

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-203650
(P2004-203650A)

(43) 公開日 平成16年7月22日(2004.7.22)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C04B 37/02	C04B 37/02	3B116
B08B 7/00	B08B 7/00	4G026
B23K 1/20	B23K 1/20	E
	B23K 1/20	H

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2002-373174 (P2002-373174)	(71) 出願人	000005832 松下電工株式会社 大阪府門真市大字門真1048番地
(22) 出願日	平成14年12月24日 (2002.12.24)	(74) 代理人	100087767 弁理士 西川 恵清
		(74) 代理人	100085604 弁理士 森 厚夫
		(72) 発明者	横山 浩司 大阪府門真市大字門真1048番地松下電工株式会社内
		(72) 発明者	魚留 利一 大阪府門真市大字門真1048番地松下電工株式会社内

最終頁に続く

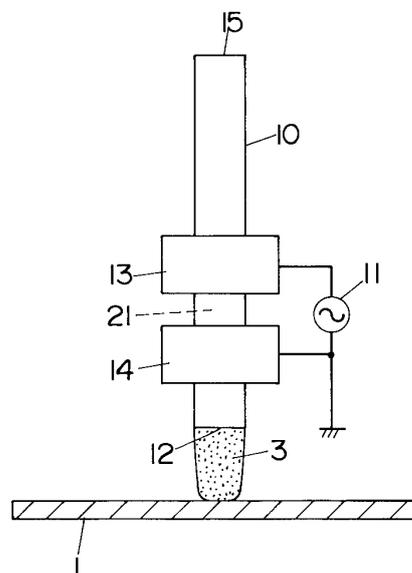
(54) 【発明の名称】 セラミック部材の洗浄方法

(57) 【要約】

【課題】セラミック部材と金属部材との接合強度を高めることができるセラミック部材の洗浄方法を提供する。

【解決手段】セラミック部材1に金属部材をロウ付けする前に、セラミック部材1のロウ付けする部分にプラズマ3を供給する。セラミック部材1の表面のロウ付けする部分に付着した有機物をプラズマ3により除去することができ、上記の有機物がセラミック部材1と金属部材との接合を阻害するようなことがなくなる。

【選択図】 図1



1…セラミック部材
3…プラズマ

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

セラミック部材に金属部材をロウ付けする前に、セラミック部材のロウ付けする部分にプラズマを供給することを特徴とするセラミック部材の洗浄方法

【請求項 2】

セラミック部材のロウ付けする部分に供給されるプラズマが酸素プラズマであることを特徴とする請求項 1 に記載のセラミック部材の洗浄方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、セラミックで形成されるセラミック部材と金属で形成される金属部材とをロウ付けする前に行われるセラミック部材の洗浄方法に関するものである。

10

【0002】

【従来技術】

従来より、セラミック部材と金属部材をロウ付けにより接合することが行われている（例えば、特許文献 1～4 参照）。

【0003】

特許文献 1 には、アルミナセラミックス絶縁筒に Fe - Ni 合金や Fe - Ni - Co 合金で形成されるフランジ板や中間シールド体をロウ付けした真空開閉器が記載されている。

【0004】

特許文献 2 には、アルミナ円板の表面にコバルト製の管をロウ付けするセラミックスと金属の接合方法が記載されている。

20

【0005】

特許文献 3 には、複数個の半導体素子を装着したセラミック基板に金属製の蓋部を半田層により融着したセラミックパッケージの封止方法が記載されている。

【0006】

特許文献 4 には、セラミック端子板を金属容器に半田付けして接合するセラミック端子板の気密接合方法が記載されている。

【0007】

【特許文献 1】

特開昭 56 - 19833 号公報（特許請求の範囲等）

30

【特許文献 2】

特開昭 58 - 55383 号公報（特許請求の範囲等）

【特許文献 3】

特開昭 61 - 67940 号公報（特許請求の範囲等）

【特許文献 4】

特開昭 61 - 105858 号公報（特許請求の範囲等）

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記特許文献 1～4 に記載のようなセラミック部材の表面には製造時における焼結工程等で有機物が付着していることが多く、この有機物がセラミック部材と金属部材との接合を阻害して接合強度が低いという問題があった。

40

【0009】

本発明は上記の点に鑑みてなされたものであり、セラミック部材と金属部材との接合強度を高めることができるセラミック部材の洗浄方法を提供することを目的とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明の請求項 1 に係るセラミック部材の洗浄方法は、セラミック部材 1 に金属部材 2 をロウ付けする前に、セラミック部材 1 のロウ付けする部分にプラズマ 3 を供給することを

