接触子の接合部品質と蒸気シールド方式の 採用による品質改善効果*

—非鉄金属の抵抗熱源応用蒸気シールド加圧接合法及びその品質のインプロセス制御に
関する研究 (第3報)—

町田 一道**, 奥田 滝夫**, 仲田 周次***

Bonding Quality of Contact-bar and Quality Improvement by Vapor Shield Process

—Study on Vapor Shielded Pressure Bonding Process of Non-ferrous Metals by Resistance Heating and
its Inprocess Quality Control (Report 3)—

by Kazumichi Machida**, Takio Okuda** and Syuji Nakata***

Contact-bars of electromagnetic switchgears are required high precision and high quality at bonds. For the purpose, Vapor Shielded Pressure Bonding process and its in-process control system are successfully developed

To control the material deformation, characteristics by resistance heating while bonding are examined, and the optimum electrode materials and their constitution are selected for the joint couple of Ag-Cu in disk-shape as described in the report-1 and report-2.

In this study, resistance heating is tried to bond the contact-bar which consists of Ag contact ($\phi 4 \times t2\text{mm}$) and carrier bar of 2.5%Fe-Cu material ($w5 \times 127 \times t0.7\text{mm}$), and bonding quality is mainly examined.

Then, it is clarified that the newly developed vapor shield process can be effectively applied to secure the high quality bonds.

The results obtained are as follows;

- 1) Electrode constitution accomplished in former report can be applied to bond contact-bars.
- 2) Samples bonded in air atmosphere are fractured at bonding interface by peel test because of their lower bonding quality.
- 3) Micro inclusion is observed at the bonding interface.
- 4) It is clarified by EPMA inspection that the micro inclusion is FeO.
- 5) Torn samples bonded under vapor shield show Ag fractured mode stably because of improved high quality bonds.

Key Words: Shielding, Non-ferrous metals, Resistance heating, High precision bonding, High quality bonding, Heat control

1. 緒 言

前報までに、接点と台座金属から構成される接触子の接合を想定した円板上の銀 (Ag) と銅 (Cu) の試験材を対象に、抵抗熱源応用による共晶接合時に発生する材料変形の抑制を目的として、大気中での接合実験及び数値計算によって電極・材料系における加熱特性と材料内の温度分布・上昇特性を明らかにし、被接合材の変形抑制及び加熱効率化の観点から、電極寸法と材質組合せの最適化を図った^{1,2)}。

一般に、電磁接触器や小型遮断器の接触子では、その性格上、接合部には接合強さ、電気伝導性、熱伝導性などにおいて極めて高い特性が要求され、現在、その多くに採用されているろう付接合部を凌駕する品質レベルが

求められるようになっている。

本報では、上記の結果を踏まえ、銀接点と銅基合金製台座の組合せによる接触子に対する抵抗熱源応用共晶接合の適用性を検討し、主として接合強さからみた接合部の品質とその支配要因である界面介在物の実体を明らかにした。さらに、この界面介在物の生成を抑止する目的で考案した蒸気シールド方式を採用して、接合品質改善に対するその効用を立証した。

2. 実験装置、供試材料及び実験方法

接合装置としては、直上加圧式の加圧ヘッドを具備した抵抗熱源接合装置を試作して用いた。電流値は単相交流を位相制御する方式により、電源の定格容量は 100・kVA である。また電極としては、前報の結果にもとづいてモリブデン及び40%銅・タングステン焼結合金を長さ 8mm、直径 10mm の一定寸法に機械加工し、水冷形クロム銅製台座電極に金ろう付して用いた。さらに本実験で蒸気シールドを実施する際には、所定量の液体 (エタノール希釈水溶液) を電極間の被接合材部に供給

