

# 平成 18 年度広島県地域研究者養成事業「金属界面の制御技術」

## 17 低温拡散接合のための表面改質の検討

寺山 朗, 府山伸行, 藤井敏男, 砂本健市\*

Development of surface control technology for diffusion bonding at lower temperature

TERAYAMA Akira, FUYAMA Nobuyuki, FUJII Toshio and SUNAMOTO Ken-ichi

Surface of Copper specimens were pretreated, and diffusion bonding were performed at several temperatures. The effect of pretreated on bonding strength and microstructures were investigated. Buffed surface increases contact area in the interface. This improved specimen at bonding temperature of 500 °C shows high peel strength comparable to that of the non-pretreated specimen at bonding temperature of 800 °C. These results provided the bonding strength is controlled by the interface adherence in the surface.

キーワード：拡散接合，表面改質，銅板，接合強度

### 1 緒 言

拡散接合は、その名の通り金属材料の“拡散現象”を利用して強固な接合を可能とするものである。溶接のように材料を熔融せず、ロウ付けのようにロウ材を使用する必要がない。よって、熔融による材料の変質や不純物層の混入による材料の劣化を防ぐことができる。近年では材料の高付加価値化・高機能化を背景に、特性を活かす接合技術として盛んに研究されている<sup>1-2)</sup>。拡散接合はホットプレスなどで材料の加熱と加圧が同時に行われる。その接合温度は材料により異なるが、製造コストダウンのためにはより低温で短時間に接合することが求められる。

本研究では、より低い温度で強固に接合させることを目的に、表面に各種前処理を施し、その表面改質が接合強度や接合組織に及ぼす影響について調べた。

### 2 実験方法

#### 2.1 接合材料とその前処理

接合材料として純度 99.9%以上の電気銅の圧延板を用いた。試料サイズは 35×70×0.5 t である。接合をより低温で行うには、接合を阻害する因子を除去することが必要である。よって、銅板表面に以下のような表面改質を施した。

- ◆ 酸洗処理・・・希塩酸に 30 分浸漬して銅板表面の酸化膜を除去した。液中から取出した後は、酸化を防ぐため迅速に材料を圧接した。
- ◆ バフ研磨処理・・・バフ研磨により表面を鏡面仕

上げた。

- ◆ ショットピーニング処理・・・接合界面近傍に格子欠陥を導入するため、ショットピーニングを行った。(投射材：スチール，粒径：44～105 μm，投射時間：10 sec，投射圧力：0.3 MPa)
- ◆ 処理なし・・・上記 3 種の改質処理に加えて比較のため処理を施さないものについても行った。

#### 2.2 拡散接合方法

拡散接合は通電焼結装置(ソディック製 PAS-V-H)により行った。図 1 に示すように、前述の前処理を行った銅板を 2 枚重ね、上下から黒鉛パンチで挟み 5 MPa 加圧し、0.1 Torr まで真空排気して通電加熱した。温度測定は、銅板に直接取り付けられた熱電対により行った。接合温度は 300～800°C，100°C/min で加熱し、保持時間は 0.5 min とした。

