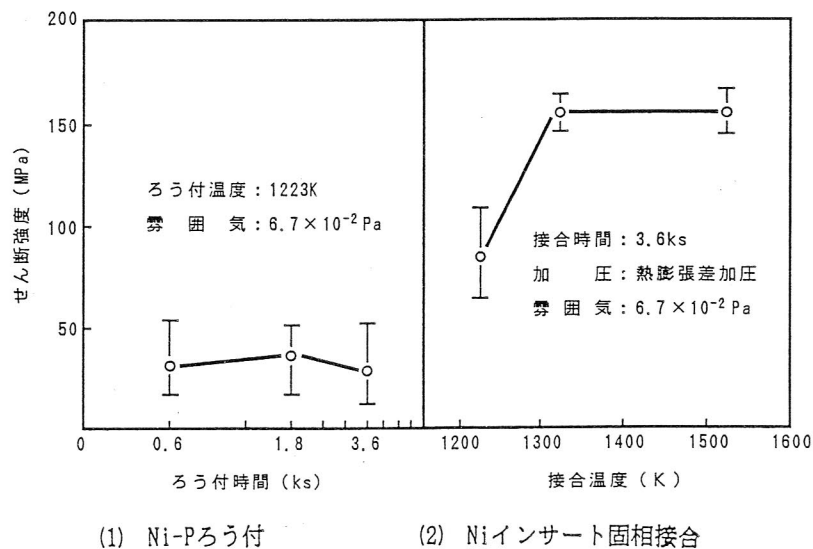


図4.31 Si₃N₄/インコイ903かん合継手の接合法，接合条件抽出試験結果
(室温せん断強度による評価)

接合性が界面反応に支配されるとすると、Ni-Pろう付ではろう付温度とろう付時間、Niインサート固相接合では接合温度と接合時間の双方の影響を受けると考えられるが、Ni-Pろう付ではろう付温度を通常のろう付温度（1223K）としてろう付時間を変化させ（0.6～3.6ks）、Niインサート固相接合では接合時間を工業的に支障を来たさない時間（3.6ks）として接合温度を変化させて（1223～1523K）評価した。

その結果、Ni-Pろう付ではいずれのろう付条件でも高強度が得られず、Niインサート固相接合で良好な継手強度が得られた。また、Niインサート固相接合では、1323～1523K で良好な継手強度が得られるようになるが、応力緩和接合の観点からは熱負荷の小さい1323K の採用が好ましいと言える。

以上の結果より、接合法として熱膨張差加圧を用いたNiインサート固相接合を、接合条件として1323K×3.6ks（雰囲気 6.7×10^{-2} Pa）を抽出した。

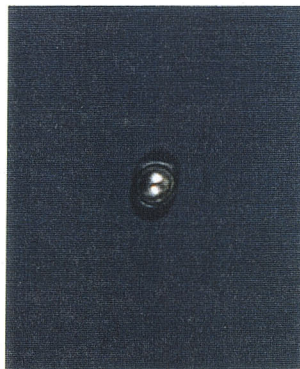
なお、Ni-Pろう付において、いずれのろう付条件でも高強度継手が得られなかったのは、ろう材の Si_3N_4 へのぬれ性不良に起因すると思われる。すなわち、表4.11、図4.32に Al_2O_3 /コバルト継手の場合と同じ試験法でNi-Pろうの Si_3N_4 へのぬれ性を調査した結果を示すが、ろう材の拡がり面積比は0.04となり、非常にぬれ性の悪いことが判る。とくに、かん合挿入したインコロイ903の熱膨張係数が Si_3N_4 軸より大きいと、昇温と共に間隙を生じ、ろう付時にはNi-Pろうがこの間隙に十分まわらず非接合部を生じて継手強度を低下させたと思われる。

また、Niインサート固相接合で接合温度が1223Kの場合に継手強度が低下したのは、インコロイ903スリーブの塑性変形及びクリープ変形による Si_3N_4 への密着が十分得られず、接合不良を招いたためと推定される。

表4.11 Ni-Pろうの Si_3N_4 へのぬれ性試験結果

ろう材の初期面積 (A_0)	熔融凝固ろうの面積 (A)	A/ A_0
19.6mm ²	0.7mm ²	0.04

加熱条件：1223K×0.6ks（ 6.7×10^{-2} Pa）



加熱条件：1223K×0.6ks（ 6.7×10^{-2} Pa）

図4.32 Ni-Pろうの Si_3N_4 へのぬれ性

(2) 抽出接合法及び接合条件で得られる継手特性

抽出したNiインサート固相接合で、1323K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)の接合条件で得られる継手について、通常のインコロイ903 スリーブに加え、第3章で提案したスリット挿入を行ったインコロイ903 スリーブ及びスリット挿入と共に残留応力緩和を狙ってCuの下地メッキを行ったインコロイ903 スリーブを用いたかん合継手を取上げ、ばらつきを考慮した継手強度特性を評価した。また、継手部の破断面や接合界面の性状を考察し、その特性評価も行った。

(2.1) 継手強度

表4.12, 図4.33に試験片数を10本として、ばらつきを評価した継手強度特性(室温せん断, 曲げ強度)を示す。

表4.12 Niインサート固相接合で得られるSi₃N₄/インコロイ903かん合継手の継手強度特性 (1)

強度種別	インコ903スリーブ種別	平均値 X̄ (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 V (σ/X̄)	ワイブル形状 係数 m	破断位置
せん断強度 (室温)	通常スリーブ	155.9	6.3	0.04	32.5	Si ₃ N ₄ 亀甲状 破断
	スリット挿入 スリーブ	152.7	6.3	0.04	31.8	
	スリット挿入 +Cu下地メッキ スリーブ	150.3	7.2	0.05	27.1	
曲げ強度 (室温)	通常スリーブ	54.3	9.0	0.17	7.4	Si ₃ N ₄ 中破断
	スリット挿入 スリーブ	65.4	9.4	0.14	8.4	
	スリット挿入 +Cu下地メッキ スリーブ	294.7	41.9	0.14	8.9	

注) 接合条件: 1323K×3.6ks (6.7×10⁻²Pa), 熱膨張差加圧

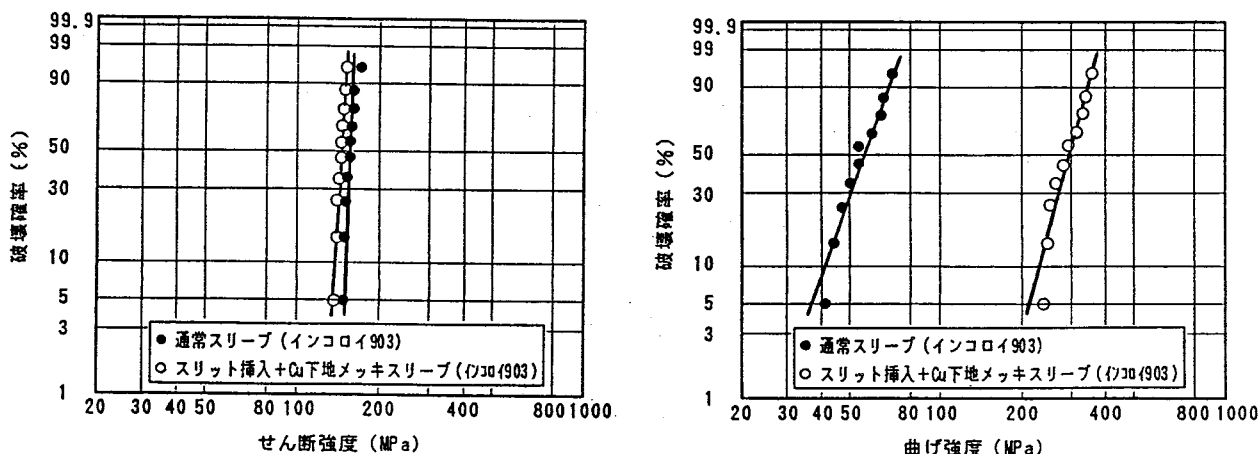


図4.33 Niインサート固相接合で得られるSi₃N₄/インコロイ903かん合継手の継手強度特性(ワイブルプロット)

かん合継手の最も多用される回転体では、使用時のスラスト力によるせん断強度と曲げモーメントによる曲げ強度が継手強度特性として要求されるため、両者を評価した。

まず、せん断強度については、通常のインコロイ903 スリーブ、スリット挿入を行ったインコロイ903 スリーブ及びスリット挿入と共に残留応力緩和を狙ってCuの下地メッキを行ったインコロイ903 スリーブを用いたいずれの継手についても、150.3~155.9MPa(室温せん断強度)と高強度を示した。

一方、曲げ強度であるが、スリット挿入と共にCuの下地メッキを行ったインコロイ903 スリーブを用いた継手が他の2つの継手と比較して大きな差異を示した。すなわち、通常のインコロイ903 スリーブの場合は54.3MPa(室温曲げ強度)、スリット挿入を行ったインコロイ903 スリーブの場合には若干良好な値を示すものの65.4MPa(室温曲げ強度)と低強度であるのに対し、スリット挿入と共にCuの下地メッキを行ったインコロイ903スリーブの場合は294.7MPa(室温曲げ強度)と約5倍の高強度を示し、ばらつきも減少した。

このように、せん断強度についてはインコロイ903 スリーブがどのような構造をとっても強度値にあまり変化はなく高強度が得られるが、曲げ強度についてはスリット挿入と共に軟質金属のCuの下地メッキを行った場合のみ高強度が得られることが判明した。

これは第2章で述べた残留応力の継手強度特性に及ぼす影響を顕著にあらわした事例と思われ、軟質金属のCuが塑性変形して Si_3N_4 軸の外表面の残留応力を大きく低下させたためと推定される。また、第3章でFEM解析により、応力緩和法の検討を行い、スリーブ形状のみで残留応力を大きく低減することは難しく軟質金属の挿入との併用を提案したが、本試験によってその有効性が立証されたと言える。

最後に、本継手は使用環境が高温であることが多いため、スリット挿入と共に残留応力緩和を狙ってCuの下地メッキを行ったインコロイ903スリーブを用いた継手について、500℃での継手強度特性(500℃せん断、曲げ強度)を評価した。その結果を表4.13に示す。せん断強度が室温より若干低目を示す傾向があるものの、500℃までほぼ室温強度を維持するすぐれた高温継手強度特性を示すことが判った。

表4.13 Niインサート固相接合で得られる Si_3N_4 /インコロイ903かん合継手の継手強度特性 (2)

強度種別	インコロイ903 スリーブ種別	平均値 \bar{X} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 V (σ/\bar{X})	ワイブル係数 m	破断位置
せん断強度 (室温)	スリット挿入 +Cu下地メッキ スリーブ	150.3	7.2	0.05	27.1	Si_3N_4 亀甲状 破断
せん断強度 (500℃)		135.3	6.4	0.05	27.7	
曲げ強度 (室温)		294.7	41.9	0.14	8.9	Si_3N_4 中破断
曲げ強度 (500℃)		307.7	41.3	0.13	9.2	

注) 接合条件: 1323K×3.6ks (6.7×10^{-3} Pa), 熱膨張差加圧

(2.2) 継手部の破断面及び Si_3N_4 接合界面の性状

継手の破断は、せん断強度試験ではいずれの継手の場合も Si_3N_4 軸自身が亀甲状の複雑破断を示し、曲げ強度試験では第2章で示したようにかん合接合端直下より Si_3N_4 軸が接合界面に直角

方向に破断した。せん断強度試験片における破断面及び接合界面についてその性状調査を試みたが、上述の様な破断形態のため試料調整が難しく接合界面の反応について考察を加えて性状を推定することとした。

すなわち、これまでの接合あるいは反応解析データにおいて、 Si_3N_4 の極く表面がSi, Nに分解し、SiがNiと反応してNi silicide を生成して接合することが報告されていると共に⁹⁴⁾、1073Kといった低温より接合を生じること認められている⁹⁵⁾。これらから判断して、本継手では、 Si_3N_4 とNiの界面において極く微量のSiの拡散層やNi silicideの生成によって接合が促進されていると推定される。

また、本接合はインコロイ903スリーブの熱膨張係数が Si_3N_4 軸より大きいため、冷却過程で焼ばめ効果が働き、せん断強度に対しては上記固相接合と相俟って、更なる継手強度を増大させているものと考えられる。

(2.3) 継手部の組織

図4.34にミクロ組織を示す。接合欠陥のない良好な継手を得られている。

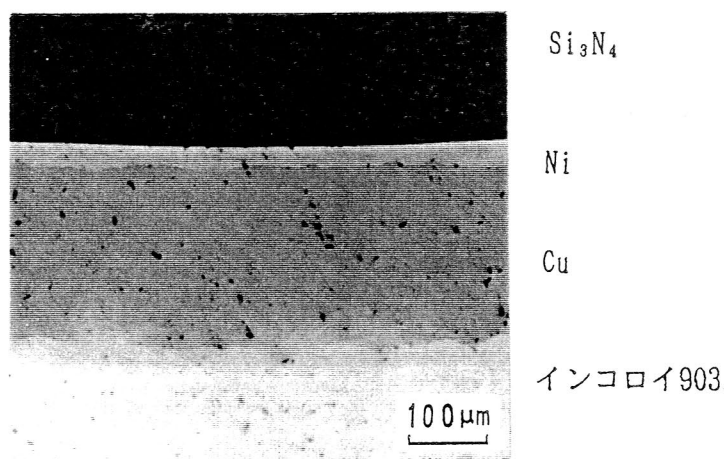


図4.34 Niインサート固相接合で得られる Si_3N_4 /インコロイ903 かん合継手のミクロ組織

以上、これらの試験及び考察結果より、 Si_3N_4 /インコロイ903 かん合継手では、外径面にスリット挿入を行うと共に内径面に軟質金属のCuを下地メッキし、次いでインサート金属のNiを積層メッキしたインコロイ903スリーブを Si_3N_4 軸に焼ばめ挿入した後、W製治具をスリーブに外挿し、加熱時のWの低熱膨張を利用してインコロイ903のNiメッキ面を Si_3N_4 に密着させて接合するNiインサート固相接合が適切であると判断される。

4.4.5 Si_3N_4 / Si_3N_4 継手

(1) 接合法及び接合条件の抽出

図4.35に Si_3N_4 間にAl, Ag-Cu-Ti及びCu-Ti箔を挿入してろう付するAl, Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付について、ろう付温度を一定とし、ろう付時間を変化させた時の継手強度(室温せん

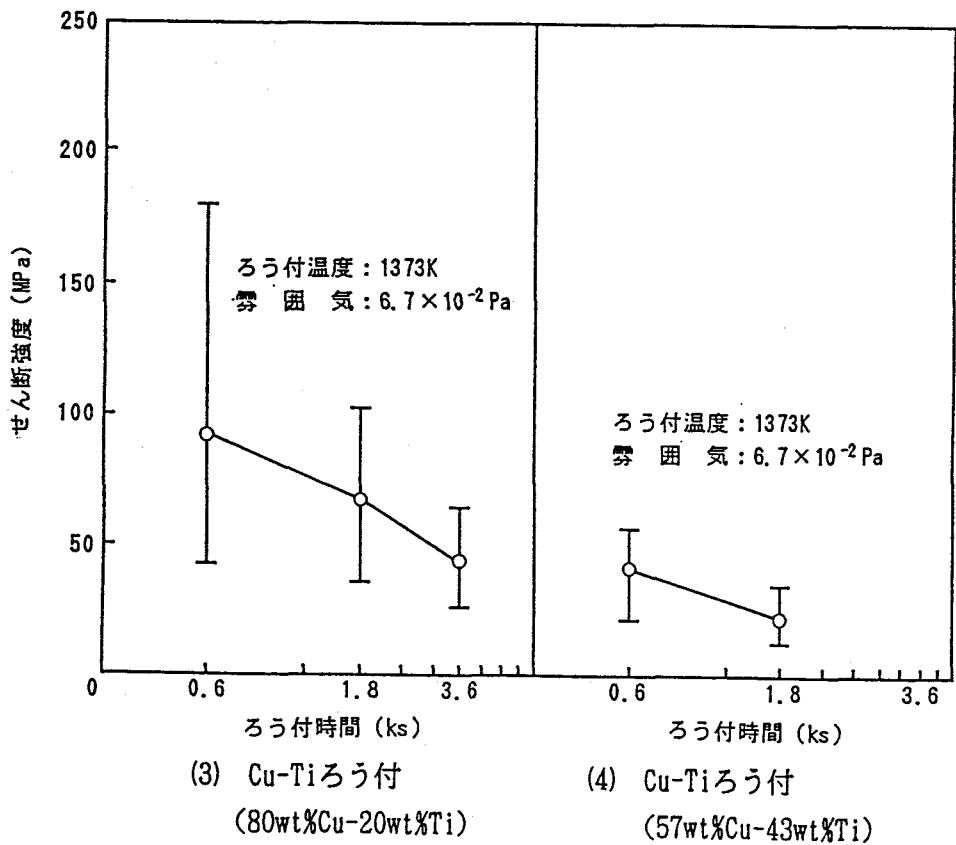
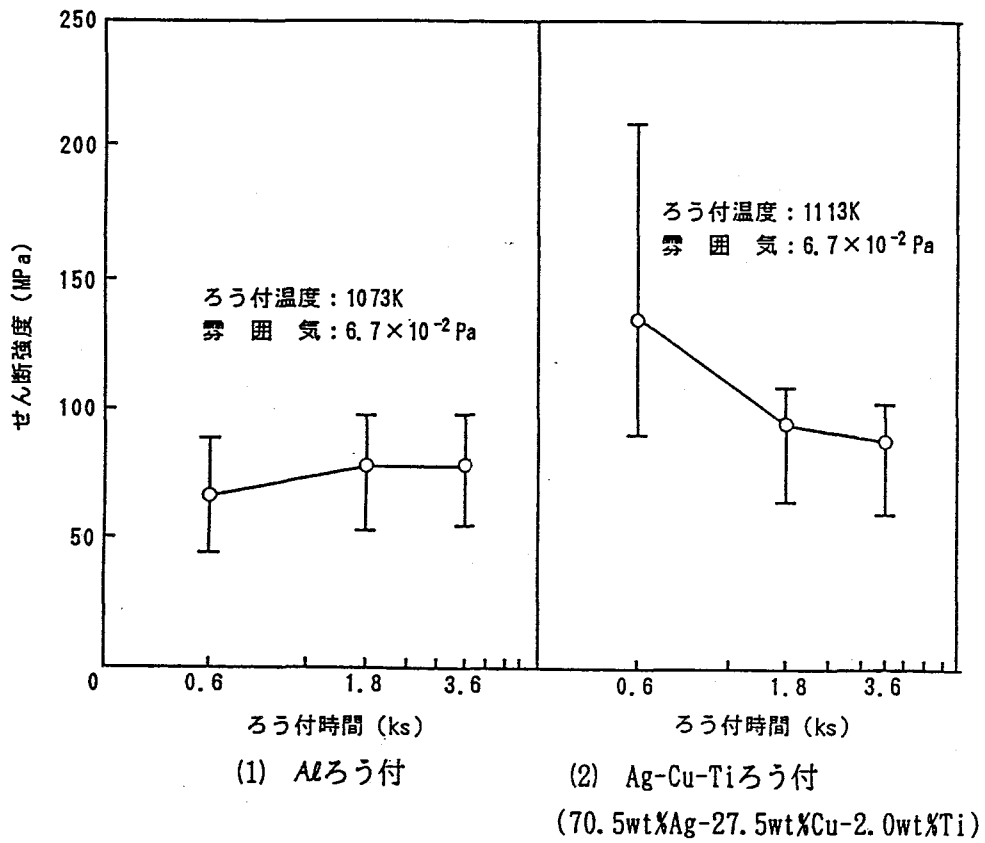


図4.35 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 平板継手の接合法, 接合条件抽出試験結果 (1)
 -Al, Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付- (室温せん断強度による評価)

断強度)を示す。また、図4.36に Si_3N_4 間にAl箔を挿入し加熱加圧接合するAlインサート高温加熱加圧接合について、加圧力、接合時間を一定とし、接合温度を変化させた時の継手強度(室温曲げ強度)と変形特性を示す。一方、図4.37には Si_3N_4 を直接重ね合せて接合する直接加熱加圧接合について、加圧力、接合時間を一定とし、接合温度を変化させた時の継手強度(室温曲げ強度)と変形特性について、調査した結果を示す。

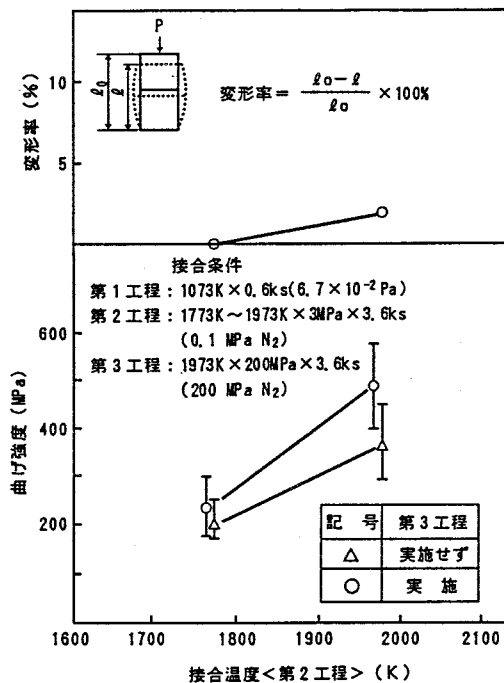


図4.36 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 平板継手の接合法，接合条件抽出試験結果 (2)
 - Alインサート高温加熱加圧接合 - (室温曲げ強度，変形による評価)

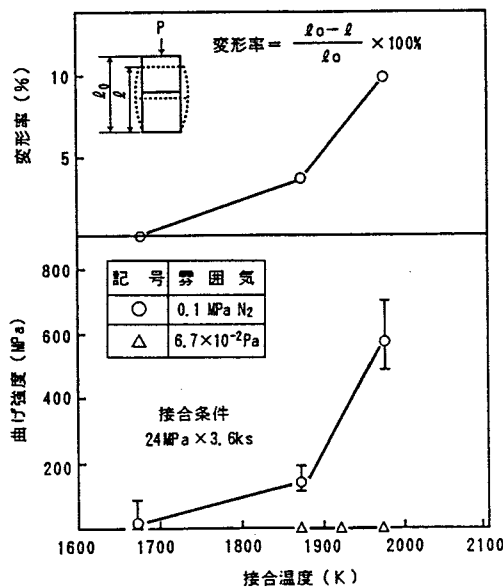


図4.37 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 平板継手の接合法，接合条件抽出試験結果 (3)
 - 直接加熱加圧接合 - (室温曲げ強度，変形による評価)

接合性が界面反応に支配されるとすると、ろう付温度とろう付時間あるいは接合温度と接合時間の双方の影響を受けると考えられるが、Al, Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付では通常のろう付温度 (Al 1073K, Ag-Cu-Ti 1113K, Cu-Ti 1373K) を採用し、ろう付時間を変化させて(0.6~3.6ks)評価した。また、Alインサート高温加熱加圧接合と直接加熱加圧接合では加圧を加えるため、工業的に可能な加圧力 (3~24MPa), 接合時間(3.6ks) とし、接合温度を変化させて (1673~1973K)評価した。

その結果、他の継手接合の場合と異なり、いずれの接合法も各々特徴を有する継手強度特性を示したので、接合法の絞り込みは行わず、各接合法ごとにまず接合条件の抽出を行った。

