

# 膜乳化法による球状はんだ粒子の製造に関する研究\*

溝添 光洋\*<sup>1</sup>・山本 建次\*<sup>1</sup>・清水 正高\*<sup>1</sup>・鳥越 清\*<sup>1</sup>

Research on manufacture of the spherical solder particle by membrane emulsification

Mitsuhiro MIZOZOE, Kenji YAMAMOTO, Masataka SHIMIZU and Kiyoshi TORIGOE

現在、電子部品の高密度実装工程においてはソルダーペーストと呼ばれる電子材料が用いられている。本研究においては、膜乳化法によるソルダーペースト用微細はんだ粒子の製造技術について検討を行った。各種、条件検討を行った結果、平均粒径5  $\mu\text{m}$  までの単分散な鉛フリーはんだ粒子を製造可能とした。得られた粒子は不定形粉が無く、従来法と比較して形状が良好であった。また、はんだ粒子の酸素濃度を測定したところ、粒径に依らず従来法より酸素濃度が低いことが明らかになった。

キーワード：膜乳化、単分散、はんだ微粒子、鉛フリーはんだ、ソルダーペースト

## 1 はじめに

近年、携帯電話、デジタル家電に代表されるように我々の身の回りの電子機器は急速に小型化、高性能化が進んでいる。これを支えているのは、電子部品自体の小型化、高性能化に加え、一定の基板面積上に、より高密度に電子部品を搭載する、いわゆる高密度実装技術の進展による部分が大きい。このような高密度実装工程において用いられるソルダーペースト用のはんだ粒子は、現在、20~30  $\mu\text{m}$  程度の粒径のものが用いられているが、将来的には、スクリーン印刷によるソルダバンプ形成やインクジェット方式によるパターン形成などの用途を目的として粒径10  $\mu\text{m}$  以下の、非常に微細な粒子についても需要が見込まれている。

一方、従来のはんだ粒子の製造方法としては、熔融はんだを高速回転する円盤上に滴下して微粒子化する回転円盤法や、はんだ槽より滴下した熔融はんだに気体を高速で吹き付けることにより微粒子化するガスアトマイズ法が挙げられる。しかしながら、生成粒子の粒径分布が広いため分級工程が不可欠であり、また粒径10  $\mu\text{m}$  以下の粒子に関しては生成する量が少ないため、製造コストが高

くなり、現状では採算ベースでの製造が困難であると言われている。

本研究においては、膜乳化法によるソルダーペースト用はんだ粒子、特に将来的に需要の見込まれる粒径10  $\mu\text{m}$  以下の微細はんだ粒子の製造技術に関する検討を行った。

## 2 実験方法

### 2-1 使用物質

原料となるはんだ合金には、RoHS指令による鉛フリー化の動向を考慮し、千住金属工業(株)製の鉛フリーはんだ合金M705 (Sn-3.0Ag-0.5Cu、熔融温度217~220 $^{\circ}\text{C}$ )を主に用いた。油剤には植物油、鉱物油、合成系油剤等を用いた。乳化剤には、飽和脂肪酸、不飽和脂肪酸、金属石鹼、脂肪酸エステル等の各種界面活性剤を用いて検討を行った。

### 2-2 油剤及び乳化剤のスクリーニング

膜乳化法によりはんだ粒子を製造する際には、油剤及び乳化剤から成る連続相をはんだの融点以上に加熱し、その中で液体はんだ粒子を生成させ、その後冷却することにより、固体のはんだ粒子を回収する。

その際に、液体はんだ粒子同士の合一を防ぐため乳化剤を添加することが必要であり、その選定が非常に重要である。

\* 機能性材料の開発と応用 (第一報)

