反応層制御による Si_3N_4 と金属の接合強さの改善要因*

—ファインセラミックスと金属の接合強さの支配要因 (第2報)—

中尾 嘉邦**, 西本 和俊**, 才田 一幸**, 大石 忠美***

Improvement in Bonding Strength of Si_3N_4 to Metals Joints by Controlling Reaction Layer Thickness*

—Factors Affecting Bonding Strength of Fine Ceramics to Metals (Report 2)—

by Yoshikuni Nakao**, Kazutoshi Nishimoto**, Kazuyoshi Saida** and Tadami Ohishi***

Factors affecting the bonding strength of Si_3N_4 -metals joints were discussed through examining the causes for improvement in tensile strength of Si_3N_4 -molybdenum joints by controlling the reaction layer thickness using Cu-5%Cr, Cu-1%Nb and Cu-3%V insert metals. Microstructures of reaction layers being thinner than the optimum thickness were almost homogeneous and the interfaces between Si_3N_4 and the reaction layers were still smooth. Defects such as porous zone and crack occurred in the reaction layers thickening than the optimum thickness, while the asperity of the interface became larger.

The insufficient reactivity of insert metals against Si_3N_4 substrate provided the planar fracture at the interface between Si_3N_4 and the reaction layer and followed to diminish the bonding strength. The fracture in the reaction layer was due to the defects in the reaction layer and as a result, the bonding strength was deteriorated again.

Key Words: Ceramics-metal brazing, Silicon nitride, Molybdenum, Active filler metal, Bonding strength, Reaction layer, Interfacial reaction, Defects, Thermal stress

1. 緒 言

前報¹⁾では、 Si_3N_4 と Mo の常温および高温接合強さ (引張強さ) に及ぼす反応層の影響および破断形態について調査した。その結果、Cu-5%Cr, Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属を用いた場合、いずれも反応層厚がある厚さまでは、反応層厚の増加に伴い接合強さは増加する (ステージ I) が、反応層厚がさらに厚くなると接合強さは逆に低下する (ステージ II) ことを報告した。また、高温接合強さの変遷は、常温から 473 K までは上昇し、これ以上の温度では、接合強さが低下するという特徴的な傾向を示した。さらに、接合強さの変化に伴い破断形態も変化し、接合界面および反応層内での破断状況が接合強さに大きく関与していることが示唆された。

本報告では、反応層厚による反応層の組織変化および欠陥発生現象について調査するとともに、反応層制御による接合強さの改善要因ならびに接合強さの支配要因について考察を行った。

2. 供試材料および実験方法

2.1 供試材料

接合に使用した Si_3N_4 は、前報¹⁾ までと同様の真空無加圧焼結により製作されたもの (以下、PLS- Si_3N_4 と称する) とホットプレスにより製作されたもの (以下、HP- Si_3N_4 と称する) の 2 種類である。本報告では、特に断らない限り PLS- Si_3N_4 を用い、HP- Si_3N_4 は、接合強さに及ぼす接合界面の凹凸量の影響を比較・検討するために用いた。なお、 Si_3N_4 母材中心部の実測平均ポイド率 (気孔率) は、PLS- Si_3N_4 がほぼ 0.7% および HP- Si_3N_4

Table 1 Physical and mechanical properties of Si_3N_4 and molybdenum.

	PLS- Si_3N_4	HP- Si_3N_4	Mo
Bulk density (g/cm ³)	3.20	3.26	10.2
Bending strength (MPa)	590	690	-
Tensile strength (MPa)	360	-	700
Young's modulus (GPa)	290	290	320
Poisson's ratio	0.28	0.27	0.38
Coefficient of thermal expansion ($\times 10^{-6}/\text{K}$)	3.2	3.1	4.9

がほぼ 0% である。被接合金属は加工性が比較的良好な高融点金属の Mo を使用した。これらの物理的性質ならびに機械的性質を Table 1 にあわせて示す。 Si_3N_4 および Mo の形状はそれぞれ 10 mm^φ × 10 mm^l および 10 mm^φ × 15~20 mm^l である。接合用のインサート金属としては、Cu-5%Cr, Cu-1%Nb および Cu-3%V (いずれも mass%) を用いた。

