

(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2011-88198

(P2011-88198A)

(43) 公開日 平成23年5月6日(2011.5.6)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 3 K 35/26 (2006.01)	B 2 3 K 35/26 3 1 O A	4 K O 1 7
C 2 2 C 13/00 (2006.01)	C 2 2 C 13/00	4 K O 1 8
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 R	
B 2 2 F 9/04 (2006.01)	B 2 2 F 9/04 C	

審査請求 未請求 請求項の数 13 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2009-245077 (P2009-245077)	(71) 出願人	000224798
(22) 出願日	平成21年10月26日 (2009.10.26)		DOWAホールディングス株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2009-223354 (P2009-223354)		東京都千代田区外神田四丁目14番1号
(32) 優先日	平成21年9月28日 (2009.9.28)	(74) 代理人	100101557
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 萩原 康司
(31) 優先権主張番号	特願2009-214993 (P2009-214993)	(74) 代理人	100096389
(32) 優先日	平成21年9月16日 (2009.9.16)		弁理士 金本 哲男
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(74) 代理人	100095957
(31) 優先権主張番号	特願2009-201399 (P2009-201399)		弁理士 亀谷 美明
(32) 優先日	平成21年9月1日 (2009.9.1)	(74) 代理人	100076130
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 和田 憲治
		(72) 発明者	石川 雄一
			東京都千代田区外神田4丁目14番1号
			DOWAホールディングス株式会社内

最終頁に続く

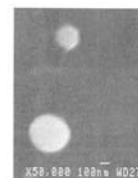
(54) 【発明の名称】 はんだ粉及びはんだ粉の製造方法

(57) 【要約】

【課題】平均粒径が0.05 μm 以上、3 μm 未満のはんだ粉を得ることを目的とする。

【解決手段】容器中に、固体または液体の金属と、非水系溶媒と、直径0.05mm～5mmの粉碎用ボールとを入れ、混合物を得る工程と、前記混合物を150℃以上に加熱し、攪拌する工程と、攪拌後の前記混合物から粉碎用ボールを分離して、はんだ粉と非水系溶媒の混合物を得る工程と、前記はんだ粉と非水系溶媒の混合物を固液分離して、はんだ粉を得る工程を有する、はんだ粉の製造方法によって、例えば平均粒径が0.05 μm 以上、3 μm 未満である、はんだ粉が得られる。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

平均粒径が 0.05 μm 以上、3 μm 未満である、はんだ粉。

【請求項 2】

平均粒径が 0.05 μm 以上、1 μm 未満である、はんだ粉。

【請求項 3】

平均粒径が 0.05 μm 以上、0.7 μm 未満である、はんだ粉。

【請求項 4】

S n を 90 質量%～99.9 質量%、A g を 0.05 質量%～10 質量% 含有する、請求項 1～3 のいずれかに記載のはんだ粉。

10

【請求項 5】

S n を 50 質量%～90 質量%、P b を 10 質量%～50 質量% 含有する、請求項 1～3 のいずれかに記載のはんだ粉。

【請求項 6】

容器中に、固体または液体の金属と、非水系溶媒と、直径 0.05 mm～5 mm の粉碎用ボールとを入れ、混合物を得る工程と、

前記混合物を 150 $^{\circ}\text{C}$ 以上に加熱し、攪拌する工程と、

攪拌後の前記混合物から粉碎用ボールを分離して、はんだ粉と非水系溶媒の混合物を得る工程と、

前記はんだ粉と非水系溶媒の混合物を固液分離して、はんだ粉を得る工程を有する、はんだ粉の製造方法。

20

【請求項 7】

前記非水系溶媒の沸点は 150 $^{\circ}\text{C}$ 以上である、請求項 6 に記載のはんだ粉の製造方法。

【請求項 8】

前記非水系溶媒はアルデヒド基またはヒドロキシ基を有する有機溶媒である、請求項 7 に記載のはんだ粉の製造方法。

【請求項 9】

前記非水系溶媒は一級アミノ基、または二級アミノ基、または三級アミノ基の内の少なくとも一種以上を含む有機溶媒である、請求項 7 に記載のはんだ粉の製造方法。

【請求項 10】

羽根を周速 200 cm/秒～20000 cm/秒で回転することにより前記攪拌する工程を行う、請求項 6～9 のいずれかに記載のはんだ粉の製造方法。

30

【請求項 11】

前記固液分離を遠心分離またはフィルタープレスにより行う、請求項 6～10 のいずれかに記載のはんだ粉の製造方法。

【請求項 12】

前記はんだ粉と非水系溶媒の混合物を固液分離した後、はんだ粉を沸点 150 $^{\circ}\text{C}$ 以下の有機溶媒で洗浄する、請求項 6～11 のいずれかに記載のはんだ粉の製造方法。

【請求項 13】

前記金属の体積が、前記非水系溶媒の体積の 0.1 体積%～20 体積%である、請求項 6～12 のいずれかに記載のはんだ粉の製造方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、粒径が微細であるはんだ粉及びそのはんだ粉の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

携帯通信機器等の電子機器の小型化が進んでおり、それに組み込まれる電子部品・電子回路の小型化が進み、今後もこの傾向は続くものと考えられる。はんだ粉を配合したはんだペーストが使用される部品・回路のサイズは小さくなっており、基板のスルーホールや I

