無酸素銅における低変形固相拡散接合

塚本 雅章* 阪本 諭志* 山本 厚之

兵庫県立大学大学院工学研究科物質系工学専攻

J. Japan Inst. Metals, Vol. 75, No. 10 (2011), pp. 592-599
© 2011 The Japan Institute of Metals

Solid State Diffusion Bonding with Low Deformation on Oxygen Free Copper

Masaaki Tsukamoto*, Satoshi Sakamoto* and Atsushi Yamamoto

Division of Materials Science and Chemistry, Graduate School of Engineering, University of Hyogo, Hyogo 671-2201

Diffusion bonding requires loading relatively high pressures at elevated temperatures in order to advance an adhesion between surfaces. In the case of oxygen free copper, remarkable deformation occurs during the bonding process due to its poor mechanical strength at high temperatures. In the present study, the diffusion bonding of oxygen free copper under low pressures which enable the specimens to minimize deformation was attempted at 1073 K for 3.6 ks and 7.2 ks with other experimental factors. The process for increasing bonding areas consists of deformation and diffusion mechanisms. It was important to promote the latter because the former gets poorer under the low bonding pressures. Tensile strength of the specimens was increased with decreasing roughness on the bonding surfaces and comparable to that of the base metal in the specimens whose surfaces were polished with an emery paper #4000 and buffing. Furthermore, a fracture occurred at not the bonded interface but the base metal when contact between the bonding surfaces was delayed until a temperature was raised up to bonding condition. In the conventional procedure for diffusion bonding, the temperature has been generally raised with contact between the bonding surfaces so that copper oxides at the bonded interface are difficult to be decomposed due to depressed evacuation. The bonding surfaces were maintained as a free surface by the delayed contact procedure, which led to decomposing the copper oxides. Consequently, the tensile strength would be improved by reducing fracture origins. Grain boundary migration across the bonded interface was sufficiently generated only in the specimen prepared with buffing and prolonged for 7.2 ks in bonding time. In contrast, the fracture at the base metal was achieved in the specimens maintaining an original bonded interface. It was suggested that the grain boundary migration was not necessary to acquire superior joints.

(Received April 15, 2011; Accepted June 24, 2011)

Keywords: oxygen free copper, diffusion bonding, low deformation, surface roughness, contact timing, grain boundary migration

1. 緒 言

冷却を要する装置や機器には、優れた熱伝導性から無酸素銅が構造材として使用されることが多い。また、内部流路を形成する場合は接合技術が必要となり、さらに、寸法精度の維持や接合部における熱伝達損失、電触の抑制など、採用する工法にも制約が生じる。これには拡散接合が最も適するが、高温での機械的強度が著しく低下する無酸素銅に対しては、従来の高荷重加圧方式では対象物の原形を留めた上での接合が困難である¹⁾。変形抑制という点では、高温高压ガスを媒体として被対象物を等方的に加圧する HIP (Hot Isostatic Press) 法が有効とされているが、中空構造を持つ場合には施工できないという大きな欠点がある。

拡散接合における変形抑制には、低温化もしくは低圧化が要求される。温度は、アレニウスの式で依存性が示されるように拡散に対する影響が大きい。両者を比較した場合、接合状態への懸念が少ないのは圧力であると考えられる。しかしながら、圧力も接合機構を促進させる重要因子の一つであ

り²⁾、低減により変形機構が弱化し、接合面同士が密着しにくくなる。したがって、接合面の表面粗さを $R_y = 0.02 \mu\text{m}$ に仕上げることで低変形接合が達成される報告があるように³⁾、無荷重下での接触面積が重要だと考えられる。

また、拡散接合を始めとする固相接合では、酸化皮膜が金属結合を阻害し継手強度を低下させる。無酸素銅の場合、 $5 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ の超高真空下において、1173 K で 600 s の加熱表面処理を行うことにより酸化皮膜が消失することが報告されている⁴⁾。この消失は、真空中における酸素分圧を考慮すると、さらに低真空側でも可能だと思われる。したがって、表面処理工程を設けなくとも、自由表面を保持することにより昇温中での酸化皮膜の消失が達成できると考えられる。