以下に概要を示す。

(1.1) Al, Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付

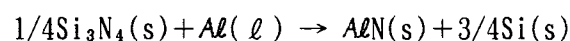
Alろう付では長時間ろう付 (ろう付温度1073K), Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付では短時間ろう付 (ろう付温度 1113Kおよび1373K)で良好な継手強度を示し、Alろう付は1073K×3.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa), Ag-Cu-Tiろう付は 1113K×0.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa), Cu-Tiろう付のうち80wt%Cu-20wt%Ti(Cu/Ti/Cu 3層重ね箔) ろう付は 1373K×0.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa), 57wt%Cu-43wt%Ti (アモルファス箔) ろう付は 1373K×0.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa) の条件で最高継手強度が得られたので、これをろう付条件として抽出した。

Alろう付の場合に短時間ろう付けで十分な継手強度が得られないのは、 Si_3N_4 とAlの接合界面での $AlN^{96)}$ または $Si-Al-O-N^{96)}$ の生成反応が不十分なためと推定され、Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付の場合に長時間ろう付で強度低下が認められるのは Si_3N_4 とTiとの反応による接合界面及びその近傍での $TiN^{88, 97-100)}$, Ti silicide^{88, 97-100)} 及びCu silicide⁸⁸⁾ の生成量が増大するためと思われる。

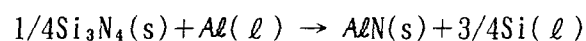
(1.2) Alインサート高温加熱加圧接合

第1工程でAlを減圧雰囲気下で熔融した後、第2工程の接合温度を高くし、第3工程でHIP処理を加えたものが良好な継手強度を示し、1073K×0.03MPa×0.6ks (雰囲気 6.7×10^{-2} Pa) <第1工程> →1973K×3MPa×3.6ks (雰囲気0.1MPa N_2) <第2工程> →1973K×200MPa×3.6ksHIP処理 (雰囲気200MPa N_2) <第3工程> の条件で変形が少なく最高継手強度を示す継手が得られたので、これを接合条件として抽出した。

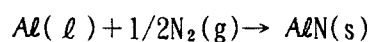
本接合において、例えば第2工程の接合温度 (1973K)におけるインサート材のAlと Si_3N_4 及び雰囲気ガスの N_2 との反応を熱力学的に標準生成自由エネルギー変化 (ΔG°) で考察すると、下記のように ΔG° が負となってAlN を生成し、これにSi, N及び焼結助剤やAl箔表面の酸化物等からのO成分が入ってAlN系 $Si-Al-O-N$ を形成しながら Si_3N_4 と良好な接合 (固溶による接合, エピタキシャル界面形成による接合等) が行われる¹⁰¹⁾と推定される。



$$\Delta G^\circ = -34100 + 8.0T \quad (\text{cal/mol} \cdot Al)$$



$$\Delta G^\circ = -25025 + 2.6T \quad (\quad " \quad)$$



$$\Delta G^\circ = -78600 + 27.5T \quad (\quad " \quad)$$

したがって、加熱を十分行って反応を促進させれば、金属Al成分の残留が阻止され、本接合法の特徴となる高温での継手強度の上昇が見込まれるが、これに対して第2工程の接合温度を高くすることと第3工程のHIP処理が有効になったものと思われる。また、HIP処理は静水圧加圧により接合変形のない状態で諸欠陥の消失や接合を促進できる点からも有効と言える。

(1.3) 直接加熱加圧接合

直接加熱加圧接合は加圧力24MPa、接合時間3.6ksとし、接合温度及び雰囲気を変化させて接合試験を行ったが、雰囲気が 6.7×10^{-2} Paの減圧下では接合せず、0.1MPaのN₂雰囲気ではSi₃N₄母材の焼結温度に近い高温接合で良好な継手強度を示した。すなわち、1973K×24MPa×3.6ks(0.1MPa N₂)の条件で最高継手強度が得られたので、これを接合条件として抽出した。

直接加熱加圧接合を真空中で行った時、接合しないのはSi₃N₄を減圧雰囲気では高温加熱とすると分解、揮発が起るため^{10,2)}と思われ、常圧のN₂雰囲気ではこれが抑制され接合が進行すると言える。

また、Alインサート高温加熱加圧接合に比べ、大きな加圧力と焼結温度に近い高温の接合温度を必要とするのは、接合界面の密着にSi₃N₄の変形密着が必要なことと接合が界面での助剤(Al₂O₃, Y₂O₃, MgO)を介した焼結現象によって行われるためと推定される。

なお、抽出接合条件における接合変形率(接合前後の25mm² Si₃N₄の減肉比)は約10%と大きく、Si₃N₄の変形が許されない接合体には適用できない欠点を有する。

(2) 各種接合法及び接合条件で得られる継手特性

各種接合法ごとに抽出した接合条件で得られる継手について、高温継手強度を含むばらつきを考慮した継手強度特性を評価すると共に継手部破断面や接合界面の性状を調査して、各接合法の評価を行った。そして、その結果を総合評価して本研究対象製品に最も適した接合法及び接合条件を設定することとした。

(2.1) 継手強度

図4.38～4.40に抽出した接合条件で得られる各種接合法の高温継手強度を含む継手強度特性、図4.41にその際の各種接合法における室温継手強度(曲げ強度)のワイブルプロット(接合変形率も併記)を示す。

① Al, Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付

Alろう付は室温継手強度が370MPa(曲げ強度)、77MPa(せん断強度)と最も低く、高温継手強度も573Kで大きく低下する。しかし、ワイブル形状係数は12.5(室温曲げ強度)、4.3(室温せん断強度)と大きく、変動係数も小さな値を示して信頼性に富む継手強度特性を有すると言える。

Ag-Cu-Tiろう付では室温継手強度が518MPa(曲げ強度)、138MPa(せん断強度)と高強度を示し、高温継手強度は573Kまで室温強度を維持する。しかし、ワイブル形状係数は11.3(室温曲げ強度)、2.6(室温せん断強度)となり、変動係数もAlろう付より劣る値を示す。

Cu-Tiろう付については(1)項の結果と大面積箔が容易に得られ実用上有利な点を考慮して、80wt%Cu-20wt%Ti(Cu/Ti/Cu箔3層重ね)ろう付について調査したが、室温継手強度として532

MPa (曲げ強度), 98MPa (せん断強度) が得られ, 高温継手強度は773Kまで室温強度を維持して Ag-Cu-Tiろう付よりすぐれる。ワイブル形状係数は 9.2 (室温曲げ強度), 2.8 (室温せん断強度) を示し, 変動係数を含めてAg-Cu-Tiろう付とほぼ同じ特性を有している。

② Alインサート高温加熱加圧接合

室温継手強度が480MPa (曲げ強度) と高強度を示し, 高温継手強度が1273K まで室温強度を維持するというすぐれた特性を有する。

一方ワイブル形状係数については 6.7 (室温曲げ強度) と若干小さく, 変動係数はCu-Tiろう付に近い値を示す。

③ 直接加熱加圧接合

室温継手強度が543MPa (曲げ強度) と最高の強度値を示し, 高温継手強度も1273K まで室温強度を維持するというすぐれた特性を有する。

また, ワイブル形状係数も11.2 (室温曲げ強度) と比較的大きく, 変動係数も小さな値を示して, 全般に亘ってすぐれた継手強度特性を有していると言える。

このように, 直接加熱加圧接合が全般的に最もすぐれた継手強度特性を有する接合法と評価されるが, 加圧によるSi₃N₄ の変形が大きく適用用途に制約が出てくると言える。他の接合法については各々特徴を活かし, 使い分けしていくことが肝要と思われる。

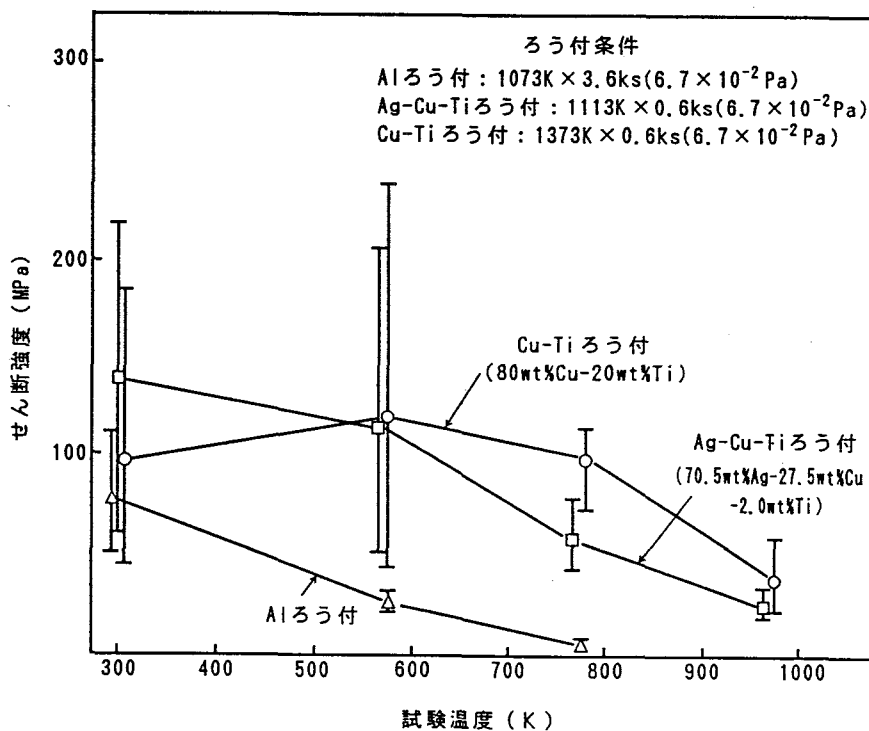


図4.38 Al, Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付で得られるSi₃N₄/Si₃N₄平板継手の継手強度特性

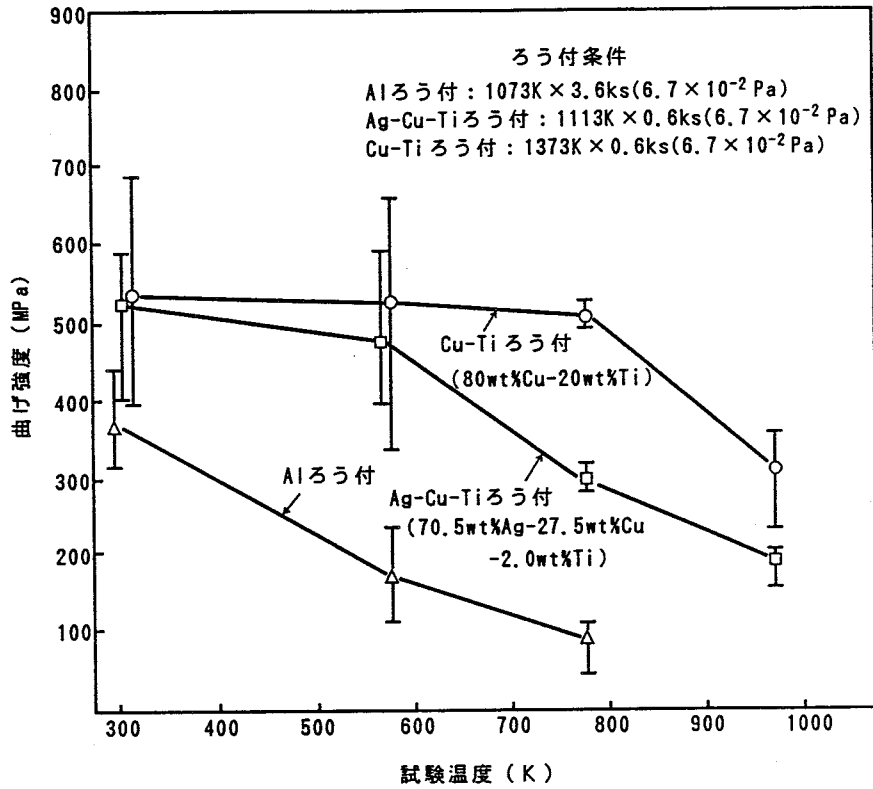


図4.39 Al, Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付で得られるSi₃N₄/Si₃N₄平板継手の継手強度特性

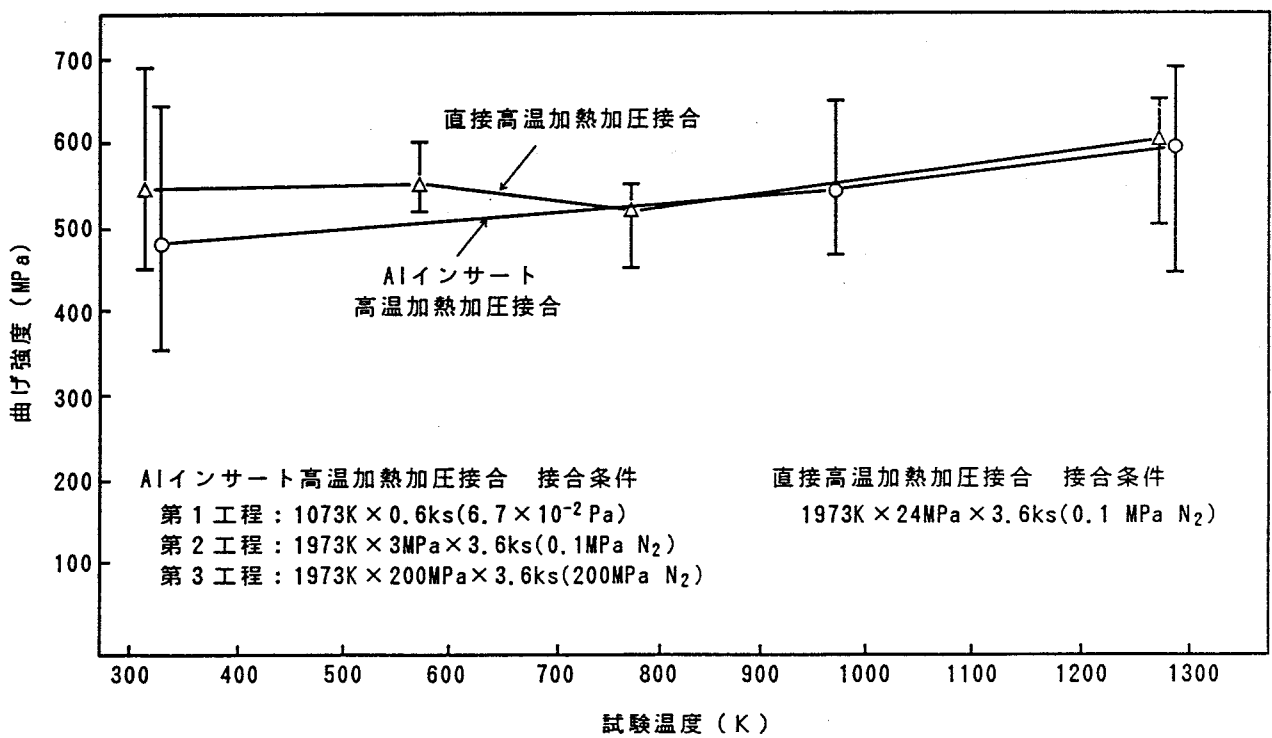


図4.40 Alインサート高温加熱加圧接合及び直接高温加熱加圧接合で得られるSi₃N₄/Si₃N₄平板継手の継手強度特性

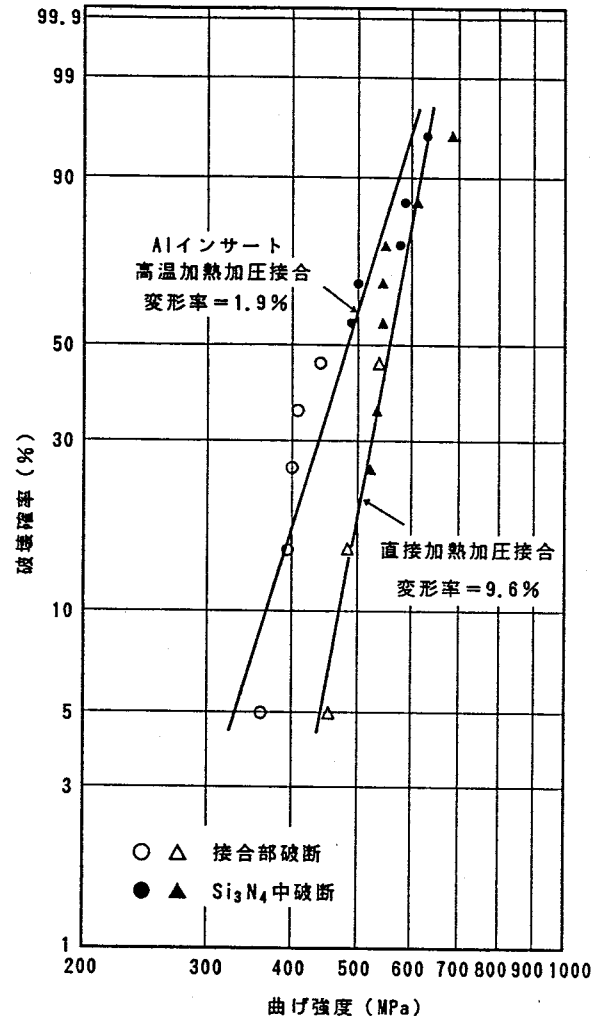
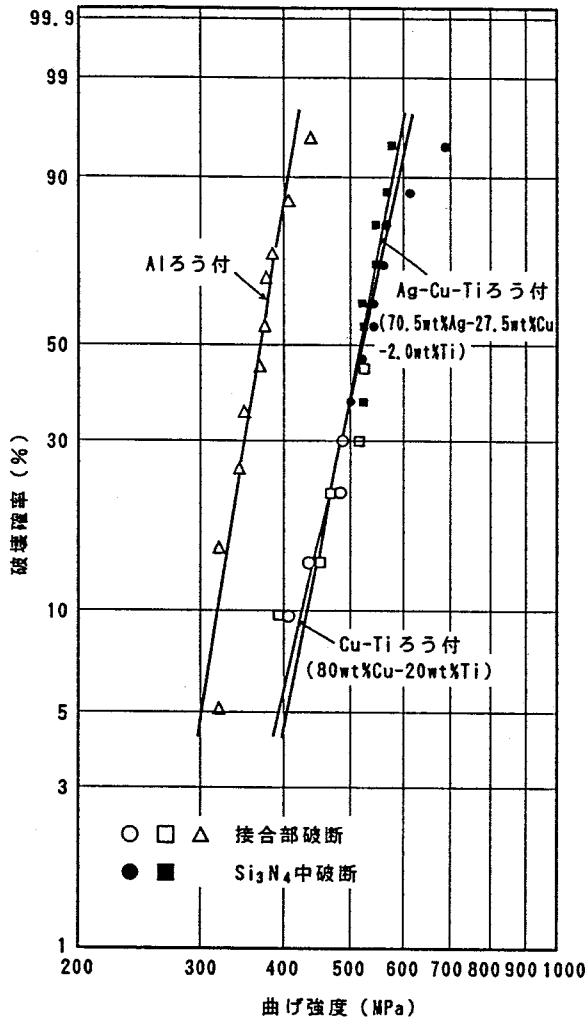


図4.41 各種接合法で得られる $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 平板継手の継手強度特性比較
(室温曲げ強度のワイブルプロット)

(2.2) 継手部の破断面及び Si_3N_4 接合界面の性状

図4.41に示した各種接合法の室温曲げ強度のワイブルプロットにおいて、破断位置と継手強度の関係を見ると、 Si_3N_4 中破断したものは高強度、接合部破断したものは低強度を示している。この低強度を示す接合部破断したものの破断面をXPSにより状態分析して破断面と継手強度特性の関連を調査した。図4.42にその結果を示す。

いずれも破断面の両側についてWide scanningを行ったあと、Narrow scanningを実施したが、Alろう付ではピークがブロードで共存状態を示すAl及び Al_2O_3 (両破面)、Ag-Cu-Tiろう付では供試ろう材中のAg, Cu成分とほぼ同じ結合エネルギーを示すAg及びCuと Si_3N_4 (両破面)、Cu-Tiろう付では供試ろう材中のCu成分とほぼ同じ結合エネルギーを示すCuと Si_3N_4 (両破面)、Alインサート高温加熱加圧接合ではピークがブロードで共存状態を示すAlN, Si-Al-O-N及び Si_3N_4 と推定される相 (両破面) が検出された。

Alろう付においては、Alはろう材、 Al_2O_3 はろう材が破断後酸化したものと考えられ、破断はろう材中破断と判断される。

Ag-Cu-Tiろう付においては、Ag、Cuがろう材、 Si_3N_4 は Si_3N_4 母材で、破断はろう材中と Si_3N_4 母材中の混在破断、Cu-Tiろう付ではCuが供試ろう材、 Si_3N_4 は Si_3N_4 母材で、破断はろう材中と Si_3N_4 母材中の混在破断の状況を示している。

また、Alインサート高温加熱加圧接合では、AlN、Si-Al-O-Nはインサート材のAlが反応して生成した相、 Si_3N_4 は Si_3N_4 母材と推定され、破断は生成したAlN及びサイアロン中と Si_3N_4 母材中の混在破断と思われる。

これらの破断面解析から、Ag-Cu-Ti、Cu-Tiろう付では低強度のものがろう材中と Si_3N_4 母材中の混在破断、Alインサート高温加熱接合でも低強度のものはAlN及びサイアロン中と Si_3N_4 母材中の混在破断を示すが、接合条件をさらに改善し全て Si_3N_4 母材中破断にすることが出来れば、更に、継手強度特性の向上が期待できると言える。

次に、この破断面調査を行った試料の破断面を、Alろう付はNaOH、Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付は20% HNO_3 で金属部分(ろう材)を溶解し、Alインサート高温加熱加圧接合ではそのまま該部をXPSにより状態分析して接合界面と継手強度特性の関連を調査した。図4.43に結果を示す。