50

Cチップの配線において100 μm 程度の線幅または径に対応したファインピッチソルダリング技術の要求に適合したはんだペーストが必要となってきた。この場合、用いるはんだペーストに配合するはんだ粉の平均粒径は、5 μm 以下であることが望まれる場合がある。今後予想される電子部品や回路の更なる小型化の要請に対応するために、はんだペーストに配合するはんだ粉として、平均粒径3 μm 未満、更には平均粒径1 μm 未満のはんだ粉が要望されることが増加すると考えられる。

【0003】

従来よりはんだ粉は、ディスクアトマイズ法やガスアトマイズ法にてその多くが製造されているが、これらの方法では平均粒径10 μm 以下のはんだ粉を得ることが困難であった。特許文献1には、ガスアトマイズ法でも製造条件を調整することにより、平均粒径5 μm 以下のはんだ粉が得られることが記載されている。しかし、ディスクアトマイズ法やガスアトマイズ法で平均粒径4 μm 以下のはんだ粉が得られた報告例はない。

10

【0004】

また、ディスクアトマイズ法、ガスアトマイズ法以外のはんだ粉の製法としては、特許文献2に、オイルとハンダ溶融物を攪拌することによりはんだ粉を得る方法が記載されている。特許文献3には、微細粒状にされたリフローはんだを製造する方法が記載されているが、いずれの文献でも、平均粒径3 μm 以下のはんだ粉は得られていない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

20

【特許文献1】特開2004-098118号公報

【特許文献2】特表2002-519509号公報

【特許文献3】ドイツ連邦共和国特許出願公開第4402042号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

上述したように、平均粒径3 μm 未満のはんだ粉は得られていない。そこで、本発明は、平均粒径が0.05 μm 以上、3 μm 未満のはんだ粉及びそのはんだ粉の製造方法を得ることを目的とする。

【課題を解決するための手段】

30

【0007】

本発明者らは、鋭意研究の結果、容器中に、固体または液体の金属と、非水系溶媒と、直径0.05 mm～5 mmの粉碎用ボールとを入れ、混合物を得て、前記混合物を150 $^{\circ}\text{C}$ 以上に加熱し、攪拌した後、前記混合物から粉碎用ボールを分離して、はんだ粉と非水系溶媒の混合物を得て、前記はんだ粉と非水系溶媒の混合物を固液分離することにより、平均粒径0.05 μm 以上、3 μm 未満のはんだ粉を得られることを知見し、本発明を完成するに至った。

【0008】

かかる知見に基づく本発明によれば、平均粒径が0.05 μm 以上、3 μm 未満である、はんだ粉、平均粒径が0.05 μm 以上、1 μm 未満である、はんだ粉および平均粒径が0.05 μm 以上、0.7 μm 未満である、はんだ粉が提供される。

40

【0009】

上記はんだ粉は、Snを90質量%～99.9質量%、Agを0.05質量%～10質量%含有するものでもよい。また、上記はんだ粉は、Snを50質量%～90質量%、Pbを10質量%～50質量%含有するものでもよい。

【0010】

また、別な観点からの本発明によれば、容器中に、固体または液体の金属と、非水系溶媒と、直径0.05 mm～5 mmの粉碎用ボールとを入れ、混合物を得る工程と、前記混合物を150 $^{\circ}\text{C}$ 以上に加熱し、攪拌する工程と、攪拌後の前記混合物から粉碎用ボールを分離して、はんだ粉と非水系溶媒の混合物を得る工程と、前記はんだ粉と非水系溶媒の混

50

合物を固液分離して、はんだ粉を得る工程を有する、はんだ粉の製造方法が提供される。

【0011】

前記非水系溶媒の沸点は150℃以上であってもよい。また、前記非水系溶媒はアルデヒド基またはヒドロキシ基を有する有機溶媒であってもよい。また、前記非水系溶媒は一級アミノ基、または二級アミノ基、または三級アミノ基の内の少なくとも一種以上を含む有機溶媒であってもよい。

【0012】

また、羽根を周速200cm/秒～20000cm/秒で回転することにより前記攪拌する工程を行ってもよい。また、前記固液分離を遠心分離またはフィルタープレスにより行ってもよい。また、前記はんだ粉と非水系溶媒の混合物を固液分離した後、はんだ粉を沸点150℃以下の有機溶媒で洗浄してもよい。また、前記金属の体積が、前記非水系溶媒の体積の0.1体積%～20体積%であってもよい。

【発明の効果】

【0013】

本発明のはんだ粉は、平均粒径が3μm未満と小さく、今後ますます高度化することが予想されるファインピッチソルダーリング技術の要求に適合したはんだペースト用材料として活用することができる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】実施例1にかかる乾燥済みのはんだ粉のSEM観察結果を示す図である。

