

413 Sn-Pb はんだの時効変化における α 相、 β 相の濃度測定

(株) 本田技術研究所 栃木研究所

○大釜 俊洋

木村 知之

千住金属工業 (株)

小刀 欄 康

Alpha- and Beta-phase Density of Sn-Pb Soldering Material due to Time Progression.
by Toshihiro Okama. Tomoyuki Kimura. Yasumi Kotone.

1. 緒言

年々電装電子部品等は、小型、軽量化と高性能、多機能化が進むためはんだ接合部が微細、微小になり熱等によるはんだ接合部をとりまく環境も厳しくなっている。特にENG ROOM内で使用している電装電子部品等は厳しい環境下であると言える。このため最近、電装電子部品等の故障よりそれらを接続しているはんだのクラックによって故障する割合が多い事が判ってきた。クラックが発生した場所の表面や断面を観察すると、クラックの近傍では必ずと言って良いほど、はんだ組織の粗大化が起こっている。電装電子部品を使用していく立場としてはんだ組織の粗大化挙動を把握した上で、はんだ接合部の高信頼性化を確保する必要がある。そこで、本研究では、どのような機構で粗大化が進行していくかその解析を目的とし、はんだは加熱した時、拡散しながら固溶限濃度に近づくと言われており、今回は50% Sn-Pb はんだの α 相 (Pbリッチ)、 β 相 (Snリッチ) に着目して、 α 、 β 相中の Pb、Sn 濃度変化と析出との関連で検討した結果を報告する。

2. 実験試料及び実験方法

2-1. 供試材と Sn-Pb 系はんだについて

実験にはいずれも J I S S 級の不純物レベルのはんだを用いた。この合金は、鉛側に広い固液共存領域と、大きい固溶度変化を持っている事が特徴であり、これが Sn-Pb 合金の時効変化の現象に深く関係している。本実験では、粗大化の挙動は、高温状態での固溶度変化に伴う溶質原子の移動ではないかと考え、加熱時効中の α 相中の Sn 濃度変化を調べる事にした。この目的においては、共晶はんだでは α 相、 β 相が細かい層状となり、E PMA 分析が困難なので、初晶 α が出る 50% Sn-Pb で実験する事にした。

2-2. E PMA による加熱時効過程での濃度測定

2-1 で述べた様に、はんだの時効変化は、初晶 α の微視的な結晶粒内の偏析がこの系の合金の性質に大きく影響しているため、加熱時効過程での α 、 β 各相中の Sn、Pb 濃度を計測しながら、組織の状態についても観察を行う事とした。

上記の目的を達するため、試験片は Sn-Pb はんだを、283℃ に溶解したものを常温の鉄板上に厚さ数 mm となる様に流し、通常の鋳型鋳造よりは急冷鋳造した試験片を得た。これを 5 mm 角に切断し観察に供した。Table-1 に加熱時効条件をまとめて示す。濃度を測定した領域は $1\mu\text{m}\phi$ に設定し測定点数は、 α 相は 8 点、 β 相では 2 点とし、E PMA により定量した。本実験においては、加熱時効による濃度の経時変化及び組織の変化を観るため、測定場所は同じ場所を追跡調査した。実験手順として、まず、鋳造直後の試験片について濃度を計測し、その後所定の温度の恒温槽に保持する。次に加熱時効した試験片を常温まで放冷し、1 時間以内に濃度の計測を終える。この操作を Table-1 に準じて行った。