*原稿受付 昭和62年1月12日 昭和61年11月マイクロ接合研究委員会で発表

**正 員 三菱電機(株)生産技術研究所 Member, Mitsubishi Electric Corp.

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

Fig. 1 Configuration of specimen

Fig. 2 Jig for peel test

できる機構を具備した装置構成を試作して用いた。

接触子の供試材料として、Fig. 1 に示す形状の99.99%銀製接点と2.5%鉄分散型銅基台座の組合せを用いた。

接合部の電圧測定においては、直径500 μm の銅線を電極の端部及び被接合材の板厚中央部の側面に溶接して測定用リードとし、通電中の全波形を記録して実効値に換算した。また、被接合材各部の温度測定には、直径100 μm のクロメル・アルメル熱電対を用い、その先端を電極と被接合材及び被接合材同志の間に挿入し、接合時の加圧力で固定した。被接合材の接合時の変形量は、変形が問題となる銀接点の接合前後の外径をノギスで測定し、その差として求めた^{*1}。接合部強さ^{*2}は、Fig. 2 に示す方法による剝離試験で評価した。

*1 変形量の許容限は、前報と同じ $d\phi=300\mu\text{m}$ である。

*2 接合品質を厳しく評価できる試験方法として剝離試験法を採用し、実際の接触子が要求する接合部品質基準として、母材破断を合格と判定した。

Fig. 3 Heating characteristics while bonding of contact-bar

Fig. 4 Voltage differences while bonding of contact-bar comparing with the one of disk-shape samples

3. 接触子の接合における加熱・温度上昇特性

銀接点と銅合金台座から構成する接触子に対し、まず、前報までの円板状試験材に対する結論のもとづいて電極を構成・配置して大気中で接合実験を行ない、被接合材界面の溶融・排出現象による共晶接合を達成できるか否かを検討した。

接触子の接合時での被接合材の温度上昇特性を Fig. 3 に示す。図にみるように銀材の変形抑制効果と接合部界面の加熱効率化の効果を裏づけるように、モリブデン電極側 (θ_3) から銅・タングステン電極側 (θ_2) へ向かって下降する温度勾配を有し、かつ被接合界面で、溶融・排出に必要な800℃以上への温度上昇 (θ_1) が確保できている。ただし、接触子の接合においては、比較のために破線で示した円板状試験材 ($\phi 4\text{ mm} \times t 2\text{ mm}$) の場合より θ_2 が多少高く、逆に θ_3 はより低くとどめられていて、相対的に緩慢な温度勾配を形成している。これに伴って、銀材に対する変形抑制効果が多少低減され、円

Fig. 5 Outside-view of contactbar bonded in air atmosphere

板状試験材の場合より50%程度大きい変形を発生している。次にこの原因を知るため、電極・材料系の電圧測定により接触子の接合における加熱特性を調査した。この結果を、電極間電圧 V_1 に対するこの間各部の電圧割合で整理して Fig. 4 に示す。これにみるように円板状試験材の方が初期の比率が幾分高いものの、いずれの場合も加熱電極であるモリブデン側の電圧 V_3 が発熱の大半を分担している^{*3}。また、被接合材自身の V をみると、 $(V_2 - V_3 = V_5) \times 2$ が幾分小さく、その分を銅・タングステン電極側の V 、すなわち $(V_1 - V_2 = V_4)$ が補った形になっている。つまり、台座金属内部では、発熱にあずかる通電路が円板状試験材と同程度に限定されていると仮定しても、その厚さが1/3程度と小さいのでそれ自身の発熱分担比率が多少なりとも低くなる。そのうえ、台座金属ではその形状が発熱部の外へ広がっているので（体積では円板状試験材の約4倍）、熱伝導損耗に相対的に温度上昇しにくい。界面が接合温度に達する際の銀材側の平均温度がより高くなってしまふものと解釈される。したがって、銀材の変形量が多少増大するのは台座金属の寸法・形状に起因しているため、これ以上の変形抑制を図ることは容易でないと判断される。Fig. 5 には Fig. 3 中に示す適正接合条件によって得られた接触子の外観を示す。

以上、変形量をその規制値である $300 \mu\text{m}$ 以下にとどめることができ、前報までに最適化を図った電極の配置構成を接触子の接合にも適用できることを明らかにした。

4. 接合界面金属の溶融排出による接合部形成とその品質

電磁接触器など小型開閉器の接触子においては、一回の投入または遮断の際、接点相互の衝突やその反動による繰返し応力が加わり、同時にアークを発生して数 ms 程度の短時間に大入熱が接点へ投下される。したがって、高い接合部強さと接点から台座への熱伝導による高い放熱特性が小型開閉器の長期信頼性を決定づけるため、接触子の接合部では金属氧化物やボイドなどを介在しない健全な品質が要求されている。これに対し、従来の接触子には一般的にろう付法が採用されているが、接