本研究では、接合面の表面粗さに加え、あまり考慮されてこなかった接合面同士を接触させる時期に着目し、これらが継手強度や接合組織に及ぼす影響を調べることにより、無酸素銅の低変形固相拡散接合を試みた。

2. 実 験 方 法

供試材に無酸素銅丸棒 (JIS C1020B) を用い、 $\phi 13 \times 30 \text{ mm}$ に旋盤加工後、湿式によるエメリー研磨 (# 220,

* 兵庫県立大学大学院生 (Graduate Student, University of Hyogo)

#1000, #4000)およびバフ研磨(Al_2O_3 : 平均粒径 $0.06\ \mu\text{m}$)にて接合面の表面粗さを調整し、非接触式三次元構造解析顕微鏡により、接合面の算出平均粗さ(R_a)を測定した。その際、平行研磨治具を使用することで試料端面間の平行度を損なわないよう留意した。また、接合面の清浄化を目的として一般に行われる酸洗浄の必要性を検証するために、一部の試料には硝酸: 磷酸: 酢酸=2:1:1の混合液を用いた120 sの化学研磨を実施した。その後、これらの試験片をアセトン中で超音波洗浄し、拡散接合に供した。

Fig. 1 に装置の模式図を示す。試料は、処理中に上下駆動ができるように、一方を上部カーボンロッドに固定した。石英管内を $4.0 \times 10^{-3}\ \text{Pa}$ まで排気した後、赤外線炉により1073 Kまで昇温速度0.45 K/sで加熱した。1073 Kで3.6 ksもしくは7.2 ks保持した後、473 Kまで降温速度0.95 K/sで冷却し、以降室温までは炉冷とした。圧力は、油圧プレスによりカーボンロッドを介して与え、2~4 MPaの範囲で変化させるとともに、接合面の接触ならびに圧力を負荷する時期を、従来どおり昇温前に行う場合と接合温度に到達すると同時に開始する場合の2種類において接合を行った。

得られた継手は、接合前後における試料直径の変化により

Fig. 1 Schematic illustration for specimen setup.

Fig. 2 Shape and dimensions of the specimen for tensile test.

Fig. 3 Microstructures near the bonded interfaces observed by means of SEM-EBSD (a)Blank map and (b)IPF map. The interfaces are indicated by the black arrows.

変形率を算出した後、Fig. 2 に示すような JIS 4 号の相似試験片を作製し、クロスヘッド速度 1.67×10^{-2} mm/s で引張試験を実施した。母材強度は、接合同様の熱履歴を与えた材料の破断強度とした。試験後は、試料の破断面を SEM (Scanning Electron Microscope) にて観察した。

また、接合部近傍を切り出し、機械研磨および磷酸：エタノール=9：1 の溶液を用いた 1 V, 3.6 ks の電界研磨を施した後、SEM-EBSD (Electron BackScatter Diffraction) 観察を行った。EBSD を用いたのは、界面近傍の組織を詳細に解析するためである。Fig. 3 にその一例を示す。(a) は方位差が 15° 以上の高角粒界のみを示す Blank map であり、通常の化学エッチングでは 15° 以下の低角粒界は現出にくく、光学顕微鏡観察ではこのような像になると考えられる。(b) は IPF (Inverse Pole Figure) map に、高角粒界および低角粒界をそれぞれ黒線および白線で示して重ねたものである。(a) 中の A で示す結晶粒は、接合界面をまたがり成長しているように見えるが、実際は(b)に示されるように低角粒界を挟んだ B と C 二つの結晶粒である。つまり、界面粒界移動の有無を正確に判断するためには、低角粒界が観察できる方法が必要となる。