【図2】実施例1にかかる乾燥済みのはんだ粉のSEM観察結果を示す図である。

【図3】実施例1にかかる乾燥済みのはんだ粉のTEM観察結果を示す図である。

【図4】実施例1にかかる乾燥済みのはんだ粉のTEM観察結果を示す図である。

【図5】実施例1にかかる乾燥済みのはんだ粉の粒度分布を示すグラフである。

【図6】実施例1にかかる乾燥済みのはんだ粉の累積分布を示すグラフである。

【図7】実施例2にかかる乾燥済みのはんだ粉のSEM観察結果を示す図である。

【図8】実施例2にかかる乾燥済みのはんだ粉の粒度分布を示すグラフである。

【図9】実施例2にかかる乾燥済みのはんだ粉の累積分布を示すグラフである。

【図10】実施例3における攪拌羽根の周速と乾燥済みのはんだ粉の粒径との関係を示すグラフである。

【図11】実施例4における粉碎用ボールの直径と乾燥済みのはんだ粉の粒径との関係を示すグラフである。

【図12】実施例5におけるはんだ合金の非水系溶媒に対する体積比と乾燥済みのはんだ粉の平均粒径との関係を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、本発明の実施の形態について説明する。なお、本実施の形態は本発明を限定するものではない。

【0016】

＜はんだ粉の合金組成＞

本発明におけるはんだ粉の合金組成としては、種々のはんだ合金を用いることが可能である。具体的な合金組成としては第1に、Snが90質量%～99.9質量%、Agが0.05質量%～10質量%含有する合金が挙げられる。この場合、鉛を含有しない無鉛はんだ粉を得ることも可能である。第2に、Snが50質量%～90質量%、Pbが10質量%～50質量%含有合金が挙げられる。これらの合金組成にすることにより、低融点のはんだ粉を得ることができ、低融点であることは、溶媒中で攪拌する本発明の製造方法を適用する上で、有利である。前記の合金は、必要に応じて、銅、亜鉛、ビスマス、インジウム、アンチモン等の元素のいずれか一種又は二種以上を含んでもよい。

【0017】

＜はんだ粉の平均粒径＞

はんだ粉の平均粒径は、 $0.05\text{ }\mu\text{m}$ 以上、 $3\text{ }\mu\text{m}$ 未満であることが好ましい。 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以上の場合には、ファインピッチソルダーリング技術の要求に十分適合できない場合があり、 $0.05\text{ }\mu\text{m}$ 未満のはんだ粉は、表面活性が高く、酸化等の変質による問題が生じることがある。

電子部品や電子回路の更なる小型化によるファインピッチソルダーリング技術の要求水準高度化に対応するためには、はんだ粉の平均粒径は、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 未満とすることが更に好ましく、 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ 以下とすることが一層好ましい。

【0018】

本発明のはんだ粉は、以下の工程を経ることにより、製造することができる。

容器中に、固体または液体の金属と、非水系溶媒と、直径 $0.05\text{ mm}\sim 5\text{ mm}$ の粉碎用ボールとを入れ、混合物を得る工程。

(2) 前記混合物を $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上に加熱し、攪拌する工程。

(3) 前記混合物から粉碎用ボールを分離して、はんだ粉と非水系溶媒の混合物を得る工程。

(4) 前記はんだ粉と非水系溶媒の混合物を固液分離して、はんだ粉を得る工程。

必要に応じて、得られたはんだ粉に対して、洗浄、乾燥等を行ってもよい。

【0019】

<原料金属>

はんだ粉の原料金属としては、得ようとするはんだ粉と同一の金属組成を持つ例えばSnが90質量%~99.9質量%、Agが $0.05\text{ 質量}\%\sim 10\text{ 質量}\%$ 含有するはんだ合金、Snが50質量%~90質量%、Pbが $10\text{ 質量}\%\sim 50\text{ 質量}\%$ 含有するはんだ合金またはこれらはんだ合金の原料となる金属の混合物を使用することができる。均一な金属組成をもつはんだ粉をより容易に得ることができるようにするためには、合金を使用することが好ましい。

【0020】

<非水系溶媒>

本発明での非水系溶媒とはその沸点が、 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上であるものが好適であり、 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上であるものが特に好適である。後述するように、はんだ粉を得るためには、非水系溶媒として得ようとするはんだ粉の融点よりも高い沸点をもつものが好ましいが、攪拌をおこなう容器に圧力容器を用いることにより、雰囲気圧力を上げ、常圧の沸点がはんだ粉の融点より低い非水系溶媒でも、使用が可能である。しかしながら製造装置に耐圧性能が必要となるので、沸点は、得ようとするはんだ粉の溶融温度よりも $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上高いことが好ましい。更に非水系溶媒として、はんだ粉が酸素と反応して、表面に酸化物を形成しやすいために、還元性を有する溶媒であることが更に好ましい。

【0021】

例えば、このような非水系溶媒の一例として、沸点が $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ から $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ の範囲のアルコール系溶媒が挙げられる。具体的にはSn-Ag-Cu系はんだの融点が $218\text{ }^{\circ}\text{C}$ の場合、且つ常圧下で以下に述べる攪拌操作を行ない、微粉化されたはんだ粉を得るためには、非水系溶媒の沸点は $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上であることが好ましく、 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上であることが更に好ましい。

【0022】

具体的には、非水系溶媒として、一価アルコール、または二価アルコールのグリコールがある。一価アルコールとしては、例えば、ブチルアルコール、アミルアルコール、ヘキシルアルコール、ヘプチルアルコール、オクチルアルコール、デシルアルコール、ノニルアルコール、シクロペンタノール、ベンジルアルコール、シンナミルアルコール等がある。グリコール系の溶媒としては、グリセリン、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、ブタンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、ヘプタンジオール、オクタンジオール、ノナンジオール、デカンジオール、ベンズピナコール、ヒドロベンゾイル、シクロペンダジオール、シクロヘキサジオール、シクロヘキサジオール、グリコール酸アミド、