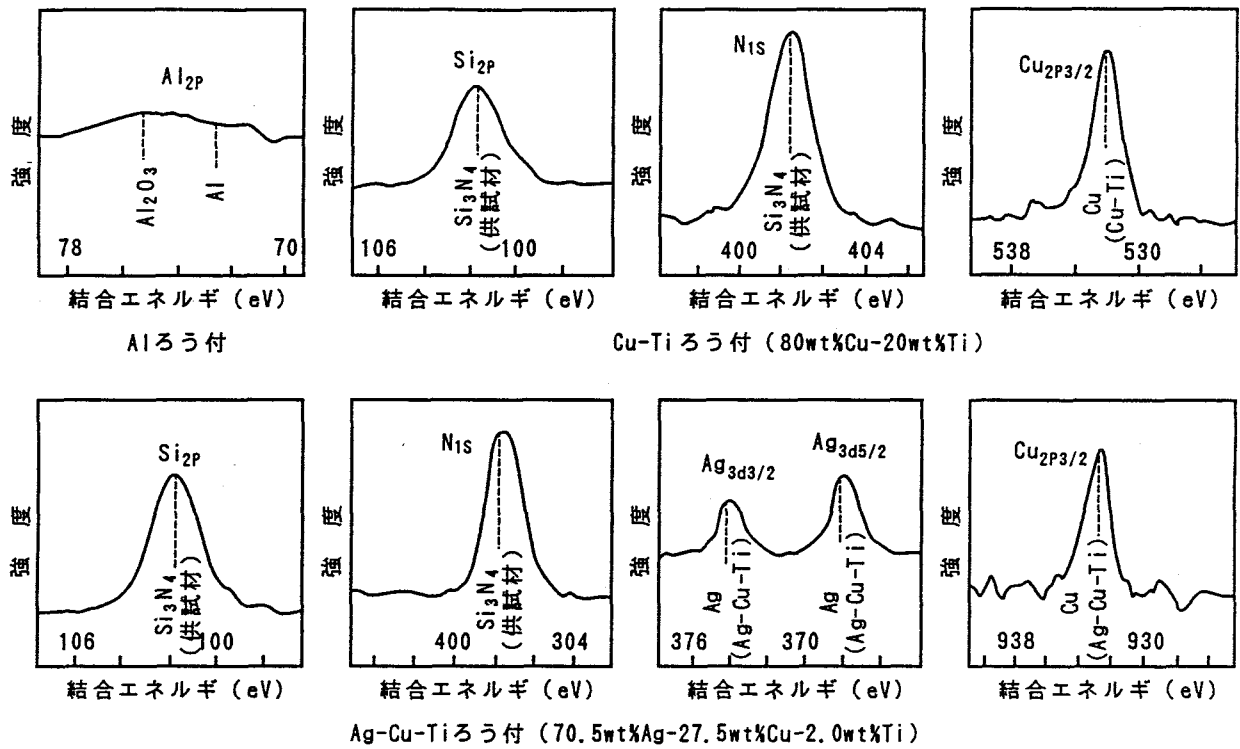
Alろう付でAlN、Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付でTiN、Alインサート加熱加圧接合ではSi-Al-O-Nと推定される相が Si_3N_4 の接合界面に検出され、これまでの解析例^{88, 96~101)}と合致しているが、Alインサート高温加熱加圧接合を除き、 Si_3N_4 界面に最近接する反応生成相における破断は生じておらず、他の部位が継手強度特性を支配していると言える。

(2.3) 継手部の組織

図4.44に各種接合法におけるマイクロ組織を示す。Al、Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付では当然ろう材層が明瞭に検出されるが、Alインサート高温加熱加圧接合ではインサート層が2次電子線像で検出されず、反射電子線像ではじめて検出されるという接合状況を示した。また、直接加熱加圧接合ではボイド等欠陥のない接合状況が得られている。

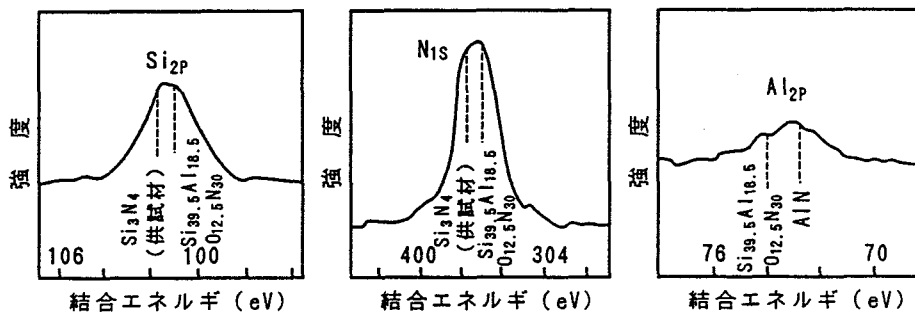
以上、これらの試験及び考察結果を総合評価して、 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 継手の接合に関しては、 Si_3N_4 の変形が許されるものは直接加熱加圧接合及びAlインサート高温加熱加圧接合、変形の許されないものはAl、Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付が適しており、また、高温継手強度の要求されるものについては、直接加熱加圧接合及びAlインサート高温加熱加圧接合で対応するのが良く、対象接合体によって使い分けすることが合理的であると言える。

なお、本研究の対象製品(Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸接合型ターボ分子ポンプロータ)は573K程度まで昇温する場合があります、その高温継手強度が要求されることと、接合変形がなく継手強度のばらつきの少ないものが適切と判断されるため、1373K \times 0.6ks(6.7×10^{-2} Pa)の条件でろう付するCu-Tiろう付を用いることとした。



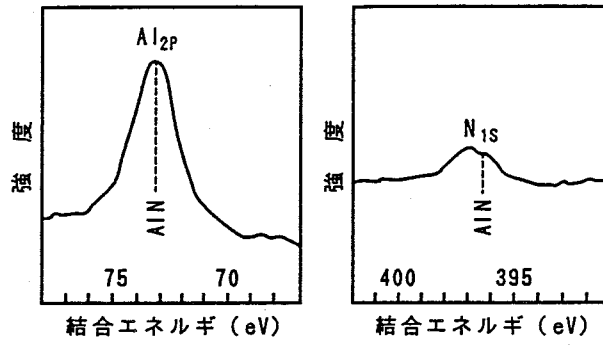
(1) Al, Ag-Cu-TiおよびCu-Tiろう付

観察面	ろう付条件
曲げ強度試験片の破断面	Alろう付: 1073K × 3.6ks (6.7×10^{-2} Pa)
	Ag-Cu-Tiろう付: 1113K × 0.6ks (6.7×10^{-2} Pa)
	Cu-Tiろう付: 1373K × 0.6ks (6.7×10^{-2} Pa)

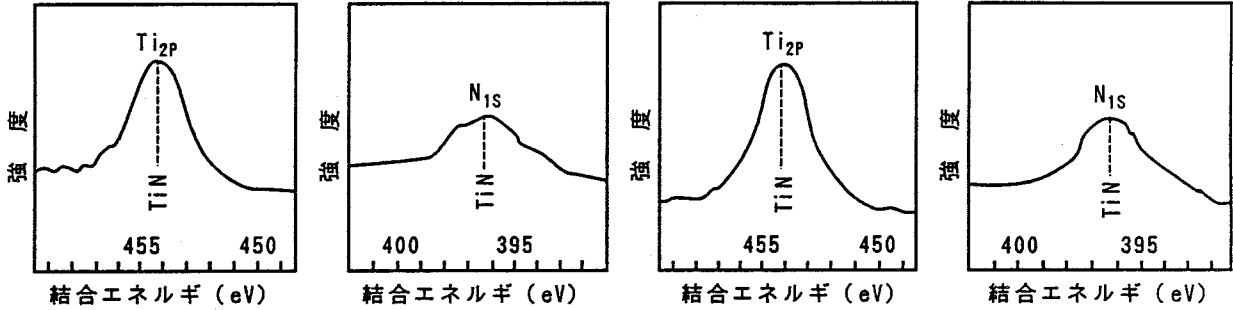


観察面	接合条件
曲げ強度試験片の破断面	第1工程: 1073K × 0.6ks (6.7×10^{-2} Pa)
	第2工程: 1973K × 3MPa × 3.6ks (0.1 MPa N ₂)
	第3工程: 1973K × 20MPa × 3.6ks (200 MPa N ₂)

図4.42 各種接合法で得られるSi₃N₄/Si₃N₄継手の破断面のXPS結果
(接合部破断したものの破断面観察)



Alろう付



Ag-Cu-Tiろう付
(70.5wt%Ag-27.5wt%Cu-2.0wt%Ti)

Cu-Tiろう付
(80wt%Cu-20wt%Ti)

(1) Al, Ag-Cu-TiおよびCu-Tiろう付

観察面

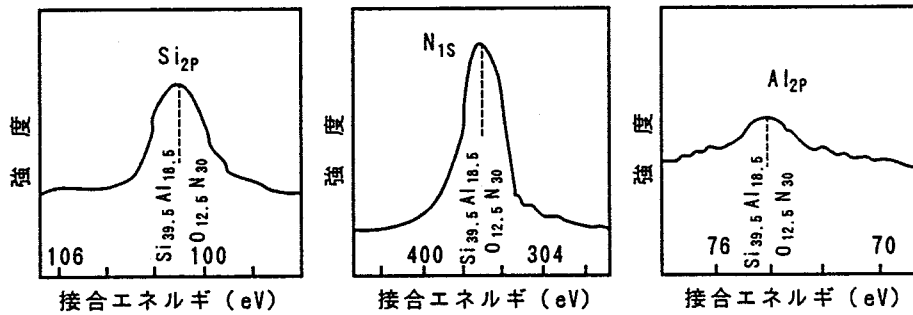
曲げ強度試験片のSi₃N₄接合界面

ろう付条件

Alろう付:1073K×3.6ks(6.7×10⁻²Pa)

Ag-Cu-Tiろう付:1113K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)

Cu-Tiろう付:1373K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)



(2) Alインサート高温加熱加圧接合

観察面

曲げ強度試験片のSi₃N₄接合界面

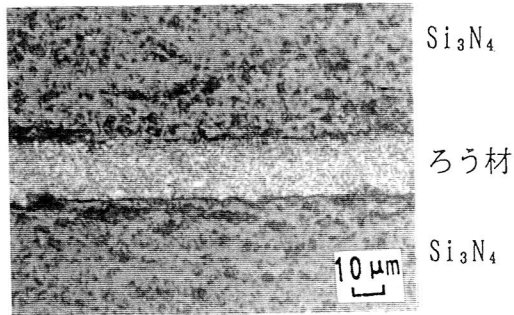
接合条件

第1工程:1073K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)

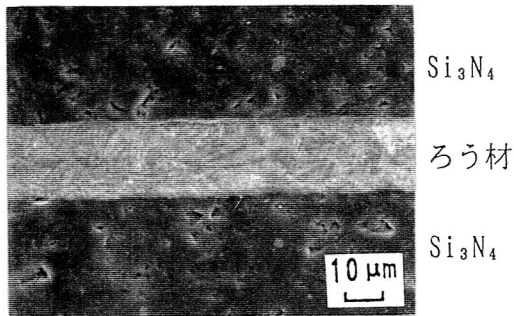
第2工程:1973K×3MPa×3.6ks(0.1MPa N₂)

第3工程:1973K×20MPa×3.6ks(200MPa N₂)

図4.43 各種接合法で得られるSi₃N₄/Si₃N₄継手のSi₃N₄接合界面のXPS結果

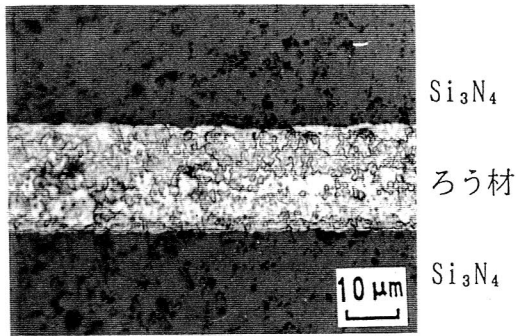


① Alろう付



② Ag-Cu-Tiろう付

(70.5wt%Ag-27.5wt%Cu-2.0wt%Ti)



③ Cu-Tiろう付

(80wt%Cu-20wt%Ti)

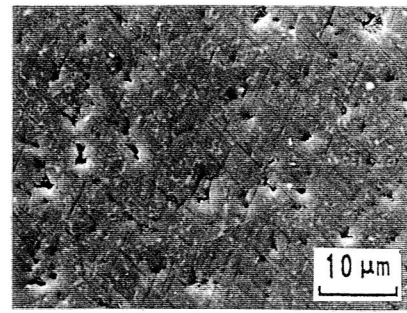
(1) Al, Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付
における接合部のマイクロ組織

ろう付条件

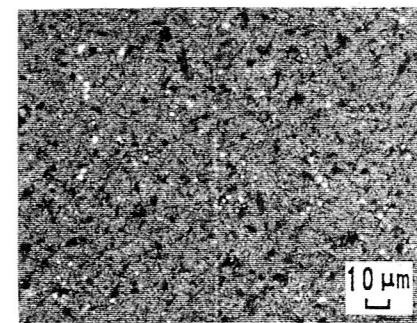
Alろう付 : 1073K×3.6ks(6.7×10⁻²Pa)

Ag-Cu-Tiろう付 : 1113K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)

Cu-Tiろう付 : 1373K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)



2次電子
線像



反射電子
線像

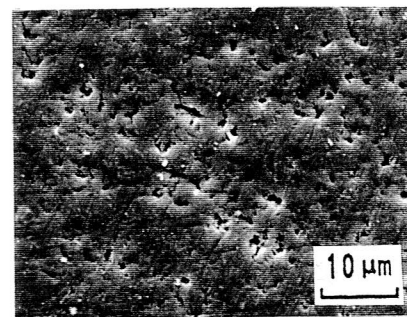
(2) Alインサート高温加熱加圧接合に
おける接合部のSEM像

接合条件

第1工程 : 1073K×0.6ks(6.7×10⁻²Pa)

第2工程 : 1973K×3MPa×3.6ks(0.1 MPa N₂)

第3工程 : 1973K×200MPa×3.6ks(200 MPa N₂)



2次電子
線像

(3) 直接高温加熱加圧接合に
おける接合部のSEM像

接合条件

1973K×24MPa×3.6ks(0.1 MPa N₂)

図4.44 各種接合法で得られるSi₃N/Si₃N₄継手のマイクロ組織

4.5 結言

第3章で、セラミックス接合体の実体継手を代表させた平板、管及びかん合の各継手形式別に実機製品を具体的に取上げ、接合時の残留応力及び使用時の作用応力を低減する応力緩和法を提案したが、本章では、この応力緩和法を具体化するため、その材料組合せとなる Al_2O_3 /コバール、 Al_2O_3 ・フリット/コバール、 ZrO_2 /コバール、 Si_3N_4 /インコロイ903 及び Si_3N_4 / Si_3N_4 の接合について、継手強度を評価の主対象とし接合法の選定並びに接合条件の最適化の検討を行った。

また、その際の接合法選定の基本的な考え方として、セラミックス接合体では継手形状により加圧接合が可能なものと加圧接合に適しないものとに区分けされるが、平板及び管継手では加圧接合を用いると、接合材どうし間や接合材と加圧体間の平坦度が酷しく要求され、僅かな片当りが生じるとセラミックスが損傷するため、ろう付法を検討の主対象とし、かん合継手では金属スリーブを用いる接合方式が多用されるが、その場合にはスリーブの塑性変形及びクリープ変形によって比較的緩やかな密着かん合が得られるため、ろう付法に加圧を伴った固相接合法を加えて検討を行った。

得られた結果を要約すると次のとおりである。

(1) Al_2O_3 /コバール継手では、低温使用の平板継手を対象とし、活性金属法による Ag-Cu-Ti 系ろう付を試験したが、両者間に Ag-Cu-Ti 箔を挿入してろう付する通常の Ag-Cu-Ti ろう付にかわって、 Al_2O_3 に Cu_2O+Cu をプレーティングした後、Ag-Cu-Ti 箔を挿入してろう付する Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Ti ろう付法を選定し、ろう付条件として $1113K \times 0.6ks$ (雰囲気 $6.7 \times 10^{-2}Pa$) を設定した。

本ろう付法は、広汎に使用されている通常の Ag-Cu-Ti ろう付に比べ、高強度でばらつきの小さい継手強度特性を示すと共に Al_2O_3 に対するぬれ性にもすぐれ、本継手が気密性の要求される部材接合に多用される点からも有効な接合法であると言える。

なお、継手強度試験において、Ag-Cu-Ti ろう付ではろう材成分の Ti が酸化した TiO_2 の存在する Ag-Cu 内破断を示すのに対し、 Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Ti ろう付ではこの TiO_2 に加えて Cu_2O の存在する Ag-Cu 内破断となり、 Cu_2O の存在有無が継手強度特性に差異を生じさせたものと考えられる。

一方、 Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Ti ろう付における Al_2O_3 へのすぐれたぬれ性は、Ag-Cu-Ti ろうが Al_2O_3 に強固に密着した Cu_2O+Cu プレーティング層の Cu 成分とよくぬれた後、時間経過と共に該プレーティング層を溶解して Al_2O_3 界面に到達し、ろう材中の TiO_2 や Cu_2O の酸化物成分が Al_2O_3 母材と酸化物結合して生じるものと思われる。

また、応力緩和接合の観点から本ろう付法をみた時、Cu-Ti 系など他の活性金属法によるろう付より接合温度が低く、熱負荷が低減されてこの命題に合致した接合法であると言える。

(2) Al_2O_3 ・フリット/コバール継手では、低温使用の平板継手を対象とし、 Al_2O_3 ・フリットが基本組成上 Al_2O_3 と大きな差異がないことから、 Al_2O_3 /コバール継手の場合と同じ考え方で通常の Ag-Cu-Ti ろう付と Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Ti ろう付を試験したが、継手強度試験で両ろう付法とも Al_2O_3 ・フリット中破断を示して継手強度面からは優位差が認められなかった。このため、接合プロセスが簡易である Ag-Cu-Ti ろう付法を選定し、ろう付条件として $1113K \times 0.6ks$ (雰囲気 $6.7 \times 10^{-2}Pa$) を設定した。

なお、継手強度試験における破断位置が Al_2O_3 ・フリット中となるのは、 Al_2O_3 ・フリットの母

材強度が著しく低いため、ろう材中破断や Al_2O_3 ・フリット接合界面破断にいたる前に Al_2O_3 ・フリット中破断を招いたためと思われる。すなわち、見掛上接合部の真の強度が継手強度特性に係わりのない結果となっている。なお、継手強度値は曲げ強度をとって Al_2O_3 ・フリット母材と比較すると、母材強度に近い値が得られる。

また、応力緩和接合の観点から本ろう付法をみた時、Cu-Ti系など他の活性金属法によるろう付より接合温度が低く、熱負荷が軽減されてこの命題に合致した接合法であると言える。

(3) ZrO_2 /コバルト継手では、低温使用の管継手を対象とし、活性金属法によるAg-Cu-Tiろう付を試験したが、通常のAg-Cu-Tiろう付では接合終了時点で ZrO_2 管とコバルト管が接合界面で剥離し、 Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Tiろう付では極めて低い継手強度しか得られなかった。それに対し、 ZrO_2 に Cu_2O+Cu をプレーティングすると共にコバルトにCrメッキをし両者間にAg-Cu-Ti箔を挿入してろう付する Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Ti/Crろう付では、0.6ksとろう付時間を短くすると良好な継手強度が得られた。このため、 Cu_2O+Cu /Ag-Cu-Ti/Crろう付法を選定し、ろう付条件として1113K×0.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa)を設定した。

なお、通常のAg-Cu-Tiろう付で接合終了時点で剥離する現象は、 ZrO_2 の特徴である酸素イオンの高移動度に起因してろう材中のTiが ZrO_2 界面で TiO_2 となって異常に集積することによるものと考えられ、 Cu_2O+Cu をプレーティングしたものは Cu_2O がろう材中のTiをトラップし、これが若干緩和されて剥離には至らなかったものと推定される。 ZrO_2 管には接合界面から数mmに亘って酸素欠乏相の特徴である灰色変色相(ZrO_{2-x})が認められることからこれが傍証される。

これに対し、コバルト管にCrメッキし、ろう付時間を短くすると、CrがTiを捕捉し、ろう材中のTiの ZrO_2 接合界面への集積が抑制され、適切な接合結果が得られたものと言える。

また、応力緩和接合の観点から本ろう付法をみた時、本継手においてもCu-Ti系など他の活性金属法によるろう付より接合温度が低く、熱負荷が軽減されてこの命題に合致した接合法であると言える。

(4) Si_3N_4 /インコロイ903継手では、高温使用のかん合継手を対象とし、ろう付と固相接合を試験した。すなわち、かん合接合の施工性と高温使用を考慮し、ろう付ではメッキ可能で融点の高いNi-Pをインコロイ903スリーブ内径面にメッキし、これに Si_3N_4 軸を焼ばめ挿入した後、加熱ろう付するNi-Pろう付、固相接合では同じ考え方でNiをインコロイ903スリーブ内径面にメッキし、これに Si_3N_4 軸を焼ばめ挿入した後、W製治具をスリーブに外挿して加熱時のWの低熱膨張を利用してNiメッキ面を Si_3N_4 に密着させて接合するNiインサート固相接合を試験したが、Ni-Pろう付では、かん合継手における必須継手強度特性であるせん断強度が得られず、Niインサート固相接合で良好な強度が得られた。また、かん合継手は回転体の接合継手に多用されるため、曲げモーメントに耐える高い曲げ強度が要求されるが、これに対してはインコロイ903スリーブ外周面にスリットを挿入すると共に軟質金属のCuを下地メッキすることにより高強度が得られ、最終的にスリットを挿入したスリーブの内径面に軟質金属のCuとインサート材のNiを積層メッキし、これに Si_3N_4 軸を焼ばめ挿入した後、W製治具を外挿して加熱接合するNiインサート固相接合法を選定し、接合条件として1323K×3.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa)を設定した。

なお、Ni-Pろう付において、すぐれたせん断強度が得られないのはNi-Pろうの Si_3N_4 に対する

ぬれ性が悪く、かん合挿入したインコロイ903の熱膨張係数が Si_3N_4 軸より大きいため、昇温と共に間隙を生じ、ろう付時にはNi-Pろうがこの間隙に十分まわらず非接合部を生じて継手強度を低下させたと思われる。

一方、Niインサート固相接合では、せん断強度がインコロイ 903スリーブがどのような構造をとっても強度値にあまり変化はなく高強度が得られるが、曲げ強度についてはスリット挿入と共に軟質金属のCuの下地メッキを行った場合にのみ高強度が得られるのは、第2章で述べた継手強度特性に及ばず残留応力の影響を顕著にあらわした事例と思われ、軟質金属のCuが塑性変形して Si_3N_4 軸の外表面の残留応力を大きく低下させたためと推定される。

また、Niインサート固相接合においてはインコロイ903スリーブの熱膨張係数が Si_3N_4 軸より大きいため、冷却過程で焼ばめ効果が働き Si_3N_4 とNiとの反応接合と相俟って、継手強度（せん断強度）を高めていると考えられる。

(5) $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 継手では、低温から高温使用にいたる平板継手を対象とし、両者間にAl, Ag-Cu-Ti及びCu-Ti箔を挿入してろう付する各種ろう付法、Al箔を挿入して熔融させた後、 Si_3N_4 及び雰囲気ガスの N_2 と反応させてAlNを生成し、これにSi, N及び焼結助剤やAl箔表面の酸化物等からのO成分が入ってAlN系 Si-Al-O-Nを形成しながら Si_3N_4 と接合を行わしめるAlインサート高温加熱加圧接合及び Si_3N_4 を重ね合わせて直接接合する直接加熱加圧接合を試験したが、いずれも特徴ある継手強度特性を示し、各々下記に示す接合条件を設定した。

Alろう付 : 1073K×3.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa)

Ag-Cu-Tiろう付 : 1113K×0.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa)

Cu-Tiろう付 : 1373K×0.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa)

Alインサート高温加熱加圧接合 : 1073K×0.03MPa×0.6ks(雰囲気 6.7×10^{-2} Pa)〈第1工程〉

1973K×3MPa×3.6ks(雰囲気 0.1MPa N_2) 〈第2工程〉

1973K×200MPa×3.6ks HIP処理(雰囲気200MPa N_2)〈第3工程〉

直接加熱加圧接合 : 1973K×24MPa×3.6ks(雰囲気 0.1MPa N_2)

各接合法の継手強度特性を曲げ強度で比較評価すると、Alろう付は継手強度値があまり高くない(370MPa)、高温強度も劣るが、上記接合法の中では最もばらつきが少なく、信頼性にすぐれる継手強度特性を有する。Ag-Cu-Ti及びCu-Ti ろう付はこのAlろう付に比べ、ばらつき特性では劣るが、継手強度値が高くなり(518~532MPa)、高温強度にもすぐれる。一方、Alインサート高温加熱加圧接合及び直接加熱加圧接合は高い継手強度値を有する(480~543MPa)と共に1273Kまで室温強度を維持するすぐれた高温強度特性を示すが、加圧を行うため Si_3N_4 の変形を伴い使用用途によって制約がでてくると言える。