3. 実験結果とその検討

3-1. E PMA による加熱時効過程での濃度測定

Table-2 に測定結果をまとめて示した。鋳造直後 (加熱時効前) の初晶 α 内では急冷による偏析の為、場所による濃度のバラツキが観られたが外周部と中心部でその濃度分布に傾向はなく不規則であった。しかし、加熱時効過程では、各温度における平衡状態の濃度に近づく事が確認された。これは、Sn、Pb が平衡状態への移行の過程で析出、固溶を行いながら相平衡の自由エネルギーを下げる形で変化していくためである。また、どの試料についても状態図に示される Sn、Pb の最大固溶限以下で、それを越える事はなかった。初晶 α の加熱時効過程での組織変化を Fig-2 に示した。初晶 α を取り囲む形で存在する共晶組織は、経時的に粗大化しているが、初晶 α は全くその形を変えずに原形をとどめている。これは、粒界が小さい程単位体積当たりの粒界に蓄えられる自由エネルギーが大きい為、共晶部分が先に粗大化して行く。共晶部分の粗大化が律速に近くなってくると、その外周に周囲の α 相がはりつき始め、 α 相としては粗大化し始める。また、初晶 α 内部では、過飽和分の β 相が丸い粒状に析出し、拡散をしていく。析出の状態は粒状が大半で、層状の β 相は、鋳造直後においてもあまり観られなかった。

4. 結言

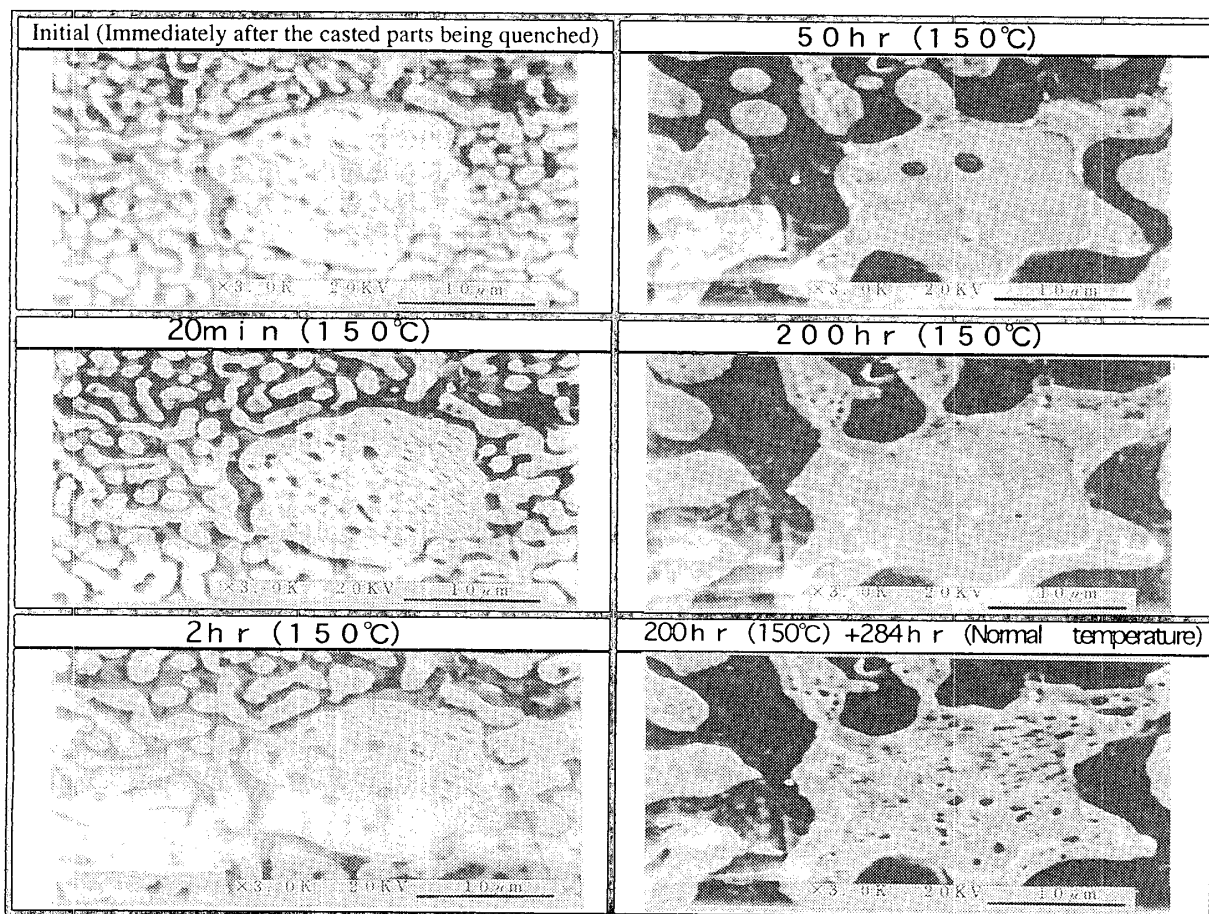
はんだ組織の粗大化挙動の 1 つとして加熱時効過程では、固溶限濃度に近づくように不純物拡散を行い、各相から析出した Sn、Pb は、粒界拡散を行いながら結合し 1 つの β 相 (α 相) を形成する事が確認できた。