2.2 実験方法

Si_3N_4 と Mo の接合は横型真空炉および真空接合装置により行い、反応層厚を種々に変化させた。なお、接合方法および反応層厚の変化方法の詳細は前報¹⁾ と同様である。反応層の観察は観察面に炭素蒸着を施した後、SEM を用いて行った。また、反応層の分析には EDX および EPMA を用いた。

3. 反応層厚による接合強さの変化要因

3.1 反応層の組織変化

Cu-5%Cr インサート金属を用いて反応層厚を変化させたときの反応層の様相を Fig. 1 に示す。反応層が薄い

*原稿受付 平成 4 年 9 月 7 日 昭和 63 年度秋季全国大会で発表

**正 員 大阪大学工学部 Member, Osaka University

***正 員 新日本製鉄㈱ Member, Nippon Steel Corporation

10 μm の場合には、反応層内はほぼ均一な様相を示しており、安定した反応層が形成されている。反応層中にはごくわずかに小さな縦割れが認められるが、 Si_3N_4 母材と反応層の界面付近にはほとんど欠陥らしきものは認め

られない。また、 Si_3N_4 母材と反応層の界面はかなり平坦であり、 Si_3N_4 との反応が十分進行していないことが窺える。接合強さが高い反応層厚が30 μm の場合には、 Si_3N_4 界面にかなり凹凸が生じており、 Si_3N_4 との反応が進行していることがわかる。また、反応層内には欠陥もほとんど認められず、良好な組織を呈している。反応層厚が50 μm の場合には、 Si_3N_4 界面の凹凸はさらに大きくなるが、界面付近にはやや多孔質な部分が形成され始め、明確な縦割れも認められるようになる。さらに反

Fig. 1 Microphotographs of the reaction layers with various thickness bonded using Cu-5%Cr insert metal.

(a) Cu-5%Cr insert metal

(b) Cu-1%Nb insert metal

(c) Cu-3%V insert metal

Fig. 2 Effect of the reaction layer thickness on the unevenness of bonding interfaces.

応層厚が厚くなり $70\ \mu\text{m}$ になると、 Si_3N_4 界面では凹凸が激しくなり、界面付近では多孔質な部分や大きな縦割れも多く形成されるようになる。なお、大きな縦割れは反応層厚が約 $60\sim 70\ \mu\text{m}$ 程度から顕著に認められた。

Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属を用いた場合も、反応層厚による反応層の組織変化は Cu-5%Cr インサート金属の場合と類似な傾向を示した。すなわち、いずれのインサート金属においても、反応層厚が薄い場合には、 Si_3N_4 と反応層の界面はほぼ平坦であるが、反応層厚が増加すると界面には凹凸が生じ始めた。さらに反応層が厚くなると、界面の凹凸は増加し、反応層の成長が不均一となる傾向が認められた。また、反応層内には多孔質な部分や縦割れが認められ、反応層がかなり脆弱となっている様子を呈していた。

3.2 反応層の界面形状

反応層厚を変化させたときの Si_3N_4 母材と反応層の界面における凹凸量を測定した。凹凸量は SEM を用いて測定し、十点平均粗さを凹凸量とした。すなわち、一定長さの接合界面において、ある基準線からその界面までの距離の長い側 5 点の平均値と短い側 5 点の平均値の差を凹凸量とした。Fig. 2 (a)~(c) はそれぞれ PLS- Si_3N_4 について Cu-5%Cr, Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属を用いた場合の界面の凹凸量と反応層厚の関係を示したものである。Cu-5%Cr インサート金属の場合、界面の凹凸は反応層厚が約 $40\ \mu\text{m}$ まではほぼ直線的に増加するが、それ以上の反応層厚においては、その増加傾向は鈍化する。Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属の場合は、反応層厚の増加とともに界面の凹凸はほぼ直線的に増加している。凹凸量について見ると、Cu-5%Cr および Cu-3%V インサート金属では、界面の凹凸量はかなり大きく、 $10\ \mu\text{m}$ 程度以上となるが、Cu-1%Nb インサート金属では、反応層厚が小さいため、凹凸量も $4\ \mu\text{m}$ 程度以下の小さな値となっている。