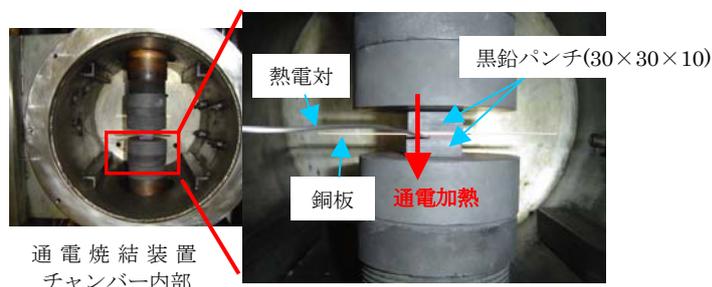


図 1 通電加熱による拡散接合方法

#### 2.3 接合評価方法

接合強度を調べるため、万能試験機(島津製オートグラフ)により図 2 に示す T ピール剥離試験を行った。剥離後は破断形態を調べるために、電子顕微鏡により破

\* 株式会社 アカネ

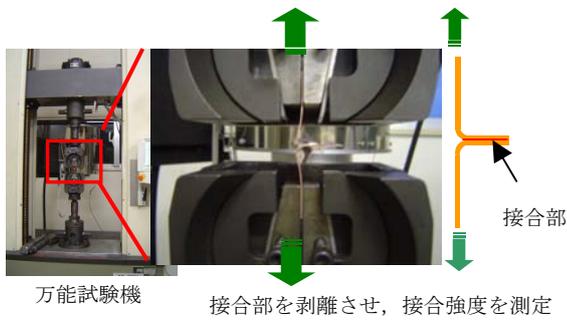


図2 Tピール剥離試験方法

断面表面の観察を行った。また、界面の接合状況を確認するため、接合部断面を樹脂埋めして研磨し、光学顕微鏡により断面組織の観察を行った。

### 3 結果および考察

#### 3.1 前処理後の表面状態

それぞれの前処理を施した試料表面の電子顕微鏡写真およびその表面粗さ(中心線平均粗さ: Ra)を図3に示す。

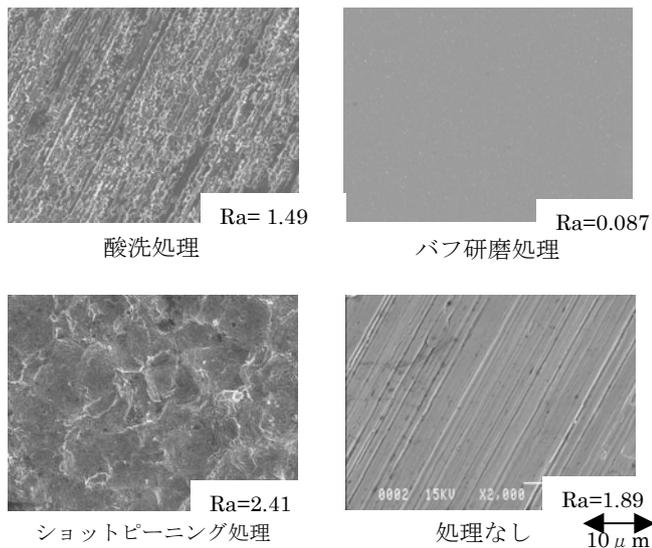


図3 表面状態に及ぼす表面処理の影響

酸洗処理の試料表面は塩酸によりエッチングされており、表面には圧延ロールマークが確認できる。バフ研磨処理では表面が平滑化されロールマークが完全に消滅している。ショットピーニング処理では、ショットピーニング粒子により表面が叩かれた痕跡が見られる。それぞれの表面粗さを比較すると、バフ研磨処理が最も低い値で Ra=0.087, ショットピーニング処理では最も大きい Ra=2.41 であった。