10

20

30

40

50

ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールジブチルエーテル、酢酸ジエチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセタート等があり、分子量の大きいものではポリエチレングリコール、ポリエチレングリコールエステル、ポリエチレングリコールエーテルがある。特にグリコール、ジオール系のものは水酸基を二つ持つものであるため、極性を持ち、粉の分散性に寄与するので望ましい。このような溶媒としては、例えば $-CH_2-CHOH$ 、または $-CHR-CHOH$ 、 $-CR_1R_2-CHOH$ 、 $=CHCHOH$ 、 $=CRCCHOH$ (R 、 R_1 、 R_2 :側鎖)を分子中に含まれるもので、且つ溶媒の沸点は少なくとも $100^{\circ}C$ 以上のものである。更にはアルデヒド基 $-CHO$ を持つ有機化合物も同様な効果を持ち、例えば、脂肪族飽和アルデヒドとして、ラウリンアルデヒド、トリデシルアルデヒド、ミリスチンアルデヒド、カプロンアルデヒド、ヘプトアルデヒド、ペンタデシルアルデヒド、パルミチンアルデヒド、マルガリンアルデヒド、ステアリンアルデヒドが挙げられ、脂肪族ジアルデヒドとしては例えばスクシンジアルデヒドがあり、脂肪族不飽和アルデヒドとして、クロトンアルデヒド、更には芳香族アルデヒドには、ベンズアルデヒド、トルアルデヒド、サリチルアルデヒド、シンナムアルデヒド、ナフトアルデヒド等があり、複素環式アルデヒドにはフルフラールが挙げられる。アミン系の還元性溶媒としては、ヘキシルアミン、ヘプチンアミン、オクチルアミン、ウンデシルアミン、トリデシルアミン、テトラデシルアミン、ペンタデシルアミン、セチルアミン、ジブチルアミン、ジアミルアミン、シクロヘキシルアミン、アニリン、ナフチルアミン、トルイジン等がある。

10

20

【0023】

<粉砕用ボール>

本発明に用いる粉砕用ボールとしては、材質としてセラミックス系を用いたアルミナボール、ジルコニアボール、ムライトボール、ガラスボール、金属系のステンレスボールや鉄ボール等を使用することができ、特に材質に制限はないが、粉砕用ボールの材質として、耐久性が高く、はんだ粉への不純物の混入が少ない利点のある、ジルコニア、アルミナ、ステンレス鋼が、特に好適である。

【0024】

粉砕用ボールは、粒径が $0.05\text{mm} \sim 5\text{mm}$ であることが好ましい。粒径 15mm 超の粉砕用ボールのみを使用すると、目的とする微細な粒径をもつはんだ粉を得ることが難しくなり、粒径 0.05mm 未満の粉砕用ボールのみを使用すると、攪拌後の固液分離に時間を要することがある。

30

より粒径の小さいはんだ粉を容易に得るためには、粉砕用ボールの粒径は、 $0.1 \sim 5\text{mm}$ が更に好ましく、 $0.1 \sim 3\text{mm}$ が一層好ましく、 $0.1 \sim 1\text{mm}$ が更に一層好ましい。粉砕用ボールを大きな粒径のものと小さな粒径のものとを組み合わせることも可能である。この場合には、大きなボールサイズは特に粒径 15mm にこだわる必要はなく、例えば、粒径 30mm でも良い。少なくとも粒径 $0.05\text{mm} \sim 15\text{mm}$ の粉砕用ボールが 50 質量%入っていることが必要である。

【0025】

粉砕用ボールの表面に、はんだが付着しにくい材質であるダイヤモンドライクカーボン(DLC)やB、C、N等の化合物を形成することができる。

40

【0026】

<混合物の体積比>

前記混合物の体積比は、用いる非水系溶媒の体積に対して、金属原料は、 0.1 体積% ~ 20 体積%が好ましく、 0.1 体積% ~ 10 体積%が一層好ましい。粉砕用ボールは、用いる非水系溶媒の体積に対して、 20 体積% ~ 600 体積%が好ましい。金属原料が 0.1 体積%未満の場合、生産性が低くなり、 20 体積%超の場合には、得られるはんだ粉の粒径が十分小さくならないことがある。粉砕用ボールが 20 体積%未満の場合には、得られるはんだ粉の粒径が十分小さくならないことがあり、 600 体積%超の場合は、粉砕用ボールの表面に原料用金属が多く付着した状態となることがある。前記混合物を容器中で

50

静置したときに、前記粉碎用ボールの上面と前記非水系溶媒の上面の高さが、略同一となるように、前記粉碎用ボールの前記非水系溶媒に対する体積比率を調整することにより、微粒子のはんだ粉が得やすくなるので、更に好ましい。

【0027】

<加熱・攪拌工程>

前記金属原料と、前記非水系溶媒と、前記粉碎用ボールの混合物を加熱・攪拌することにより、平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 以上、 $3\mu\text{m}$ 未満であるはんだ粉を生成することができる。