HP- Si_3N_4 を Cu-5%Cr インサート金属を用いて接合した場合の界面の凹凸量を Fig. 2 (a) にあわせて示す。PLS- Si_3N_4 の場合とは異なり、反応層厚が増加しても凹凸はほとんど増加せず、 $3\ \mu\text{m}$ 程度となっている。

3.3 反応層内の欠陥発生状況

反応層内に存在する欠陥は、大別すると Fig. 3 に示すように反応層中においてポイドやミラロクラックが多数凝集した領域である多孔質部分と接合界面にほぼ垂直方向に入っている縦割れの 2 つに分けることができる。多孔質部分は主に Si_3N_4 と反応層の界面近傍に発生して

おり、その中には比較的大きなポイドも認められる。

Cu-5%Cr, Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属を用いた場合の反応層中の多孔質部分の発生状況をそれぞれ Fig. 4 (a)~(c) に示す。図は反応層単位長さあたりの多孔質部分の存在割合 F_p および多孔質部分の平均長さ $\bar{l}$ と反応層厚の関係を示したものである。多孔質部分としては、約 $2\ \mu\text{m}$ 以上の長さのものを測定の対象とした。多孔質部分は反応層厚が薄いステージ I (反応層厚がそれぞれ約 $30\ \mu\text{m}$ (Cu-5%Cr インサート金属), $1.5\ \mu\text{m}$ (Cu-1%Nb インサート金属) および $4\ \mu\text{m}$ (Cu-3%V インサート金属) 以下) ではほとんど存在せず、ステージ II において発生し始め、反応層厚の増加に伴い急激に増加している。また、多孔質部分の平均長さも反応層厚の増加に伴い長くなり、 $20\sim 40\ \mu\text{m}$ に達している。

次に、反応層内の縦割れの発生について調査した。Fig. 5 (a)~(c) はそれぞれ Cu-5%Cr, Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属を用いた場合の反応層内に存在す

(a) Cu-5%Cr insert metal

(b) Cu-1%Nb insert metal

(c) Cu-3%V insert metal

Fig. 3 Microphotographs of defects in the reaction layer bonded using Cu-5%Cr insert metal.

Fig. 4 Effect of the reaction layer thickness on the fraction and mean length of porous zone in the reaction layers.

(a) Cu-5%Cr insert metal

(b) Cu-1%Nb insert metal

(c) Cu-3%V insert metal

Fig. 5 Effect of the reaction layer thickness on the total number of cracks and mean crack length in the reaction layers.

る縦割れの総数 N_c および縦割れの平均長さ L_c を示したものである。ステージ I では縦割れは少なく、反応層厚が厚くなると縦割れの総数が増加する傾向が認められる。また、反応層厚が大きくなると縦割れの平均長さも増加することがわかる。なお、いずれのインサート金属においても縦割れの最大長さはほぼ反応層厚に一致している。

4. 接合強さ低下に及ぼす反応層の影響

4.1 界面反応

反応層厚の増加に伴って接合強さが変化する因子として、界面反応に伴う界面の結合力の増加が挙げられる。接合界面における凹凸の形成による反応接合面積の増加

Fig. 6 Relation between the unevenness of bonding interface and the tensile strength of Si₃N₄-Mo joints.

および機械的結合力は、界面の結合力の増加に寄与しているものと予想されることから、接合強さに及ぼす接合界面の凹凸の影響について調査した。Fig. 6 はステージ I における接合界面の凹凸量と接合強さの関係を示したものである。HP-Si₃N₄ を用いた場合には、反応層厚が大きい範囲においても欠陥がほとんど発生しないことから、ステージ I の領域にあると考え、HP-Si₃N₄ を用いた場合の接合強さもあわせて図中に示す。HP-Si₃N₄ に関しては、Cu-5%Cr インサート金属では接合界面の凹凸量は小さく、接合強さも非常に低い値となっている。Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属では、接合界面の凹凸量は PLS-Si₃N₄ の場合と大差なく、接合強さもほぼ同じ程度の値となっている。しかしながら、いずれのインサート金属においても、接合界面の凹凸量が増加すると、接合強さも増加する傾向が認められ、PLS-Si₃N₄ と HP-Si₃N₄ を含め、各インサート金属毎にほぼ正の相関関係が整理することができる。なお、Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属では、相関関係の傾きが大きく、接合界面がほぼ平坦な状態においても、高い接合強さが得られている。すなわち、接合界面の凹凸量がほぼ同じでも異なった接合強さを示し、接合界面の凹凸量以外の要因も無視することができないものと推察される。