50

特徴とするものである。

【0011】

また、本発明の請求項2に係るセラミック部材の洗浄方法は、セラミック部材1の口ウ付けする部分に供給されるプラズマ3が酸素プラズマであることを特徴とするものである。

【0012】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を説明する。

【0013】

セラミック部材1としては、アルミナ、石英ガラスなどの公知のセラミック材料を用いて、板状や箱状等の所望の形状に形成されたものを例示することができる。

10

【0014】

金属部材2としては、銅、アルミニウム、ステンレス鋼、Fe-Ni合金などの公知の金属材料を用いて、板状等の所望の形状に形成されたものを例示することができる。

【0015】

上記のセラミック部材1と金属部材2を口ウ付け（口ウ接合）するための口ウ材4としては、加熱により熔融する低融点の金属材料で形成することができ、例えば、Ag-Cu-Ti合金やMo-Mn合金など、従来から口ウ付けに使用されているものを用いることができる。

【0016】

図2(a)(b)に本発明の洗浄装置の一例を示す。この洗浄装置は、円管等の真っ直ぐな筒状に形成される反応容器10の外周の全周に亘って複数（一対）の電極13、14を接触させて設けると共に電極13、14を上下に対向させて配置することによって形成されており、電極13、14の間に対応する位置において反応容器10内の空間が放電空間21として形成されている。また、電極13、14は交流（高周波）またはパルス状の電圧を発生する電源11と電気的に接続されており、上側に配置される一方の電極13は高圧電極として、下側に配置される他方の電極14は低圧電極（接地電極）としてそれぞれ形成されている。尚、電極13、14はそれぞれ一個ずつ以上あれば何個あっても良い。また、反応容器10の内径は適宜設定可能であるが、例えば、0.1~10mmに形成することができる。

20

【0017】

反応容器10は高融点の絶縁材料（誘電体材料）で形成されるものである。反応容器10を構成する絶縁材料の誘電率は放電空間21におけるプラズマの低温化の重要な要素であって、具体的には絶縁材料として、石英、アルミナ、イットリア部分安定化ジルコニウムなどのガラス質材料やセラミック材料などを例示することができる。また、反応容器10の上面はガス導入口15として略全面に亘って開放されていると共に反応容器10の下面は吹き出し口12として略全面に亘って開放されている。このガス導入口15と吹き出し口12は反応容器10内の放電空間21と連通するものである。

30

【0018】

電極13、14は、例えば、銅、アルミニウム、真鍮、耐食性の高いステンレス鋼（SUS304など）などの導電性の金属材料で形成することができる。また、電極13、14は環状に形成されているが、その内周形状は反応容器10の外周形状に対応して円環状（リング状）に形成されている。そして、電極13、14の内側に反応容器10を挿着することによって、反応容器10の外周に電極13、14が取り付けられている。この時、電極13、14の内周面は反応容器10の外周面に全周に亘って接触させて配置していると共に電極13、14は吹き出し口12の上方において上下に対向させて配置されている。また、電極13、14の間隔は放電空間21においてプラズマ3を安定に生成するために3~20mmに設定するのが好ましい。

40

【0019】

電源11としては、交流またはパルス状の電圧を発生するものであって、プラズマ3を放電空間21で連続的に生成するのに必要な電圧（例えば、0.5~5kV）を発生し、反

50

反応容器 10 内の放電空間 21 において上記の電圧を電極 13、14 間に印加することができるものを用いる。本発明において電極 13、14 間に印加する電圧が交流電圧の場合は、その周波数を 1 kHz ~ 200 MHz に設定するのが好ましい。交流電圧の周波数が 1 kHz 未満であれば、放電空間 21 での放電を安定化させることができなくなり、プラズマ処理を効率よく行うことができなくなる恐れがある。また、交流電圧の周波数が 200 MHz を超えると、放電空間 21 でのプラズマ 3 の温度上昇が著しくなり、反応容器 10 や電極 13、14 の寿命が短くなる恐れがあり、しかも、被洗浄物であるセラミック部材 1 が熱的損傷を受けたり、装置が複雑化及び大型化する恐れがある。また本発明において放電空間 21 に発生する（印加する）印加電力の密度は $20 \sim 3500 \text{ W/cm}^3$ に設定するのが好ましい。この印加電力の密度が 20 W/cm^3 未満であれば、放電空間 21 でプラズマ 3 を十分に発生させることができなくなり、逆に、印加電力の密度が 3500 W/cm^3 を超えると、安定した放電を得ることができなくなる恐れがある。尚、印加電力の密度 (W/cm^3) は、（放電空間 21 に投入される電力 / 放電空間 21 の体積）で定義される。

