

特集 表面分析による電氣的導通現象の解析*

Surface Analysis of the Electric Contact Mechanism

杉村和男

Kazuo SUGIMURA

川村守男

Morio KAWAMURA

Automobiles have a number of electrical connectors, contacts and brushes. To ensure the reliability of such parts it is necessary to clarify the electrical conduction phenomena at the surface of contact. Some disturbing phenomena that inhibit good electrical conductivity have been observed at the surface of contact, such as oxidation due to heat and wear due to friction. It is important to clarify these phenomena. In this paper, some examples of the observational analysis carried out to clarify the increase in the contact resistance phenomenon that occurs at the site of contact on metal surfaces are reported.

Key words: Surface analysis, Electric contact mechanism, Oxide, Sulfide, Organic silicon gas, Contact, Connector, Contact resistance

1. はじめに

最近の自動車は、各種制御機能の進展により、センサ、電子機器および配線が増加する傾向がみられ、それらを接続するためにコネクタが数多く使用されている。また、スイッチ、リレーなどの接点、スタータ、エアコン用のブロワモータなどの電機ブラシ等においても、小型化、超寿命化などが要求されており、高信頼性の確保が重要な課題となっている。これら接点、コネクタ等の電氣的接続部品 (Fig. 1 参照) においては、接触部の接触抵抗の変化が製品性能に大きく影響するため、接触部でおきる金属表面変化を解析し、接触抵抗増加現象を明らかにすることが重要である。そこで、本報では筆者らが過去に解析した事例を紹介する。

2. 電氣的導通現象

電氣的に導通させるには、金属同士を強く接触させて金属接触部をできるだけ多くする必要があり、その大小により導通のしやすさが決まる。また、金属接触

を妨害することとして酸化や硫化による汚染皮膜による接触抵抗の増加がある。これらの要因が複雑に絡み合って、電氣的導通が得られている。

3. 不具合モードとその原因

電氣的接触面を拡大してみると Fig. 2 に示すように凸凹しており、金属接触している部分と皮膜に覆われている部分がみられる。このような形状の接触面において車両の振動により磨耗や接触部の移動あるいは、電氣的な負荷状態の変化等によるアーク発生などの現象がおきており、それらの現象が進行することにより接触抵抗の増加という問題を引き起こす。それらの不具合現象を整理した図を Fig. 3 に示す。

不具合は、接触不良にかかわるものと破損等の機械的不良に大別される。接触不良に関しては、塵埃付着、構成材料からのガス付着によるものや樹脂の成形工程内で発生するバリの付着等がある。腐食については、大気汚染の影響や構成材料から発生する腐食性ガスによるものがある。機械的不良については、コネクタや接点のバネ材などの応力腐食割れによる破損や材質的に同種の接点同士が凝着する現象がある。