T a b l e - 1 Experiment conditions

Test subject	Conditions of heat aging experiment
1	The quenched casted parts were left at normal temperatures for 1,500 hours and the density of each phase was confirmed.
2	The quenched casted parts were left at 80°C for 500 hours and the density of each phase was confirmed. The same test subject was left at 150°C for 650 hours and the density of each phase was confirmed.
3	The quenched casted parts were left at 150°C for 300 hours and the density of each phase was confirmed. The same test subject was left at normal temperatures for 1,150 hours and the density of each phase was confirmed.

T a b l e - 2 Identification of Sn and Pb density at α - and β -phases by EPMA method.

Experiment conditions	Immediately after the casted parts being quenched				After being left for 1,500 hours at normal temperature			
Test subject			Average	Fluctuation			Average	Fluctuation
1	α -phase	Sn	8.5	2.5 ~ 18.5	α -phase	Sn	2.5	2.2 ~ 3.1
		Pb	91.5	97.5 ~ 81.5		Pb	97.5	96.9 ~ 97.8
	β -phase	Sn	98.1	98.0 ~ 98.2	β -phase	Sn	99.5	99.5 ~ 99.5
		Pb	1.9	2.0 ~ 1.8		Pb	0.5	0.5 ~ 0.5
(wt %)								
Experiment conditions	Immediately after the casted parts being quenched				After being left for 500 hours at 80°C			
Test subject			Average	Fluctuation			Average	Fluctuation
2	α -phase	Sn	11.5	2.1 ~ 18.8	α -phase	Sn	4.2	4.1 ~ 4.5
		Pb	88.5	97.9 ~ 81.2		Pb	95.8	95.5 ~ 95.9
	β -phase	Sn	98.0	98.0 ~ 98.0	β -phase	Sn	99.3	99.3 ~ 99.3
		Pb	2.0	2.0 ~ 2.0		Pb	0.7	0.7 ~ 0.7
(wt %)								
Experiment conditions	Immediately after the casted parts being quenched				After being left for 300 hours at 150°C			
Test subject			Average	Fluctuation			Average	Fluctuation
3	α -phase	Sn	9.0	2.0 ~ 18.8	α -phase	Sn	11.6	11.0 ~ 12.7
		Pb	91.0	98.0 ~ 81.2		Pb	88.4	87.3 ~ 89.0
	β -phase	Sn	98.1	98.1 ~ 98.2	β -phase	Sn	98.6	98.5 ~ 98.7
		Pb	1.9	1.9 ~ 1.8		Pb	1.4	1.3 ~ 1.5
(wt %)								
Experiment conditions	Immediately after the casted parts being quenched				After being left for 1,150 hours at normal temperature			
Test subject			Average	Fluctuation			Average	Fluctuation
3	α -phase	Sn	9.0	2.0 ~ 18.8	α -phase	Sn	2.6	2.2 ~ 3.0
		Pb	91.0	98.0 ~ 81.2		Pb	97.4	97.0 ~ 97.8
	β -phase	Sn	98.1	98.1 ~ 98.2	β -phase	Sn	98.9	98.9 ~ 98.9
		Pb	1.9	1.9 ~ 1.8		Pb	1.1	1.1 ~ 1.1
(wt %)								

F i g - 2 Primary grain's α -phase while diffusing approaches equilibrium due to heat aging