10

【0020】

本発明ではプラズマ生成用ガスとして、希ガスや窒素ガスをそれぞれ単独で用いたりあるいは希ガスと反応性ガスの混合気体を用いたりすることができる。希ガスとしてはヘリウム、アルゴン、ネオンなどを例示することができ、これらを単独で用いたり併用したりすることができる。反応性ガスとしては酸素ガス、水素ガスなどを例示することができるが、本発明ではセラミック部材 1 から除去する汚染物が脂肪族系化合物などの炭素を主成分とする有機物であるので、酸素ガスを用いるのが好ましい。

20

【0021】

プラズマ生成用ガスの希ガスとしてアルゴンとヘリウムの混合ガスを用いる場合は、反応容器 10 に供給されるアルゴンとヘリウムの総流量に対してヘリウムの流量が 10 ~ 30 vol% にするのが好ましい。ヘリウムの流量が 10 vol% 未満であれば、アーク放電の発生を抑える効果が低くなる恐れがあり、ヘリウムの流量が 30 vol% を超えると、相対的にアルゴンの流量が低くなってプラズマ 3 を効率よく生成することができなくなってプラズマ洗浄の効率が低くなる恐れがある。

【0022】

また、プラズマ生成用ガスの反応性ガスとして酸素ガスを用いる場合は、反応容器 10 に供給されるプラズマ生成用ガスの総流量に対して酸素ガスの流量が 0.5 ~ 5 vol% に設定するのが好ましく、これにより、反応容器 10 内でプラズマ 3（酸素プラズマ）が効率的に生成されて有機物の除去性能を大きくすることができ、同時にセラミック部材 1 に対するアーク放電も防止することができるものである。酸素ガスの流量が 0.5 vol% 未満では、十分な有機物の除去性能が得られなくなる恐れがあり、一方、酸素ガスの流量が 5 vol% を超えると、放電が不安定になる恐れがある。尚、プラズマ生成用ガスの反応性ガスとして水素ガスを用いる場合は、反応容器 10 に供給されるプラズマ生成用ガスの総流量に対して 0.3 ~ 3 vol% の流量に設定するのが好ましい。

30

【0023】

そして、上記のような洗浄装置を用いてセラミック部材 1 の表面の洗浄を行うにあたっては、次のようにして行う。まず、ガス導入口 15 から反応容器 10 内にプラズマ生成用ガスを導入すると共にプラズマ生成用ガスを反応容器 10 内で上から下に向かって流して放電空間 21 に導入する。次に、電源 11 により電極 13、14 間にパルス状又は交流の電圧を印加し、この電圧の印加により放電空間 21 にパルス状又は交流の電界を印加する（生じさせる）ことによって、大気圧近傍の圧力下（ $93.3 \sim 106.7 \text{ kPa}$ （ $700 \sim 800 \text{ Torr}$ ））で放電空間 21 にグロー状の放電（誘電体バリア放電）を発生させると共にグロー状の放電でプラズマ生成用ガスをプラズマ化してプラズマ活性種（例えば、イオン、電子、ラジカル等）を含むプラズマ 3 を生成し、この後、図 1 に示すように、プラズマ 3 を吹き出し口 12 から下方にプラズマジェット（ジェット状のプラズマ）として流出させ、吹き出し口 12 の下側に配置されたセラミック部材 1 の表面にプラズマ 3 を

40

50

吹き付けて（照射して）供給する。吹き出し口 1 2 とセラミック部材 1 の表面との間の距離は吹き出し口 1 2 から吹き出されるプラズマ 3 の流速、プラズマ生成用のガスの種類、セラミック部材 1 の厚みや形状等によって適宜設定可能であるが、例えば、2 ~ 10 mm に設定することができる。そして、このようにセラミック部材 1 の表面にプラズマ 3 を供給することによって、図 3 に示すように、プラズマ 3 に含まれている活性種 6 をセラミック部材 1 の表面に供給し、この活性種 6 によりセラミック部材 1 の表面に付着している有機物の汚染物を CO₂ などに分解することができ、これにより、セラミック部材 1 の表面から汚染物を除去して洗浄することができるものである。この後、図 4 に示すように、セラミック部材 1 の表面の洗浄した部分にろう材 4 を用いたろう付けにより金属部材 2 を接合するものである。ろう付けは公知の方法を採用することができ、例えば、ろう材 4 を介してセラミック部材 1 と金属部材 2 とを重ね合わせた後、加熱等によりろう材 4 を熔融させ、この後冷却により再びろう材 4 を固化させることによって、セラミック部材 1 と金属部材 2 とをろう付けすることができる。