【0028】

加熱・攪拌する雰囲気は、不活性ガスまたは還元性ガスとすることが好ましい。雰囲気を空気とした場合、生成したはんだ粉の表面に厚い酸化膜が生成することがあり、雰囲気中の酸素濃度は低いほうが好ましい。不活性ガスとしては、窒素、アルゴン等が挙げられ、還元性ガスとしては、水素または水素と不活性ガスの混合ガスが挙げられる。

【0029】

加熱・攪拌する際、混合物の加熱温度は、得ようとするはんだ粉の合金組成物の融点より高い温度とすればよいが、前記融点より 5°C 以上高い温度に加熱することが好ましい。前記加熱温度が、前記融点に近いと、高い温度制御性が必要となり設備コストが高くなる。前記加熱温度は、使用する非水系溶媒の沸点（加圧下で加熱・攪拌する場合には、該加圧下での沸点）未満の温度とする。前記加熱温度は、前記合金組成物の融点より、 50°C 以上高くしても特に効果はなく、前記融点に 50°C を加えた温度以下とすることができる。

【0030】

攪拌は、攪拌羽根を回転することによりおこなうことができ、ミル等の粉碎用ボールを用いることができる粉碎機を用いておこなってもよい。回転数等の粉碎条件は、混合物の内容と得ようとするはんだ粉の平均粒径に応じて、適宜選択すれば良く、攪拌羽根等の回転数を上昇させることにより、得られるはんだ粉の平均粒径を小さくすることができる。例えば、攪拌羽根を用いる場合、その回転数は、 $100\sim 100000\text{rpm}$ の範囲、攪拌羽根の周速は、 $100\sim 5000\text{cm/sec}$ の範囲に設定することができる。

【0031】

<粉碎用ボールの分離>

加熱・攪拌後、混合物は、攪拌をおこなった状態で、はんだ粉の融点より 10°C 以上低い温度まで冷却する。その後、混合物から粉碎用ボールをメッシュを通す等の公知の手段により分離して、はんだ粉と非水系溶媒の混合物を得る。

【0032】

<固液分離>

前記工程で得られたはんだ粉と非水系溶媒の混合物の固液分離をおこなう。固液分離は、遠心分離、フィルタープレスによるろ過等の公知の方法によりおこなうことができる。なお、用いた非水系溶媒が、はんだ粉の分散媒として支障ない場合には、固液分離をおこなう必要はない。

【0033】

<洗浄・乾燥>

固液分離したはんだ粉は、溶媒で洗浄することができる。前記溶媒としては、メタノール、エタノール等の低沸点であるアルコールの有機溶媒が好適な例としてあげられる。洗浄後、真空乾燥等の高温加熱をおこなわない方法で乾燥することにより、使用した非水系溶媒の残留が少ないはんだ粉を得ることができる。

【実施例】

【0034】

[実施例1]

Sn-Ag-Cu系はんだ粉を製造する実施例を以下に説明する。Sn99質量%、A

10

20

30

40

50

g 0.3 質量%、Cu 0.7 質量%である組成のはんだ合金線 1 mm Φ を 5 g を秤量し、このはんだ線を 300 mL のセパラブルフラスコに投入した。次に 1 mm Φ のジルコニアボール 300 g を前記セパラブルフラスコに投入し、更に、テトラエチレングリコールを 50 mL を投入して、混合物を得た。この後、セパラブルフラスコの上蓋をして密封し、窒素ガスを 100 mL / min で流し、10 分間ガス置換をした。次に、セパラブルフラスコ内に設置してあった回転径が 6 cm のステンレス製の攪拌羽根を 700 rpm 回転させることにより攪拌をおこなった状態で、混合物を 230 °C まで加熱した。混合物を 230 °C で 1 時間保持した後、前記攪拌状態を維持したまま、加熱を止めることにより自然冷却を行った。混合物が 120 °C 以下になった段階で攪拌羽根の回転を止めた。次にこの混合物を 150 メッシュのナイロン生地 of 網を通過させて、1 mm Φ のジルコニアボールを混合物から分離した。ろ過された側には微粉化したはんだ粉が分散した溶媒（テトラエチレングリコール）が回収された。テトラエチレングリコールを洗浄除去するために、前記はんだ粉が分散した溶媒を 3000 rpm、5 分間の処理条件で遠心分離して固液分離し、上澄みの液体を除去して、はんだ粉を回収した。この後、下記の要領で、洗浄を行った。回収したはんだ粉を 100 mL のエタノール中と攪拌混合し、再分散した後、3000 rpm、5 分間の処理条件で遠心分離して固液分離し、上澄みの液体を除去して、はんだ粉を回収した。この回収したはんだ粉をエタノール中に分散後、遠心分離による固液分離する操作を 5 回繰返しおこなった。得られたはんだ粉を 60 °C で真空乾燥して、乾燥済みののはんだ粉を得た。

10

【0035】

20

前記乾燥済みののはんだ粉を、反射型の FT-IR (PerkinElmer 社製、Spectrum 100) でテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0036】

前記乾燥済みののはんだ粉について、SEM 観察を行った結果、図 1、図 2 に示すように球状の粉が得られた。また、前記乾燥済みののはんだ粉について、TEM 観察を行った結果、前記はんだ粉の粒子は、図 3、図 4 に示すように、粒子表面に 30 nm 以下の微細粒子が存在している形態であることが分かった。このような形態は、他の実施例でも同様であった。