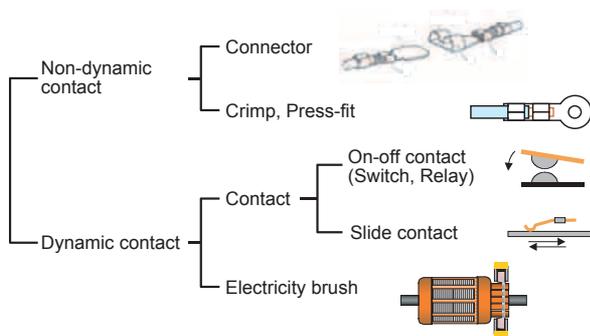


Fig. 1 Electric contact part

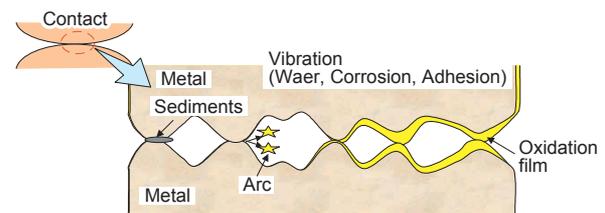


Fig. 2 Mechanism with a contact surface

* マイクロアナリシス研究懇談会の了解を得て、「2003年第21回マイクロアナリシス研究懇談会講演要旨集」より、一部加筆して転載

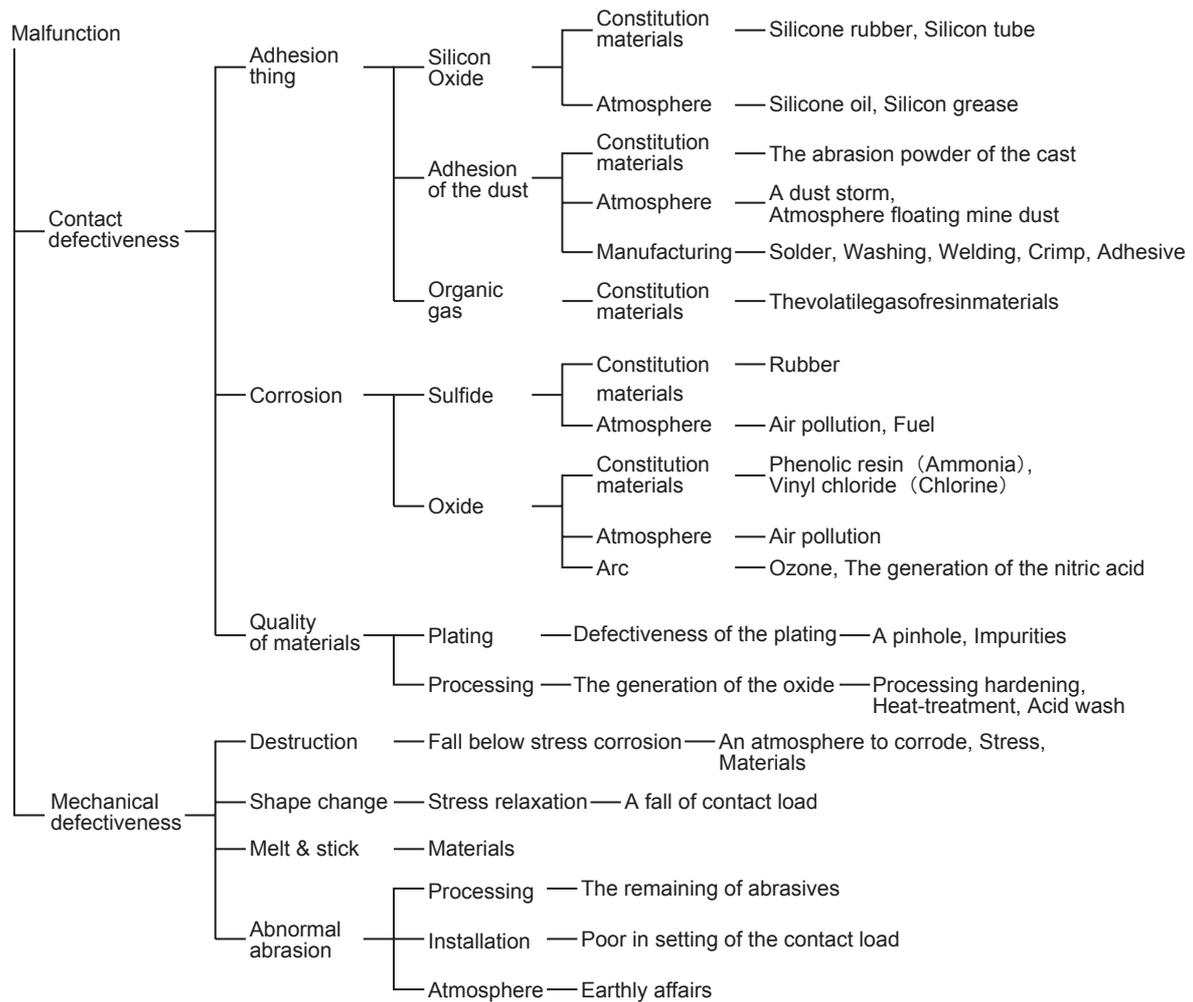


Fig. 3 An outbreak mode of the malfunction and the relations of the cause¹⁾

今回、紹介する事例はいずれも、汚染皮膜生成による接触抵抗の増加による接触不良現象についてである。接触抵抗 (R) は、接触面積により左右される集中抵抗 (R_c) と接触面に生成した酸化皮膜などの皮膜抵抗 (R_f) 及び構成材料の固有抵抗 (R_o) の総和である (式(1)参照)。この中で集中抵抗と固有抵抗は、材料および形状により決まり、ほぼ一定の抵抗となると考えられ、最も注意しなければいけないのが、皮膜抵抗である。皮膜抵抗は、生成した皮膜の種類と膜厚に依存しており (式(2)参照)、膜厚が一定以上に達すると接触抵抗が増加し、接触不良に至ると考えられる。

$$R = R_c + R_f + R_o \quad (1)$$

$$R_f = \Phi t \cdot d / \pi \cdot a^2 \quad (2)$$

ここで、 R : 接触抵抗 R_c : 集中抵抗 R_f : 皮膜抵抗
 R_o : 固有電気抵抗 Φ : 皮膜の抵抗率
 d : 皮膜厚さ a : 真実接触面積の半径

4. 解析ステップ

