



# HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	鉛フリーSn-低In-Al系はんだ組織と熱疲労特性の評価
Author(s)	水野, 宏紀; Mizuno, Hiroki; 鈴木, 直人 他
Citation	第14回マイクロエレクトロニクスシンポジウム論文集, 221-224
Issue Date	2004-10
Doc URL	<a href="https://hdl.handle.net/2115/14836">https://hdl.handle.net/2115/14836</a>
Rights	Copyright (C) 2004 社団法人エレクトロニクス実装学会 (Japan Institute of Electronics Packaging) JIEP
Type	journal article
File Information	14micro2004.pdf



# 鉛フリー-Sn-低 In-Al 系はんだ組織と熱疲労特性の評価

Microstructure and thermal fatigue property assessment for lead free Sn-low In-Al system solder alloy

水野宏紀      鈴木直人      田中順一      成田敏夫  
Hiroki Mizuno   Naoto Suzuki   Junichi Tanaka   Toshio Narita  
北海道大学大学院工学研究科  
Graduate School of Engineering, Hokkaido University

A Heat-cycle test has been carried out and cycle periods and crack propagations have been studied to evaluate the reliability of Sn-In-Al alloy on a power module solder joint in the case where Cu is used as a base plate. The heat cycle test was carried out at the temperature 233K-398K, and each cycle was 120 min. The crack length was measured by cutting the joint surface along its diagonal and the cross section was observed. Measured crack lengths in each cycle and the crack propagation velocity of Sn-In-Al alloy is greatly lower than that of Sn-3Ag-0.5Cu and fatigue characteristics are satisfactory.

## 1. 緒言

従来より使用されてきた Sn-Pb 共晶はんだは、鉛の人体への有害性を問題化し、2006 年には欧州での使用が禁止される。現在、世界的に鉛フリーはんだの開発が進められ、Sn-3Ag-0.5Cu が日本において有力な代替はんだとして用いられているが、過酷な環境下での熱疲労性や衝撃特性に劣るなどの問題が指摘されている。

大型のパワーモジュール接合は、放熱性を第一に材料が選定される為に、熱膨張係数の大きく異なる材料が接合される場合があり、温度サイクルが負荷されると基板が反り、はんだ接合部に多大な熱応力が発生する<sup>(1)</sup>。当研究室では、これまで温度サイクルに対して信頼性の高いはんだ合金の開発を目指しており、Sn-Ag-Al系合金を有力なはんだ材料として提案している<sup>(2)</sup>。しかしながら、Sn-Ag-Al系は金属間化合物を形成する系であることから、新たな材料として単相組織を形成するSn-低In系合金に着目した。

本研究では、Sn-低In系の実装凝固時の組織観察、及び微量Al添加した時の組織形成の検討を行った。また、基板からのCu溶解の抑制として、はんだ中へのNi添加の効果について検討した<sup>(3)</sup>。作成したSn-In-Al系合金をパワーモジュール接合に適用し、温

度サイクル試験を実施し、クラックの進展距離から熱疲労特性の評価を行った。

## 2. 実験方法

組織観察用の試料は Sn-2In、Sn-8In 合金を 623K で 60min 溶融保持して作成した。Al、Ni は溶湯温度を 773K に上げ、溶湯を攪拌しながら添加した。鑄込みは溶湯温度を 623K に下げ 60min 保持し、アルミナるつぽに注入し空冷凝固させた。この時の冷却速度は約 10K/sec である。凝固後の試料を切断・研磨した後 SEM、EPMA を用いて組織観察を行った。硬度測定は、島津製マイクロビッカース硬度計を用い荷重 100g で測定した。

熱サイクル試験は、はんだ合金を予め 200 μm の厚さのシート状に加工して基板接合に用いた。ベース基板には Cu、絶縁基板にはセラミックスを用いた。また、セラミックス側の Cu 基板には、3 μm 厚さの Ni 無電解めっきを施した。接合は Cu 基板の接合面に低活性ロジン系フラックスを塗布し、はんだシートを挟んだ後、240 に加熱し、はんだが溶融してから基板同士をすり合わせて行った。基板接合試料の模式図を Fig.1 に示す。温度サイクルは 233K 423K、1 サイクル 120min で行い、クラック長さの測定は試料の接合面を対角線上に切断し、対角線上の直線距