したがって、本接合においては、反応接合面積および機械的結合力の接合強さへの寄与はインサート金属により若干の差があるものの、いずれのインサート金属においても、Si₃N₄ と熔融インサート金属の界面反応に伴う凹凸の形成により、接合強さは上昇することが明らかとなった。

4.2 反応層内の欠陥

反応層の過度の形成に伴って接合強さが低下する原因としては、反応層自体の脆弱化や反応層内の欠陥発生が挙げられる。反応層内の欠陥が接合強さに及ぼす影響について破壊力学的に検討した。接合体の破壊応力 σ_B と欠陥寸法 a の間には実験式として、

$$\sigma_B = K(\pi a)^{-n} \quad (1)$$

ただし、 K および n (>0) は定数なる関係がある²⁾。

Fig. 7 はステージ II における多孔質部分の最大長さ

Fig. 8 Factors affecting the tensile strength of Si_3N_4 to metal joint. Fig. 7 Relation between the maximum length of porous zone and the tensile strength of Si_3N_4 -Mo joints.

接合強さの関係を示したものである。aとして多孔質部分の最大長さ、 σ_B として接合体の引張強さをとり整理した。いずれのインサート金属においても、aが増加すると σ_B は減少し、明らかに多孔質部分が接合強さの低下原因になっている。最大多孔質長さaが $a_c = 8.4 \mu\text{m}$ 以上においては、 σ_B とaはほぼ直線関係となり、(1)式に従っていることがわかる。また、この直線の傾きよりnを求めると、インサート金属の種類によらず $n = 0.97$ となる。しかしながら、 $a < a_c$ では、引張強さはほぼ一定の値となる傾向があり、多孔質部分が小さいときは、これが起点となるような破壊は生じにくくなるものと思われる。

一方、本研究の接合強さの測定においては、縦割れは外部応力の方向にほぼ平行に存在していることから、縦割れが接合強さに及ぼす影響を定量的に明らかにすることができなかった。縦割れの発生により、接合体中の熱応力は解放できるとも考えられるが、接合強さが低い接合継手には顕著な縦割れの発生が認められることから、大きな縦割れは、接合強さの低下要因のひとつになっているものと推察される。

以上のことから、反応層内の欠陥はいずれも反応層厚

Fig. 9 Schematic diagram of factors affecting the tensile strength of Si_3N_4 to metal joint as increasing the reaction layer thickness.

がかなり大きい場合の接合強さ低下の大きな原因となっているものといえる。

5. Si_3N_4 と金属の接合強さの支配要因に関する考察

5.1 常温接合強さの支配要因

これまでの検討結果によると、 Si_3N_4 と金属の常温接合強さに大きな影響を与える要因として、Fig. 8に系統的に示すように、残留応力（熱応力）および接合界面近傍の強さが挙げられる。接合強さは、反応層を制御することにより改善できることから、反応層厚による常温接合強さの変化¹⁾をこれらの要因と関連させて考察した。

接合体中の残留応力が大きい場合には、前報²⁾でも述べたように、接合体中に割れを発生させるなど、接合継手特性に大きな影響を与える。本接合継手であるMo- Si_3N_4 -Moの場合には、反応層厚を変化させても、インサート層厚を約0.2~0.4 mmに制御しており、熱弾塑性有限要素法による残留応力解析³⁾を行ったところ、このときの Si_3N_4 中の最大主応力は約100~140 MPa程度である。したがって、反応層厚を変化させても接合体中のマクロな残留応力状態はほぼ一定と見なすことができるが、最大主応力値は Si_3N_4 の破壊応力の約1/3程度であり、残留応力そのものは接合強さの低下原因となっているものと判断できる。