不具合が発生し、現品が回収された部品を調査解析するステップについて、筆者らが実施している分析調査ステップをFig. 4に示す。通常、接触不良等で回収された不具合品については、不具合の発生状況等の情報を詳細に収集する。この情報収集が不十分であると原因を間違った方向へ向けてしまうこととなるので、非常に重要である。次に製品部品としての性能チェック、あるいは電氣的導通の測定であり、これにより不具合部位を特定する。特定するには、製部品の専門的な知識等が必要な場合が多いので、専門部署と一緒に実施するか、専門部署に任せの方がよい場合もある。

また、分析調査であるが、まずは物をよく観察することである。目視、拡大鏡、あるいは走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy: 以下SEMと略す) などで詳細に観察する。そのときに注意したいのは、不具合品だけを見るのではなく、良品と比較しながら見るのが重要なポイントである。その観察結果により、

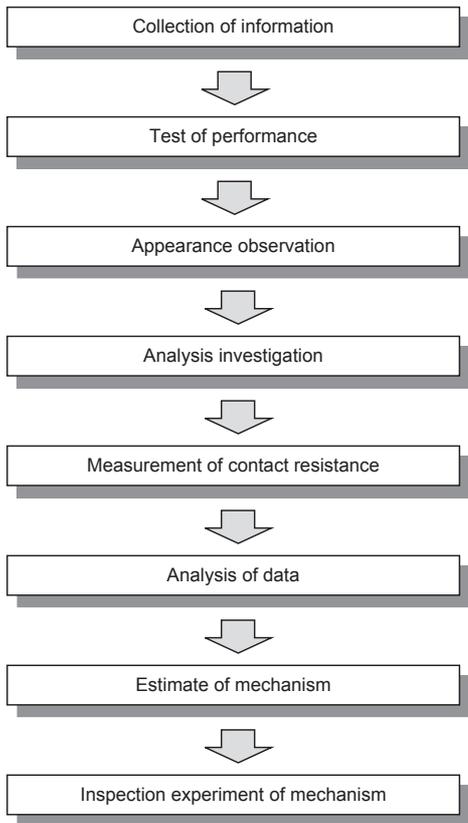


Fig. 4 Flow of analysis investigation

次の分析方法を選択する。接点面がオイル等の有機物で汚れている場合には、フーリエ変換赤外分光分析 (Fourier Transform Infrared Spectroscopy: 以下FT-IRと略す) により直接反射法等で分析し、オイルの種類を特定する。次にそのままの状態電子線マイクロアナライザー (Electron Probe Micro Analyzer: 以下EPMAと略す) あるいは、SEM-EDX (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: 以下SEM-EDXと略す) で付着物の元素分析 (定性分析, 面分析) を実施する。更に詳細な情報が必要と判断したときは、X線回折 (X-ray Diffraction: 以下XRDと略す), X線光電子分光分析 (X-ray Photoelectron Spectroscopy: 以下XPSと略す), 飛行時間型二次イオン質量分析 (Time of Flight Mass Spectrometer: 以下TOF-SIMSと略す) などにより結晶構造, イオン結合状態を測定する (Fig. 5参照)。