また、これら各接合法の継手強度特性を室温曲げ強度試験片の破断面及び接合界面の性状から評価すると、破断面についてはAlろう付はろう材中破断、Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付は Si_3N_4 中破断を主体として一部低強度のものがろう材中と Si_3N_4 中の混在破断を示し、Alインサート高温加熱加圧接合では Si_3N_4 中破断を主体として一部低強度のものが反応生成したAlN及びSi-Al-O-N中と Si_3N_4 中の混在破断を示した。なお、直接加熱加圧接合では Si_3N_4 中破断を主体として一部低強

度のものが接合部破断を示した。

一方、接合界面については、Alろう付でAlN、Ag-Cu-Ti及びCu-Tiろう付でTiN、Alインサート加熱加圧接合でSi-Al-O-Nと推定される相がSi₃N₄の接合界面に検出され、これまでの解析例とも合致するが、Alインサート高温加熱加圧接合を除き、Si₃N₄界面に最近接する反応生成相における破断は生じておらず、他の部位が継手強度特性を支配していると言える。

このように、Si₃N₄/Si₃N₄継手では各種の継手性状を有する接合法の選択が可能であるが、本研究の対象製品は573K程度まで昇温する場合があります、その高温継手強度が要求されることと、接合変形がなく継手強度のばらつきの少ないものが適切と判断されるため、Cu-Tiろう付を用いることとした。

第 5 章 応力緩和法の評価，検証

5.1 緒言

第 3 章でセラミックス接合体の接合時の残留応力及び使用時の作用応力を低減する応力緩和法を各々実機製品について提案し，第 4 章でこの応力緩和法を具体化するための接合法及び接合条件を設定したが，本章では，その結果にもとづき実体モデル（一部部分モデル）を接合試作した後，要求性能を満足するかどうかを検証する作動評価試験を実施し，対象製品が現在他の方法で製作されているものについては性能向上による差別化，また，新しく製品化をはかろうとするものについては高性能部材の創出が可能か否かで，提案応力緩和法の有効性を評価，検証することとした。

5.2 対象製品と要求性能

対象製品は第 3 章で取上げたもので，表 5.1 にその要求性能を一括して示す。概要は以下のとおりである。

表 5.1 対象製品の要求性能

継手	対象接合体	要求特性	要求性能
平板継手	セラミックス砥石/コバルト合金 接合型 研削砥石 注1)	回転特性 注5)	周速：>150m/s 回転数：>7500rpm
	Si ₃ N ₄ 翼/Si ₃ N ₄ 軸 接合型 ターボ分子ポンプロータ 注2)	回転特性 注5)	周速：230m/s 回転数：22000rpm
管継手	Al ₂ O ₃ 管/コバルト合金 接合型 加速空洞カ方，(イン加速管 注3)	気密特性	リーク量：<1×10 ⁻⁹ Torr・ℓ/s (He)
	ZrO ₂ 管/コバルト管 接合型 O ₂ 分離管 注4)	耐荷重特性 気密特性	曲げモーメント：275kg-cm リーク量：<1×10 ⁻⁹ Acc/s (He)
かん合 継手	Si ₃ N ₄ 翼/インコ903スリーブ接合型 ターボ分子ポンプロータ	回転特性 注5)	(1) 低速長時間回転 周速：440m/s (1時間) 回転数：150000rpm (") (2) 中速長時間回転 周速：469m/s (1時間) 回転数：160000rpm (") (3) 高速瞬時回転 周速：616m/s (瞬時) 回転数：210000rpm (")

注1) 現在，接着剤による貼り合せ研削砥石が市販されており，限界使用周速は約150m/s (回転数 約7500rpm) 付近にある。本開発の目標使用周速としては200m/s (回転数9900rpm)とした。研削砥石は一般にスピントスト回転数の67%を使用周速としていることから，スピントストの目標周速は300m/s (回転数14900rpm)となる。

注2) 現在は金属製ターボ分子ポンプロータである。セラミックス製ターボ分子ポンプロータでは定格周速が230m/s (回転数 22000rpm)となるが，本開発の目標周速としてはその約1.3倍の293m/s (回転数 28000rpm)とした。

注3) 現在，Mo-Mn法で製作されている。特殊設備を必要とすることと接合プロセスが多工程に亘るためコスト高となり，簡易な接合法の開発が望まれている。

注4) 現在，開発が行われている。

注5) 回転体の最高作動温度は以下のとおりである。

研削砥石 : 室温
ターボ分子ポンプロータ : 約573K (継手部)
ターボ分子ポンプロータ : 約773K ("), 1173K (ガス温度)

5.2.1 平板継手

セラミックス砥石／金属台金接合型研削砥石及び Si_3N_4 翼／ Si_3N_4 軸接合型ターボ分子ポンプロータを取り上げた。

研削砥石は、現在セラミックス砥石(cBN・フリット/ Al_2O_3 ・フリット積層焼結材)を金属台金やCFRP台金に接着剤で貼り合せたものが市販されているが、図5.1に示すように高速回転になると接着層が破損し、限界使用周速は約150m/s(回転数約7500rpm)付近にある。これは回転負荷の増大に伴って接着層に大きな応力が発生し、接着剤の強度がこれに耐え切れず破損するもので接着剤の経年劣化があるため周速が低く抑えられている。

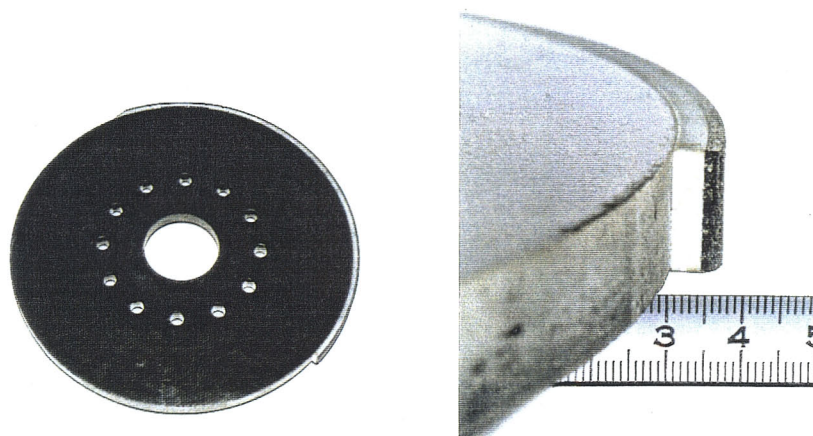


図5.1 接着剤による貼り合せ研削砥石の破損
(破損時の周速170m/s, 回転数8400rpm)

こういった状況から、研削砥石業界では長期に安定使用が出来ると共にさらに高速回転の得られる高性能研削砥石の開発が課題となっている。そのためには、まず、継手を経年劣化がなく接着剤より強度の高い金属ろう付継手にかえることが考えられるが、金属ろう付を採用すると接着剤接合に比べ熱負荷が大きいこと残留応力を増大させてかえって継手強度低下を招く恐れがあり、その低減策が必要である。また、回転負荷時に継手部に発生する応力を抑えることも重要で、この両者を勘案した応力緩和法が必須となる。

これらを考慮して、ろう材にAg-Cu-Tiろうを用いると共に金属台金にセラミックス砥石との熱膨張係数差の小さいコバルトを採用し、かつ、これにスリットを挿入して接合時の残留応力及び使用時の回転負荷による作用応力を低減する応力緩和法を適用した研削砥石を試作し、高性能砥石(目標使用周速200m/s, 目標使用回転数9900rpm。スピントテスト時については目標スピントテスト周速300m/s, 目標スピントテスト回転数14900rpm)を生みだし得るか否かで、この提案応力緩和法の有効性を評価、検証することとした。

なお、試作研削砥石は現行の接着剤による貼り合せ研削砥石と同一仕様(セラミックス砥石の厚さ、幅及び金属台金の直径、厚さ)とした。

一方、ターボ分子ポンプロータに関しては、例えば、核融合炉用排気設備において金属製ロータを採用すると磁界中作動で発熱するため、磁界より遠く離れたところに設置しなければならず

効率不良を生じている。また、最近需要の急増している半導体製造装置用では、同様に金属製ロータを用いるとGa-As等特殊環境下において腐食問題が発生している。更に、前者では中性子照射、後者ではロータと静翼間に発生する気体摩擦によってロータが573K程度まで昇温するケースがあり、この点からも金属製ロータには熱変形の点で課題が残されている。これらに対して、固有電気抵抗が大きく、強度及び耐食性にもすぐれる Si_3N_4 製ロータを用いることができれば、機器の性能向上が大きく進むことになり、その開発要求が大きく高まっている。

しかし、本 Si_3N_4 製ロータは構造が複雑なため、一体焼結で製作することが出来ず、構成部材の翼と軸を各々別体焼結した後、これらを重ね合せて接合製作することが必要となる。そして、回転体として同芯度が酷しく要求されるため、翼、軸ともその中心にインローを設けて同芯度をだすことが求められ、翼は有孔翼と突起付翼、軸については有孔軸とし、孔に突起をさしこむ形で順次積層して位置決め接合することになるが、これによってロータの回転時に各翼、軸の形状差により各々の半径方向の変位特性が異なることから、接合界面には変形を連続化させるための力が作用し、特に内周側の接合界面端部へのせん断応力の集中で破損が懸念される。

こういったことから、安定回転（定格周速230m/s、定格回転数22000rpm）を確保するためには高温強度を含め継手強度が高く、ばらつきの少ない接合継手を採用すると共に回転負荷時に継手部に発生する上述の応力を極力低減することが強く求められる。

このため、接合法として継手強度特性にすぐれるCu-Tiろう付を用い、接合面の内周側の接合領域を小さく規制して継手部に発生する応力を低減せしめる応力緩和法を適用した Si_3N_4 製接合型ターボ分子ポンプロータを試作して高性能回転特性を発揮する新しいセラミックス製ロータ（目標周速293m/s、目標回転数28000rpm、定格周速、回転数の約 1.3倍）を製作し得るか否かで、この提案応力緩和法の有効性を評価、検証することとした。

5.2.2 管継手

Al_2O_3 管/金属フランジ接合型高周波加速空洞カプラ、イオン加速管及び ZrO_2 管/金属管接合型 O_2 分離管を取上げた。加速空洞カプラ、イオン加速管は Al_2O_3 管の端面にMoやMnの粉末をバイндаで混合してペースト状にしたものを塗布し、加湿還元雰囲気中で1573~1973K 付近に加熱してメタライジングした後、この上にNiメッキし、Agろうを用いて金属フランジと接合する方法で製作されているが、このMo-Mn法は上記加熱能力を持つ加湿雰囲気炉という特殊仕様設備が必要なことやメタライジング、メッキ、ろう付という多工程を踏むことでコスト高となり、簡易な接合法の確立が求められている。また、本部品は耐気密性が酷しく要求されるため、ろう材のぬれ性不良や継手部の微少割れ発生によるリークは全く許されず（リーク量 $< 1 \times 10^{-9} \text{Torr} \cdot \ell / \text{sec} < \text{He} >$ ）、 Al_2O_3 に対してすぐれたぬれ性を有するろう付法を用いる一方、継手部に発生する残留応力を極力低減することが必須となる。

このため、 Al_2O_3 へのぬれ性にすぐれる $\text{Cu}_2\text{O} + \text{Cu} / \text{Ag} - \text{Cu} - \text{Ti}$ ろう付を用いると共にフランジを Al_2O_3 管との熱膨張係数差の小さいコパールとして薄肉化し、これに補助 Al_2O_3 管の接合を加えることによって接合時の残留応力を低減する応力緩和法を適用し、通常の真空炉で簡便に接合できる製法が設定し得るか否かで、この提案応力緩和法の有効性を評価、検証することとした。

なお、試作カプラ、加速管は現行のMo-Mn法で製作されているものと同一仕様（ Al_2O_3 管の直径、厚さ、長さ）とした。

一方ZrO₂管／金属管接合型O₂分離管は、O₂を選択的に分離する機能を持つZrO₂管を金属管に突合せ接合したトランジション管で、新しい製品部材である。継手部には耐気密性（リーク量＜1×10⁻⁹Acc/s 〈He〉）が要求されるほか、使用時に曲げ負荷（最大曲げモーメント 275kgf-cm）がかかるため継手部の損傷が懸念され、とくに後者に対して安全設計が出来る高強度継手管が求められる。

このため、ZrO₂へのぬれ性にすぐれ、良好な継手強度を得ることができるCu₂O+Cu／Ag-Cu-Ti/Cr ろう付を用いると共に金属管にZrO₂管との熱膨張係数差の小さいコバル管を採用し、かつ、これにスリットを挿入して接合時の残留応力及び使用時に発生する管外表面の作用応力を低減する応力緩和法を適用したO₂分離管を試作し、良好な気密性とすぐれた曲げ強度を有する高性能管が得られるか否かで、この提案応力緩和法の有効性を評価、検証することとした。

なお、O₂分離管はZrO₂管の長さのみ1/11とした部分モデルとした。

5.2.3 かん合継手

Si₃N₄翼／金属スリーブ接合型ターボチャージャロータを取上げた。ターボチャージャロータは、現在、耐熱金属翼が用いられているが、高温下で高速回転して使用されるため、耐熱及び比強度にすぐれる Si₃N₄翼にかえることができれば性能向上がはかられ、特に、比強度にすぐれることから車両の加速性をあげるのに有効と言われる。その際、このSi₃N₄翼を金属回転軸に如何に取付けるかが課題となり、種々の継手様式が検討されているが、一旦金属スリーブとかん合接合し、これを介して軸本体に取付け溶接する方式が多用されている。本開発においても、この継手様式を採用することとしたが、作動時の回転負荷（通常運転時では周速352～381m/s, 回転数120000～130000rpm）により継手にスラスト力と曲げモーメントがかかり、スラスト力で翼の抜けだし、曲げモーメントで翼付根からの破損が起こるため、かん合接合部には高いせん断強度と曲げ強度が要求される。特に、接合時の残留応力が大きいと曲げ強度が著しく低下することから、かん合接合部の残留応力を低減することが高速回転性能を得る上で最も重要な条件となっており、その低減策が本ロータの成立可否を握っている。

このため、内径面に接合時の残留応力の緩和を狙ったCuと接合インサートとなるNiを積層メッキすると共に外周面に環状スリットを設けたインコロイ903スリーブをSi₃N₄翼端軸にかん合接合して接合時の残留応力を低減する応力緩和法を適用したターボチャージャロータを試作し、高性能ターボチャージャ（目標周速616m/s, 目標回転数210000rpm）の製作が可能か否かで提案応力緩和法の有効性を評価、検証することとした。

なお、試作ターボチャージャは、現行金属製ターボチャージャロータと基本的に同一仕様のものとした。

5.3 供試体、接合方法及び評価方法

5.3.1 供試体

(1) 平板継手

研削砥石及びターボ分子ポンプロータの実体モデルを接合試作したが、供試材料は第3章で提案し、第4章で試験したものと全く同一である。部材形状寸法についても第3章で提案した応力緩和接合体と同じである。

なお、ターボ分子ポンプロータについては、第3章の応力緩和法の検討を行ったものの Si_3N_4 翼枚数が6枚であるのに対し、本接合試作体では7枚と1枚増えている。

(2) 管継手

カプラ、イオン加速管及び O_2 分離管の実体モデルを接合試作したが、供試材料は第3章で提案し、第4章で試験したものと全く同一である。部材形状寸法についても、 O_2 分離管のみ接合部から遠く離れた部位に若干の厚肉部があるが、他は全て第3章で抽出した応力緩和接合体と同じである。なお、イオン加速管の場合の部材形状寸法を図5.2に示す。

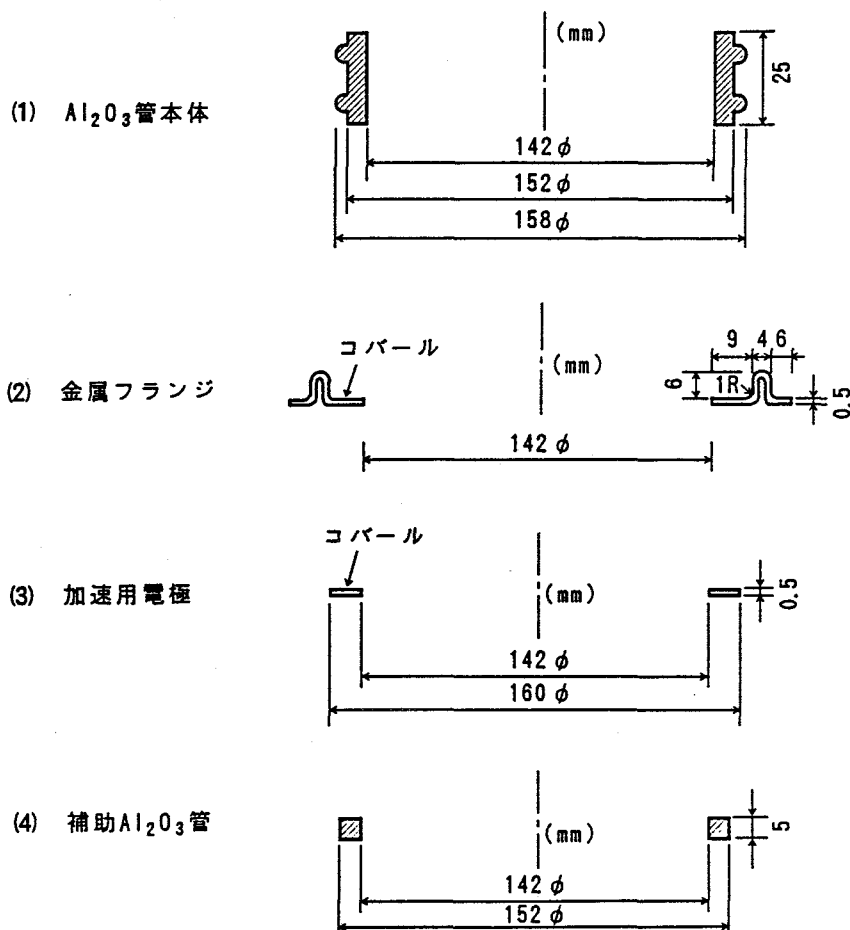


図5.2 接合試作したイオン加速管実体モデルの部材形状寸法

(3) かん合継手

ターボチャージャロータの実体モデルを接合試作したが、供試材料は第3章で提案し、第4章で試験したものと全く同一である。部材形状寸法についても、第3、4章で抽出した応力緩和接合体と同じである。CuとNiの積層インサート法を用いた。

5.3.2 接合方法

表5.2～5.3に接合試作した実体モデルの接合法、接合条件を一括して示す。第4章で設定したものである。

表 5.2 接合試作した実体モデルの接合法, 接合条件(1)

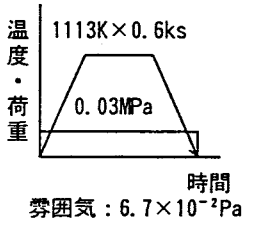
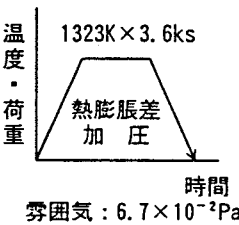
対象接合体		研削 砥石 ターボ分子ポンプロータ	カブラ イオン加速管	O ₂ 分離管
接合法		Ag-Cu-Tiろう付	Cu ₂ O+Cu/Ag-Cu-Ti ろう付	Cu ₂ O+Cu/Ag-Cu-Ti/Cr ろう付
接合前処理	ブレイディング	なし	るつぼ内にCuを挿入し雰囲気 を 2.7×10^{-2} Paに減圧後, 所定酸素量を流入し, プラ ズマ溶解して, 20wt%Cu ₂ O+ 80wt%Cu (10 μ m) をAl ₂ O ₃ 管 (773K予熱) 端面に真空 蒸着	ZrO ₂ 管端面に同左のCu ₂ O+ Cuを真空蒸着すると共にコ パールにCr (10 μ m) を電気 メッキ
接 合 条 件	ろう箔の 組成, 厚さ	70.5wt%Ag-27.5wt%Cu-2.0wt%Ti (50 μ m)	同 左	同 左
	温 度 時 間 荷 重 雰 囲 気	 雰囲気: 6.7×10^{-2} Pa	同 左	同 左
	昇降温 速 度	室温~ろ付温度: 0.083K/s ろ付温度~473K: 同 上 473K~室温: 炉冷	同 左	同 左

表 5.3 接合試作した実体モデルの接合法, 接合条件(2)

対象接合体		ターボチャージャロータ
接合法		Niインサート固相接合
接合前処理	ブレイディング	インコ1903にCu(250 μ m)を 無電解メッキ後, Ni(40 μ m) を電気メッキ
接 合 条 件	かん合	焼ばめ挿入 (焼ばめ挿入前間隙 ≈ 0)
	温 度 時 間 荷 重 雰 囲 気	 雰囲気: 6.7×10^{-2} Pa
	昇降温 速 度	室温~接合温度: 0.083K/s 接合温度~473K: 同 上 473K~室温: 炉冷

5.3.3 評価方法

表5.4に接合試作した実体モデルが各々要求性能を満足するかどうか確認する作動評価試験の要領を示す。

研削砥石、ターボ分子ポンプロータ及びターボチャージャロータはスピンテスト、加速空洞カプラ、イオン加速管及びO₂分離管はHeリーク試験を実施した。

なお、O₂分離管の場合にはこれに曲げ負荷試験を加えた。

表5.4 接合試作した実体モデルの作動評価試験要領

種別	実体モデル	試験内容
スピンテスト	研削砥石	
	ターボ分子ポンプロータ	
	ターボチャージャ	
リークテスト	カプラ イオン加速管 O ₂ 分離管	
耐荷重試験	O ₂ 分離管	第4章図4.6及び4.7の試験内容で実施

5.4 実体モデルの製作

5.4.1 平板継手

(1) セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石
製作手順を図5.3，試作完了モデルを図5.4に示す。

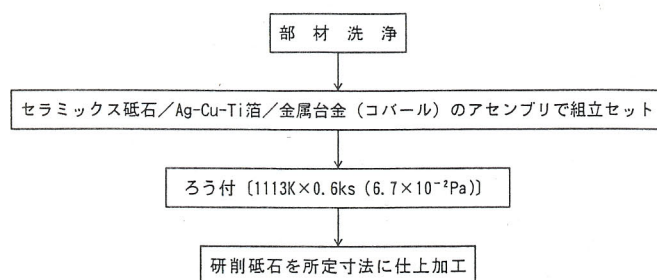


図5.3 接合試作した研削砥石実体モデルの製作手順

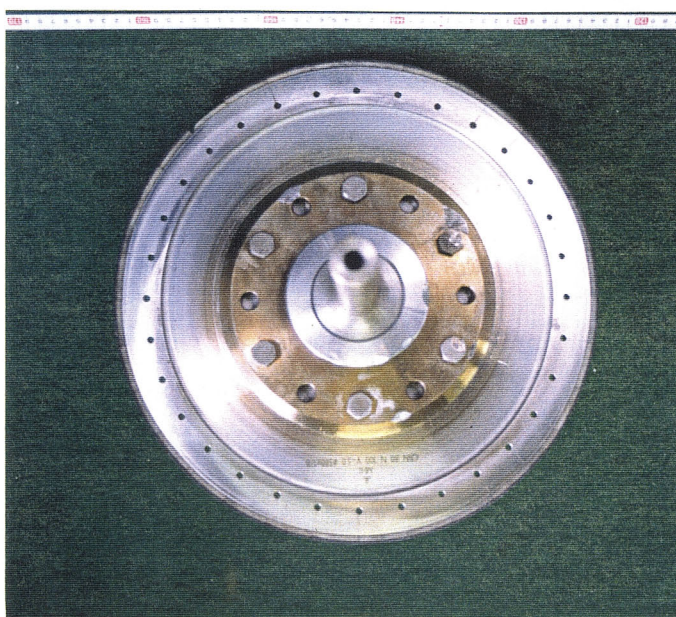


図5.4 試作完了モデル
(研削砥石)

