

銀ロウを用いた窒化ケイ素の接合

Bonding of Silicon Nitride Using Silver Filler

王 建 義*・市野瀬 英 喜*・田 中 俊 一 郎*・石 田 洋 一*

Jian-Yih WANG, Hideki ICHINOSE, Shyunichiro TANAKA and Yoichi ISHIDA

1. は じ め に

窒化ケイ素は構造用セラミックスとして現在最も期待されている。一方、銀ロウ (Ag-Cu合金) は接合時に液相となって良好な接合を生ずる金属として最も一般的である。接合界面を活性化させるため、このAg-Cu共晶合金 (Ag-28%Cu) に数%のTiを溶込させ、窒化ケイ素との濡れ性を向上させ、窒化ケイ素と接合した¹⁾。接合界面にどのような相が生成して、強固な接合を生じているかを各種の電子顕微鏡を用い観察した。本研究は接合メカニズムを解明し、良好な接合体の設計指針を得ることを目的とする。

2. 実 験 方 法

実験に用いられたセラミックスは(株)東芝製の常圧焼結の β - Si_3N_4 であり、焼結助剤として Y_2O_3 や Al_2O_3 等を含むものである。接合に用いたロウ材はTi濃度2.2~4.9%を含む厚さ50~100 μm のクラッド状ないしは合金状のAg-Cu-Ti合金である。AgとCu組成比は共晶組成のそれに合わせてある。接合条件は 10^{-6} Torrの真空中で880°C \times 7 minを基本とした。接合試料は、はじめに $10 \times 5 \times 0.3\text{mm}$ の板状に切り出し、これをダイヤモンド研磨により100 μm 位まで薄くし、超音波カッターで直径3 mmの試料に打ち抜き、さらに、ディンプラを用い、試料の中心部を20 μm まで削った。それを5 KeVの Ar^+ 中でイオン研磨して電子顕微鏡で観察した。使用した電顕はJEM1250超高压電顕、JEM200CX (改) 高分解能電顕およびJEM2000FX分析電顕である。

3. 実 験 結 果

写真1は $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ag-Cu-Ti}/\text{Si}_3\text{N}_4$ 接合体界面の低倍率電顕組織である。イオン研磨に対する接合体界面層の抵抗が窒化ケイ素や銀ロウのそれよりずっと強いために、幅約3 μm のイオンミリングされにくい層が橋桁状につ

*東京大学生産技術研究所 第4部

きだしてつながっている。中央部分は銀ロウに相当し、両側の研磨されてなくなっているところが窒化ケイ素である。ロウ材部分の組織は写真2に示されるように、転位を多量に含むマトリックスのAgと、塊状を呈するCu

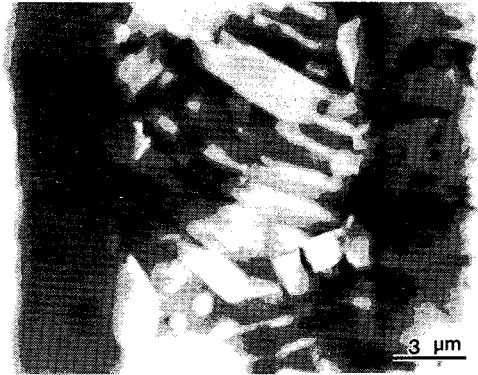


写真1 接合体断面の低倍率透過電顕像



写真2 ロウ材部分の微細組織

研究速報

の共晶組織で、粗大な柱状晶の組織も含んでいる。写真3は銀ロウとこの界面層の微細組織である。銀ロウが凝固する際、窒化ケイ素に対してエピタキシーを保って生長する傾向を持つために、共晶がラメラ状になる。冷却の際に熱膨張率の差によって生じたと思われる多数の転位がこの銀ロウのところに見えている。柱状晶の組成分析(EDX)を行った。その結果、図1に示されるように、この柱状晶はTiを多く含むTi-Si-N化合物であることがわかった。

一方、界面層は写真1に示されるように直径3μm位の粗結晶と、とくに外側、窒化ケイ素側に直径50nm位の微結晶から構成されている。回折パターンによれば、この粗結晶は母材の窒化ケイ素と同様の構造を持つ。窒化ケイ素に重なっている微粒子は、高分解能観察(写真4)によると、窒化ケイ素にエピ関係を持って析出していることがみられ、その組成はEDXにより、TiNおよびチタンのシリサイドと思われた。いずれにしても、この界面の組成分析の結果は、図2に示しているように元素の分布が複雑になっており、特にチタンがこの界面に多量に集中していることを示している。本来チタンは銀ロウの