これらの分析の後に接触面の点接触抵抗を測定し, 分析結果と接触抵抗との関係を明らかにし, 抵抗増加の原因物質を明らかにする。ついで, メカニズムを推定し, そのメカニズムを検証するために再現試験等を実施し, 再現試験終了品を不具合品と比較分析して, 再現していることを確認する。これらの一連の調査解析により, 一つの不具合現象を解明したことになる。

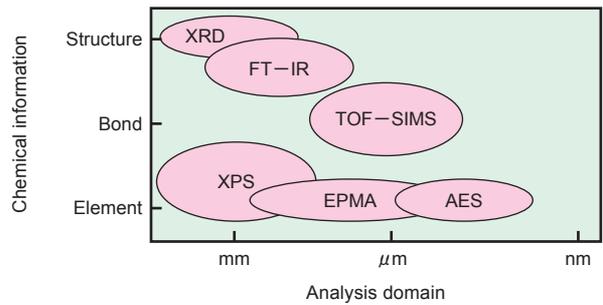


Fig. 5 Analyzer and relations of the chemical information

5. 分析調査使用設備

分析調査に使用する設備とその代表的な測定条件をTable 1に示す。

6. 解析事例紹介

コネクタ, 接点等の電気導通部を有する製部品の回収品を調査解析した事例を3例紹介する。

6.1 酸化皮膜の解析事例

酸化皮膜の事例としては, すずめっきコネクタ (Fig. 6参照) の接触抵抗が増加した事例を紹介する。接触抵抗が増加したコネクタは車両のエンジンに直に取り付けられており, その接触部の外観はFig. 7に示すように茶色に変色していた。更に詳細に観察すると微小な磨耗粉がみられた。また, その部分をEPMAにより分析した結果, 接触部より酸素を多量検出した。

Table 1 Equipment & measurement condition

Equipment	Measurement condition
EPMA: EPM1600 (Shimadzu)	Acceleration voltage: 15 kV Sample electric current: 20 nA Beam diameter: 5 μm
XPS: AXIS-ULTLA (Shimadzu)	X-ray target: Al Acceleration Energy: 15 kV - 10 mA Pass Energy: 20eV Up take angle: 90°
TOF-SIMS: TOF-SIMS-IV (ION-TOF)	First ion: Ga Acceleration Energy: 15 kV - 600 pA
Point contact resistance: MS-880 (KSPartInstitute)	Probe material: K625R (Au alloy) Point shape: 0.5R

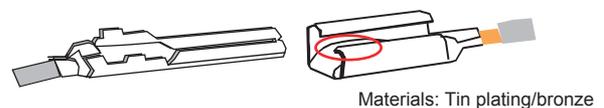


Fig. 6 The appearance of the connector

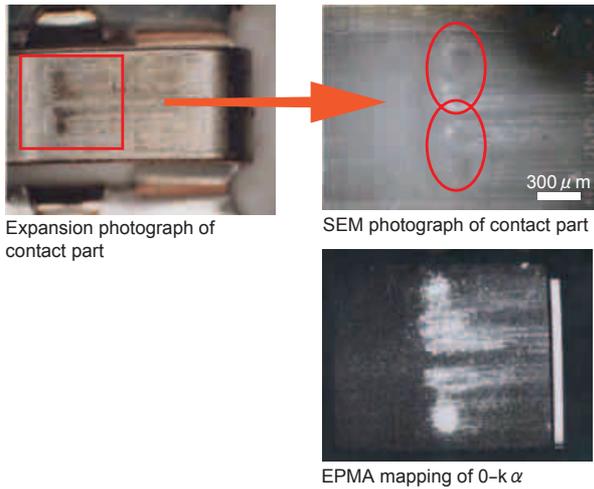


Fig. 7 Appearance photograph and an EPMA analysis result of the point of contact

その接触部の点接触抵抗を測定した結果、酸素を検出した部分の接触抵抗が高いことを確認した (Fig. 8参照).