前章の結果を踏まえると、反応層厚を変化させたとき接合強さに重大な影響を及ぼす接合界面近傍の強さは、大きく接合界面の結合力と反応層強さに分けて考えることができる(Fig. 8)。Fig. 9に模式的に示すように反応層厚が薄い初期段階では、 Si_3N_4 とインサート金属は十分反応しておらず、反応層と Si_3N_4 母材の界面は平坦で実質的な反応接合面積は小さく、機械的結合力も弱いので、

接合界面の結合力は低いものと予想される。反応の進行に伴い Si_3N_4 母材と反応層の界面に凹凸が形成されると、実質的な反応接合面積も増加し、アンカー効果⁵⁾による機械的結合力も大きくなり、接合界面の結合力の増加により接合強さが上昇するものと考えられる。さらに反応が進み、反応層が厚くなって界面の凹凸が激しくなると、反応層内に多孔質部分などの欠陥の発生や、大きな縦割れなど欠陥サイズの増加が認められ、反応層強さが低下するため接合強さは逆に急激に低下するものと考えられる。したがって、反応層厚の変化に伴う接合強さの変化は、接合界面近傍の強さの変化、すなわち、接合界面の結合力と反応層強さの変化を重ね合わせた結果として定性的に説明できるものと考えられる。

接合界面の結合力は界面の化学的結合力(界面の原子間結合力)、機械的結合力(アンカー効果)および反応接合面積などによって支配されていると考えることができる(Fig. 8)。このうち機械的結合力についてみると、接合界面の凹凸量が最も大きい Cu-5%Cr インサート金属では、Fig. 1 および Fig. 3 に示したように、接合界面はマクロ的には多少アンカー効果を示唆するような形状を呈している部分もあるが、接合界面の凹凸量が小さい Cu-1%Nb および Cu-3%V インサート金属では、アンカー効果が期待できるような接合界面形状はあまり観察されなかった。このことから、アンカー効果は概して小さく、界面の結合力に及ぼす機械的結合力の寄与は二次的なものであると推測できる。

反応接合面積に関しては、いずれのインサート金属においても、接合界面の凹凸量の増加に伴い、接合強さが上昇していることおよびアンカー効果があまり大きくないと考えられることを考慮すると、接合界面の凹凸量の増加による接合強さの上昇は、主に反応接合面積の増加によるものである可能性が大きく、反応接合面積は接合強さにかなり寄与しているものと推察される。

一方、反応層が薄い場合のインサート金属による接合強さの差および接合界面の凹凸量がほぼ同じでも異なった接合強さを示している原因としては、界面の化学的結合力の差による可能性が推察できる。化学的結合力は反応層の種類、界面反応および界面における整合性などにより変化するものと考えられるが、現時点では、反応層厚の変化に伴う界面の化学的結合力の変化については、不明な点も多く、その効果について十分な考察が行える段階には至っていない。さらに、インサート金属による最高接合強さを示す反応層厚(最適反応層厚)の差は接合界面の結合力および反応層内の欠陥発生挙動などに密接に依存していると推察されるが、これらの調査を含め、接合強さの支配要因の詳細な解明は今後の検討課題としたい。なお、反応層厚が大きい領域での接合強さ低下の主要因である反応層内の多孔質部分や縦割れなどの欠陥発生機構については、次報において詳細に述べる予定である。

5.2 高温接合強さに対する支配要因の寄与

高温接合強さの支配要因に関しては、実験的裏付けに乏しく、参考のできる報告もほとんど無いことから、本報告では十分な考察が困難な状況であるといえる。このような状況を踏まえた上で、前報¹⁾で示した高温引張強さおよび破断形態の変化より、高温における接合強さを支配する要因として残留応力(熱応力)、接合界面部強さ、材質劣化および熱応力緩和層(凝固ろう層)の強さを挙げ、高温接合強さに対する個々の因子の寄与について定