(2) Si_3N_4 翼／ Si_3N_4 軸接合型ターボ分子ポンプロータ
製作手順を図5.5，試作完了モデルを図5.6に示す。

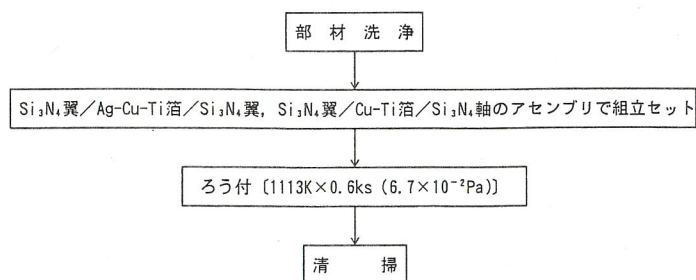


図5.5 接合試作したターボ分子ポンプロータ実体モデルの製作手順

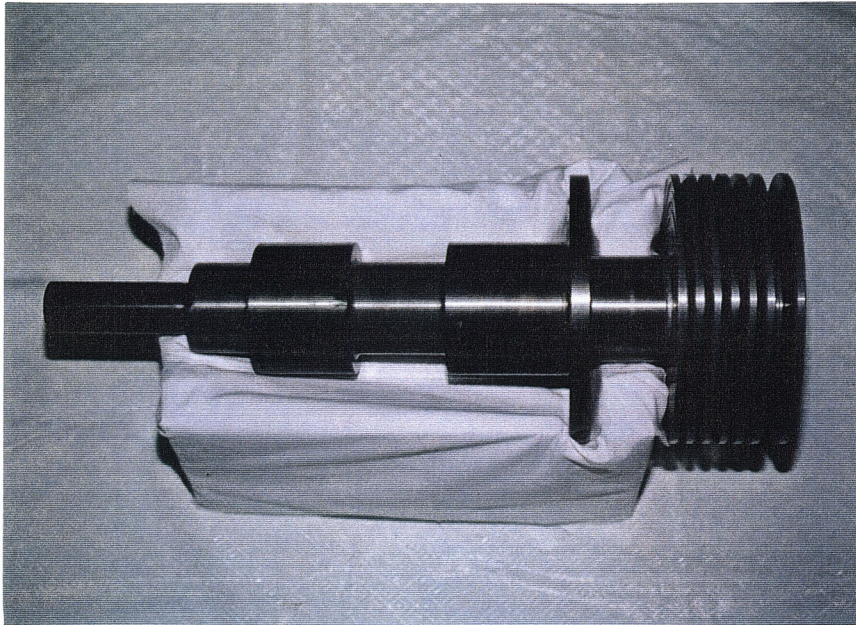
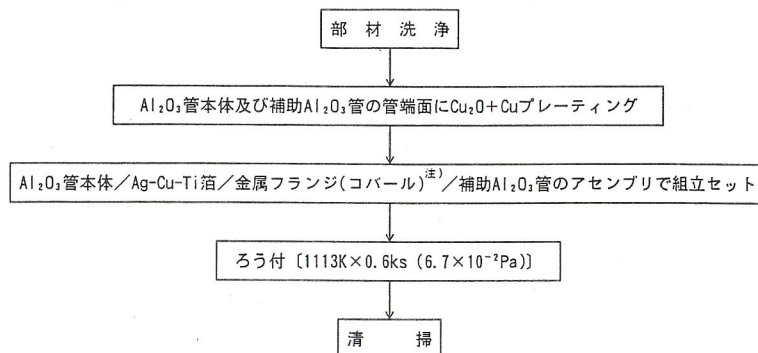


図5.6 試作完了モデル
(ターボ分子ポンプロータ)

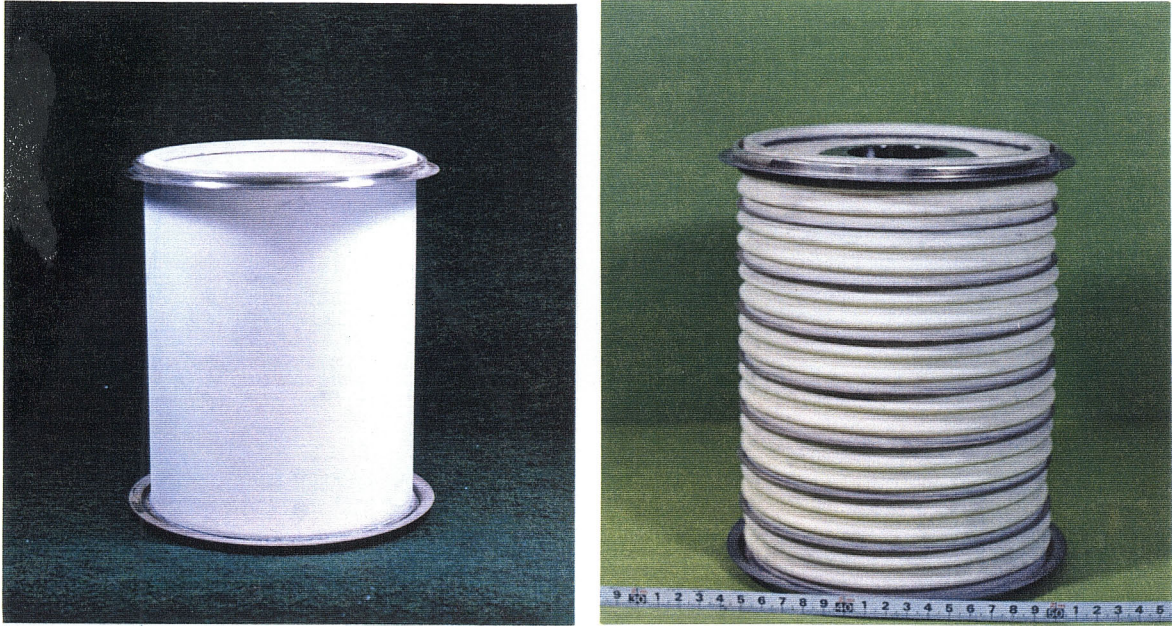
5.4.2 管継手

(1) Al_2O_3 管／金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ及びイオン加速管
製作手順を図5.7，試作完了モデル図5.8に示す。



注) イオン加速管では中間部位に加速用電極(コバール)が入る

図5.7 接合試作したカプラ及びイオン加速管実体モデルの製作手順



(1) カ プ ラ

(2) イオン加速管

図5.8 試作完了モデル (カプラ, イオン加速管)

(2) ZrO_2 管/金属管 接合型 O_2 分離管

製作手順を図5.9, 試作完了した実体部分モデル (ZrO_2 管長さが実機の1/11) を図5.10に示す。

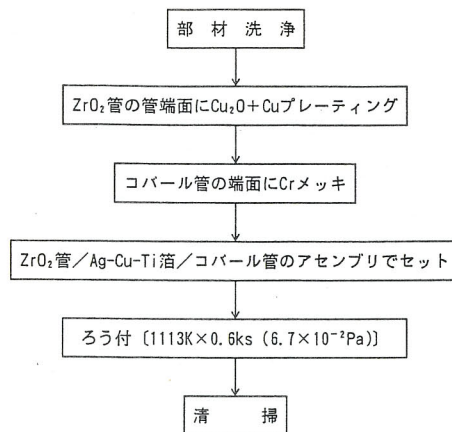


図5.9 接合試作した O_2 分離管実体部分モデルの製作手順



図5.10 試作完了部分モデル
(O_2 分離管)

5.4.3 かん合継手

(1) Si_3N_4 翼／金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータ
製作手順を図5.11, 試作完了モデルを図5.12に示す。

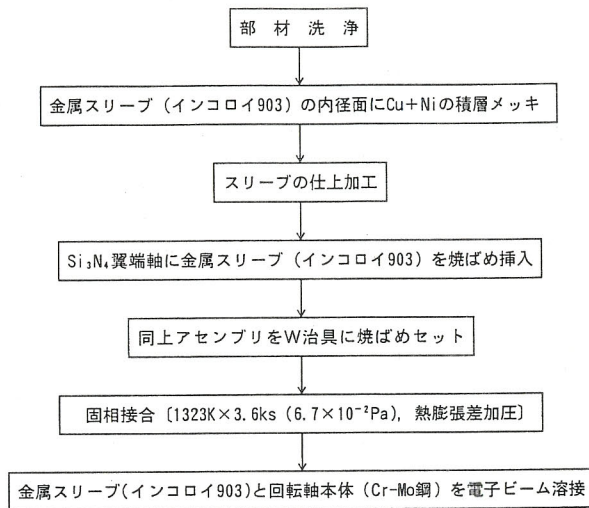


図5.11 接合試作したターボチャージャロータ実体モデルの製作手順

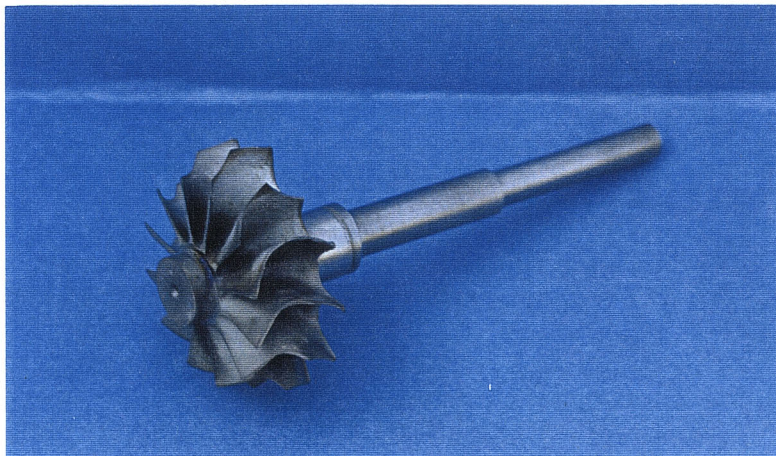


図5.12 試作完了モデル
(ターボチャージャロータ)

5.5 実体モデルによる評価, 検証

5.5.1 平板継手

(1) セラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石

性能検証を行う稼動評価試験をスピントテストで行ったが、図5.13に使用したスピントスタを示す。まず、試作研削砥石を動バランスマシンでバランスを取った後、これを図5.14に示す状態でスピントスタに取付け、スピントスタ槽内を $2.7\sim 4.0\times 10^2\text{Pa}$ に排気したあと、先に示した表5.4の回転スケジュールによってテストを実施した。

その結果、接合部の破損や部材の損傷を生じることなく、図5.15に示すように目標スピントテスト周速 300m/s （目標スピントテスト回転数 14900rpm ）をほぼ満足する周速 290m/s （回転数 14400rpm ）の高性能回転特性が得られ、接着剤にかわって金属ろう付による新しい研削砥石の製作が可能であると共に大きく高速回転化をはかり得ることが立証された。

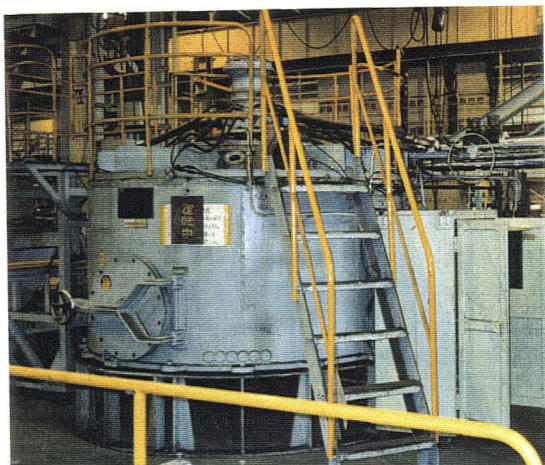


図5.13 スピントスタ（研削砥石）

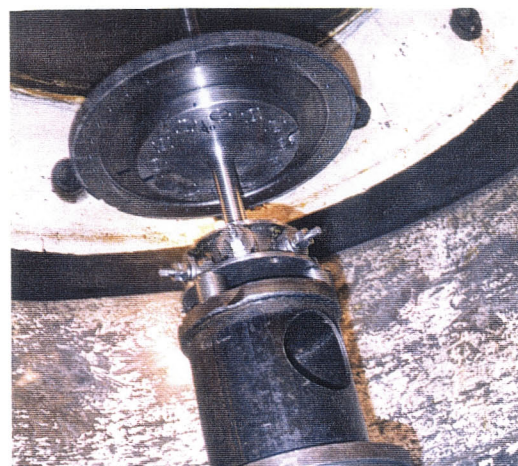


図5.14 スピントスタへの試作研削砥石のセット状況

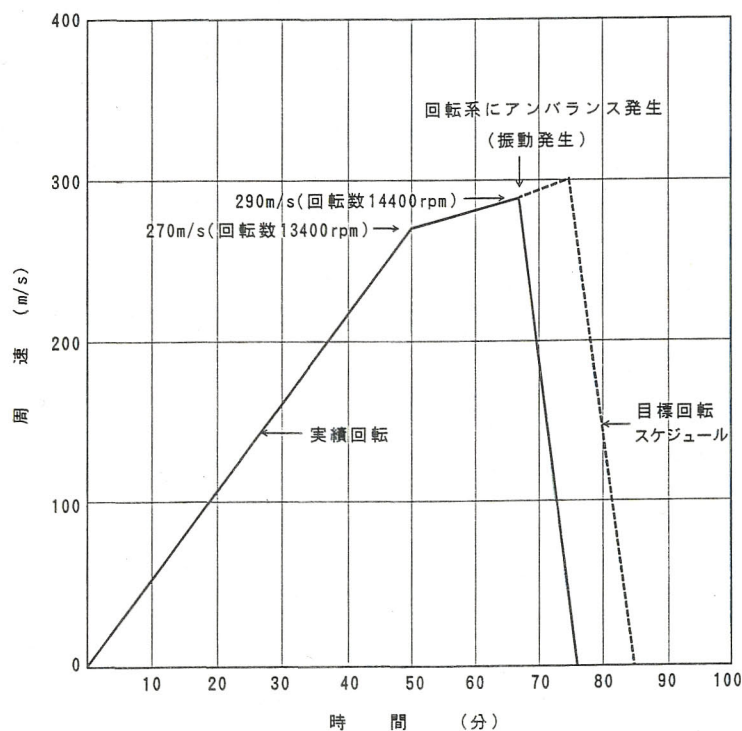


図5.15 試作研削砥石のスピントテスト結果

(2) Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータ

研削砥石と同様に性能検証を行う稼働評価試験をスピントストで行ったが、テストは実体プロト機そのもので行った。図5.16にその状況を示す。

まず、試作ターボ分子ポンプロータを動バランスングマシンでバランスを取った後、図5.17に示すように実体プロト機に取付け、先に示した表5.4の回転スケジュールによってテストを実施した。

その結果、接合部の破損や部材の損傷を生じることなく、図5.18に示すように目標周速293m/s（目標回転数28000rpm）を達成する高性能回転特性が得られ、金属製ターボ分子ポンプロータにかわってセラミックス製ポンプロータの製作が可能であることが立証された。

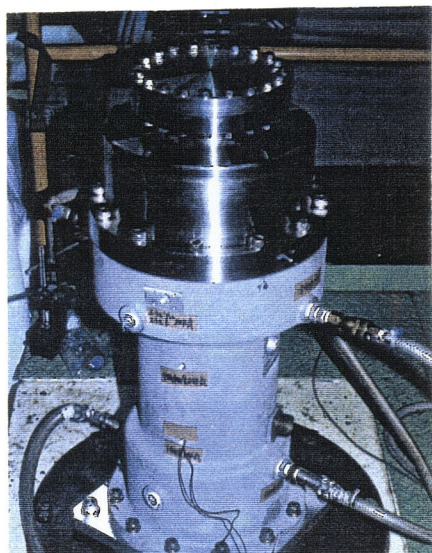


図5.16 実体プロト機によるスピントスト
(ターボ分子ポンプロータ)

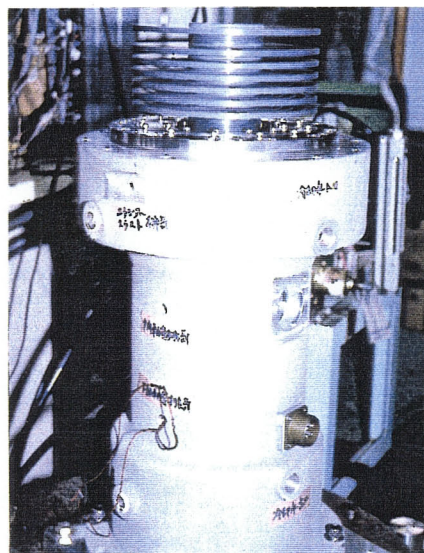


図5.17 実体プロト機への試作ターボ分子ポンプロータのセット状況

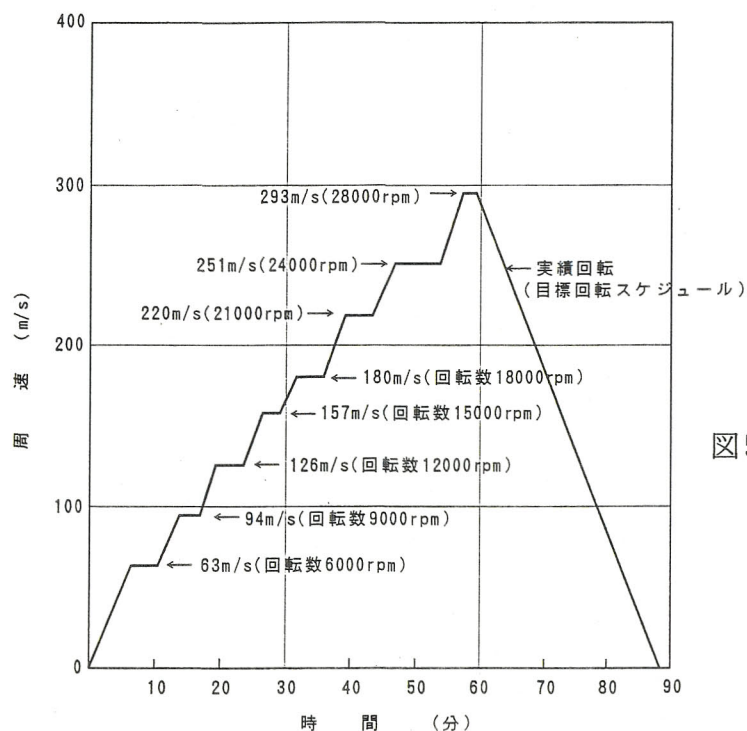


図5.18 試作ターボ分子ポンプロータのスピントスト結果

5.5.2 管継手

(1) Al_2O_3 管／金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ及びイオン加速管

性能検証を行う稼動評価試験をリーク試験で行ったが、図5.19にイオン加速管の場合を代表してHeリーク試験状況を示す。

試験結果の一例を図5.20に示すが、カプラ、イオン加速管いずれもリーク量は要求値の $< 1 \times 10^{-9} \text{Torr} \cdot \ell / \text{s}$ を満足し、従来からのMo-Mn法にかわって通常の真空ろう付法により、部品の製作が可能になることが立証された。

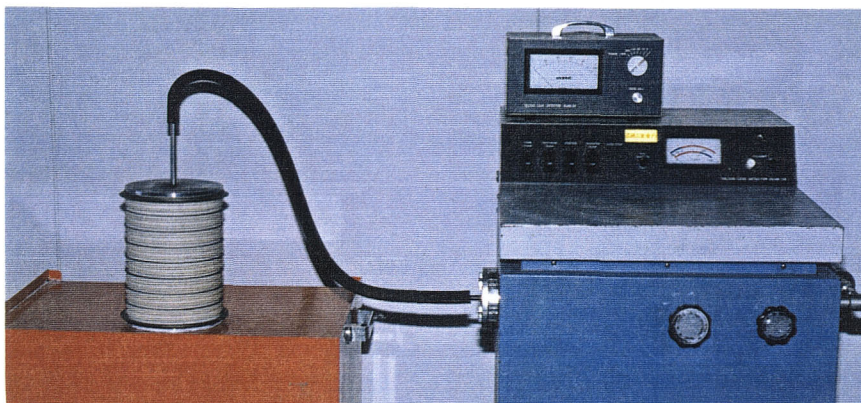


図5.19 Heリーク試験状況
(イオン加速管)

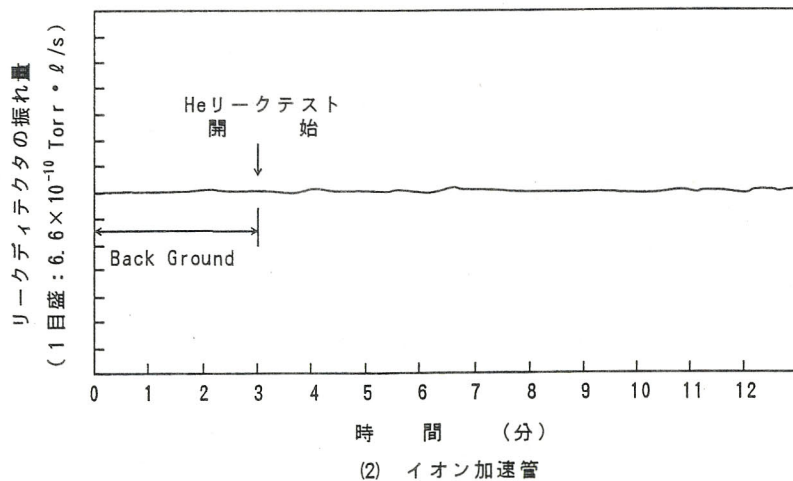
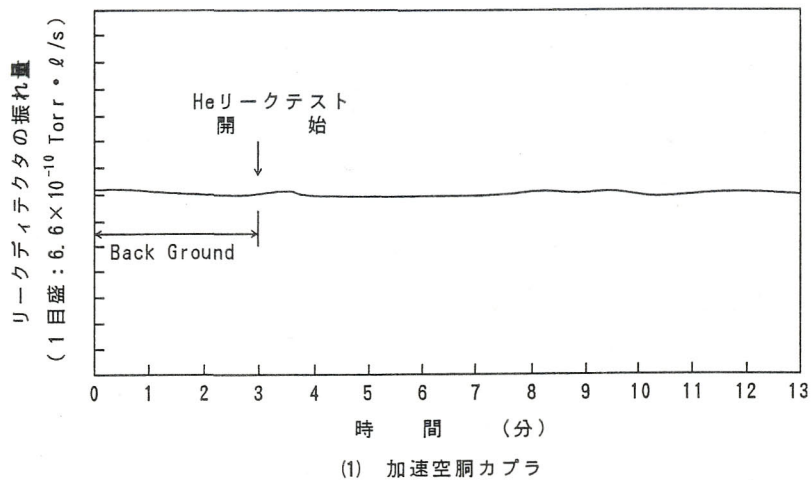