これらの結果より、接触抵抗増加のメカニズムを推定した。推定したメカニズムは、車両の振動により接触部が微しゅう動磨耗を起し、磨耗粉を生成するとともに酸化される現象が繰り返され、酸化物が堆積して接触抵抗が増加するメカニズムである。通常、このような現象をフレティングコロージョンという。対策としては、コネクタターミナル部がエンジンあるいは

は車両の振動により動かないようにするために固定し、更にワイヤーハーネスの取り回しを変更した。

6.2 硫化皮膜の解析事例

銀系の接点材料が使用環境により硫化することはよく知られており²⁾、パラジウム等を添加して耐硫化性を向上させている。本事例も耐硫化性を考慮した銀-パラジウム合金からなる接点が硫黄化合物を含む雰囲気中でしゅう動することにより硫化物が生成され、接触抵抗が増加した事例である。接触抵抗が増加した接点表面の外観は黒く変色しており、EPMAによる分析でSが検出された。更に詳細にみると黒く変色している部分は、接触しゅう動面であり、その部分からはSが多めに検出されていることが確認できた (Fig. 9参照)。更に接点表面の接触抵抗を点接触抵抗計で測定し、その部分のEPMAによるS量との関係で整理した結果、S量として0.5%を超えると接触抵抗として100Ω近くに達しており接触抵抗増加不具合になることが判明した (Figs. 10&11参照)。

このようにEPMAによる定量値と点接触抵抗値との関係を計ることにより、接触抵抗を増加させている成分が何でどのくらい影響しているかが、明確にできる。硫化による接触抵抗増加メカニズムは、硫黄化合物雰囲気中で接点がしゅう動することにより、接点の新生策としては、接点を耐硫化性に優れる材料であるAu系の材料へ変更した。

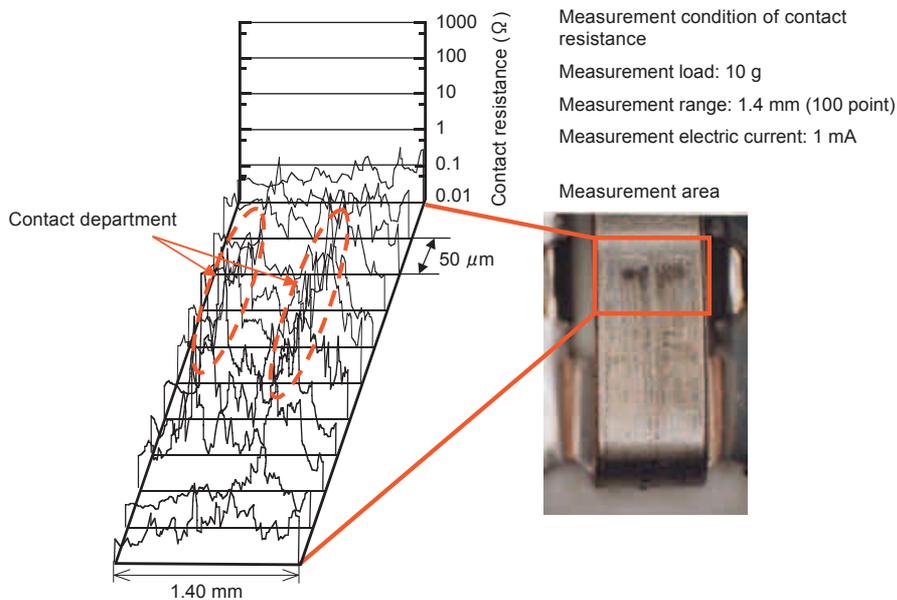
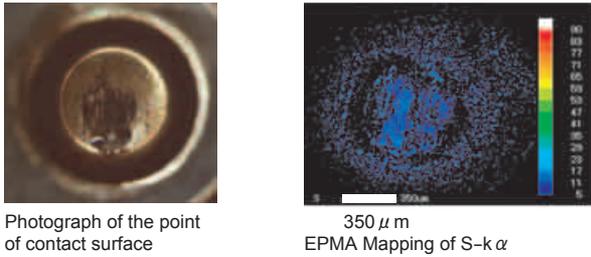