#### 3.2 接合強度に及ぼす表面改質の影響

図4にTピール剥離試験により得られた剥離強度を

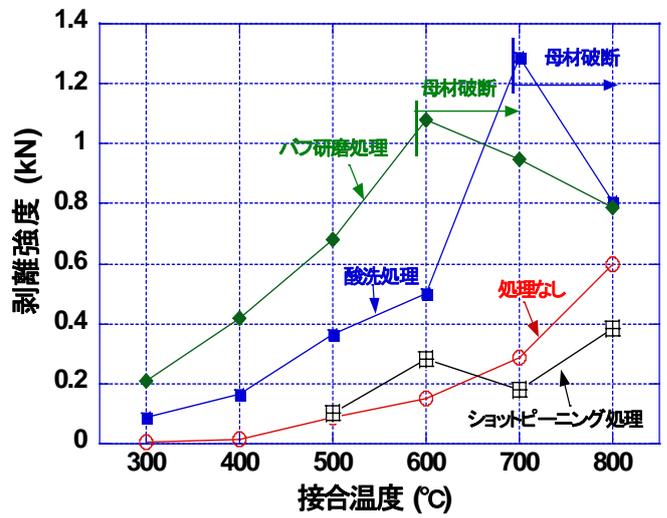


図4 剥離強度に及ぼす接合温度と表面処理の影響

表面改質別に比較する。表面改質なしでは接合温度の上昇に伴い接合強度が高くなり、800°Cで剥離強度は0.6 kNの値である。酸洗処理ではそれよりも接合強度が向上し、700°C以上では剥離が起こらず母材で破断した。これは接合強度が高く母材強度を上回ったためである。バフ研磨処理はさらに接合強度が高く、600°C以上で母材破断が起こっている。700°C以上の温度では強度が低下しているが、これは加熱による母材強度の低下が原因と考えられる。ショットピーニング処理では改質の効果が見られず、最も接合強度が低くなっている。以上の結果より、接合強度の向上に最も効果的なのはバフ研磨処理であった。

#### 3.3 破断面に及ぼす接合温度の影響

図5に改質処理なしのTピール剥離試験後の破断面を示す。(a)400°Cでは接合前の表面状態と大きな変化は見られない。(b)500°Cでは、延性破壊を示すディンプルパターン(白色部)が現れ、接合面積が増加してい

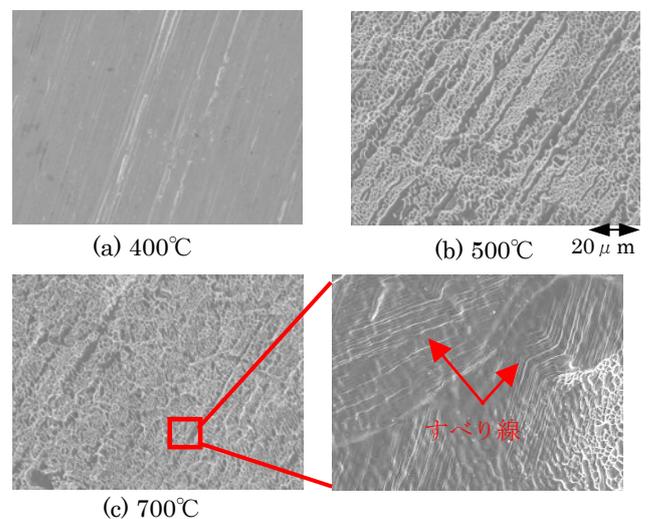
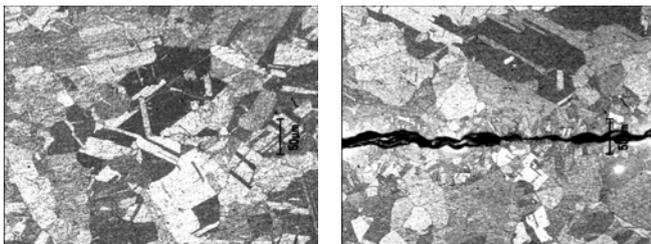


図5 未処理試料の破断面に及ぼす接合温度の影響。また、未接合部と思われる黒色部がロールマーク

に沿って分布している。(c)700℃ではディンプルパターンの面積が広がっている。未接合部と思われる黒色部分をさらに拡大すると、多数の線が観察できる。これは、西條ら<sup>2)</sup>が示しているように初期圧接時の未接触部が加熱により塑性変形した痕跡(すべり線)であり、この部分が未接合であったことを示唆している。処理なしでは、圧延によって生じた表面起伏に沿って隙間が存在していたことが推測される。