性的な考察を試みることにした。

接合操作による Si_3N_4 の材質劣化は若干生じると考えられるものの、 Si_3N_4 は超耐熱材料であることから、引張試験温度の上昇に伴う材質劣化に起因する母材強さの低下はほとんどないものと考えられる。また、接合層中に形成する熱応力緩和層の強さはインサート金属の主成分である Cu の特性に依存し、常温から 873 K の間で接合強さの低下に影響していることが予測される。しかしながら、実際の破断形態は熱応力緩和層内での破断がほとんど認められないことから判断すると、熱応力緩和層の強さ低下は接合強さ低下に顕著には影響していないものと予想される。接合部中では反応層が形成し、これによって Si_3N_4 と金属の接合がなされているため、接合界面部の特性は接合強さに大きな影響を及ぼしていることは、すでに述べた通りである。したがって、接合界面部が形成することによる接合界面の結合力および反応層自身の強さなどが高温接合強さにも影響していると考えられる。反応層には若干の欠陥を内包していることなどから考えると、引張試験温度の上昇に伴う反応層自身の強さの変化が接合強さの低下に寄与している可能性も推察できるが、本研究の結果からだけでは評価することが困難である。また、接合界面の結合力についても、接合界面が Si_3N_4 と活性金属の窒化物を主成分とした反応層の界面であることから、引張試験温度の上昇に対する接合界面の結合力の変化は明らかとなっていない。

以上のことから、 Si_3N_4 と金属の接合継手において、常温から 473 K にかけて接合強さが上昇するのは接合継手に発生した残留応力の再加熱による解放^{6,7)}に起因したものと考えられるが、473 K 以上の温度域では、残留応力の解放分を上回る接合界面部の強さの低下が接合強さの低下に寄与している可能性が予想される段階であるといえる。したがって、引張試験温度の上昇に伴う接合界面近傍の組織変化など接合界面部強さの低下要因および高温接合強さへの寄与などの詳細は今後の検討課題とした。

6. 実験結果の要約

本報告では、反応層厚による反応層の組織変化および欠陥発生現象について調査するとともに、反応層制御による接合強さの改善原因ならびに接合強さの支配要因について考察を行った。以下に、得られた結果を要約する。

(1) 反応層厚を変化させたときの反応層の様相を調査したところ、いずれのインサート金属を用いた場合にも反応層組織の変遷はよく類似していた。反応層厚が薄いときは反応層内にはほとんど欠陥は認められず、 Si_3N_4 と反応層の界面はほぼ平坦であった。反応層厚が増加すると、反応層組織はほとんど変化しないが、界面に凹凸が生じていた。さらに反応層厚が増加すると、界面の凹凸は激しくなり、界面付近には多孔質部分が形成された。さらに、反応層内には大きな縦割れも認められた。

(2) 反応層厚が小さいステージ I においては、接合強さへの寄与はインサート金属により若干の差があるものの、いずれのインサート金属においても接合界面の凹凸量の増加に伴い、接合強さも増加する傾向が認められた。一方、反応層厚が大きいステージ II では、反応層内の多孔質部分の寸法 a と接合強さ σ_B は、 a が $8.4 \mu\text{m}$ 以下の小さい場合を除いて、 $\sigma_B = K(\pi a)^{-0.97}$ [ただし、 K は定数] なる関係により整理でき、欠陥の発生は明らかに接合強さの低下原因であることがわかった。

(3) ステージ I の初期段階では、Si₃N₄ のインサート金属は十分反応しておらず、反応層と母材の界面は平坦で実質的な反応接合面積は小さく、機械的結合力も弱い。そのため、接合強さが低いものと予想された。反応の進行に伴い Si₃N₄ 母材と反応層の界面に凹凸が形成すると、実質的な反応接合面積も増加し、二次的な効果としてアンカー効果による機械的結合力も大きくなり、接合強さが上昇する。さらに反応が進みステージ II になると、界面の凹凸は激しくなるが、反応層内に多孔質部分などの欠陥の発生や、大きな縦割れなど欠陥サイズの増加が認められ、接合強さは逆に急激に低下するものと考えられた。

(4) Si₃N₄ と金属の接合継手において、常温から 473 K にかけて接合強さが上昇するのは接合継手に発生した残留応力の解放によるものと考えられ、473 K 以上の温度域では接合界面部の強さの低下が接合強さの低下に影響を及ぼしていることが推察された。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、御協力頂いた中山義成、梅谷有亮両工学士および西川健二郎工学修士に対しまして、