Fig. 8 The measurement result of the point contact resistance of the contact department



Photograph of the point of contact surface
 EPMA Mapping of S-kα
 350 μm
 Fig. 9 Appearance photograph and EPMA analysis of the point of contact surface

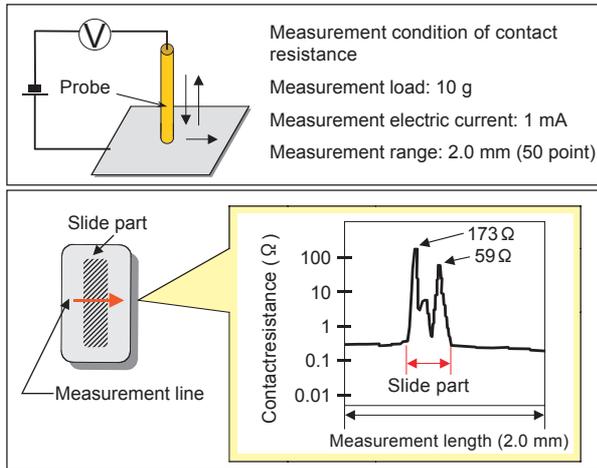


Fig. 10 The measurement of the point contact resistance

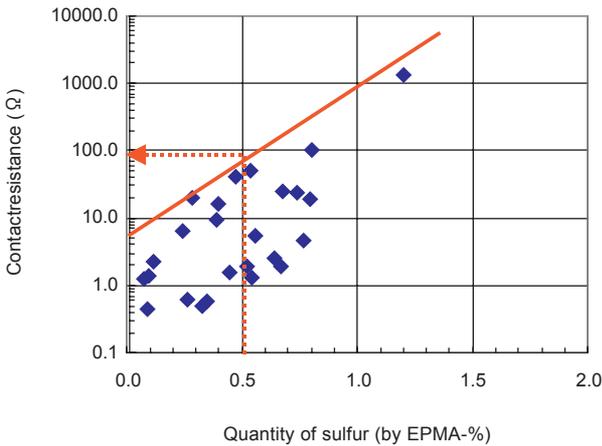


Fig. 11 Quantity of sulfur and the relations of the contact resistance

6.3 酸化シリコン皮膜の解析事例

樹脂、ゴム等の構成材料から発生する微量な有機シリコンガスにより接点表面に酸化シリコンからなる不導体皮膜が生成し、接触抵抗が増大化する不具合現象は、古くから知られている³⁾⁴⁾ この不具合は、次の三つの条件が重なることにより発生する。

- ①構成材料からの有機シリコンガスの発生
- ②有機シリコンガスの接点への付着と酸化シリコン生成
- ③酸化シリコンの堆積（接触抵抗増大化）

これらの条件のうち、②の酸化シリコンの生成条件について、Fig. 12に示すモデル実験により確認した。シリコンガス発生量が一定濃度となるように発生量を事前に測定したシリコンゴムを一定量入れたガラス容器内に金属板（純Au）を貼り付けたセラミックヒーターを挿入し、金属板の温度を100℃から500℃まで段階的に変化させ、金属板表面で有機シリコンから酸化シリコンへ変化する状態をTOF-SIMSにて分析し確認した。