10

【0024】

そして、本発明では、セラミック部材 1 に金属部材 2 をろう付けする前に、セラミック部材 1 のろう付けする部分にプラズマ 3 を供給するので、セラミック部材 1 の製造における焼成工程等でセラミック部材 1 の表面のろう付けする部分に付着した有機物をプラズマ 3 により除去することができ、上記の有機物がセラミック部材 1 と金属部材 2 との接合を阻害するようなことがなくなって、セラミック部材 1 と金属部材 2 との接合強度を高めることができるものである。

20

【0025】

また、プラズマ 3 として、酸素ガスを含有させたプラズマ生成用ガスを用いて生成される酸素プラズマを用いることによって、上記の洗浄効果に加えて、セラミック部材 1 の表面を過剰に酸化させて接合表面（ろう付けする部分）に酸素（原子）が多く存在する活性状態にすることができ、ろう材 4 の成分（例えば、Ti や Mn など）とセラミック部材 1 の表面の酸素とを化学結合させることができ、セラミック部材 1 とろう材 4 との接合強度を高めることができるものであり、この結果、セラミック部材 1 と金属部材 2 との接合強度もさらに高めることができるものである。

【0026】

また、本発明ではセラミック部材 1 のろう付けする部分のみに局所的（スポット的）にプラズマ 3 を供給して洗浄するのが好ましい。セラミック部材 1 にプラズマ 3 を供給して洗浄すると、有機物の除去によりろう材 4 に対するセラミック部材 1 の表面の濡れ性が向上するが、ろう付けしない部分まで濡れ性を向上させると、ろう付けする際に不要な部分にまで熔融状態のろう材 4 が流れ出して絶縁不良等が生じる恐れがある。そこで、本発明ではセラミック部材 1 のろう付けする部分のみに局所的にプラズマ 3 を供給して洗浄するものであり、これにより、セラミック部材 1 のろう付けしない部分の濡れ性を向上させないようにして熔融状態のろう材 4 が流れ出すのを防止することができるものである。

30

【0027】

尚、本発明は各種のセラミック部材 1 の洗浄に適用することができるが、例えば、電気自動車やハイブリッドカーなどに用いられる EV (Electric Vehicle) リレーの筐体はセラミックで形成されているので、この筐体をセラミック部材 1 として洗浄した後、洗浄部分に固定接点等の金属部材 2 をろう付けで接合することができる。

40

【0028】

【実施例】

以下本発明を実施例によって具体的に説明する。

【0029】

図 1、2 に示す洗浄装置（松下電工（株）製のスポット型大気圧プラズマ処理装置 Aiplasma）を用いてセラミック部材 1 の洗浄を行った。セラミック部材 1 としては長さ 50 mm、幅 20 mm、厚み 3 mm のアルミナ製の平板を用いた。洗浄装置の反応容器 10 としては外径 5 mm、内径 3 mm の石英ガラス管を用いた。また、電極 13、14 は銅製であっ

50

て、高さ20mm、外径が23mm、内径が反応容器10の外径よりやや大きい環状に形成されたものを用い、これら電極13、14を間隔5mmで上下に対向させて反応容器10の外周面に配設した。プラズマ生成用ガスとしては、Arを1.75リットル/分、酸素ガスを22.1cc/minの割合で混合したものを用いて反応容器10に導入した。そして、100Wで13.56MHzの条件で高周波(交流)電圧を電極13、14間に印加し、大気圧下で酸素プラズマを発生させ、この酸素プラズマを吹き出し口12から5mm下側で30mm/秒の速度で搬送する上記セラミック部材1の表面に供給して洗浄(プラズマ処理)を行った。この洗浄はセラミック部材1の表面に設けた3mm幅の口ウ付けする部分のみに施した。

【0030】

そして、上記の洗浄を行ったセラミック部材1の表面をX線光電子分光法(XPS)で分析した結果、炭素が18%、酸素が53%であった。これは、未洗浄のセラミック部材1の表面の分析結果の炭素27%、酸素44%に比べて、炭素が減少し、酸素が増加しているものである。従って、洗浄されたセラミック部材1の表面は、汚染物質である有機物が減少していると共に酸素が多く含まれて活性状態にあるといえる。