3. 実験結果および考察

3.1 接合圧力と変形率の関係

1073 K, 3.6 ks で接合した試料の接合前後における変形率と接合圧力との関係を Fig. 4 に示す。図中の一点鎖線および二点鎖線は、それぞれ一般公差で用いられる JIS B 0405 m (中級) および JIS B 0405 f (精級) の上限値である。接合圧力が 2 MPa の場合では、寸法変動はあるものの、JIS B 0405 f を十分に満足できる変形率であった。しかしながら、適用する圧力が上昇するにつれ変形率は著しく増加し、4 MPa の場合には変形率が約 2.5% となり、一般公差基準はまったく満たせなくなる。無酸素銅の 0.2% 耐力は 573, 773, 973 K でそれぞれ 50, 28, 18 MPa³⁾ である。本研究で用いた接合温度は 1073 K であるため、0.2% 耐力は更なる低下が推測されるが、今回適用した圧力を下回るとは考えにくく、変形は主としてクリープ変形によるものと考えられる。クリープ変形を抑止する上では、極力低温下での接合が望ましい。しかし、拡散速度は温度依存性が大きく、継手特性の低下に繋がる恐れがある。したがって、高温下において変形を抑制する必要がある。これには接合圧力の低減に加え、接合時間の短縮が求められる。

一方で、接合面の密着化に対する接合圧力の効果は、2~4 MPa の範囲では見られなかった。接合圧力を変化させた試料における接合界面の SEM 写真を Fig. 5 に示す。これらの試料は、接合前に接合面をエメリー紙 #220 にて研磨したもので、 R_a 値は $0.765 \mu\text{m}$ であった。2~4 MPa の接合圧力では、凹凸の変形が先端の部分的なものに留まり、接合界面には比較的大きなボイドが観察され、接合面積の割合を減少させている。また、ボイドの形状や大きさは接合圧力の違いによって変化せず、いずれの試料においても接合界面にはボイドが残存したままであった。つまり、この範囲の低圧力下

Fig. 4 Relationship between deformation rate and bonding pressure on the specimens bonded at 1073 K for 3.6 ks.

Fig. 5 Bonded interfaces of the specimens fabricated under (a) 2 MPa, (b) 3 MPa and (c) 4 MPa, respectively. The interfaces are indicated by the black arrows.

では、接合圧力を増加させたとしても試料全体の変形ばかりが優先し、ボイド収縮に対する圧力の効果はほとんど現れない。したがって、密着化を促進するためには、無荷重下での接触面積を増加させる必要がある。これには接合面の表面粗

Fig. 6 Morphology of bonding surfaces polished with emery papers and buffing. (a) #220, (b) #1000, (c) #4000, (d) buffing.

さが影響すると思われる。

3.2 継手強度に及ぼす表面粗さの影響

各研磨により調製した接合面の表面形状を Fig. 6 に示す。エメリー紙 #220 で研磨した接合面には多数の研磨傷が観察されるが、#1000、#4000 へと粒度が小さくなるにつれ、表面起伏が小さくなり、 R_a 値はそれぞれ 0.207, 0.061 μm へと減少した。さらに、バフ研磨した接合面では研磨痕が除去されて外観的に鏡面を示し、 R_a 値は 0.032 μm まで減少した。このように、接合面の表面粗さを変化させた試料における接合界面の SEM 写真を Fig. 7 に示す。#1000 により研磨した試料は、#220 で研磨した試料と比較して、ボイドの個数は増加する傾向にあったものの、そのサイズは大きく減少した。しかしながら、ボイドは完全消失には至らず、接合界面に残存したままであった。これに対し、#4000 およびバフ研磨した試料では、接合界面に明瞭なボイドは観察されず、接合面積は十分に得られているものと考えられる。

これら接合面の表面粗さを変化させた試料の引張強度を Fig. 8 に示す。#220 により接合面を研磨した試料の引張強度は、母材強度の約 50% であった。その引張強度は、接合面の表面粗さが細かくなるにつれ上昇し、#4000 およびバフ研磨した試料では、母材に匹敵する引張強度が得られた。しかしながら、いずれの試料も接合界面で破断した。