\* 1 材料開発部

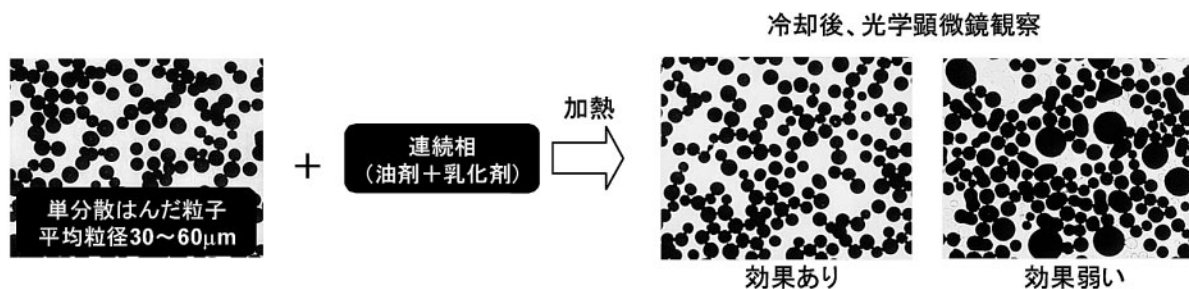


図1 油剤及び乳化剤スクリーニング手順

しかしながら、実際に粒子を製造する際には、共昌はんだ (Sn-37Pb) においても183℃以上、鉛フリーはんだM705 (Sn-3.0Ag-0.5Cu) の場合には220℃以上に加熱する必要があり、非常に高い温度で有効な乳化剤を見出す必要があった。

そこで図1のような手順でスクリーニングを実施した。

予め、比較的粒径のそろったはんだ粒子を準備し、これをはんだの融点以上に加熱した連続相 (油剤及び乳化剤) に投入した。その後、融点以上の温度で約30分間保持した後に、室温まで冷却し、光学顕微鏡による形状観察を行い、合一防止効果の有無を判定した。

### 2-3 膜乳化実験

スクリーニングにより、効果が認められた油剤及び乳化剤の組み合わせについて、下記の方法により膜乳化を行った。

膜乳化実験に用いた装置の概念図を図2に示す。膜モジュールは外圧式のモジュールを使用し、SPG膜は外径10mmのパイプ状SPG膜を用いた。

使用するSPG膜は、適切な条件下において、生成粒子の粒径が使用する膜細孔径の約3倍となる<sup>1)</sup>ことから、目的とする粒径の約1/3の平均細孔径を有するものを適宜使用した。

実験の手順としては、最初に、連続相を容器に入れ、連続相の温度が均一になるように攪拌機により攪拌しながら連続相をヒーターで加熱した。連続相の温度がはんだの融点以上になったところで、溶融はんだを分散容器に入れ、定量吐出ポンプを用いて、溶融はんだをSPG膜に加圧圧入した。生成した液体はんだ粒子は、冷却容器中で冷却され、固体のはんだ粒子として堆積した。

その際、①連続相の攪拌速度 (膜内側の連続相

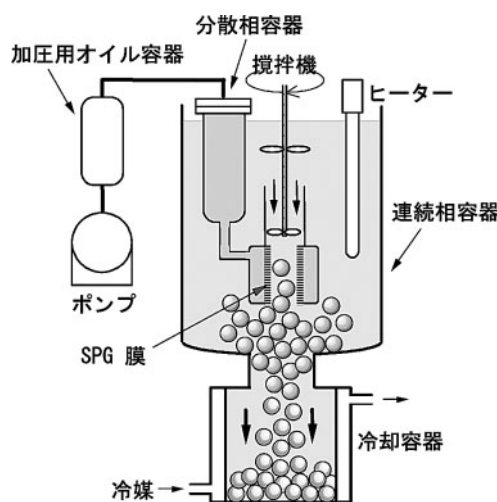


図2 膜乳化装置の概念図

流速)、②溶融はんだのSPG膜への圧入速度③油剤、乳化剤の種類及び乳化剤濃度を変えながら実験を行い、最適な条件の探索を行った。

回収したはんだ粒子は洗浄、乾燥を行った後、各種、物性評価を行った。

### 2-4 はんだ粒子の物性評価

膜乳化法で製造したはんだ粒子について、光学顕微鏡及びFE-SEM (日立製作所、S-800M) により観察を行い、従来法によるはんだ粒子との比較を行った。粒径分布測定にはレーザー回折/散乱式粒度分布測定装置 (島津製作所、SALD-2000) を用いた。また、はんだ粒子中の全酸素濃度は酸素・窒素分析装置 (堀場製作所、EMGA-523AJ) により測定を行った。