厚く御礼申し上げます。また、材料面で御援助頂いた三菱重工業㈱) に対し謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 中尾, 西本, 才田, 大石: “ファインセラミックスと金属の接合強さの支配要因(第 1 報)”, 溶接学会論文集, 11-1(1993), 142-148.
- 2) 香川: “接合強度の評価”, 日本金属学会会報, 25-5(1986), 428-431.
- 3) 中尾, 西本, 才田, 中村, 堅田: “耐熱性ファインセラミックスの接合に関する研究(第 5 報)”, 溶接学会論文集, 7-3(1989), 401-406.
- 4) 中尾, 西本, 才田, 中村, 堅田: “耐熱性ファインセラミックスの接合に関する研究(第 4 報)”, 溶接学会論文集, 7-2(1989), 275-282.
- 5) 黒河, 松藤, 下村: “ほうろうと金属の密着機構”, 日本金属学会会報, 24-2(1987), 325-330.
- 6) 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, 26-4(1985), 303-311.
- 7) 山田: “金属とセラミックスの接合”, 金属, 57-11(1987), 12-19.

高圧 Ar-O₂ 混合ガス雰囲気における鋼のアーク溶接*

桑名 武**, 粉川 博之**, 木口 立而**

Arc Welding of Mild Steel in Pressurized Ar-O₂ Atmosphere*

by Takeshi Kuwana**, Hiroyuki Kokawa** and Ryuji Kiguchi**

A Mild steel was welded in pressurized Ar-O₂ gas mixture atmospheres up to 2.0 MPa, using a 1.6 mm diameter solid wire. The effects of ambient gas pressure and gas composition on the arc welding phenomena and mechanical properties of weld metal were studied. The main results are as follows:

The fluctuations of arc voltage and welding current are small and the arc stability is fairly good. The weld metals obtained in this experiments have no defects such as under-cutting, overlapping, blow holes. The Vickers hardness and tensile properties of weld metals were varied with the ambient gas composition, but did not depend on the ambient gas pressure. The Charpy V-notch toughness of weld metal was changed markedly with O₂ partial pressure in atmosphere and showed a maximum at 0.02-0.05 MPa oxygen partial pressure which resulted in about 0.03 mass% oxygen content of weld metal having a fine ferrite structure. This suggests that toughness is strongly influenced by the oxygen content of weld metal.

Key Words: Arc welding, Hyperbaric welding, Underwater welding, Pressurized Ar-O₂ atmosphere, Weld metal, Mechanical properties, Tensile properties, Toughness, Hardness, Chemical composition, Oxygen content

1. 結 言

高圧雰囲気下におけるアーク溶接法の研究は海洋開発等と関連してますます重要になってくると考えられる。水中溶接法は種々ある¹⁻³⁾が、著者らは乾式水中溶接に関する基礎的研究の一環として高圧雰囲気下における鋼のガス・メタル・アーク溶接について一連の研究を行っている。既に、溶接金属のガス吸収という観点から、高圧 Ar-N₂ 雰囲気 (0.1~3 MPa) 中で純鉄およびオーステナイト系ステンレス鋼の溶接を行い溶接金属の窒素吸

収について化学冶金学的検討結果を報告している^{4,5)}。

また、雰囲気圧が 0.1 MPa から 2.0 MPa までの CO₂, Ar, Ar-CO₂ 混合ガス高圧静止雰囲気下で軟鋼を溶接した場合のアーク溶接現象、溶接金属の機械的性質について報告している⁶⁻⁸⁾。その概要を述べると、純 CO₂ 雰囲気では雰囲気圧が 1.0 MPa 以上になるとアークは極めて不安定となり溶接金属の外観、靱性も著しく低下する。また、純 Ar 雰囲気では雰囲気圧が高くなってもアークは安定しているが靱性は極めて低い。これに対して、Ar-CO₂ 混合ガス雰囲気の場合、高圧になってもアークは比較的安定している。溶接金属の靱性は同一雰囲気組成でも雰囲気圧が変わると大きく変化する。その靱性が極大となる CO₂ の混合量は雰囲気圧によって異なり、CO₂

*原稿受付 平成 4 年 11 月 17 日 平成 4 年度秋季全国大会で発表

**正 員 東北大学工学部 Member, Tohoku University