拡散接合における接合面積の増加過程は、表面の凹凸が塑性変形およびクリープ変形することにより密着化が進行する変形機構と、体積拡散や界面拡散によりボイドが収縮する拡散機構が大きく関与する⁶⁾。接合圧力の低減を図った場合、変形機構の寄与が希薄となり、接合面積を増加させるには残る拡散機構の促進が不可欠となる。ボイドの収縮は焼結現象に類似し、その半径が 2 μm 程度に小さくなると収縮速度が

顕著となることが報告されている⁶⁾。#4000 やバフ研磨により接合面を調製した試料では、変形機構に頼らずとも初期接触時のボイドサイズが既に収縮を加速させるサイズを満たしていたために、拡散機構が促進し、良好な接合面積ならびに継手強度が得られたと考えられる。

3.3 継手強度に及ぼす接触タイミングの影響

接合温度に到達するまで接合同士の接触を遅らせた試料の引張強度を Fig. 9 に示す。接合面をエメリー紙 #220 および #1000 により研磨した試料では、昇温前より接触、加圧する従来の方法で接合した場合と比較して引張強度が向上した。しかしながら、ボイドが残存することにより接合面積が低下していたため、破断は接合界面で生じた。#4000 およびバフ研磨された試料においても同様に引張強度は向上した。さらに、接合界面に明瞭なボイドが観察されず、十分な接合面積が得られたこれらの試料では、その破断が接合界面ではなく母材で生じた。

接合同士の接触、加圧を接合温度に到達するまで遅らせた場合、接触、加圧された状態にて昇温した場合と比較すると、厳密には昇温間だけ接合時間が短くなる。そのため、接合条件的には不利となるはずであるが、逆により良好な継手強度が得られている。このことから、接触させるタイミングの違いは、接合機構に対してではなく、接合を阻害する因子に対し効果を奏しているものと推察される。

拡散接合では、酸化皮膜の安定度が継手特性に大きく影響する。無酸素銅の場合、酸化物は高温、高真空環境下において分解が可能である。無酸素銅の酸化皮膜は、 Cu_2O ならびに CuO から構成され、真空排気により酸素分圧を下げた場合、各々の分解に必要な雰囲気圧力は、1073 K においてそれぞれ 8.3×10^{-2} Pa, 68.7 Pa となる³⁾。雰囲気中の酸素残留

Fig. 7 Bonded interfaces of the specimens prepared by polishing the surfaces with emery papers (a) #1000, (b) #4000 and (c) buffing, respectively. The interfaces are indicated by the black arrows.

Fig. 8 Relationship between tensile strength and roughness on the bonding surfaces.

量は 0.5 vol%⁷⁾として算出した。本研究の接合雰囲気は、常に 4×10^{-3} Pa 以下に保持されており、 Cu_2O 、 CuO ともに分解が起こりうる。しかしながら、従来の拡散接合では、接合面を接触、加圧させた状態で昇温させることが一般的である

Fig. 9 Tensile strength on the specimens fabricated with the delayed contact procedure. The dashed triangles show the strength indicated in Fig. 8.

Fig. 10 Fractured surfaces of the specimens fabricated with (a) conventional procedure and (b) the delayed contact procedure, respectively.

ため、互いの面が接触、加圧された状態では、排気状態の悪化により、接合部近傍の雰囲気圧は増大し、接合部における酸化物の分解反応は起こりにくいと考えられる。

この接触させるタイミングの違いが及ぼす影響を確認するために、両者とも界面破断により比較が可能であった、接合面をエメリー紙 #220 で研磨した試料において破面観察を行った。その SEM 写真を Fig. 10 に示す。研磨痕により接合面積は低下しているものの、密着がなされた領域には延性破壊を示すディンプルが観察された。さらに、昇温前に接合面の接触、加圧を行った試料の破面には、比較的大きなディンプルが諸所で観察された。一方、接合温度に到達するまで接合面の接触、加圧を遅らせた試料の破面においては、これらのディンプルは観察されなかった。