## 3 結果及び考察

### 3-1 スクリーニング結果

スクリーニングを行ったところ、液体はんだ粒子の合一防止効果が認められるものは、加熱の前

後で粒径が変化しないのに対し、効果が弱い場合には、程度の差はあるものの粒子同士の合一が見られた。また、全く効果がない場合には、投入した直後に粒子同士が速やかに合一し、大きな単一の液滴となった。

### 3-2 膜乳化実験結果

各種、製造条件の検討を行った結果、最終的に平均粒径  $5\mu\text{m}$  までの鉛フリーはんだ粒子を製造可能とした。また、鉛フリーはんだM705 (Sn-3.0Ag-0.5Cu) 以外の共晶はんだ、Sn-Bi系の低融点はんだ等の、合金組成の異なるものについても検討を行ったところ、同様に製造が可能であった。

単分散な粒子が得られる条件下において、生成粒子の平均粒径は用いたSPG膜細孔径の約3倍であったが、目的の粒径が小さくなるほど3倍より大きくなる傾向があった。また、目的とする粒径が小さくなるほど、乳化剤の濃度を高くする必要があった。

### 3-3 はんだ粒子の評価

膜乳化法により製造した平均粒径  $5\mu\text{m}$  相当の鉛フリーはんだ粒子の電子顕微鏡写真を図3に、粒径分布測定結果を図4に示す。

膜乳化法により製造した粒子は、全く分級を行っていないにもかかわらず、非常に粒径の揃った粒子が得られていることが分かる。

粒径分布の測定結果も、電子顕微鏡による観察結果と一致して、非常にシャープなピークを示している。

また、図5に膜乳化法及び従来法により製造された粒子の形状比較を示す。ガスアトマイズ法により製造された粒子(右)は不定形粉やサテライ

ト粒子を多く含むのに対し、膜乳化法により製造した粒子(左)ではこれらが、全く観察されなかった。さらに、膜乳化法による粒子は非常に真球度が高いことが分かる。