図5.20 試作加速空洞カプラ、イオン加速管のHeリーク試験結果

(2) ZrO₂管／金属管 接合型O₂分離管

カプラ及びイオン加速管と同様に性能検証を行う稼動評価試験をまずリーク試験で行ったが、図5.21にHeリーク試験状況を示す。

試験結果の一例を図5.22に示すが、リーク量は要求値の $< 1 \times 10^{-9}$ Acc/s を満足し、新しいセラミックス製O₂分離管の製作の可能性が立証された。

また、本接合管では耐荷重特性が要求されるため、曲げ負荷試験も行った。試験要領は第2章及び4章で行ったものと同一要領で試験数を10体として曲げ試験を実施した。

その結果を表5.5及び図5.23に示す。また、第4章で実施した曲げ試験結果と併せたものを表5.6及び図5.24に示すが、平均強度71MPa、最低強度56MPa、変動係数0.13、ワイブル形状係数9.9の良好な継手強度特性が得られた。平均強度71MPaは曲げモーメント換算で671kgf-cm、最低強度56MPaは529kgf-cmとなり、要求値275kgf-cm に対してそれぞれ1.9~2.4倍の値を示し、継手強度面からも新しいセラミックス製O₂分離管の創出をはかり得る可能性が立証された。

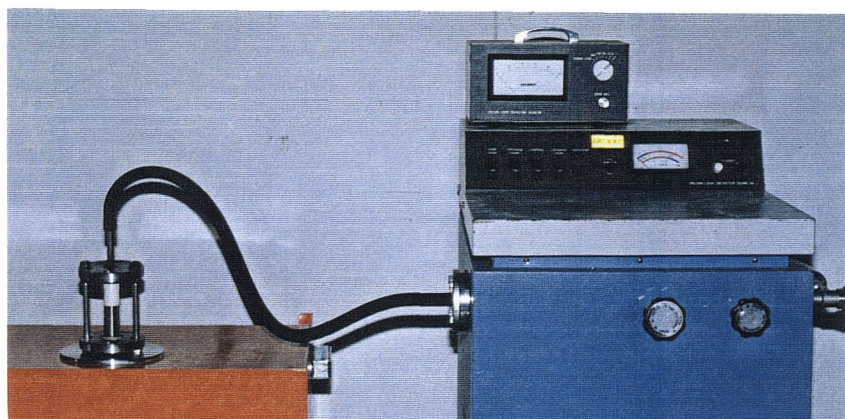


図5.21 Heリーク試験状況 (O₂分離管)

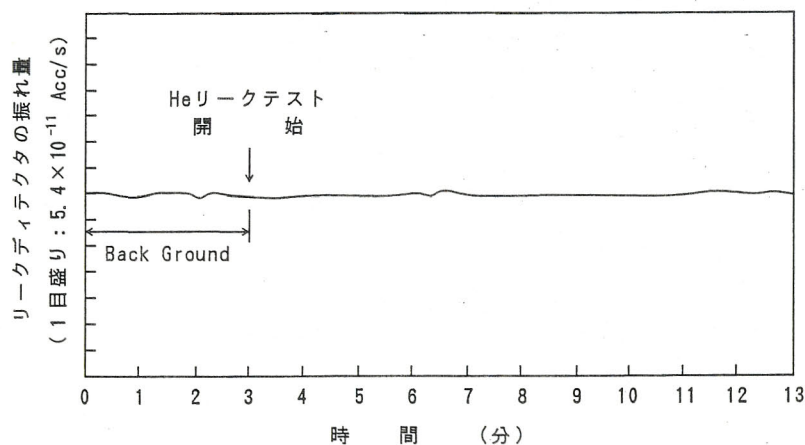


図5.22 試作O₂分離管 (実体部分モデル) のHeリーク試験結果

表5.5 試作O₂分離管 (実体部分モデル) の継手部曲げ強度

強度種別	コパール管種別	平均値 \bar{x} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 V (σ/\bar{x})	ワイブル形状係数 m	破断位置
曲げ強度 (室温)	スリット挿入管	70.8	9.3	0.13	9.2	ろう材中 (一部ZrO ₂ 中)

注) ろう付法 : Cu₂O+Cu/Ag-Cu-Ti/Crろう付
ろう付条件 : 1113K×0.6ks (6.7×10^{-2} Pa)

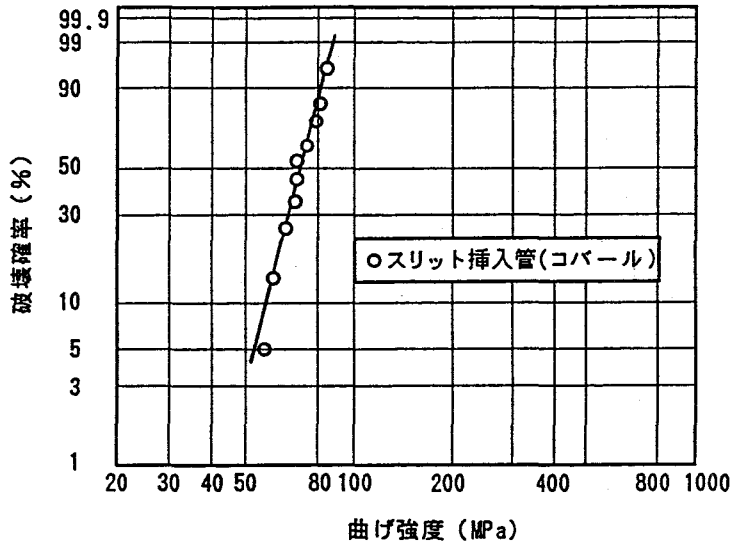


図5.23 試作 O_2 分離管（実体部分モデル）の継手部曲げ強度のワイブルプロット(1)

表5.6 試作 O_2 分離管（実体部分モデル）の継手部曲げ強度

強度種別	コバルル管種別	平均値 \bar{X} (MPa)	標準偏差 σ (MPa)	変動係数 V (σ/\bar{X})	ワイブル形状 係数 m	破断位置
曲げ強度 (室温)	スリット 挿入管	71.1	8.9	0.13	9.9	ろう材中 (一部 ZrO_2 中)

注) ろう付法 : $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti/Cr$ ろう付
 ろう付条件 : $1113K \times 0.6ks$ ($6.7 \times 10^{-2}Pa$)

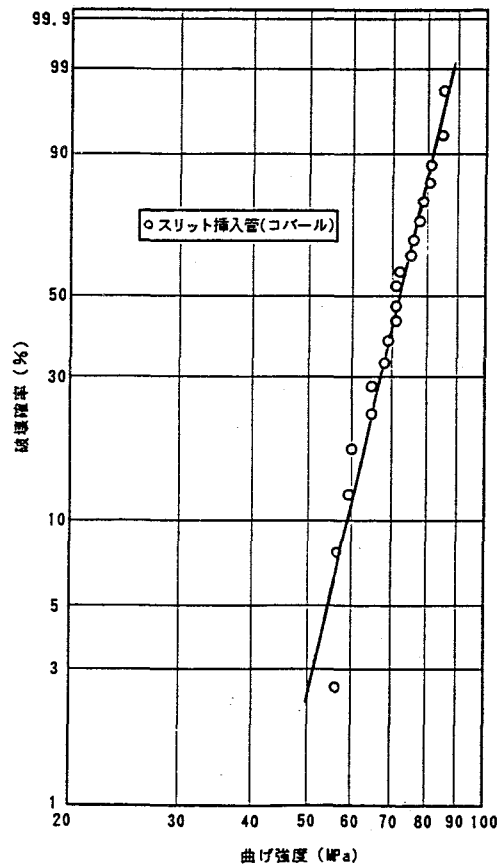


図5.24 O_2 分離管の継手部曲げ強度のワイブルプロット(2)
 (第4章で実施した曲げ試験結果と併せたもの)

5.5.3 かん合継手

(1) Si_3N_4 翼／金属スリーブ接合型ターボチャージャロータ

研削砥石及びターボ分子ポンプロータと同様に、性能検証を行う稼働評価試験をスピントストで行ったが、テストは図5.25に示す実機ターボチャージャで行った。

まず、試作ターボチャージャロータを動バランスングマシンでバランスを取った後、実機ターボチャージャに取付け、先に示した表5.4の回転スケジュールによってテストを実施した。その結果、回転によって生じるスラスト力によるかん合接合部の抜け出し及び曲げモーメントによるかん合接合端の Si_3N_4 の破損を生じることなく、図5.26に示すように目標周速616m/s（目標回転数210000rpm）の高速回転に耐え、固相接合を用いたかん合継手構造による新しいセラミックス製ターボチャージャロータの製作が可能であることが立証された。

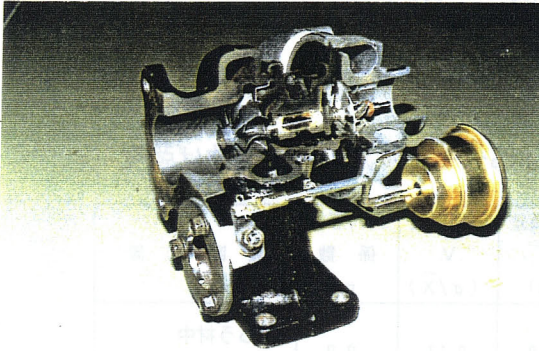


図5.25 実機ターボチャージャによるスピントスト
(ターボチャージャロータ)

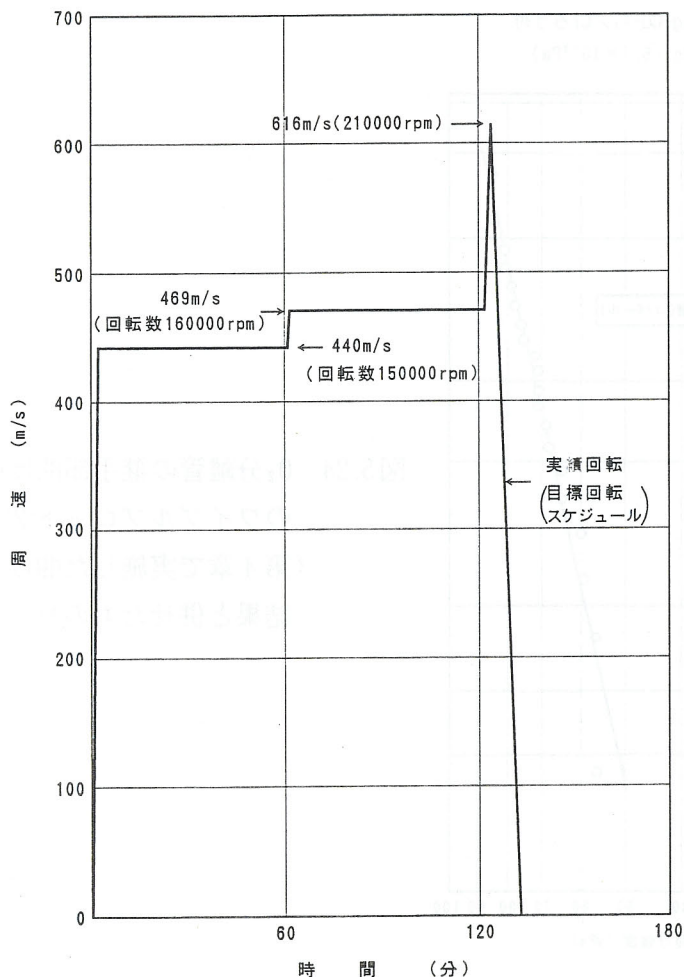


図5.26 試作ターボチャージャロータのスピントスト結果

5.6 応力緩和法の有効性に関する考察

5.6.1 平板継手

(1) セラミックス砥石／金属合金 接合型研削砥石

金属合金として、セラミックス砥石(cBN・フリット/ Al_2O_3 ・フリット積層焼結材)との熱膨張係数差が小さいコバルトを用い、かつ、これにスリットを挿入した継手構造を適用してAg-Cu-Tiろう付で接合試作した研削砥石は290m/sの周速に耐えることが判明した。研削砥石は一般にスピントレスト回転数の67%を使用周速としていることから、本研削砥石の使用周速は194m/sとなり、現行の接着剤による貼り合せ研削砥石(使用周速150m/s)に比べ、約45m/sの高周速研削が可能であると言える。

この高性能回転特性の得られた理由は、継手強度の向上のほか、継手部の接合時の残留応力が抑えられると共に使用時の回転負荷による作用応力も大きく低下したことに起因すると考えられる。なお、別途、研削砥石のコストダウンを狙って金属合金をコバルトより安価なSUS304とし、他は全て上記研削砥石と同一仕様としたものの試作を行ったが、接合終了時点でセラミックス砥石に割れが発生し、またスリット挿入を行わず、他は全て上記研削砥石と同一仕様としたものは、スピントレストの昇速過程でセグメントの一部に破損が発生した。スピントレスト時の状況を図5.27に示すが、前者は接合時の残留応力、後者は回転負荷時の作用応力による損傷と判断され、材質及び形状のいずれかが不適正であると、すぐれた継手特性が得られなくなることを示した。これらは第3章における検討結果から予想されたことではあるが、応力緩和の重要性が検証されると共に提案した応力緩和法の有効性が評価、傍証される。

なお、本開発研削砥石は、種々の製品を対象にした研削耐久試験を実施し、諸データを蓄積して販売に移行することになっている。

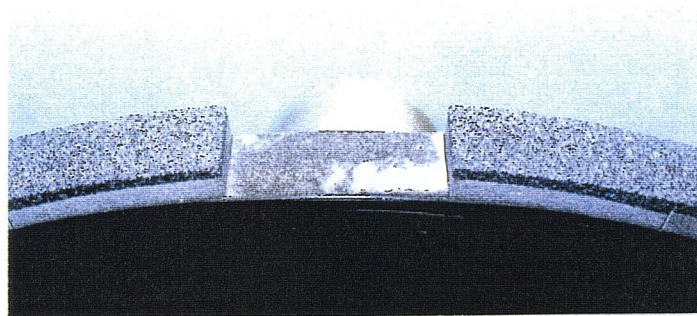


図5.27 金属合金へのスリット挿入構造を採用しない研削砥石における回転負荷時の損傷状況

(2) Si_3N_4 翼／ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータ

Si_3N_4 翼と Si_3N_4 軸の中心にインローを設け、順次さしこみ構造で位置決めした後、各接合面の内周側の接合領域を小さく規制し、Cu-Tiろう付で積層接合して試作したターボ分子ポンプロータは目標周速293m/s(回転数28000rpm)を達成する回転性能が得られ、実機運転条件(定格周速230m/s、定格回転数22000rpm)を満足することが立証された。

本接合体は Si_3N_4 ／ Si_3N_4 の接合のため、残留応力の影響が小さく、高強度継手を用いたことと回転負荷時の継手部の作用応力を最小限に抑えたことが継手部の信頼性を高め、全セラミックス

製ターボ分子ポンプロータの高速回転を可能にしたものと考えられる。

なお、この回転負荷による継手部の作用応力と継手強度との関連をみると、第3章の検討結果にみられるように接合領域の規制を行わず殆ど接合面の内周端まで接合した場合の最大作用応力はせん断応力（第3章図3.21の τ_{rz} ）で28MPa、軸方向応力（第3章図3.22の σ_z ）で15MPaとなり、継手強度については、第4章の試験結果にみられるように、Cu-Tiろう付による $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ 接合継手は室温及び573Kいずれにおいても1条件あたり10~12個の試験片中、せん断強度で約40MPa、曲げ強度で約320MPaの最小値が認められる。また、回転負荷により継手部に発生するせん断応力、軸方向応力はそれぞれ継手部のせん断強度、曲げ強度に対応することから、その対比評価を行うと、継手部の曲げ強度は上記最小値をとっても回転負荷により発生する軸方向応力の約21倍となって大きな余裕があるが、せん断強度は同様に回転負荷により発生するせん断応力の2倍に達しない。この回転負荷により発生する応力は解析時の要素分割の大きさで変化することからあくまでも参考値であるが、この継手部に発生するせん断応力を低減させることが接合部の破損を阻止しロータの安定回転に対して重要な因子になると言える。

これに対し、接合領域の規制を行って接合した場合の回転負荷による継手部の最大発生応力はせん断応力（第3章図3.21の τ_{rz} ）で約10MPaに低下し、継手部のせん断強度がこの発生せん断応力に対し約4倍の余裕を持つようになる。すなわち、回転負荷により継手部に発生するせん断応力の低減に対し、本提案応力緩和法が有効なものとなり、上述のすぐれた回転特性の確保に寄与していると評価される。

現在、本開発ターボ分子ポンプロータのうち、核融合炉用については日本原子力研究所と共同開発を進めており、既に公表されているプロト機¹⁰³⁾を図5.28に示すが、さらに図5.29の核融合実験炉の新排気システムの概念設計¹⁰⁴⁾にも入っている。

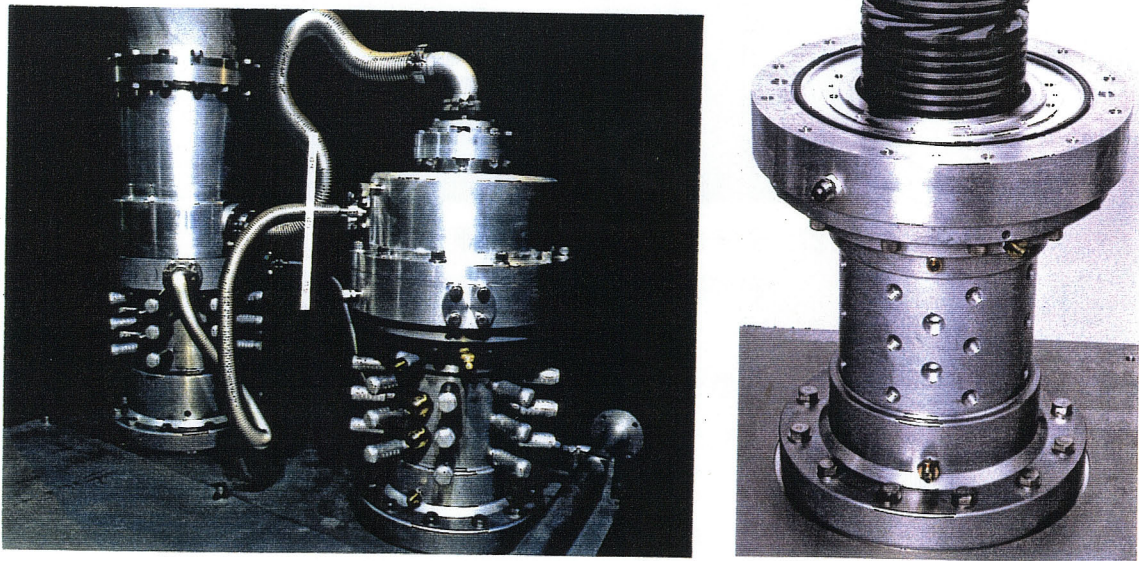


図5.28 本開発ターボ分子ポンプロータのプロト機
(日本原子力研究所と共同開発した核融合実験炉用プロト機)

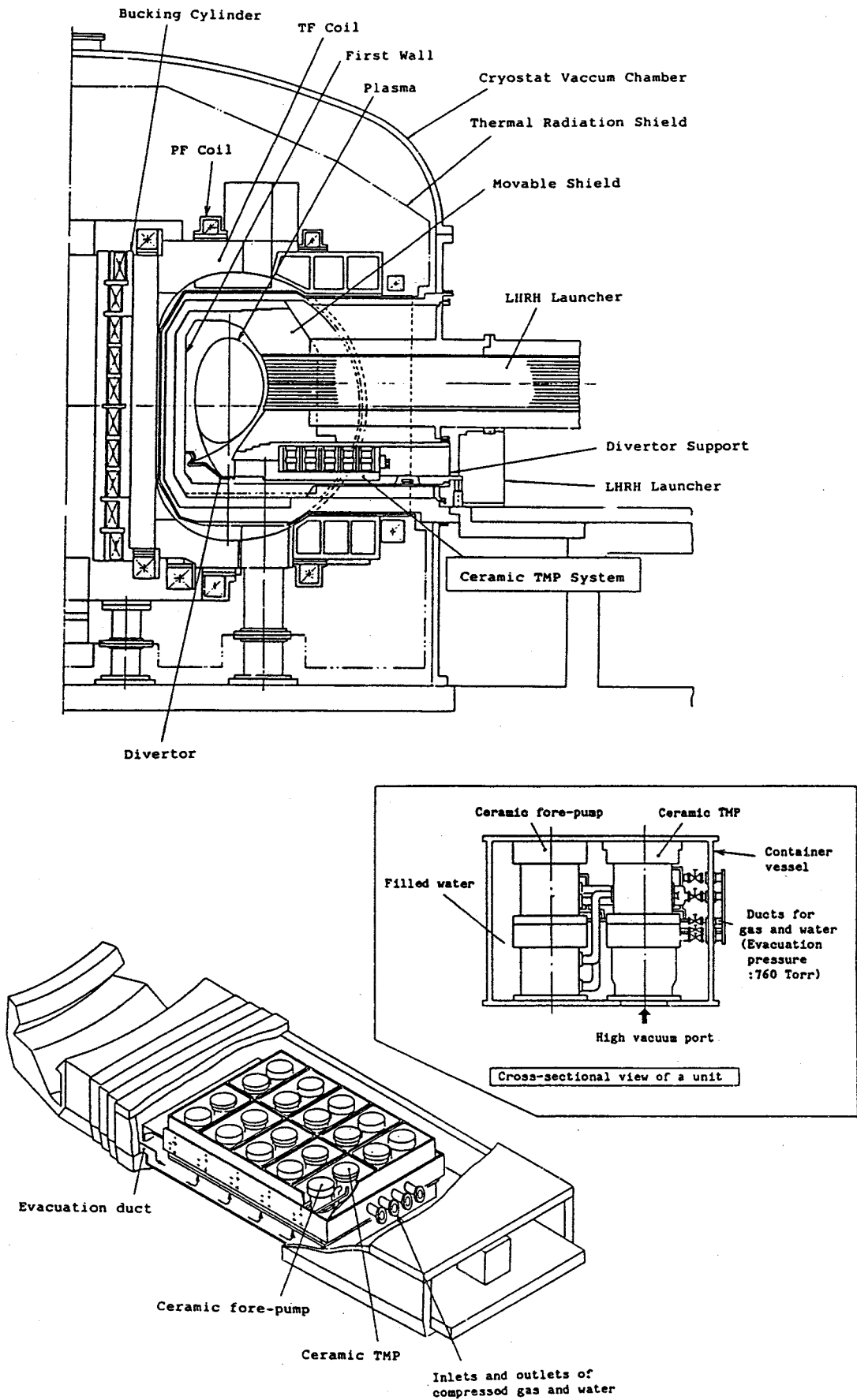


図5.29 核融合実験炉の新排気システム（日本原子力研究所における概念設計）

5.6.2 管継手

(1) Al_2O_3 管／金属フランジ 接合型高周波加速空洞カプラ及びイオン加速管

金属フランジを Al_2O_3 管との熱膨張係数差の小さいコバルトとして薄肉化し、 $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付で補助 Al_2O_3 管を取付けて接合試作したカプラ及びイオン加速管は所定のHeリーク試験(要求値 $< 1 \times 10^{-9} Torr \cdot l/s$)に合格した。