中に均一に固溶していたものであり、これが接合の際に強く界面に集まってくるという現象は、チタンが窒化ケイ素を分解して、その生成物であるTiNあるいはチタンシリサイドを形成する自由エネルギーが、AgまたはCuのチタン化合物のそれよりずっと低いためと解釈される。

4. 考 察

この接合体では、イオン研磨の際に界面層と窒化ケイ素との間で亀裂が生じやすい。このことは、界面層と銀ロウとの界面では、銀ロウ側に転位が高密度に存在し、この界面上の歪みを緩和してしまっているからと思われる。窒化ケイ素と界面層の間は微粒子があるから歪みを分散させやすいにもかかわらず、割れているのは、両者が金属でないためで熱歪みが緩和せず亀裂面となるものと考えられる。とはいえ、この接合は強度的には一応十分であるが、Tiを減らし界面層をなくすることにより、強度がさらに上がると期待されている。

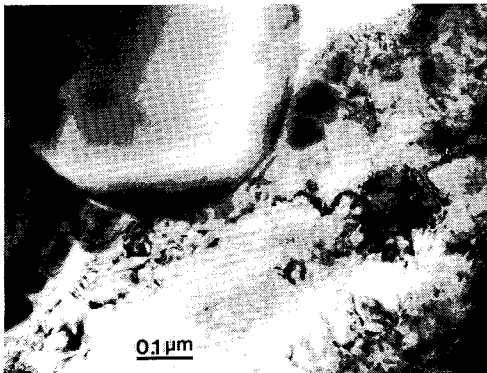


写真3 ロウ材と生成物界面層の組織



写真4 窒化ケイ素表面層の微細粒子の高分解能像

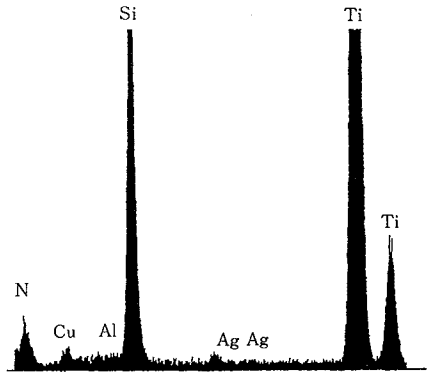


図1 ロウ材中の粗大柱状晶の組成分析

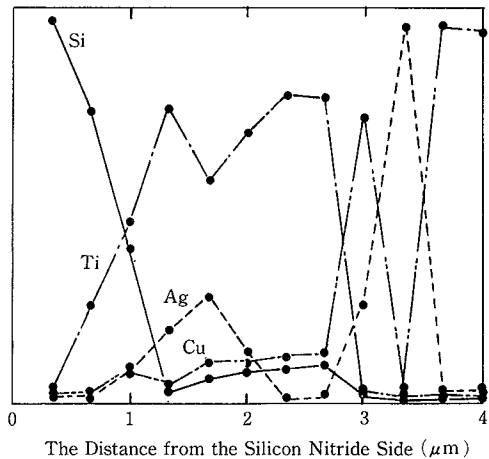


図2 界面層の組成分析結果

研究速報

5. ま と め

銀ロウを用いた窒化ケイ素の接合界面組織を高分解能電子顕微鏡および分析電頭により、生成物および異相界面の微細構造を明らかにした。主な結果は次のとおりである。

(1)本接合系における生成物は、ロウ材金属の場合には、CuおよびAgからなる共晶組織のほかに、Ti-Si-Nの柱状粗結晶であり、橋桁状な中間層の場合には、窒化ケイ素と同じ構造を持つ大きさ $2\mu\text{m}$ 位な粗結晶と、TiNまたはチタンシリサイトと思われる微結晶である。

(2)チタンは界面に多量に集中している。これは、チタンのNitrideあるいはSilicideの形成自由エネルギーが、

AgまたはCuのチタン化合物のそれより低いためである。(3)本接合系の接合強度は一応十分である(200~300MPa)が、チタンを減らし界面層の厚さを減らすことにより、さらに強度が上がると期待されている。

謝 辞

本実験の遂行に当たって、日本電子㈱の柴富室長に分析電頭を実施して頂いた。ここに深く感謝の意を表す。

(1988年5月13日受理)

参 考 文 献

- 1) 石田洋一 市野瀬英喜 田中俊一郎; 日本金属学会秋大会一般講演概要, 1987, 10, 421