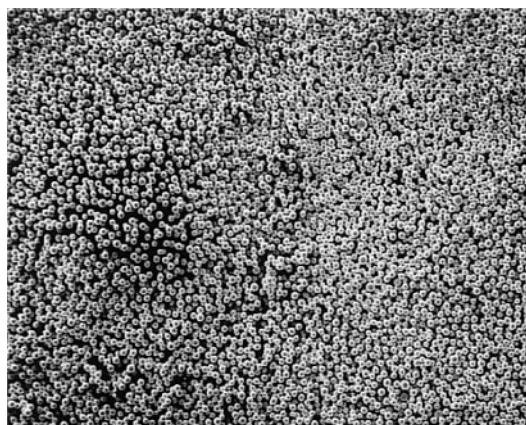


図3 膜乳化法により製造した鉛フリーはんだ粒子

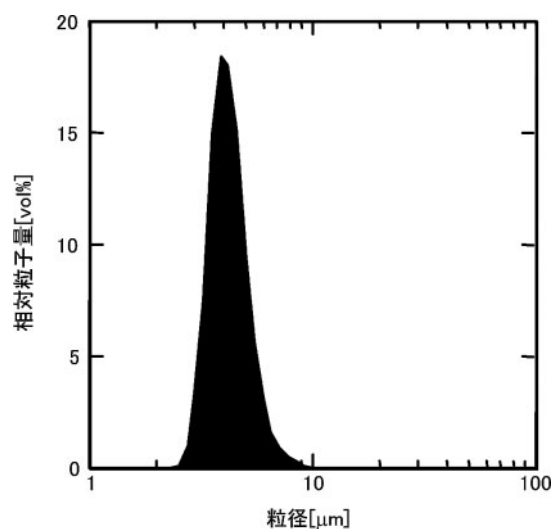


図4 粒径分布測定結果

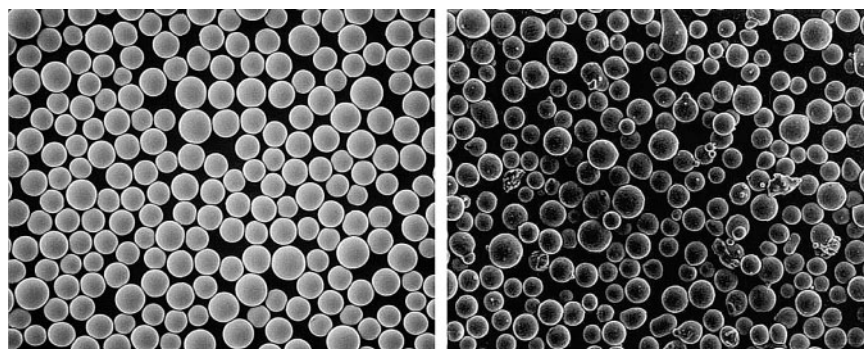


図5 電子顕微鏡写真による形状比較  
(左：膜乳化法、右：ガスアトマイズ法+分級)

実際に、ソルダーペーストとして用いる際には、はんだ粒子の表面酸化の程度が、はんだ付け性に大きな影響を与えることが予想される。また、比表面積は粒径に反比例して大きくなるため、粒径が小さくなるほど酸化の影響を考慮する必要がある。

図6に粒径ごとの酸素濃度測定結果の比較を示す。粒径が小さくなるにつれて、膜乳化法及びガスアトマイズ法で製造した粒子のいずれも酸素濃度が増大した。しかしながら、同じ粒径においては膜乳化法の方が従来法よりも酸素濃度が低く、はんだ粒子中の酸素濃度が約30%程度低減されていることが明らかになった。

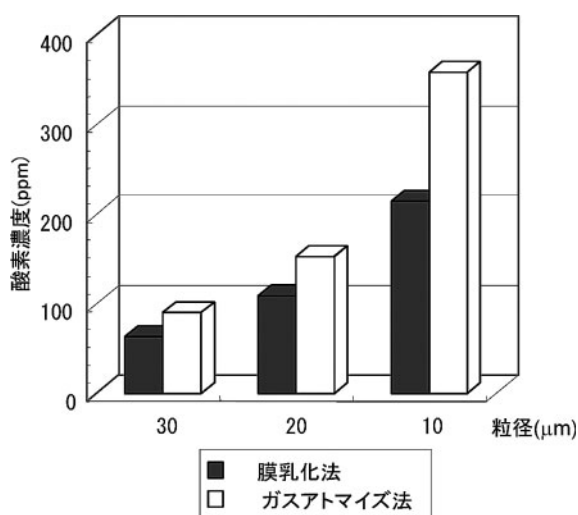


図6 鉛フリーはんだ粒子中の酸素濃度比較

#### 4 まとめ

各種、製造条件の検討を行った結果、従来技術では安定した製造が困難な粒径10 μm以下の微細な粒子についても、効率的な製造が可能であった。

また、膜乳化法により製造した粒子は①生成粒子の粒径分布が狭い②粒子の真球度が高く、不定形粉やサテライト粒子が発生しない③従来法で製造したはんだ粒子と比較して、粒子中の酸素濃度が低いという、従来技術よりも優れた特徴を有していることが明らかになった。

#### 5 参考文献

- 1) 清水正高, 鳥越清, 赤崎いづみ, 中島忠夫, 第36回SPGフォーラム講演要旨集, 78(2001)