同粒度 (#220) の研磨紙とはいえ、研磨紙の粒子状態や手動による研磨がゆえに、各々の接合面積には多少なりとも差

が生じていると思われる。しかしながら、その接合面積の差は継手強度に影響を及ぼすほど大きなものではなく、ディンプルサイズの違いが歪み速度によって生じたとは考えにくい。

無酸素銅では、接合面の酸化皮膜が凝縮し、介在物を形成する。この介在物は、接合時間が経過するとともに凝縮が進行し、母材への酸素拡散により減少するため⁸⁾、介在物の減少度合は母材が持つ酸素固溶限に左右される。無酸素銅の固溶量は文献により差があるものの、1073 K で 0.002~0.009 mass% である。拡散接合において酸化皮膜への懸念をほとんど必要としないチタンと比較すると極めて少なく、接合面の酸化状態によっては必ずしも母材に含有される既存酸素量を上回るとは言いがたい。つまり、酸素の拡散が及ばず減少割合の小さい介在物が破断起点となったためにディンプルサイズが大きくなり、これらの介在物が接合界面に多く残留することにより、接合界面での破断を誘起したと考えられる。

その反面、接合温度まで接合面の接触、加圧を遅らせた試料の破面では、サイズの大きいディンプルが観察されていないことから、接合界面にこれらの介在物は存在していなかったと思われる。4×10⁻³ Pa の雰囲気中で 1073 K にて接合を行った際に、接合界面やボイド表面に存在した介在物は、自由表面である材料表面には存在しなかったことが報告されている⁹⁾。したがって、接合温度に到達するまで接合面の接触を遅らせた、すなわち自由表面状態が保持されたことにより、昇温中に酸化物の分解反応が進行し、介在物が消失したものと考えられる。その結果、破断起点となりうる介在物が接合界面には存在しないため、ボイドの消滅により接合面積が十分に得られた試料では母材破断に至ったと考えられる。

3.4 酸化皮膜に対する化学研磨の有効性

機械研磨した後、接合面に化学研磨を施した試料の引張強度を Fig. 11 に示す。接合面をエメリー紙 #220 で研磨した試料では、化学研磨を施したことによる引張強度の違いはほとんど見られなかった。さらに、機械研磨のみの場合では接合面の表面粗さが細かくなるにつれ引張強度は向上したが、機械研磨後に化学研磨を施した場合、#220 で研磨した試料とほぼ同値あるいはそれ以下であった。

バフ研磨後、接合面に化学研磨を施した試料の表面状態および引張試験後の破面における SEM 写真を Fig. 12(a) および (b) にそれぞれ示す。バフ研磨により平滑化された試料の表面では、化学研磨を施すことにより (a) に示すような段差が生じる。この段差は、化学研磨の時間が長くなるにつれ増大する。段差が生じたことで、窪んだ部分では (b) に示すように接合同士が密着できなくなり、接合面積の減少に繋がった。接合面を #220 で研磨した試料のように、接合面の起伏が大きく、化学研磨後もその起伏が残存している場合は、生じた段差の影響は受けにくい。しかしながら、バフ研磨した試料のように、鏡面に比肩する面まで平滑化された場合は、生じた段差によって表面が粗くなる。さらに、機械研磨で生じる凹凸とは違い、段差の形状が急峻でないため変形しにくく、窪んだ部分が密着できずに残りやすい。

また、破断面の諸所には黒矢印で示すような周囲と比較してサイズの大きなディンプルが観察される。前述したよう

Fig. 11 Tensile strength on the specimens prepared by chemically polishing the surfaces prior to bonding. The dashed triangles show the strength indicated in Fig. 8.

Fig. 12 Morphology of (a) bonding surface and (b) fractured surface on the specimens prepared with buffing followed by chemical polishing, respectively.