これは、 Al_2O_3 に Cu_2O+Cu をプレーティングすることで $Ag-Cu-Ti$ ろうの Al_2O_3 へのぬれ性を向上させたことと継手部の接合時の残留応力が低下し、微小割れの発生が完全に抑えられたためと考えられる。なお、コストと次工程の溶接性の面から補助 Al_2O_3 管を用いないで金属フランジを安価なSUS304(3mmt)とし、他は全て上記カプラと同一仕様としたものの部分モデルの試作も行ったが、 Al_2O_3 管に割れを発生しリークした。これも第3章における検討結果から予想されたことではあるが、応力緩和の重要性が検証されると共に提案した応力緩和法の有効性が評価、傍証される。

なお、本開発加速空洞カプラは、今後Mo-Mn法にかわって実機生産を計画しており、イオン加速管は図5.30に示すイオン注入装置用加速管としてプロト機が稼動中である。

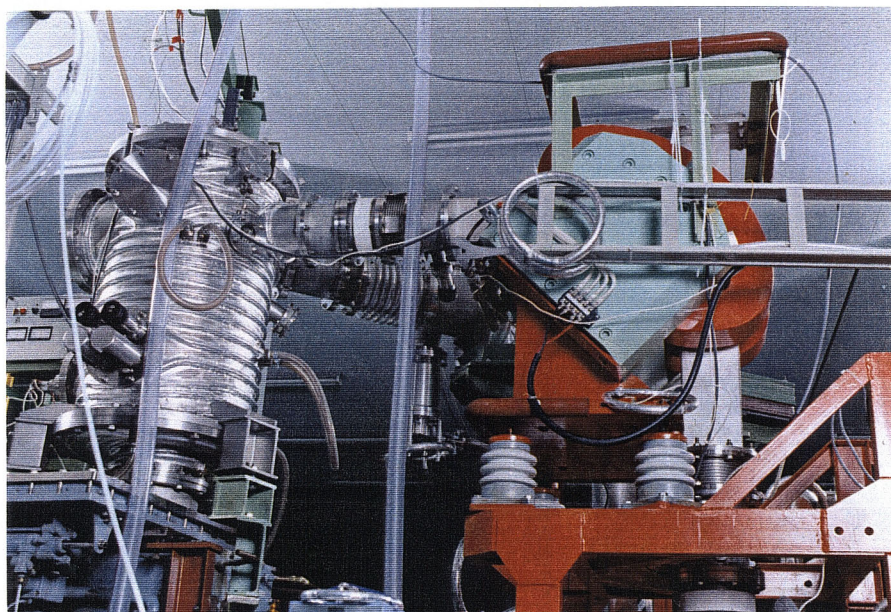


図5.30 本開発イオン加速管の採用されたイオン注入装置

(2) ZrO_2 管／金属管 接合型 O_2 分離管

金属管を ZrO_2 管との熱膨張係数差の小さいコバルト管とし、これにスリットを挿入して $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti/Cr$ ろう付した O_2 分離管(部分モデル)は所定のHeリーク試験(要求値 $< 1 \times 10^{-9} Acc/s$)に合格した。また、設計上要求される275kgf-cmの曲げモーメント負荷に対して、安全率約1.9以上の高い継手強度特性を示した。

耐リーク特性は前述したカプラやイオン加速管の場合と同様の理由によって良結果が得られたと思われる。曲げ負荷特性については接合時の継手部の残留応力を抑えると共に曲げ負荷時の管の外表面に発生する応力を軽減せしめて接合界面端の切欠効果を緩和したためと考えられる。これは第2～4章の検討結果にみられるごとく、金属管に ZrO_2 管との熱膨張係数差の大きいSUS410管

を用いた時やスリットを挿入しない通常のコバル管を用いた時の継手強度値がいずれも低く、これらから応力緩和の重要性が検証されると共に提案した応力緩和法の有効性が評価される。

なお、本開発 O_2 分離管は他の要素試験の推移をみながら適用展開がはかれる予定である。

5.6.3 かん合継手

(1) Si_3N_4 翼／金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータ

内径面にCuとNiを積層メッキすると共に外周面に環状スリットを設けたインコロイ903スリーブを Si_3N_4 翼端軸にかん合接合した後、スリーブとCr-Mo鋼製の回転軸本体を電子ビーム溶接して製作したターボチャージャロータは周速440m/s×1時間（回転数150000rpm×1時間）、周速469m/s×1時間（回転数160000rpm×1時間）及び周速616m/s×瞬時（回転数210000rpm×瞬時）の実ガスバースト回転試験に合格し、実車運転条件（周速352～381m/s、回転数120000～130000rpm）に十分耐えることが判明した。

この高性能回転特性の得られた理由は、軟質金属のCuを Si_3N_4 とインコロイ903スリーブ間に挿入したことでインコロイ903スリーブの外周端に環状スリットを設けたことで継手部の接合時の残留応力が低減され、回転負荷時のスラスト力による継手部のせん断強度を低下させることなく曲げ強度が大きく改善されたことに起因すると考えられる。なお、軟質金属のCuを挿入せず、他は全て上記ターボチャージャと同一仕様としたものの試作も行ったが、周速352m/s（回転数120000rpm）の回転試験中にかん合接合端の Si_3N_4 が破損した。これは第3、4章における検討結果から予想されたことではあるが、応力緩和の重要性が検証されると共に提案した応力緩和法の有効性が評価、傍証される。

5.7 結言

第3、4章で検討した応力緩和法及び接合法を用いて各種対象製品の实体モデル（一部部分モデル）を接合試作した後、要求性能を満足するかどうかの性能検証を行う作動評価試験を実施し、対象製品が現在他の方法で製作されているものについては性能向上による差別化、また、新しく製品化をはかろうとするものについては高性能部材の創出が可能か否かで、提案応力緩和法の有効性を評価、検証した。

得られた結果を要約すると次のとおりである。

(1) 平板継手について、セラミックス砥石／金属台金接合型研削砥石及び Si_3N_4 翼／ Si_3N_4 軸接合型ターボ分子ポンプロータを取上げ、いずれも作動評価試験としてスピントストを行って提案応力緩和法の有効性を評価、検証した。

研削砥石は370mmφ（直径）×16mm（厚さ）の金属台金の外周面に7.5mm（厚さ）×16mm（幅）×37.6mm（長さ）のセラミックス砥石を全面接合配置した平板継手の回転体であるが、金属台金としてセラミックス砥石（cBN・フリット／ Al_2O_3 ・フリット積層焼結材）との熱膨張係数やヤング率などの物性値の差異が小さいコバルを用い、これにスリットを挿入した継手構造を適用してAg-Cu-Tiろう付で接合試作した研削砥石は、スピントストで290m/sの周速（回転数14400rpm）に耐えることが判明した。研削砥石では、一般にスピントスト回転数の67%を使用周速としていることから、本研削砥石の使用周速は194m/s（回転数9600rpm）となり、現行の接着剤による貼り

合せ研削砥石の使用周速150m/s(回転数7500rpm)に比べ、約45m/s(回転数2100rpm)の高周速研削が可能になると言える。

この高性能回転特性の得られた理由は、継手強度の向上のほか、継手部の接合時の残留応力が抑えられると共に使用時の回転負荷による作用応力も大きく低下したことに起因すると考えられるが、別途、研削砥石のコストダウンを狙って金属台金をコバルトより安価なSUS304とし、他は全て上記研削砥石と同一仕様としたものの試作を行ったが、接合時点でセラミックス砥石に割れを発生し、またスリット挿入を行わず、他は全て上記研削砥石と同一仕様としたものは、スピントテストの昇速過程でセラミックス砥石の一部が破損した。前者は接合時の残留応力、後者は回転負荷時の作用応力による損傷と判断され、材質及び形状のいずれかが不適正であるとすぐれた継手特性が得られなくなることを示した。これは第3章における検討結果から予想されたことではあるが、応力緩和の重要性が検証されると共に提案した応力緩和法の有効性が評価、傍証されると言える。

なお、本開発研削砥石は、種々の製品を対象にした研削耐久試験を実施し、諸データを蓄積して販売に移行することになっている。

一方、ターボ分子ポンプロータについては、200mmφ(直径)×12mm(厚さ)の複数のSi₃N₄翼と200mmφ(最大径部)×472mm(長さ)のSi₃N₄軸を部材中心におけるインロー継手で同芯度を確保し、積層接合した平板継手の回転体であるが、回転体の変形特性を勘案して接合面の内周側の接合領域を小さく規制してCu-Tiろう付で接合試作したロータは、スピントテストで周速293m/s(回転数28000rpm)を達成し、実機運転条件の定格周速230m/s(回転数22000rpm)に対し約1.3倍の昇速に耐える回転性能を有することが立証された。

この高性能回転特性の得られた理由は、高強度継手を用いたことと回転負荷時の継手部の作用応力を最小限に抑えることで継手部の信頼性を高めたことによると考えられるが、回転負荷により継手部に発生するせん断応力及び軸方向応力が継手部のせん断強度及び曲げ強度に対応することに着目すると、本ロータではせん断強度とせん断応力の比が小さく、接合面の内周側の接合領域を小さく規制することにより、この値に余裕を持たせたことが上述のすぐれた回転特性の確保に寄与していると評価される。

なお、本開発ターボ分子ポンプロータのうち、核融合炉用については日本原子力研究所と共同開発を進めており、欺界初のプロト機完成に続いて現在同炉の新排気システムの概念設計に入っている。

(2) 管継手について、Al₂O₃管/金属フランジ接合型高周波加速空洞カプラ、イオン加速管及びZrO₂管/金属管接合型O₂分離管を取上げ、その性能検証を行う作動評価試験としてリークテストを行うと共にO₂分離管については耐荷重試験を実施して提案応力緩和法の有効性を評価、検証した。

カプラは152mmφ(外径)×142mmφ(内径)×194mm(長さ)のAl₂O₃管の両端面に180mmφ(外径)×142mmφ(内径)の金属フランジを取付けた接合体、イオン加速管は158mmφ(外径)×142mmφ(内径)×25mm(長さ)のAl₂O₃管の両端面に180mmφ(外径)×142mmφ(内径)の金属フランジを取付けると共にAl₂O₃管の間に160mmφ(外径)×142mmφ(内径)の加速用電極を挿入接合する接合体であるが、金属フランジ及び加速用電極をAl₂O₃管との熱膨張係数やヤング率などの物性値の差

異が小さいコバルトとして薄肉化し、かつ、両フランジに補助 Al_2O_3 管を取付けた継手構造を適用して $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付で接合試作した加速空洞カプラ及びイオン加速管は所定のHeリーク試験（要求値 $< 1 \times 10^{-9} Torr \cdot l/s$ ）に合格した。

また、金属管を ZrO_2 管との熱膨張係数やヤング率などの物性値の差異が小さいコバルト管とし、これにスリットを挿入して $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti/Cr$ ろう付で接合試作した O_2 分離管（部分モデル）も所定のHeリーク試験（要求値 $< 1 \times 10^{-9} Acc/s$ ）に合格した。また、 O_2 分離管については設計上要求される275kgf-cmの曲げモーメント負荷に対して十分実用しうる継手強度特性を示した。

いずれにも共通してすぐれた耐リーク性を示したのは、 Al_2O_3 又は ZrO_2 管に Cu_2O+Cu をプレーティングすることで $Ag-Cu-Ti$ ろうのセラミックスに対するぬれ性を向上させたこととカプラ及びイオン加速管では継手部の残留応力が低下し、微小割れの発生が完全に抑えられたためと考えられるが、コストと次工程の溶接性の面から補助 Al_2O_3 管を用いないで金属フランジを安価なSUS304とし、他は全て上記カプラと同一仕様としたものの試作を行ったが、 Al_2O_3 管に割れを発生しリークした。これは第3章における検討結果から予想されたことであるが、応力緩和の重要性が検証されると共に提案した応力緩和法の有効性が評価、傍証されると言える。また、 O_2 分離管では、前述したカプラ及びイオン加速管の場合と同様の理由によって良好な耐リーク特性が得られたと思われ、曲げ負荷特性については接合時の継手部の残留応力を抑えると共に曲げ負荷時の管の外表面に発生する応力を軽減せしめたためと考えられる。これは第2～4章の検討結果にみられるごとく、金属管に ZrO_2 管との熱膨張係数差の大きいSUS410管を用いた時やスリット挿入しない通常のコバルト管を用いた時の継手強度値がいずれも低く、これらから応力緩和の重要性が検証されると共に提案した応力緩和法の有効性が評価される。

なお、本開発カプラ及びイオン加速管は、1573～1973Kの加熱能力を持つ加湿雰囲気炉を必要とするほか、メタライジング、メッキ、ろう付と多工程を踏んでコスト高であるMo-Mn法にかわって実機生産を計画しており、イオン加速管についてはイオン注入装置用加速管として既にプロト機が稼動中である。一方、 O_2 分離管については他の要素試験の推移をみながら適用展開がはかれる予定である。

(3) かん合継手について、 Si_3N_4 翼/金属スリーブ接合型ターボチャージャロータを取上げ、その性能検証を行う作動評価試験としてスピントストを行って提案応力緩和法の有効性を評価、検証した。

ターボチャージャロータは56mmφ（外径）×40mm（長さ）の Si_3N_4 翼を一旦金属スリーブとかん合接合し、これを介して軸本体に取付け溶接する方式を採用した回転体であるが、内径面にCuとNiを積層メッキすると共に外周面に環状スリットを設けたインコロイ903スリーブを Si_3N_4 翼端軸にかん合し、W製治具を用いて熱膨張差加圧で固相接合した後、スリーブとCr-Mo鋼製の回転軸本体を電子ビーム溶接して製作したターボチャージャロータは周速440m/s×1時間（回転数150000rpm×1時間）、周速469m/s×1時間（回転数160000rpm×1時間）及び周速616m/s×瞬時（回転数210000rpm×瞬時）の実ガスバースト回転試験に合格し、実車運転条件（周速352～381m/s、回転数120000～130000rpm）に十分耐えることが判明した。

この高性能回転特性の得られた理由は、軟質金属のCuを Si_3N_4 とインコロイ903スリーブ間

に挿入したことでインコイ 903 スリーブの外周端に環状スリットを設けたことで継手部の接合時の残留応力が低減され、回転負荷時のスラスト力による継手部のせん断強度を低下させることなく曲げ強度が大きく改善されたことによると考えられる。コスト面より軟質金属のCuを挿入せず、他は全て上記ターボチャージャロータと同一仕様としたものの試作を行った結果、周速 352m/s (回転数 12000rpm) の回転試験中にかん合接合端の Si_3N_4 が破損した。これは第 3, 4 章における検討結果から予想されたことではあるが、応力緩和の重要性が検証されると共に提案した応力緩和法の有効性が評価、傍証される。

(4) セラミックス接合体では、継手部の接合時の残留応力を緩和させると共に使用時の作用応力の低減をはかる応力緩和法の適用が重要であるが、以上の各種製品による試験結果より、平板継手では材料組合せ、スリット挿入及び接合領域規制による応力緩和、管継手では材料組合せ、スリット挿入及び変形の対称化による応力緩和、かん合継手ではスリット挿入及び軟質金属の挿入による応力緩和が有効であることが立証された。

第 6 章 結論

本研究では、セラミックスと金属の接合体について、実体継手を代表させた平板、管及びかん合の各継手形式別に継手強度特性に及ぼす接合時の残留応力の影響を把握した後、実機製品を具体的に取上げ、接合時の残留応力と使用時の作用応力の緩和法の提案とこれを具体化する適正接合法及び接合条件の選定を行い、最後に各々実機製品を接合試作して、実用化に対する評価、検証を行った。

継手強度特性に及ぼす接合時の残留応力の影響については、各継手形式別に残留応力を変えた接合体を作製して継手強度試験を行う一方、接合体の残留応力分布をFEM解析とX線計測で求め、これらを比較評価して検討を加えた。

次いで、その結果をもとに各継手形式を代表させた実機製品を対象に、接合時の残留応力の緩和に対しては、材料特性値のほかに形状パラメータからの検討を行い、使用時の作用応力の緩和に対しては、接合時の残留応力の緩和法がそのまま作用応力の緩和法につながることを望ましく、上記方法の中から効果的なものを抽出することを主体にFEM解析を行って、具体的方法を提案した。

そして、引続きこの提案応力緩和法を具体化する接合法の選定と接合条件の最適化を各実機製品の材料組合せについて行い、最後に、各実機製品を接合試作し、スピンテスト、リークテストなどの作動評価試験を行って提案応力緩和法の有効性を検証した。

本研究で得られた結果は、各章ごとに要約しているが、ここでは主な知見を以下に総括する。

第1章は、緒論であり、セラミックスと金属の接合技術に関する現状と動向を述べた後、セラミックス接合体の実用化に対する技術課題を明らかにし、その解決方法を述べた。

第2章では、平板継手に対して Al_2O_3 /コバルト、SUS410、管継手に対して ZrO_2 /コバルト、SUS410、かん合継手に対して Si_3N_4 /インコロイ903の材料組合せを用いて残留応力の異なる接合体を作製し、平板継手はせん断強度、管及びかん合継手は曲げ強度試験で継手強度特性に及ぼす残留応力の影響を検討した。得られた結果を要約すると次のとおりである。

(1) 継手強度試験の結果、平板及び管継手では、熱膨張係数差を主体に材料物性値の差異が小さい継手は破断がろう材中で生じて高い継手強度を示し、差異が大きい継手は接合界面近傍のセラミックス母材で破断して継手強度が相対的に低下すると共に大きなばらつきを示した。かん合継手では、接合温度で熱負荷をかえた試験を行ったが、いずれも接合端のセラミックス母材で破断し、熱負荷が増大すると継手強度が低下した。

(2) 接合時の残留応力をFEMで弾性解析すると共に微小X線束(0.3mm ϕ)を用いたX線応力測定法で計測を行い、上記結果を考察したが、平板及び管継手における上記材料物性値の差異が大きい継手では、解析及び計測いずれにおいても接合界面近傍のセラミックス中に大きな残留応力の発生が認められ、これに継手強度試験時の荷重負荷による応力が作用し、ろう材中破断する前にセラミックス母材が破断強度に達して低荷重で破断すると判断された。一方、かん合継手では、解析において接合端のセラミックス中で最大の残留応力が発生し、熱負荷の大きい継手はその値が増大して低荷重で破断すると判断された。

(3) これらの結果から、いずれの継手形式においても、残留応力は材料特性値(熱ひずみ差、

ヤング率の比)に依存し、かつ、接合界面及びセラミックス中の残留応力が継手強度を支配する大きな因子になっていることが判った。

(4) 残留応力の緩和には、いずれの継手形式においても、接合材間の熱膨張係数差や接合時の熱負荷を小さくするなど材料特性値を適正にすることが有効で、実機製品においても、まず、適切な材料組合せや接合温度の設定が必要となるが、各種製品によって、継手部の形状、寸法が変化のほか、荷重条件の酷しいものが増えるため、更に、継手構造面からの残留応力緩和法も検討し、最善策の追求を行っていくことが重要である。

第3章では、各継手形式別に実機製品を具体的に取上げ、接合時の残留応力を緩和させると共に使用時の作用応力の緩和も考慮した応力緩和法を提案した。

すなわち、第2章で指摘した材料特性値のほかに、金属部材へのスリット挿入、テーパ取り及び補助部材の取付け接合などの形状パラメータからの検討を行い、その効果をFEM解析して評価し、具体的方法を提案した。得られた結果を要約すると次のとおりである。

(1) 平板継手では、セラミックス板と金属板及びセラミックス板どうしの接合を取上げた。

セラミックス板と金属板の接合に対しては、金属円板の外周面にセラミックス板を分割接合する平板継手の回転体を対象とし、実機製品としてセラミックス砥石/金属合金 接合型研削砥石を取上げ、接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和法を検討したが、適切な材料特性値を有する材料組合せを採用した後、セラミックス板の接合端で金属板側にその半径方向にスリット挿入を行う継手を採用すると、前者で残留応力の緩和がはかられ、後者で回転作動時の継手部の作用応力がほとんど消失して、優れた応力緩和がはかられることが判った。

セラミックス板どうしの接合に対しては、セラミックス板をインロー継手で積層接合する平板継手の回転体を対象とし、実機製品として Si_3N_4 翼/ Si_3N_4 軸 接合型ターボ分子ポンプロータを取上げ、使用時の作用応力の緩和法を検討したが、接合部を応力集中の著しいインロー部から離して接合領域規制を行う継手を採用すると、回転時の継手部の作用応力を低下でき、有効な応力緩和を行いうることが判った。

(2) 管継手では、セラミックス管と金属フランジ及びセラミックス管と金属管の接合を取上げた。

セラミックス管と金属フランジの接合に対しては、実機製品として Al_2O_3 管/金属フランジ接合型高周波加速空洞カプラを取上げ、接合時の残留応力の緩和法を検討したが、適切な材料特性値を有する材料組合せを採用した後、金属フランジを薄肉化し補助セラミックス管を対称的に取付け接合する継手を採用すると、更に、効果的な応力緩和がはかられることが判った。

セラミックス管と金属管の接合に対しては、実機製品として ZrO_2 管/金属管 接合型 O_2 分離管を取上げ、接合時の残留応力及び使用時の作用応力の緩和法を検討したが、適切な材料特性値を有する材料組合せを採用した後、金属管の接合界面近傍にスリット挿入を行う継手を採用すると、前者で残留応力の緩和がはかられ、後者で曲げ荷重が負荷された時の管外表面の接合界面端の作用応力をほぼ消失させ、かつ、その近傍のセラミックス管外表面部の作用応力も大きく低下して、効果的な応力緩和がはかられることが判った。

(3) かん合継手では、セラミックス軸と金属スリーブの接合を取上げた。セラミックス軸に金属スリーブを挿入接合するかん合継手の回転体を対象とし、実機製品として Si_3N_4 翼/金属スリーブ 接合型ターボチャージャロータを取上げ、接合時の残留応力の緩和法を検討したが、かん

合接合部の金属スリーブの外周面先端にスリット挿入を行う継手を採用すると、応力緩和がはかれることが判った。

(4) 以上に示すとおり、平板、管及びかん合の各継手形式別に、材料特性値及び形状パラメータの両面より、接合時の残留応力と使用時の作用応力の緩和効果を検討したが、接合時の残留応力の緩和に対しては、適切な材料特性値を選定して熱ひずみ差やヤング率の比をできる限り少なくすることが極めて有効であり、これに補助部材の取付けなど形状パラメータ面からの手段を講じると、より効果的な応力緩和がはかれると言える。

使用時の作用応力の緩和に対しては、材料特性値より形状パラメータを適切に選定することが有効で、特に、金属側にスリット挿入を行う方法で力線を変えることが最も効果的であることが判った。また、セラミックスどうしの接合体で接合領域を規制する方法を検討したが、使用中の応力緩和に対し有効なものになることも判った。

第4章では、第3章で提案した応力緩和法を具体化する接合法の選定と接合条件の最適化を各実機製品における材料組合せについて行った。得られた結果を要約すると次のとおりである。

(1) Al_2O_3 /コバール継手(カプラ及びイオン加速管)では、 Al_2O_3 に Cu_2O+Cu をプレーティングした後、 $Ag-Cu-Ti$ 箔を挿入してろう付する $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti$ ろう付法を選定し、ろう付条件として $1113K \times 0.6ks$ (雰囲気 $6.7 \times 10^{-2}Pa$)を設定した。

(2) $Al_2O_3 \cdot$ フリット/コバール継手(研削砥石)では、 $Ag-Cu-Ti$ ろう付法を選定し、ろう付条件として $1113K \times 0.6ks$ (雰囲気 $6.7 \times 10^{-2}Pa$)を設定した。