作製された粉の粒度分布と累積分布を図 5、図 6 に示した。図 5 より平均粒径 D50 は 550 nm であることが分かった。

30

なお、本願では、はんだ粉試料 0.3 g をイソプロピルアルコール 30 mL に入れ、45 W 超音波洗浄器にて 5 分間処理後、当該処理液に対しマイクロトラック 9320-X100 (ハネウェル-日機装製) を用いて粒径測定した際の、累積 50 質量% 粒径 (D50) を銀粉の平均粒径とした。ここで、平均粒径 D50 について説明する。測定対象であるのはんだ粉全体の粒度分布が求められたとき、その銀粉全体積を 100 % として累積カーブを求めたとき、その累積カーブが、例えば、10 %、50 %、90 % となる点の粒子径をそれぞれ D10、D50、D90 と表記した。そして、累積中位径 (Median 径) である D50 を、平均粒径としている。

【0037】

40

[実施例 2]

粉碎用ボールの直径を 1 mm から 0.3 mm に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法で乾燥済みののはんだ粉を得て、評価をおこなった。

【0038】

前記乾燥済みののはんだ粉を、反射型の FT-IR でテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0039】

前記乾燥済みののはんだ粉について、SEM 観察を行った結果、図 7 に示すように球状の粉が得られた。前記乾燥済みののはんだ粉の粒度分布と累積分布を図 8、図 9 に示した。図 7 より平均粒径 D50 は 360 nm であることが分かった。

50

【0040】

〔実施例3〕

非水系溶媒をテトラエチレングリコールからトリエチレングリコールに変更し、攪拌羽根の回転数を700rpmから、表1に記載の6種類の回転数に変更して、6種類の乾燥済みはんだ粉を得た以外は、実施例2と同様の方法で乾燥済みはんだ粉を得て、評価をおこなった。

【0041】

【表1】

試料番号	攪拌羽根回転数 (rpm)	攪拌羽根周速 (cm/sec)	乾燥済みはんだ粉の 平均粒径 D50(μ m)
試料1	817	256	0.36
試料2	1167	366	0.29
試料3	1750	550	0.24
試料4	2333	733	0.19
試料5	2917	916	0.16
試料6	3000	1099	0.15

10

【0042】

20

前記乾燥済みのはんだ粉を、反射型のFT-IRでテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0043】

前記乾燥済みのはんだ粉平均粒径D50を表1に示した。この結果より、攪拌速度（周速）を上げるとはんだ粉の微細化が進行して、攪拌羽根の周速と粒径の関係は図10に示すようになった。

【0044】

〔実施例4〕

混合物の加熱温度を230℃から235℃に変更し、粉碎用ボールを分離する網を150メッシュのナイロン生地から、200メッシュのナイロン生地に変更し、粉碎用ボールの直径を1mmから、表2に記載の5種類の直径に変更して、5種類の乾燥済みはんだ粉を得た以外は、実施例1と同様の方法で乾燥済みはんだ粉を得て、評価をおこなった。

30

【0045】

【表2】

試料番号	粉碎用ボール 直径(mm)	乾燥済みはんだ粉の 平均粒径 D50(μ m)
試料1	0.3	0.32
試料2	1	0.58
試料3	5	3
試料4	10	12
試料5	20	15

40

【0046】

前記乾燥済みのはんだ粉を、反射型のFT-IRでテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0047】

前記乾燥済みのはんだ粉平均粒径D50を表2に示した。この結果より、粉碎用ボールの

50

直径を大きくすると得られたはんだ粉の粒径は大きくなり、粉碎用ボールの直径と得られたはんだ粉の平均粒径の関係は図 1 1 に示すようになった。

【0048】

[実施例 5]

粉碎用ボールの材質をジルコニアからアルミナに変更し、235℃での攪拌保持時間を1時間から3時間に変更し、使用したはんだ合金線の質量を表3に記載の10種類の質量に変更して、10種類の乾燥済みはんだ粉を得た以外は、実施例4と同様の方法で乾燥済みはんだ粉を得て、評価をおこなった。

【表 3】

試料番号	食んだ合金線 質量(g)	はんだ合金線の非 水系溶媒に対する 体積比(体積%)	乾燥済みはんだ粉の 平均粒径 D50(μm)
試料 1	0.073	0.02	0.54
試料 2	0.36	0.10	0.54
試料 3	0.73	0.20	0.55
試料 4	2.2	0.60	0.55
試料 5	3.6	0.99	0.55
試料 6	7.2	1.96	0.58
試料 7	10.6	2.91	0.65
試料 8	14.0	3.85	0.80
試料 9	20.7	5.66	1.6
試料 10	33.2	9.09	3.0

【0049】

前記乾燥済みのはんだ粉を、反射型の FT-IR でテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0050】

前記乾燥済みのはんだ粉平均粒径 D50 を表3に示した。この結果より、原料金属（はんだ粉）の非水系溶媒に対する体積比が大きくなると得られるはんだ粉の粒径が大きくなることがわかった。原料金属（はんだ粉）の非水系溶媒に対する体積比と得られたはんだ粉の平均粒径の関係を図 1 2 に示す。

【0051】

[実施例 6]