に、この場所には酸化皮膜が凝縮し生成された介在物が存在していたと思われる。つまり、化学研磨を施した後も接合面には酸化皮膜が存在していたと考えられる。拡散接合では接合面の清浄度が重要視され、様々な事前表面処理が実施されている。しかしながら、無酸素銅は比較的酸化が進行しやすく、大気に触れることにより再び酸化皮膜が生成される。接合面に存在する酸化物の量は、新生面を表出させた後に接合面が大気にさらされる時間に関係し、その除去手段が化学的あるいはエメリー研磨やバフ研磨のような機械的手段であっても大差はないと思われる。つまり、接合面の清浄度を持続するためには、大気との接触を遮断した状態で接合に臨まなければならないが、これは容易ではない。化学研磨による接合面の清浄化には限界があることに加え、化学研磨によって生じた段差が接合面積を低下させていることから、有効性は極めて低いと考えられる。なお、本研究において、機械研磨

Fig. 13 Microstructures near the bonded interfaces of specimens prepared with buffing. Bonding times are (a) 3.6 ks and (b) 7.2 ks, respectively. The interfaces are indicated by the black arrows.

の際に潤滑剤として使用したのは純水であり、切削油等を使用した場合には、脱脂や変質層などを除去する観点から、化学研磨の有効性が低いとはいいたい。

3.5 接合界面をまたがる結晶粒界移動

接合面をバフ研磨により調製した試料の接合界面近傍における IPF map を Fig. 13 に示す。接合時間は (a) が 3.6 ks、(b) が 7.2 ks である。(a) に示すように、接合時間が 3.6 ks では結晶粒界が接合界面に沿って存在し、接合界面をまたがる結晶粒はまったく観察されなかった。一方、接合時間を 7.2 ks とした場合には、(b) に示すように、元の接合界面が特定できないほど結晶粒界の移動が生じていた。この現象が生じたのは、接合面をバフ研磨した試料のみであり、これ以外の研磨方法によって調製した試料では、接合時間 7.2 ks においても結晶粒界が接合界面をまたがって成長しているものではなく、接合界面が明瞭に確認できた。また、接合面を接触させるタイミングによる違いは、結晶粒界の挙動には影響しなかった。

接合界面を観察する前には、ポイドの形状を明瞭にする目的として電解研磨を施している。この際、接合部では Fig. 7 に示すように接合界面に沿った窪みが生じる。固相接合面は一般に結晶粒界として存在することが多く、エッチングは加速されやすい。しかしながら、その窪み形状は母材内の粒界と比較すると幅、深さともに大きく、その性質が異なっていると考えられる。この窪みは、接合面の表面粗さが細くなるにつれ、また、接合時間が長くなるにつれ、幅、深さが減少し、接合界面をまたがる結晶粒界移動が生じた試料では、まったく観察されなかった。つまり、この窪みが生じる原因が結晶粒界移動を妨げている要因の一つであると考えられる。

接合界面の粒界が移動を開始するには、接合界面エネル

Fig. 14 Changes in microstructures on the specimen cold-rolled at 50% reduction and then annealed at 533 K for 600 s, (a) before and (b) after annealing, respectively.

ギーが最小になることが指摘され¹⁰⁾、さらに、ポイドの存在が界面エネルギーの低下を遅延させることが報告されている¹¹⁾。前述したように、拡散機構によるポイドの収縮は、変形機構とは異なり、進行にかなりの時間を要する。また、ポイドの初期サイズが小さくなればなるほど、消滅に要する時間が短縮され、接合界面エネルギーの低下が加速される。つまり、接合界面における結晶粒界の挙動には、接合時間ならびに表面粗さが密接に関係すると考えられる。

Fig. 14 に無酸素銅を圧下率 50% で圧延し、533 K で 600 s 焼鈍した試料の焼鈍前後における組織変化を示す。(b) に示すように、600 s 後には旧結晶粒界が確認できないほどに再結晶粒が成長し、再結晶がほとんど完了している。無酸素銅では、再結晶の進行速度が極めて速く、拡散接合においては昇温している段階で再結晶が完了すると思われる。また、動的再結晶は高圧力が必要であるため、本研究で適用した低圧力下では起こり得ない。したがって、接合界面をまたがる結晶粒界移動は、主に粒成長(2 次再結晶)によるものだと考えられ、その駆動力は歪エネルギーを駆動力とする 1 次再結晶に比べ、桁違いに低い¹²⁾。そのため、結晶粒界が接合界面をまたがり移動するには、より高い温度かつ長い保持時間が要求される。しかしながら、これはクリープ変形を進行させることになり、変形抑制を目的とする上では望ましくない。一方で、接合面をエメリー紙 #4000 およびバフ研磨により調製した場合には、元の接合界面が固着している接合時間 3.6 ks の試料においても母材破断に至っている。接合界面をまたがる結晶粒界移動は、被接合体同士が一体化したことを組織学的に示した証拠ではあるが、継手強度に影響を及