(3) ZrO_2 /コバール継手(O_2 分離管)では、 ZrO_2 に Cu_2O+Cu をプレーティングすると共にコバールに Cr メッキをした後、両者間に $Ag-Cu-Ti$ 箔を挿入してろう付する $Cu_2O+Cu/Ag-Cu-Ti/Cr$ ろう付法を選定し、ろう付条件として $1113K \times 0.6ks$ (雰囲気 $6.7 \times 10^{-2}Pa$)を設定した。

(4) Si_3N_4 /インコロイ903継手(ターボチャージャロータ)では、高温使用のかん合継手を対象として、インコロイ903スリーブ内径面に軟質金属の Cu とインサート材の Ni を積層メッキし、これに Si_3N_4 軸を焼ばめ挿入した後 W 製治具を外挿して加熱接合する Ni インサート固相接合法を選定し、接合条件として $1323K \times 3.6ks$ (雰囲気 $6.7 \times 10^{-2}Pa$)を設定した。

(5) Si_3N_4/Si_3N_4 継手(ターボ分子ポンプロータ)では、 $Cu-Ti$ ろう付法を選定し、ろう付条件として $1373K \times 0.6ks$ (雰囲気 $6.7 \times 10^{-2}Pa$)を設定した。

第5章では、第3章で提案した応力緩和法と第4章で選定した接合法及び接合条件を用いて各実機製品を接合試作し、研削砥石、ターボ分子ポンプロータ及びターボチャージャロータではスピントテスト、カプラ、イオン加速管及び O_2 分離管ではリークテストによる作動評価試験を行って提案応力緩和法の有効性を検証した。

第6章では、以上の研究結果を総括した。

謝 辞

本論文をまとめるにあたり、大阪大学工学部 西口公之教授から終始御指導と御鞭撻を賜り、深く感謝致します。

また、本論文の御検討並びに御助言を賜った大阪大学工学部 中尾嘉邦教授，豊田政男教授，小林紘二郎教授並びに大阪大学工学部生産加工工学科の各位に深く感謝の意を表します。

更に、本論文の一連の研究は三菱重工業(株)広島研究所において遂行したものであり、坂井正康 所長，篠田直晴次長及び大前 堯前次長，並びに解析と実験面で御支援，御協力頂いた末田 穰 室長，松本隆博主務，南 渚夫係長，小林敏郎主任，広実常登主任及び研究所の各位に心より御礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 菅沼, 島田, 岡本; セラミックスの固相拡散接合, 工業材料, 第31巻 第9号 (1983), 93~98.
- 2) 鈴村, 恩沢, 荒田, 大森, 佐野; セラミックスと金属の摩擦溶接, 日本金属学会秋季大会一般講演概要, 173 (1985).
- 3) 丸尾, 宮本, 井上, 荒田; セラミックスのレーザ溶接 (第1報), 溶接学会誌, 第51巻 第2号 (1982), 182~189.
- 4) 奈賀, 岡本; ろう付法によるセラミックスと金属の接合, 溶接技術, 第37巻 第4号 (1989), 82~87.
- 5) 中橋, 白兼; セラミックスと金属の接合 III. ろう付け, 日本複合材料学会誌, 第12巻 第5号 (1986), 223~232.
- 6) C. R. Weymueller; Braze Ceramics to Themselves and to Metals, Welding Design & Fabrication, Vol. 60 No. 8 (1987), 45~48.
- 7) H. E. Pattee; Joining Ceramics to Metals and Other Materials, WRC bulletin, 178 (1972), 10~21.
- 8) 高塩; Mo-Mn法によるアルミナ・セラミックスと金属との封着, 窯業協会誌, 第79巻 第9号 (1971), 330~333.
- 9) H. Mizuhara, K. Mally; Ceramic to Metal Joining with Active Brazing Filler Metal, Weld. J., Vol. 64 No. 10 (1985), 27~32.
- 10) H. Mizuhara, E. Huebel; Joining Ceramic to Metal with Ductile Active Filler Metal, Weld. J., Vol. 65 No. 10 (1986), 43~51.
- 11) A. J. Moorhead, H. Keating; Direct Brazing of Ceramics for Advanced Heavy-Duty Diesels, Weld. J., Vol. 65 No. 10 (1986), 17~31.
- 12) M. G. Nicholas; Active Metal Brazing, Br. Ceram. Trans. J., 85 (1986), 144~146.
- 13) 鈴村, 恩沢, 荒田, 大森, 佐野; Si_3N_4 と金属の固体反応接合, 日本金属学会秋季大会一般講演概要, 183 (1985).
- 14) 坂田, 新居; Fe/ Al_2O_3 固相接合における中間層の役割, 日本金属学会秋季大会一般講演概要, 114 (1984).

- 15) 高塩 ; ファインセラミックスの接合技術, 工業材料, 第32巻 第7号 (1984), 33~63.
- 16) 野城, 大石, 荻野 ; 溶融純金属による固体酸化物の濡れ性, 日本金属学会誌, 第52巻 第1号 (1988), 72~78.
- 17) J. A. Champion, B. J. Keene and S. Allen ; Wetting of Refractory Materials by Molten Metallides, *J. Mater. Sci.*, 8 (1973), 423~426.
- 18) 長, 沖 ; アルミナ系セラミックスとアルミニウム間の濡れ性, 日本金属学会誌, 第51巻 第12号 (1987), 1209~1213.
- 19) J. G. Duh, W. S. Chien and B. S. Chiou ; Wettability in ZrO_2 -Ni and ZrO_2 -Cu Bonding, *J. Mater. Sci. Letter*, 8 (1989), 405~408.
- 20) 吉見, 中江, 藤井 ; 溶融AlのMgO 表面での濡れ, 日本金属学会誌, 第52巻 第12号 (1988), 1179~1186.
- 21) M. Tronteli and D. Kolar ; Wetting of Aluminum Nitride by Nickel Alloys, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 61 No. 5-6 (1978), 204~207.
- 22) 野城, 荻野 ; 溶融純金属によるSiC の濡れ性, 日本金属学会誌, 第52巻 第8号 (1988), 786~791.
- 23) T. Choh and T. Oki ; Wettability of SiC to Aluminium and Aluminium Alloys, *Mater. Sci. and Techn.*, Vol. 3 May (1987), 378~385.
- 24) T. J. Whalen and A. T. Anderson ; Wetting of SiC, Si_3N_4 , and Carbon by Si and Binary Si Alloys, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 58 No. 9-10 (1975), 396~399.
- 25) 奈賀, 岡本 ; 銅ろうによるアルミナと炭素鋼の接合, 溶接学会論文集, 第3巻 第4号 (1985), 702~707.
- 26) 諸住, 菊地, 菅井 ; モリブデンと窒化物との反応, 日本金属学会誌, 第45巻 第2号 (1981), 184~189.
- 27) K. Suganuma, T. Okamoto, Y. Miyamoto, M. Shimada and M. Koizumi ; Joining Si_3N_4 to Type 405 Steel with Soft Metal Interlayers, *Mater. Sci. and Techn.*, Vol. 2 (1986), 1156~1161.
- 28) 高塩 ; Ti-Ni-Ag溶剤を使用した活性金属法によるアルミナセラミックとニッケルとの封着, 窯業協会誌, 第84巻 第12号 (1976), 594~599.
- 29) 高塩 ; CaO-Al₂O₃-MgO-B₂O₃系結晶質溶剤によるサファイアとNb及びTa金属との封着,

- 窯業協会誌, 第91巻 第5号 (1983), 206~214.
- 30) T. Yano, H. Suematsu and T. Iseki ; High-Resolution Electron Microscopy of a SiC/SiC Joint Brazed by a Ag-Cu-Ti Alloy, J. Mater. Sci., 23 (1988), 3362-3366.
- 31) 王, 須賀, 石田 ; アルミナ/ニオブ接合界面組織と高分解電顕観察と接合機構の考察
日本金属学会誌, 第53巻 第4号 (1989), 429~438.
- 32) 河野, 山田, 横井 ; Alインサート材によるセラミックスと金属の接合, 日本金属学会秋季大会一般講演概要, 116 (1984).
- 33) 山田, 岡本, 北村, 関口, 東 ; セラミック-金属接合体に発生する熱応力の弾塑性解析,
日本金属学会春季大会一般講演概要, 173 (1986).
- 34) 渡辺, 川崎, 村橋 ; Mo-ジルコニア系熱応力緩和型焼結傾斜機能材料の試作, 素材物性学雑誌, 第1巻 第1号 (1988), 36~44.
- 35) 田中, 遠藤 ; セラミックス/金属接合体における金属緩衝層の効果, 日本金属学会秋期大会一般講演概要, 461 (1986).
- 36) 白兼, 竹田, 中橋 ; Si_3N_4 - 鉄鋼接合材の高温強さに及ぼす応力緩衝層の効果, 日本金属学会秋季シンポジウム講演予稿 (1985), 200~201.
- 37) 速水 ; ニューセラミックスの接合プロセスとその応用 (I) - 酸化物系ニューセラミックスの接合技術 -, 溶接学会誌, 第55巻 第8号 (1986), 469~474.
- 38) 岡本, 菅沼 ; 新しい固相接合技術 (その3) 熱応力の問題, 素形材, Vol. 26 No. 8 (1985), 33~41.
- 39) 白兼, 竹田, 中橋 ; Si_3N_4 - 金属接合における応力緩衝層の効果II, 日本金属学会春季大会一般講演概要, 174 (1986).
- 40) 白兼, 竹田, 中橋 ; Si_3N_4 - 金属接合における応力緩衝層の効果III, 日本金属学会秋季大会一般講演概要, 462 (1986).
- 41) 中尾, 西本, 才田, 堅田 ; Si_3N_4 と金属接合部における反応層及びCu富化層の形成現象,
溶接学会論文集, 第7巻 第4号 (1989), 109~115.
- 42) 山田, 関口, 岡本, 東, 北村 ; Si_3N_4 /Nimonic 80A 接合体の残留熱応力に及ぼす形状の影響, 日本金属学会秋季大会一般講演概要, 482 (1986).
- 43) 浜田, 暮石, 植田, 圓城, 池内 ; アルミナセラミックスと炭素鋼との拡散接合, 溶接学会論文集, 第3巻 第3号 (1985), 47~54.

- 44) 浜田, 暮石, 八木, 植田, 圓城, 池内; アルミナセラミックスと鋼板の接合 (割れ防止法), 溶接学会論文集, 第4巻 第1号 (1986), 73~78.
- 45) 中尾, 西本, 才田, 中村, 堅田; Si_3N_4 と金属接合継手における残留応力に関する検討, 溶接学会論文集, 第7巻 第2号 (1989), 109~116
- 46) 菅沼, 岡本, 小泉, 浦池, 小森, 丹羽; セラミックス/金属接合体の残留応力に及ぼす試料形状の影響, 日本金属学会春季大会一般講演概要, 171 (1986).
- 47) W. H. Sutton; G. E. Technical Information, R66SD4, (Feb. 1966).
- 48) K. Suganuma, T. Okamoto, M. Koizumi and M. Shimada; Effects of Surface Damage on Strength of Silicon Nitride Bonded with Aluminum, Adv. Ceram. Mater., Vol. 1 No. 4 (1986), 356~360.
- 49) 岡村, 坂本, 志田, 井関; クロムメタライズ法によるSiC セラミックスと金属との銀ろう付 (第1報), 溶接学会論文集, 第6巻 第2号 (1988), 226~232.
- 50) 白兼, 中橋, 竹田; Ti-Ag-Cuろうによる窒化物セラミックスと金属の接合, 耐熱金属材料第123委員会研究報告, Vol. 26 No. 4 (1985), 303~311.
- 51) 岡村, 宮崎, 松阪, 志田, 浦, 奥尾; SiC セラミックスと銅との接合及びその接合体の熱的特性, 溶接学会論文集, 第4巻 第2号 (1986), 476~483.
- 52) 奈賀, 浅見, 岡本; アモルファスCu-Ti 合金ろうによるアルミナと銅の接合, 溶接学会論文集, 第4巻 第2号 (1986), 321~325.
- 53) 菅沼, 藤田, 新原, 岡本; 接合体の環境との両立性, 金属・セラミック接合の基礎, 日本金属学会シンポジウム予稿 (1988), 15~18.
- 54) 木村, 川嵐; 接合体の熱応力の解析, 粉体及び粉末冶金, 第34巻 第8号 (1987), 325~330.
- 55) 木村; 接合体の熱応力の解析 (II), 粉体及び粉末冶金, 第34巻 第9号 (1987), 152~155.
- 56) 木村, 川嵐; 接合体の熱応力の解析 (III), 粉体及び粉末冶金, 第36巻 第1号 (1989), 1~6.
- 57) 土佐, 吉原, 武井, 新居; SUS304, SUS321ステンレス鋼表面に蒸着したTiC膜の密着性, 表面化学, 第5巻 第2号 (1984), 136~142.
- 58) C. H. Hsueh and A. G. Evans ; Residual Stresses in Metal/Ceramic Bonded Strips.

- J. Am. Ceram. Soc., Vol. 68 No. 5 (1985), 241~248.
- 59) C. H. Hsueh and A. G. Evans ; Residual Stresses and Cracking in Metal/Ceramic Systems for Microelectronics Packaging, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 68 No. 3 (1985), 120~127.
- 60) K. Suganuma, T. Okamoto, M. Koizumi and M. Shimada ; Effect of Thickness on Direct Bonding of Silicon Nitride to Steel, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 68 No. 12 (1985), C334~C335.
- 61) 川崎, 渡辺 ; 傾斜組成制御した多層中間層をもつ金属/セラミックス接合体における熱応力の有限要素解析, 日本金属学会誌, 第51巻 第6号 (1987), 525~529.
- 62) H. P. Kirchner, J. C. Conway and A. E. Segall ; "Effect of Joint Thickness and Residual Stresses on the Properties of Ceramic Adhesive Joints : I, Finite Element Analysis of Stresses in Joints", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 70 No. 2 (1987), 104~109.
- 63) W. A. Zdaniewski, J. C. Conway and H. P. Kirchner ; "Effect of Joint Thickness and Residual Stresses on the Properties of Ceramic Adhesive Joints : II, Experimental Results", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 70 No. 2 (1987), 110~118.
- 64) 小山田, 藤井 ; ニューセラミックスの接合プロセスとその応用 (II), 溶接学会誌, 第55巻 第8号 (1986), 475~482.
- 65) 佐藤, 田口, 河野, 山田 ; SiC/Fe-Ni-Co合金の接合強度に及ぼす熱応力の影響, 日本金属学会春季大会一般講演概要, 390 (1985).
- 66) 山田, 河野 ; 熱応力の緩和, 日本金属学会会報, 第25巻 第5号 (1986), 424~427.
- 67) H. C. Cao, M. D. Thouless and A. G. Evans : Residual Stresses and Cracking in Brittle Solids Bonded with a Thin Ductile Layer. Acta Metall., Vol. 36 No. 8 (1988), 2037~2046.
- 68) 真木, 松長, 小山田, 南部 ; セラミックス-金属の接合体の熱応力解析, 日本金属学会秋季大会一般講演概要, 463 (1986).
- 69) 山田, 関口, 岡本, 東, 北村 ; セラミック/金属接合体の熱応力緩和, 耐熱金属材料第123委員会研究報告, Vol. 27 No. 2 (1986), 265~273.
- 70) 宮川, 矢田, 古口, 本沢 ; セラミックスと金属の接合部の信頼性評価 (第1報), 日本機械学会論文集 (A編), 第54巻 第507号 (1988), 1949~1955.

- 71) 矢田, 古口, 本沢, 賀屋, 宮川; セラミックスと金属の接合部の信頼性評価 (第2報), 日本機械学会論文集 (A編), 第54巻 第508号 (1988), 2128~2134.
- 72) 古口, 賀屋, 大谷, 矢田; セラミックスと金属の接合部の信頼性評価 (第3報), 日本機械学会論文集 (A編), 第55巻 第513号 (1989), 1121~1125.
- 73) 小林, 荒居, 中村, 中村; セラミックス/金属接合強度の力学的評価, 日本機械学会論文集 (A編), 第55巻 第512号 (1989), 750~755.
- 74) 木村, 川島; 接合体の熱応力の解析 (VI) - 傾斜機能材料の中間層 -, 粉体及び粉末冶金, 第37巻 第2号 (1990), 116~299.
- 75) 古口, 賀屋, 矢田; セラミックスと金属の接合部の熱応力解析, 日本機械学会論文集 (A編), 第55巻 第520号 (1989), 2527~2532.
- 76) 金, 山本, 袁; セラミックス/金属の固相接合が抱える力学的課題に対する考察, 溶接学会論文集, 第8巻 第3号 (1990), 20~25.
- 77) 岡本, 菅沼; セラミックスと金属の接合 II. 接合における熱応力, 日本複合材料学会誌, 第12巻 第4号 (1986), 177~183.
- 78) K. Suganuma, T. Okamoto and K. Kamachi; Influence of Shape and Size on Residual Stress in Ceramic/Metal Joining, J. Mater. Sci., 22 (1987), 2702-2706.
- 79) B. Eigenmann, B. Scholtes and E. Macherauch; Determination of Residual Stresses in Ceramics and Ceramic-Metal Composites by X-ray Diffraction Methods, Mater. Sci. and Eng., A118 (1989), 1~17.
- 80) 田中, 高橋; 微小X線束によるセラミック接合体の残留応力分布測定, 日本金属学会秋期大会シンポジウム講演概要 (1989), 116~117.
- 81) 栗田, 井原, 佐藤, 斉藤, 福沢, 田中; 窒化けい素と炭素鋼の接合材の残留応力分布, 日本機械学会論文集 (A編), 第56巻 第524号 (1990), 298~303.
- 82) 成田, 石川; 超音波顕微鏡によるセラミックス・金属接合体の評価の可能性, 耐熱金属材料第123委員会研究報告, Vol. 30 No3 (1989), 347~353.
- 83) 三浦, 成田, 石川; 超音波顕微鏡による Si_3N_4 ・ステンレス鋼接合体の残留応力評価, 日本金属学会秋期大会シンポジウム講演概要 (1989), 118~119.
- 84) 成田, 三浦, 石川; 金属と接合した窒化珪素セラミックスの残留熱応力の超音波顕微鏡による測定, 日本金属学会誌, 第54巻 第10号 (1990), 1142~1146.

- 85) 成田, 石川; 金属と接合した部分安定化ジルコニアの表面弾性波の音速測定, 日本金属学会誌, 第55巻 第1号 (1991), 67~71.
- 86) 浜中, 鈴木; セラミックス部品の設計基準と保証法, セラミックス, 第25巻 第3号 (1990), 209~213.
- 87) 豊田; 不均質材の力学 (その6) “異材接合界面強度評価とその問題点”, 溶接学会誌, 第59巻 第4号 (1990), 34~40.
- 88) 奈賀, 田中, 岡本; アモルファスCu-Ti 合金ろうによる窒化ケイ素の接合, 溶接学会論文集, 第4巻 第3号 (1986), 597~603.
- 89) 豊田; インターフェイスメカニクス〈異材接合界面の力学〉, 理工学社 (1991), 121~154.
- 90) 荒田, 大森; セラミックスの溶接について, セラミックスデータブック (1982), 199~201.
- 91) H. E. Pattee; Joining Ceramics to Metals and Other Materials, WRC bulletin, 178 (1972), 10~21.
- 92) 奈賀, 浅見, 岡本; アモルファスCu-Ti 合金ろうによるアルミナと銅の接合, 溶接学会論文集, 第4巻 第2号 (1986), 43~47.
- 93) 成田, 三枝, 石川; Ag-Cu-TiろうとNi系中間材による安定化ジルコニアセラミックスと金属の接合, 日本金属学会誌, 第54巻 第3号 (1990), 328~335.
- 94) 竹田, 中橋, 白兼; Si_3N_4 に対する直接メタライジング, 日本金属学会春季大会一般講演概要, 385 (1985)
- 95) 山田, 岡本, 北村, 関口, 東; ニッケルをインサートメタルに用いたNimonic80AとSiC および Si_3N_4 の固相拡散接合, 日本金属学会春季大会一般講演概要, 204 (1986)
- 96) 諸住, 浜口, 岩崎, 菊地, 箕西; 金属箔による窒化珪素の接合, 日本金属学会誌, 第54巻 第12号 (1990), 1392~1400.
- 97) 松長, 真木, 志智, 平尾; 活性金属を用いた窒化珪素と金属との接合界面の解析, 窯業協会年会講演予稿集, 3 (1987), 1071~1072.
- 98) 石田; 接合のメカニズムと界面構造, セラミックス, 第21巻 第6号 (1986), 490~495.
- 99) 志智, 有田, 松長; 窒化ケイ素とAg-Cu-Ti系活性金属との接合界面の解析, 日本セラミックス協会学術論文誌, 第96巻 第9号 (1988), 930~934.

- 100) 志智, 有田, 松溝, 松長 ; 活性金属を用いた窒化ケイ素と金属との接合界面の解析, 日本セラミックス協会学術論文誌, 第97巻 第11号 (1989), 1354~1357.
- 101) 幾原, 小林, 吉永 ; 反応焼結 Si_3N_4 のAlによる接合, 窯業協会誌, 第95巻 第9号 (1987), 921~928.
- 102) 松尾, 多島 ; Si_3N_4 の焼結法の最近の進歩, セラミックス, 第18巻 第1号 (1983), 11~16
- 103) Y. Murakami, T. Abe, H. Ohsawa and S. Hata ; Development of turbo-viscous pump with ceramic rotor assembly and oil free driving unit, J. Vac. Sci. Technol. A, Vol. 9 No. 3 (1991), 2053~2057.
- 104) K. Ioki, A. Kameari, N. Ueda, K. Hikita, S. Hata ; T. Abe, H. Iida and Y. Murakami ; Ceramic Turbomolecular Pumping System in Reactor Structure of FER, Fusion Engineering and Design, 10 (1989), 223~230.

本論文に関連した発表論文

- (1) 深谷保博, 平井章三, 小林敏郎; $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}+\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ インサート法による Al_2O_3 と鋼の接合, 溶接学会論文集, 第8巻第4号(1990), 62~66.
- (2) 深谷保博, 平井章三, 小林敏郎; $\text{Cu}_2\text{O}+\text{Cu}+\text{Ag}-\text{Cu}-\text{Ti}$ インサート法で得られる Al_2O_3 と鋼接合部の継手強度特性, 溶接学会論文集, 第8巻第4号(1990), 67~73.
- (3) 深谷保博, 末田 穰, 小林敏郎, 西尾安弘; インサート接合及び直接接合による Si_3N_4 接合部の継手強度特性, 高温学会誌掲載予定, 第19巻第2号(1993).
- (4) 深谷保博, 末田 穰, 松本隆博, 小林敏郎, 白石成之, 泰 聡, 大沢晴繁; 接合組立型 Si_3N_4 製ロータの開発, 溶接学会論文集投稿中.
- (5) 深谷保博, 和田宏一, 末田 穰, 真鍋幸男, 松本隆博, 小林敏郎; Al_2O_3 管/金属フランジ構造部材の接合製作に関する研究, 溶接学会論文集投稿中.
- (6) 深谷保博, 末田 穰, 松本隆博, 江川庸夫, 広実常登; 接合組立型 cBN・フリット製研削砥石の開発, 溶接学会論文集投稿予定.