10

【0031】

また、洗浄したセラミック部材1の口ウ付け部分(洗浄部分)に口ウ材4を用いて金属部材2を口ウ付けした。口ウ材4としてはAg-Cu-Ti合金を用い、金属部材2としては長さ30mm、幅2mm、厚み1mmのFe-Ni合金製の平板を用いた。そして、口ウ付けした金属部材2のセラミック部材1に対する剥離強度(引張り強度)を測定した結果、15MPaとなり、未処理のセラミック部材1の表面に上記と同様にして金属部材2を口ウ付けした場合の剥離強度12MPaに比べて、剥離強度が大きくなった。従って、洗浄によりセラミック部材1と金属部材2との接合強度を高めることができたものである。

20

【0032】

【発明の効果】

上記のように本発明の請求項1の発明は、セラミック部材に金属部材を口ウ付けする前に、セラミック部材の口ウ付けする部分にプラズマを供給するので、セラミック部材の表面の口ウ付けする部分に付着した有機物をプラズマにより除去することができ、上記の有機物がセラミック部材と金属部材との接合を阻害するようなことがなくなって、口ウ付けによりセラミック部材と金属部材との接合強度を高めることができるものである。

30

【0033】

また、本発明の請求項2の発明は、セラミック部材の口ウ付けする部分に供給されるプラズマが酸素プラズマであるので、セラミック部材の表面を過剰に酸化させて口ウ付けする部分に酸素が多く存在する活性状態にすることができ、口ウ材の成分とセラミック部材の表面の酸素とを化学結合させることができ、セラミック部材と口ウ材との接合強度を高めることができるものであり、この結果、セラミック部材と金属部材との接合強度もさらに高めることができるものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態の一例を示す概略の正面図である。

40

【図2】同上の洗浄装置の一例を示し、(a)は斜視図、(b)は断面図である。

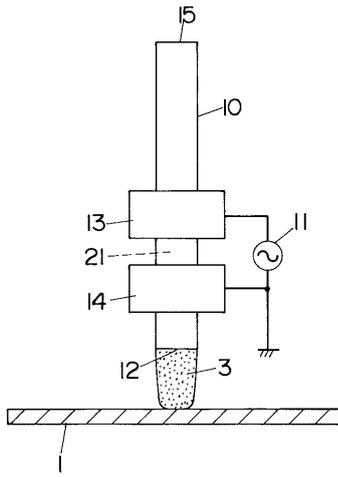
【図3】同上の洗浄時の状態を模式的に示す説明図である。

【図4】同上のセラミック部材と金属部材の口ウ付け状態を示す断面図である。

【符号の説明】

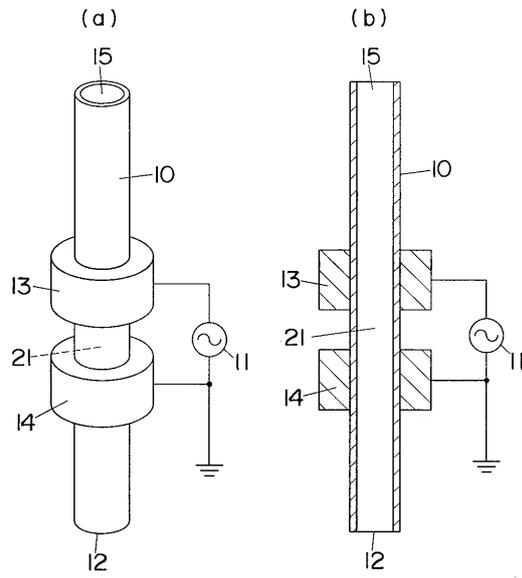
- 1 セラミック部材
- 2 金属部材
- 3 プラズマ

【 図 1 】

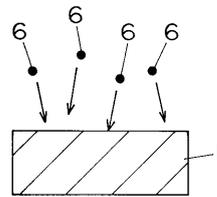


1…セラミック部材
3…プラズマ

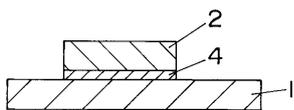
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(72)発明者 相馬 誠

大阪府門真市大字門真1048番地松下電工株式会社内

(72)発明者 野間 真二郎

大阪府門真市大字門真1048番地松下電工株式会社内

Fターム(参考) 3B116 AA46 AB01 BC01

4G026 BA03 BB22 BB25 BB26 BB27 BB33 BC01 BD08 BF16 BF24

BF31 BG02 BH06