

鉛フリーはんだの蛍光X線分析の高度化 ～ 分析値安定化のための試料採取方法 ～

精密・電子技術部門

依頼試験として持ち込まれた鉛フリーはんだに、同一試料内で組成の不均一が見られました。熔融はんだを採取する際の冷却速度に着目し、生産現場で実践可能な分析試料採取方法を検討した結果、急冷させてはんだを採取することで組成の不均一さは軽減できました。企業では、この「急冷はんだ採取法」を採用し、はんだの組成管理を行っています。

■鉛フリーはんだの蛍光X線分析時の課題

生産現場では、鉛フリーはんだ（銀、銅を含む）の銅含有量の管理が必要なため、熔融はんだ槽からはんだを採取して、凝固させたはんだ試料を蛍光X線分析（XRF）により管理しています。その分析において、複数の企業で凝固させたはんだ試料の分析値がばらつき、組成の管理が困難になる課題がありました。

これは、熔融はんだから分析用試料を採取する際、徐冷条件下ではんだ凝固が行われるため、試料が多結晶状態になっていることが原因と推測されます。実際にX線回折による結晶構造の評価と電子線マイクロアナライザー（EPMA）による面分析を行ったところ、 Ag_3Sn 、 Cu_6Sn_5 の回折線が見られ、銀、銅の偏析状態が確認されました（図1、図2(a)）。

■試料採取方法の改善

はんだの採取方法が課題と考え、生産現場で実践可能な方法として、組成の均一化を図るため急冷による採取方法を検討しました。急冷はんだと徐冷はんだの偏析状態を比較するため、結晶構造の評価と面分析をしたところ、徐冷はんだで見られた銀、銅の偏析が、急冷はんだでは軽減しました（図1、図2(b)）。また、より正確な分析方法と比較するため、はんだを溶液化して誘導結合プラズマ発光分析した結果（検定値）と蛍光X線分析した結果を比較したところ、表1に示すとおり、急冷はんだでは検定値と良好な一致を得ました。これにより急冷はんだ採取法を、生産現場ではんだの組成管理に適用できる方法として提案しました。

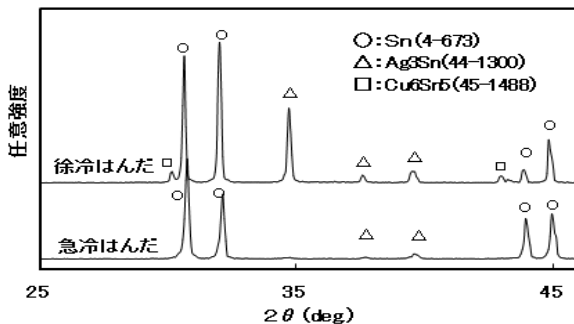
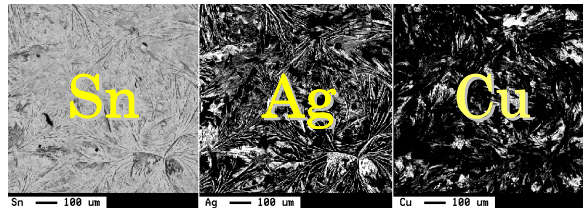
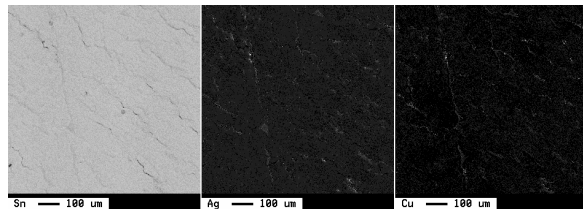


図1 X線回折図形



(a) 徐冷はんだ



(b) 急冷はんだ

図2 EPMA面分析結果

表1 蛍光X線分析の定量結果

分析線	Ag (%)		Cu (%)
	AgK α	AgL α	CuK α
検定値(※1)	2.99		0.504
XRF(急冷)	2.90	3.70	0.491
XRF(徐冷)	2.86	6.56	1.11

(※1: 誘導結合プラズマ発光分析法による)

表1の徐冷はんだの分析結果を考察すると、蛍光X線分析において表面の情報が強く得られる低いエネルギーの特性X線(AgL α 線・CuK α 線)による分析では、表面近傍に銀や銅が偏析しているため検定値に対して定量値は高くなります。一方、高いエネルギーの特性X線(AgK α 線)による分析では、分析領域が最表面から深くまで及ぶため、表面近傍に偏析している銀の影響は小さくなり、検定値に近い値になります。このような特性も考慮して、生産現場での分析手順を決めておく必要があります。

工業技術総合センター
精密・電子技術部門 化学部 曾根原浩幸
TEL:0266-23-4000 FAX:0266-23-9081
E-mail:sonehara-hiroyuki@pref.nagano.lg.jp