^{*3} 接触子の接合では、台座とモリブデン電極の見かけ上の接触面積は円板状試験材の2倍以上の広さとなるが、依然として高い V_3 が確保できていて、ほぼ同一の（わずかに4%高い）電流値条件でも接合部の温度上昇が図れていることは、台座金属の固有抵抗が円板状銅材とはほぼ同等、板厚が1/2以下であることも考え合せると、 V_3 における通電路が銀接点の面積程度より大きくは広がっていないことを物語っている。これが、接触子の接合を成立させるうえで重要な意義となっている。

Fig. 6 Relation between weld time and peel strength at bonds

Fig. 7 Region of bonding conditions in air atmosphere

合界面においては、ボイドや反応フラックスの残渣が問題となっており、現在、上記の要求を満たす新しい高品質・高精度接合法を開発することが求められている。本稿では、銀と銅が共晶を生じる材料の組合せである点に着目し、共晶反応にともなう界面での選択的溶融・排出を利用した接触子の接合部形成現象と、その品質を明らかにする。

まず、電流値一定の下で通電時間の経過にともない、接合部強さがどのように上昇して行くかを知るため、各所定時間だけ通電して作成した接合試験材に対して剝離試験を実施した。各電流値におけるその試験結果を Fig. 6 に示す。当然、各接合試験材の溶融・排出の開始時期は電流値によって異なり、 $I = 7.7 \text{ kA}$ の場合で $T = 13$ サイクル目、 $I = 8.2 \text{ kA}$ で $T = 11$ サイクル目あたりである。また、開始後の溶融・排出現象は、通電遮断時点まで継続し、排出量は増加する。図にみるように、いずれの電流値条件下においても時間の増加にともなって接合部の平均的な剝離強さは上昇傾向を示すものの、その変動幅は著しく大きい。電流値の大小で比較すると、

Fig. 8 Cross-sectional view after peel test of contact-bar bonded in air atmosphere

$I=7.7$ kA より 8.2 kA の方が平均強さは当然早期に上昇するがその過程での変動幅が大きく、その接合現象がより不安定であることを示している。なお、いずれの電流値条件でも溶融・排出現象を生じると、平均 700 N 程度の比較的高い値で飽和するとともに変後幅も相対的に一定の範囲に納まるようになる。これに対し、 $I=7.2$ kA では通電の終了時点に至っても溶融・排出を発生せず、これに対応して最高 400 N 程度の強さにとどめられている。すなわち、抵抗熱源応用による接触子の共晶接合においては、溶融・排出現象に伴って相対的に高い接合強さを確保できるようになると言える。

電流値と通電時間条件から見た、接合条件領域を Fig. 7 に示す。図にみるように接合部の外周に溶融・排出金属を形成し、かつ銀接点の変形が $\Delta\phi \leq 300 \mu\text{m}$ にとどめられた適正条件がある電流、時間の範囲内で存在することがわかる^{*4}。

一方、剝離試験によって得られた試験材の破断形態は、強さ変動範囲の最大値である 760 N の接合部の場合を含めて全て界面剝離形態となっている。すなわち、たとえば $I=8.2$ kA, $T=15$ サイクルの接合条件によって多量の溶融・排出を生じさせてさへ母材破断の形態は得られず、本研究の目標基準を満たすことはできなかった^{*5}。さらに、Fig. 7 の条件範囲における $I=7.8 \sim 8.0$ kA, $T=15$ サイクルのほぼ一定の接合条件によって所定範囲の溶融・排出量を確保できた50個の接触子を剝離試験に供した結果、その全数が界面剝離形態を示した。剝離試験途中の典型的な破断断面形態を Fig. 8 に示す。図にみるように、破断は接合界面に相当する部分を進行している。

次に、このような剝離強さの変動及び界面剝離形態を呈する原因について検討を進めた。まず、前記剝離試験に供した接触子の接合時における電圧の変動を調べた。その結果をまとめて Fig. 9 に示すが、加熱の目安となる電圧の変動幅は、 V_1 及び V_3 とも一定の範囲には納まっているものの15~18%程度発生している。ただし、この