実験の要因と水準をTable 2に示す。金属板の表面

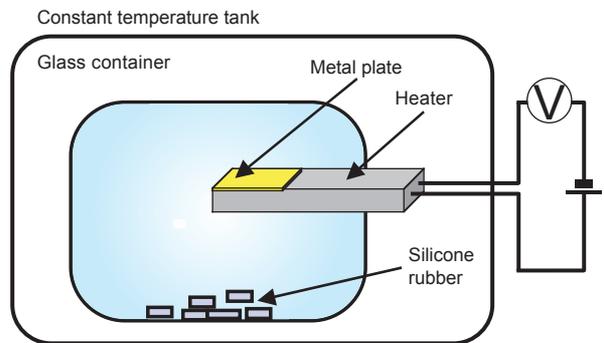


Fig. 12 Outline of model experiment

Table 2 Factor and the condition of the experiment

Factor	Measurement condition
The atmosphere density (Organic silicon gas)	The early days of 100 ppm
Metal plate	Au-plate
Examination time	60 minutes
Temperature of a metal plate	100 °C
	150 °C
	200 °C
	250 °C
	300 °C
	500 °C

をTOF-SIMSにより測定したスペクトルの一例をFig. 13に示す。金属板表面からは、有機シリコンによる質量数73 ((CH₃)₃Si), 93 ((CH₃)₃SiO), 163 ((CH₃)₃Si₂O₂), 147 ((CH₃)₃Si₂O) と酸化シリコンによる28 (Si), 60 (SiO₂) が検出されており、金属板表面で有機シリコンから酸化シリコンへ変化していることが確認できた。次に測定したスペクトルから質量数73を有機シリコンとして、質量数28と60の合計を酸化シリコンとしてそのイオン強度を表面温度との関係で整理した結果、有機シリコンによる質量数73のイオン強度は温度の上昇とともに減少する傾向がみられた。それとは反対に、酸化シリコンによる質量数28と60のイオン強度は200℃以上から増加していることが確認された。

コンが生成付着する。更に酸化シリコンの生成が繰り返され、付着量が数%を超えると接触抵抗が増加し不具合に至るというメカニズムである。

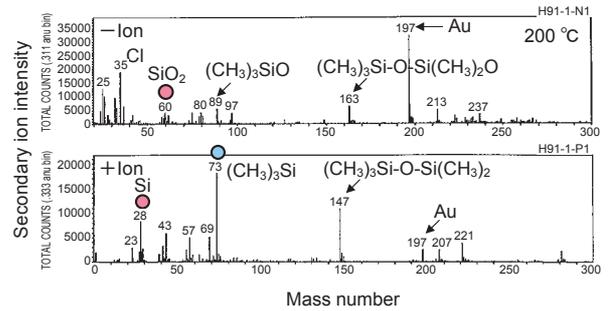


Fig. 13 TOF-SIMS data of the metal plate surface

この結果より、有機シリコンから酸化シリコンへの変化は接点表面の温度が200℃以上で起き始めており、更に温度が上昇すると増加することを確認した (Fig. 14参照)。次に酸化シリコンの付着量と接触抵抗の関係を明確にするために実機の接点表面の酸化シリコン付着量をEPMAによりSi量として定量し、同一個所の接触抵抗値を点接触抵抗計で測定し、両者の関係を求めた。その結果Si量として数%を超えると接触抵抗は急激に上昇しており、接触抵抗増大化による不具合が発生することを確認した。

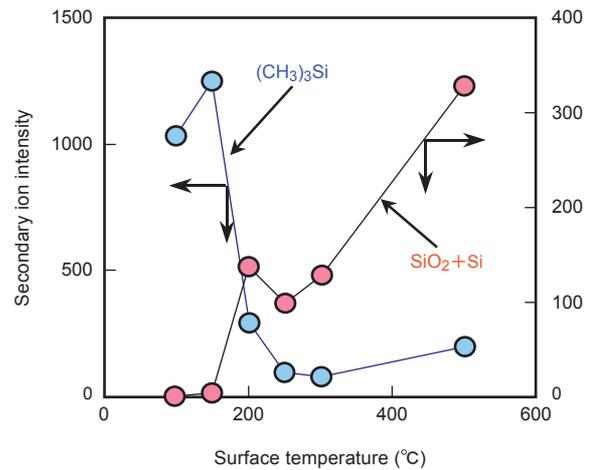
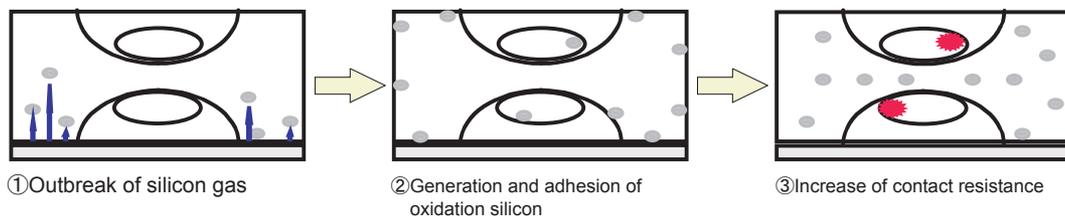