### 3.4 接合断面組織に及ぼす表面改質の影響

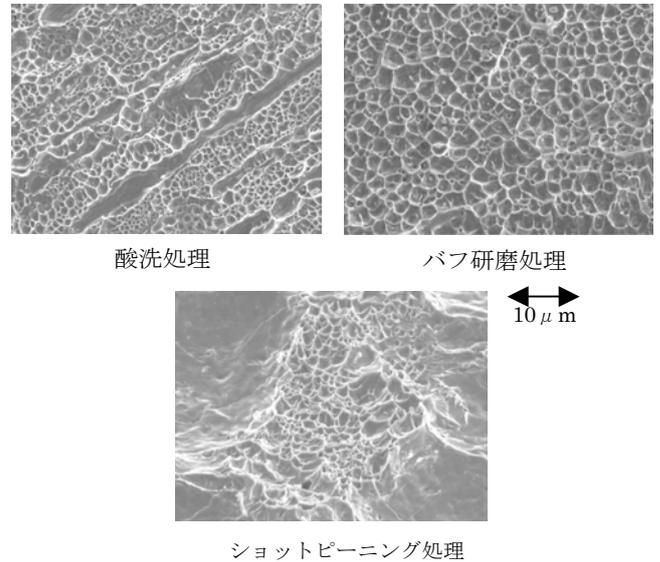
図6に、前述のTピール剥離試験において最も接合強度が高かったバフ研磨処理と、最も接合強度が低かったショットピーニング処理の400℃における接合断面組織を示す。バフ研磨処理の接合断面は、界面が隙間なく密着している。ここには示さないが、接合温度700℃の断面組織では界面が一部消失しているところもあり、非常に強固な接合であったことがわかる。一方、ショットピーニング処理では界面近傍の結晶粒は非常に微細化されているものの、表面の起伏が激しく界面に隙間が多いことがわかる。なお、ここには示さないが接合温度の上昇に伴って界面の隙間は扁平化し、小さくなる傾向にあった。隙間の曲率減少に伴い拡散の駆動力が増すため、表面拡散の進行により隙間が縮小するものと考えられる<sup>3)</sup>。なお、酸洗処理ではバフ研磨処理同様に界面に大きな隙間などは確認できなかった。酸化膜除去の効果を調べるには非酸化雰囲気下でのさらに詳細な分析が必要である。



バフ研磨処理                      ショットピーニング処理  
**図6 断面組織に及ぼす接合温度の影響**

### 3.5 破断面に及ぼす表面改質の影響

図7に接合温度400℃の破断面を示す。酸洗処理では前述の処理なしと同様にディンプルパターンと未接合部が確認できる。バフ研磨処理では、全面にディンプルパターンが確認でき、接合面積が広がったことがわかる。ショットピーニング処理では未接合部が多く確認でき、密着面積が少ないため接合強度が低かったと考えられる。表面粗さの低いものほど接合面積が広く、接合強度が高いことから、接合には表面粗度が最



**図7 破断面に及ぼす前処理の影響(接合温度：400℃)**

も大きく影響することが確認できた。

## 4 結 言

銅板を低温で拡散接合するために、各種表面改質を施し、それらの処理が接合強度や組織に及ぼす影響について調べた結果、以下の結論を得た。

- (1) 表面をバフ研磨仕上げすることで接合強度は最も高くなった。処理しない場合と比較して300℃低温で同程度の強度であった。
- (2) ショットピーニング処理は接合面積が低いため接合強度が低下した。
- (3) 酸化膜除去の効果に関してはさらに詳細な分析が必要である。
- (4) 接合面積の大きいものほど接合強度は高い傾向であった。低温加熱では材料の変形による接触面積の増加は期待できないため、初期圧接時の密着面積を向上させることが最も重要である。

以上の結果をもとに、今後はさらに他の手法により改質処理を行い、その影響について調べるとともに低温拡散接合技術の開発を進める予定である。

## 文 献

- 1) M.M.R.Howlader, H.Okada, T.H.Kim, et al., J.Electrochem.Soc, 151-7(2004),G461-467
- 2) 西条, 吉田, 日本金属学会誌, Vol.69,No.7 (2005),560-566
- 3) R.M.German : Powder Metallurgy Science, Metal Powder Industry,(1994)