Fig. 9 Fluctuation ranges of voltage differences while bonding

Fig. 10 Relation between heat input and peel strength at bonds

電圧変動が Fig. 5 における、とくに通電時間が10サイクル以下での大きな強さ変動の原因となっているとは断定し難い。そこで、さらに詳細に、個々の接触子の接合における入熱量を測定・計算し、それと得られた接合部の強さとの関係を検討した。その結果を Fig. 10 に示す。図において入熱量の指標としては、記録した各サイクル毎の I と V の実効値を乗じ、それらの値を全通電時間にわたって積算した値 q を用いた。すなわち、

$$q = \sum_{T=1}^{Tn} I \cdot V \Delta t \dots \dots \dots 4-(1)$$

ここに、電流値としては、 $I=7.2$ kA, 7.7 kA 及び 8.2 kA の3条件を設定し、通電時間 Tn は4サイクル~15サイクルの範囲を選んだ。図にみるように、いずれの電流値条件を採用した場合にも、入熱量と接合強さとの間に明瞭な相関関係は見られない。以上の検討結果を総合すると、接合部品質の不安定性及び界面剝離形態となる原因は入熱量の変動ではなく、入熱投下にもなう界面での接合現象の進行に対して何らかの阻害要因が強く影響しているものと判断される。

そこで次に、母材破断となる接合部品質を阻害する原

*4 図中斜線領域は、変形及び溶融・排出量からみた適正条件範囲を示し、接合品質上、及びスプラッシュ発生の問題を残している。これらの解決については後述する。

*5 ろう付接合による接触子では、ポイドなどの欠陥が存在しない接合部がまれに得られた場合、同一の剝離試験方法によって母材破断形態となることが分かっている。

Fig. 11 Observation of bond at inclusions
(a) secondary electron image
(b) characteristic X-ray image of oxygen

因を解明する手がかりとして、 $I=7.7\text{ kA}$ 、 $T=15$ サイクルの接合条件で作成した接触子接合部に対し、接合界面と約 15° をなす角度で斜め研磨して得た拡大断面を詳細に調べた。その結果を Fig. 11 に示すが、まず a) 図の SEM 写真からわかるように厚さ約 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ の合金層の中に黒色に観察される介在物らしきものの存在が確認された。この介在物は界面全体にわたって点在しているが、平均的にみると、その寸法は厚さ $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 、差しわたし $2\text{ }\mu\text{m}$ 程度で偏平形状をなしており、 $5\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ 範囲のピッチで分散している。このような断面観察および剝離試験後の破面観察から介在物が界面全体に占める面積を正確に知ることは困難であるが、接合強さに重大な影響を及ぼしているであろうことは容易に推察できる。このことは、破断が介在物層を通過進行している様子が観察されたことから裏づけられた。つまり、大気中での共晶接合ではこの介在物が接合品質を阻害し、かつその接合界面に占める割合の大小が接合強さを変動させる根本原因であろうと考えられる。

一般に、接合品質を損う介在物としては酸化物が知られている³⁾。そこで、ここでもまず、高倍率の EPMA による酸素の面分析を行なったところ、Fig. 11 b) みるように、a) 図の介在物に相当する部分に対応して高い濃度の酸素の分布が明瞭に確認された。さらに、この酸化物形態を推定するため、この部分の組成に関する分析を行なった。介在物に関与すると予想された 6 元素について介在物部分を含む接合層及び健全と判断される接合層を横断する EPMA 線分析の結果を Fig. 12 に示す。まず、健全な接合部は銀と銅によって構成され、前述のようにその厚さは約 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ である^{*6}。これに対し、介

Fig. 12 Line analysis at bonds by EPMA

(a) at inclusions
(b) at sound bonds

在物相当部では銀、銅ともに減少しており、逆に酸素の $K\alpha$ がピークを示している。また、これと同一部分での鉄成分も著しく高く、台座金属内にその分散状態が認められる鉄よりも明らかに高いピークとなっている。すなわち、この介在物は主として鉄と酸素から形成されている。