Sn-Pb 系はんだ粉の実施例を以下に説明する。

はんだ合金線の組成を、Sn99質量%、Ag0.3質量%、Cu0.7質量%から、Sn60質量%、Pb40質量%に変更し、使用するはんだ合金線の質量を5gの1種類のみとし、加熱・攪拌終了後の攪拌を停止する温度を120℃から90℃に変更して、乾燥済みはんだ粉を得た以外は、実施例5と同様の方法で乾燥済みはんだ粉を得て、評価をおこなった。

【0052】

前記乾燥済みのはんだ粉を、反射型の FT-IR でテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0053】

前記乾燥済みのはんだ粉の平均粒径 D50 は 610 nm であった。

【0054】

[実施例 7]

使用するはんだ合金線の組成を、S n 9 9 質量%、A g 0 . 3 質量%、C u 0 . 7 質量%から、S n 9 6 . 5 質量%、A g 3 . 0 質量%、C u 0 . 5 質量%に変更し、使用するはんだ合金線の質量を5 gから1 0 gに変更し、テトラエチレングリコールの量を5 0 m Lから1 0 0 m Lに変更した以外は、実施例1と同様の方法で乾燥済みはんだ粉を得て、評価をおこなった。

【0 0 5 5】

前記乾燥済みのはんだ粉を、反射型のF T - I Rでテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0 0 5 6】

前記乾燥済みのはんだ粉について、S E M観察を行った結果、はんだ粉の形状は球状であった。前記乾燥済みはんだ粉の平均粒径D 5 0は9 0 0 n mであった。

10

【0 0 5 7】

〔実施例8〕

使用する金属原料を、S n 9 6 . 5 質量%、A g 3 . 0 質量%、C u 0 . 5 質量%はんだ合金線から、S n 9 9 . 9 質量%、A g 0 . 1 質量%の合金に変更し、混合物の加熱温度を2 3 0 ℃から2 3 7 ℃に変更した以外は、実施例7と同様の方法で乾燥済みはんだ粉を得て、評価をおこなった。

【0 0 5 8】

前記乾燥済みのはんだ粉を、反射型のF T - I Rでテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

20

【0 0 5 9】

前記乾燥済みのはんだ粉について、S E M観察を行った結果、はんだ粉の形状は球状であった。前記乾燥済みはんだ粉の平均粒径D 5 0は、9 5 0 n mであった。

【0 0 6 0】

〔実施例9〕

使用する金属原料を、S n 9 6 . 5 質量%、A g 3 . 0 質量%、C u 0 . 5 質量%はんだ合金線から、S n 9 4 . 0 質量%、A g 6 . 0 質量%の合金に変更し、混合物の加熱温度を2 3 0 ℃から2 4 0 ℃に変更した以外は、実施例7と同様の方法で乾燥済みはんだ粉を得て、評価をおこなった。

【0 0 6 1】

30

前記乾燥済みのはんだ粉を、反射型のF T - I Rでテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0 0 6 2】

前記乾燥済みのはんだ粉について、S E M観察を行った結果、はんだ粉の形状は球状であった。前記乾燥済みはんだ粉の平均粒径D 5 0は、9 0 0 n mであった。

【0 0 6 3】

〔実施例10〕

使用する金属原料を、S n 9 6 . 5 質量%、A g 3 . 0 質量%、C u 0 . 5 質量%はんだ合金線から、S n 9 3 . 0 質量%、A g 7 . 0 質量%の合金に変更し、混合物の加熱温度を2 3 0 ℃から2 4 5 ℃に変更した以外は、実施例7と同様の方法で乾燥済みはんだ粉を得て、評価をおこなった。

40

【0 0 6 4】

前記乾燥済みのはんだ粉を、反射型のF T - I Rでテトラエチレングリコールのヒドロキシ基のピークの有無について調べたが、前記ピークは認められなかった。

【0 0 6 5】

前記乾燥済みのはんだ粉について、S E M観察を行った結果、はんだ粉の形状は球状であった。前記乾燥済みはんだ粉の平均粒径D 5 0は、9 5 0 n mであった。