ばさないことや被接合体の変形を抑制するという観点から、必ずしも必要ではないと思われる。

4. 結 言

接合圧力の低減を助長する条件因子として、表面粗さならびに接触タイミングが継手特性に及ぼす影響を調べることにより、高温強度が著しく低下する無酸素銅における低変形拡散接合を試みた。本研究により得られた結果は以下のとおりである。

(1) 無酸素銅の機械的強度は、温度上昇とともに著しく低下し、接合温度 1073 K においては、接合圧力 3 MPa 以上で JIS B 0405 m(中級)を満足する変形率を超過する。

(2) 接合圧力 2~4 MPa の範囲では、圧力を増加させても被接合体の変形ばかりが優先され、接合界面に存在するボイドの収縮に対して、ほとんど効果を奏さない。

(3) 接合面の表面粗さが細くなるにつれ接合面積は増加し、エメリー紙 #4000 およびバフ研磨により接合面を調製した試料では、母材に匹敵する引張強度が得られた。さらに、接合温度に到達するまで接合同士の接触、加圧を遅らせた場合、その破断は接合界面ではなく母材で生じた。

(4) 接合前に化学研磨を行った試料においても、介在物の存在を示す比較的大きなデンプルが破断面に観察された。また、接合面を平滑にした場合、化学研磨によって生じた段差が接合面積を低下させた。

(5) 接合面をバフ研磨により調製し、接合時間 7.2 ks の場合にのみ、接合界面をまたがる顕著な結晶粒界移動が生じた。一方で、接合時間 3.6 ks の場合には、元の接合界面が固着していたにもかかわらず、母材破断を達成した。これにより、継手強度が結晶粒界移動に依存しないことが示唆された。

文 献

- 1) A. Wang, O. Ohashi, N. Yamaguchi, Y. Higashi, N. Hitomi and K. Takahashi: Trans. Mater. Res. Soc. Jpn. **27** (2002) 739-742.
- 2) K. A. Peterson, I. Dutta and M. Chen: J. Mater. Processing Technol. **145** (2004) 99-108.
- 3) Y. Fukaya, Y. Higashi, T. Higo, M. Hamaoka, M. Sueda, T. Kobayashi, M. Ogawa and K. Shinozaki: Quarterly Journal of JWS **15** (1997) 467-475.
- 4) O. Ohashi and Y. Asano: J. Japan Inst. Metals **61** (1997) 744-749.
- 5) Y. Takahashi, K. Inoue and K. Nishiguchi: Acta Metall. Mater. **41** (1993) 3077-3084.
- 6) O. Ohashi and T. Hashimoto: Journal of JWS **45** (1976) 485-491.
- 7) O. Ohashi: Quarterly Journal of JWS **4** (1986) 514-520.
- 8) O. Ohashi, K. Tanuma and T. Kimura: Quarterly Journal of JWS **4** (1986) 53-59.
- 9) O. Ohashi, K. Tanuma and K. Yoshihara: Quarterly Journal of JWS **3** (1985) 477-483.
- 10) Y. Ishii: J. Japan Inst. Metals **20** (1956) 89-92.
- 11) T. Hashimoto and K. Tanuma: Journal of JWS **38** (1969) 1225-1233.
- 12) E. Furubayashi: *Saikessyou to zairyososhiki*, (Uchida-rokakuho Co. Ltd., Tokyo, 2000) pp. 7-10.