次に、接合時におけるこの鉄酸化物の形成原因について考察する。今、接合界面近傍に存在する銀、銅及び鉄の組成元素に対し、相対的に化学的に安定な各々の化合物形態として Ag_2O 、 Cu_2O および FeO を考え、それぞれの酸化物生成自由エネルギーをみると鉄のそれが格段に小さい⁴⁾。具体的には、溶融・排出の発生が開始される直前の例えば $I=7.7\text{ kA}$ 、 $T=10$ サイクル目の接合条件において、接合界面温度が 700°C 程度に加熱された時点を考えても、1 気圧酸素中での銅の酸化物生成自由エネルギー $\Delta G^\circ(\text{Cu}) = -26\text{ kcal}$ 程度に対して、鉄の場合は $\Delta G^\circ(\text{Fe}) = -48\text{ kcal}$ とかなり小さい。従って、大気中酸素の存在下における加熱によって鉄の酸化が優先的に進行し、もともと銅表面に形成されている酸化物も還元されるものと考えられる。なお、一般に銀は室温においてさえ酸化物をほとんど形成しないとされており、このような高温条件下における酸化・還元反応にはあずからないものと判断される。以上から、鉄酸化物と同定された接合界面における介在物は、主として次のように生成されるものと考えられる。すなわち、

また、もともと表面に形成されていた銅酸化物の一部には、次のような反応も進む。すなわち、

さらに、Fig. 12 の a) 及び b) 図におけるチャートと比較すれば明らかなように、接合界面における酸素の存在によって台座金属中に分散した鉄が界面に凝集し、より安定な酸化物形態をとって界面介在物を形成していることが伺える。

また、接触子の接合を対象とする場合、台座には一般的にばね特性の要求されるので、鉄の他、りん、すず、ベリウムなどの金属元素を含有する例が多いが、これ

*6 厚さは $0.2\sim 1.0\text{ }\mu\text{m}$ の広範囲にわたっているが、平均的にみると $1.0\text{ }\mu\text{m}$ 程度である。

Fig. 13 Conceptual view of vapor shield process in pressure bonding

らの元素は共通的に酸化物生成自由エネルギーが小さい活性な元素が大半であるため、いずれの場合でもここでの検討結果と同様の傾向を示すものと考えられる。

さらに、鉄を含有しない工業用純銅試験材においてもその接合界面に銅酸化物と推定される酸化介在物の存在が認められ、大気中における接合においては、本法のように界面での溶融・排出を生ぜしめてさえ、界面介在物を有さない高い接合部品質を確保することは本質的に困難であると判断された。

以上、共晶反応を利用して界面近傍金属の溶融・排出を生ぜしめると、相対的に安定した高い接合強さを確保できるものの、剝離試験の結果においては界面剝離形態を呈し、接触子の接合部品質基準としての母材破断形態の要求を満足しないことを明らかにした。この接合部界面においては鉄酸化物と同定される介在物が存在し、界面全体にわたって分散しているが、この介在物は接合条件に大電流値を採用して溶融・排出量を増しても消失させることはできず、接合品質を母材破断形態に改善することはできない。

5. 蒸気シールドの採用による接合部品質の改善

接合界面での酸化介在物の生成を抑制して安定な接合性を確保することが、結果的に、剝離試験において母材破断形態に改善できる接合品質を保障する要件となる。そこで、ここでは加熱・接合における界面のシールド・清浄化を達成しうる手段として考案した蒸気シールド方式の採用を検討した。すなわち、従来のろう付に用いられるフラックス成分のうち、塩素イオンや弗化物などのように化学的な食刻作用を有するもの^{*7}以外のモノマー系溶剤成分がシールドの役割を持つらしい点に注目し、この作用の適用を考えた。すなわち具体的には、工業的に入手が容易なエタノールに着目し、その加熱にともなう分解反応によって還元作用を発揮するのではないかと考えた。

接触子の抵抗熱源応用加圧接合法に蒸気シールド方式を採用した概念を、模式的に Fig. 13 に示す。その基本的なプロセスは、図に見るように、下部電極上に所定の位置関係で載置した接点と台座の接合部周辺に所定量の液体を供給し、ひきつづき上部電極を降下させて所定加

Fig. 14 Cross-sectional view after peel test of contact-bar bonded under vapor shield

Fig. 15 Relation between heat input and peel strength of contact-bar bonded under vapor shield