Fig. 14 Surface temperature and relation of quantity of adhesion

以上の解析結果により、有機シリコンによる接触抵抗増加不具合のメカニズムをFig. 15のように推定した。構成材料から発生した低分子量の有機シリコンガスが接点表面近傍に浮遊あるいは付着し、接点が発動する時に発生する熱により、酸化分解し酸化シリ

◆Mechanism of contact resistance variation



◆Estimation of chemical equation 200 - 300 °C

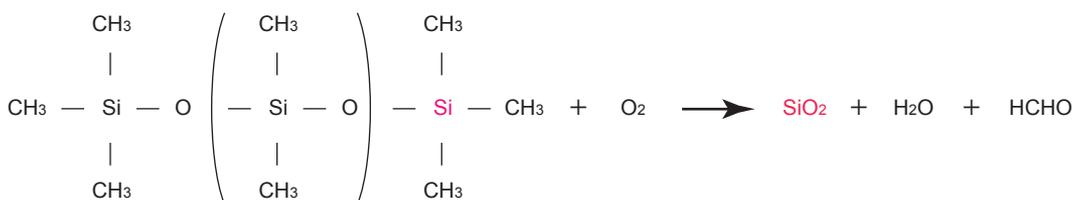


Fig. 15 Mechanism of the contact resistance increase by the organic silicon gas

7. おわりに

電氣的導通現象を表面分析手法により解析した事例を紹介したが、いずれの不具合も Fig. 16に示すように①構成材料 ②作動条件 ③使用環境の三つの要因が複合的に重なり合ったところでおきており、原因を解明するには、そのことを十分理解して対応することが重要である。また、メカニズムを正しく解析するには、一つの手法によるのではなく、複数の手法を組み合わせることで総合的に解析することが重要である。

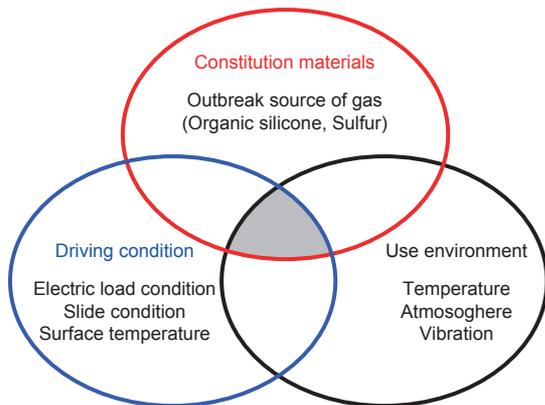


Fig. 16 Condition to occur of electric inconvenience

<参考文献>

- 1) 小島清計：接点障害の実状と技術対策，田中貴金属工業株式会社（1982），p. 12.
- 2) 高村 実：EMPAによる電気接点の障害解析，第15回電子線マイクロアナリシス研究懇談会講演要旨集（1996），p. 3-1.
- 3) 吉村隆ら：EMC76-41，シリコン化合物の接触信頼性に与える影響（1976）.
- 4) 黒井章次，玉井輝雄：EMC90-29，接触面でのSiO₂成膜の生成（1990）.



<著 者>



杉村 和男
(すぎむら かずお)
材料技術部
材料分析業務に従事



川村 守男
(かわむら もりお)
材料技術部
材料分析業務に従事