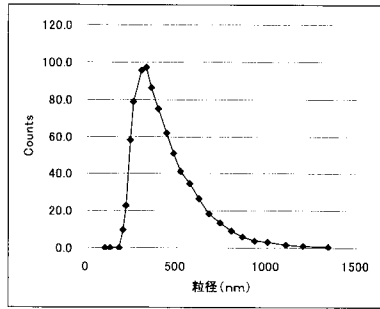
【産業上の利用可能性】

【0 0 6 6】

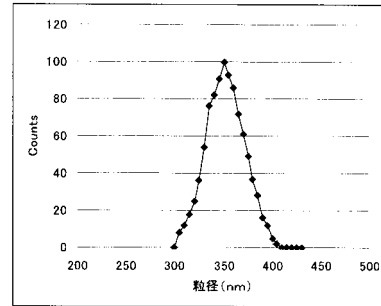
本発明は、粒径が微細であるはんだ粉及びそのはんだ粉の製造方法に適用できる。

50

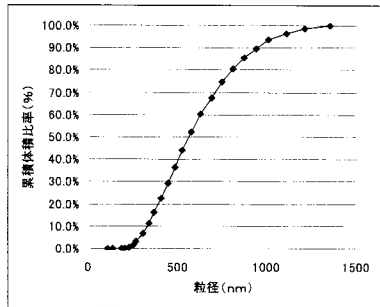
【図 5】



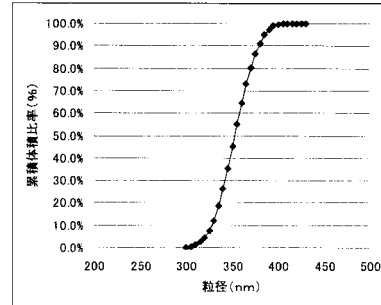
【図 8】



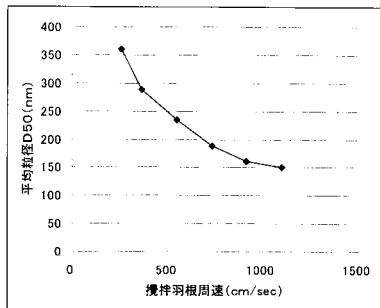
【図 6】



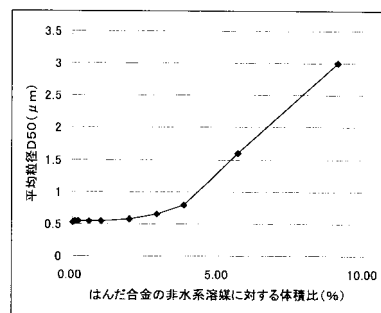
【図 9】



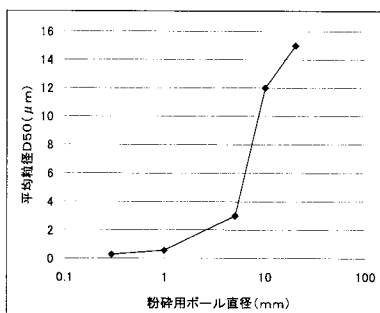
【図 10】



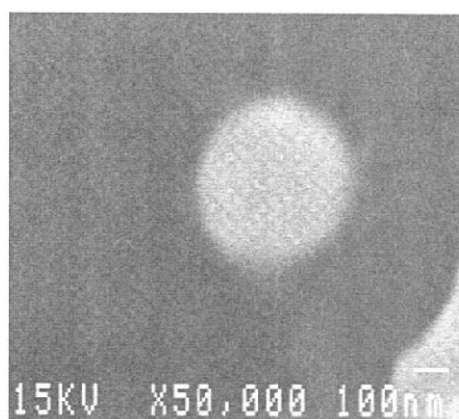
【図 12】



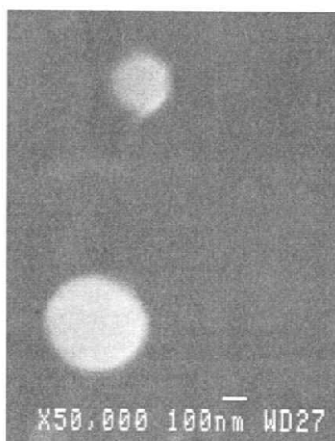
【図 11】



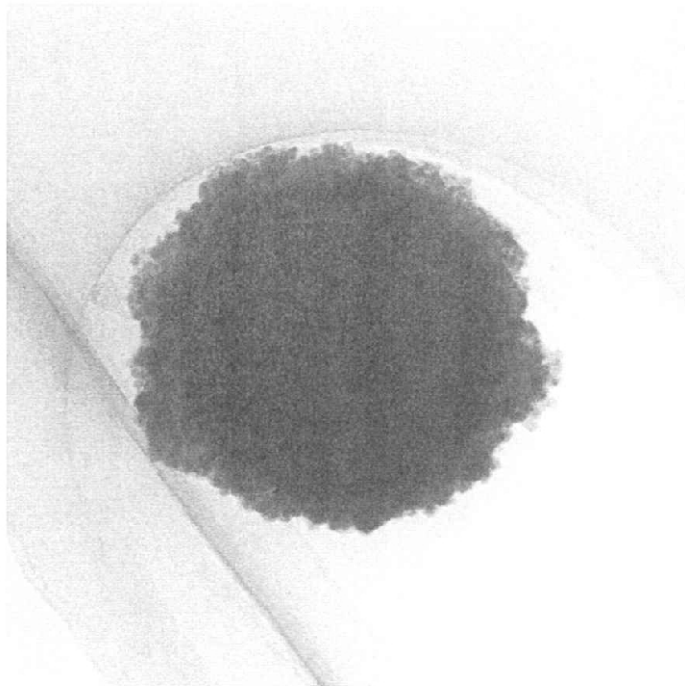
【図 1】



【図 2】



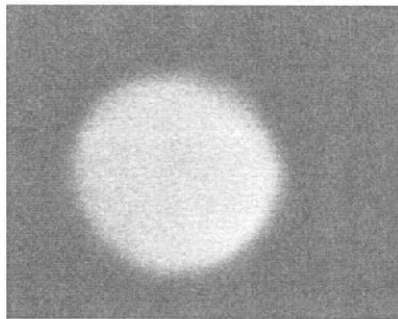
【図 3】



【図 4】



【図 7】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K017 AA04 BA01 BB01 BB02 BB05 CA07 DA09 EA04
4K018 BA20 BB04 BD10