圧力で加圧し、通電・加熱するというきわめて単純なものである^{*8}。

蒸気シールドによる接合部品質の改善を見るため、上記と同一接合条件で作製した50個の接触子を、第4項で実施したと同様の剝離試験に供した。その結果、大気中加熱の場合とは対照的に50個全数が銀の母材破断形態となり、本研究で目標とする合格基準を安定に満足できることがわかった。試験後の典型的な断面を Fig. 14 に示す。

同様に第4項での方法に準拠して、入熱量と剝離強さの関係を調査した。その結果を Fig. 15 に示すが、入熱投下量の増加に対応して接合強さが安定に確保されていくことがわかる。同時に、接合部界面では酸化介在物がほとんど観察されず、平均的には Fig. 12 b) と同様の分析結果が得られた^{*9}。すなわち、蒸気シールド方式を採用すると、接点と台座の界面シールド・清浄化の効果により、酸化の影響を受けずに高い接合性が確保できると言える。なお、同等の強さを確保するうえで、電流値が大なるほど必要入熱は小さくなる傾向を示すが、これは接合時間が短くなることにともなう熱損失の減少傾向が反映されたものと考えられる。

以上のように、剝離試験、及び入熱と接合強さの相関性の観点から、接合部品質の向上に対する蒸気シールド方式の有効性を明らかにし、とくに、剝離試験の結果を

*7 接合部におけるフラックス残流の問題(洗浄工程の必要性、公害及び接合部の長期腐食劣化)を解消することも本研究の目的の1つである。

*8 蒸気シールドの作用機構及びその方式の構成要件に関しては、続報にて述べる。

*9 この点については続報にて詳述する。

本研究の目標品質基準である安定な母材破断形態に改善できた。

6. 結 言

非鉄金属材料に対する抵抗熱源応用高精度・高品質加圧接合法の開発において、本報では、電磁接触器などに用いられる $\phi 4 \times 12$ mm の銀接点と $W 5 \times 127 \times t 0.7$ mm の銅基合金台座の組合せによる接触子の接合への応用を考え、第1報及び第2報で検討した高精度化の概念がここにも適用できることを明らかにしたうえ、接合部品質上の問題点を解明するとともに、蒸気シールドの採用による品質改善効果を検討した。得られた主な結論は、以下のとおりである。

(1) 高温時の変形抵抗がより大きな台座金属側にモリブデン電極、変形しやすい銀接点側に銅・タングステン電極を配置、構成することにより、台座金属と電極間での通電路が限定・確保されて接合部界面を効率よく加熱でき、材料変形を抑制しつつ界面近傍金属の溶融・排出による共晶接合を達成できる。

(2) 大気中加熱による接合部形成及びその品質上の特徴として、次の事項を明らかにした。

(a) 剝離試験では、界面剝離形態となり、その強さの変動も大きい。

(b) 溶融・排出を生じさせると、相対的に高い接合

強さが得られる。

(c) 入熱量と接合強さの相関は、不明瞭である。

(d) 接合部界面（厚さ約 $1.0 \mu\text{m}$ の接合層内）には介在物が点在している。EPMA 分析の結果から、介在物は鉄酸化物と判断される。すなわち、被接合材界面での酸素の存在・供給が品質上の問題である。

(3) 蒸気シールド方式の採用による接触子試験材の接合部品質の改善効果として、次の事項を立証した。

(a) $I = 7.7 \text{ kA}$, $P = 23.5 \text{ MPa}$, $T = 15$ サイクルの標準条件によって作成した試験材に対する剝離試験において、その破断形態を本研究における接合部品質目標基準である母材破断に改善できる。

(b) 入熱の投下量と接合部強さとの間には一定電流値の下で明瞭な相対関係が得られ、安定な接合性を確保できる。

参 考 文 献

- 1) 町田他：接合部の温度上昇特性及び温度分布の制御についての検討，本誌，Vol.4, No.1 (1986) 39
- 2) 町田他：接合の高精度化に対する電極構成の適正化に関する検討，本誌，Vol.5, No.1 (1987) 30
- 3) 橋本他：ベリリウム銅合金の固相溶接に関する研究（第1報），本誌，Vol.2, No.1 (1984) 149
- 4) 日本金属学会編：金属便覧，丸善，第3版，(1971) 241
- 5) 大谷：金属表面工学，日刊工業，146