離として測定した。

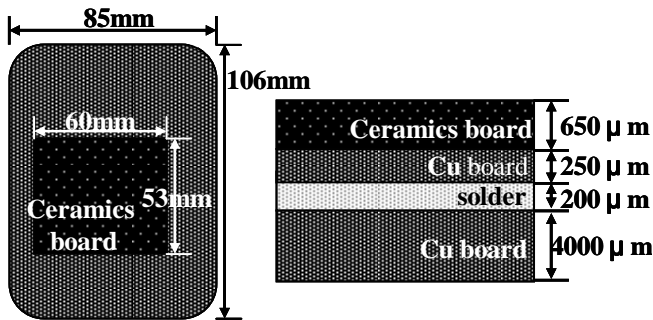


Fig.1 Schematics of the specimen need for thermal fatigue tests. The top and cross-sectional views

### 3.結果と考察

#### 3.1 Sn-In 系合金の凝固組織

Fig.2 に Sn-In 系の低 In 側の平衡二元状態図、Fig.3 に Sn-2In 及び Sn-8In の、マクロとミクロの凝固組織を示す。マクロ組織は写真(a)の Sn-2In では 結晶粒が晶出し、写真(c)の Sn-8In では 結晶粒が観察された。この結晶粒組織は凝固過程で決定されたと予測される。結晶粒は In 濃度に関わらず粗大に成長していたが、結晶粒内に sub-grain が観察された。Sn-2In の亜結晶粒径は 20 ~ 30 μm 程度で、 $\beta$ -Sn 相単一の組織であった。一方、Sn-8In の亜結晶粒は、相から核生成した約 20 μm 程度の  $\beta$  相と、2 ~ 4 μm 程の

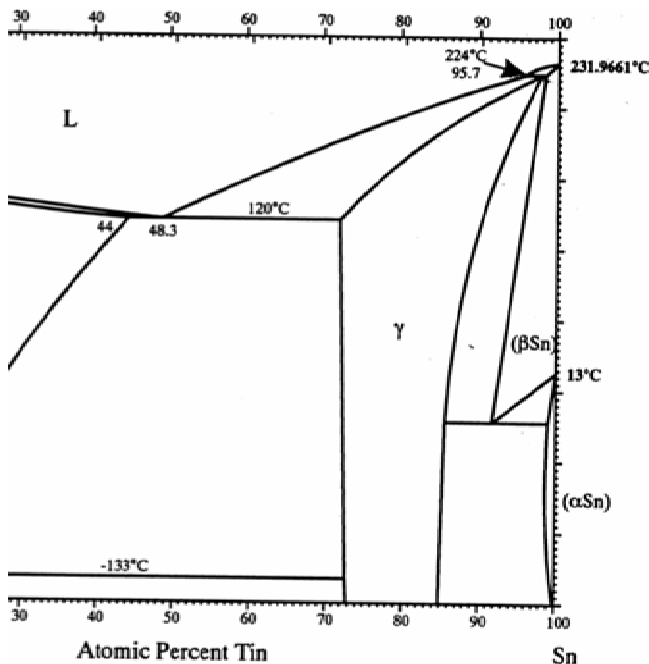


Fig.2 In-Sn phase diagram

相の 2 相混合組織となった。また、sub-grain の粒径は In 濃度の増加と共にわずかに微細化していることがわかる。さらに、Sn-8In の相の割合は、 $\beta$  :  $\alpha$  = 8 : 2 程度で状態図とよく一致した。In 濃度を変化したときの凝固組織を調べた結果、In が 2 ~ 6wt% で単相組織が得られることが分かった。これらの結果は状態図と良く一致し、Sn-In 系では冷却速度の影響は大きく受けないと考えることができる。

#### 3.2 Sn-In-Al 系合金の凝固組織

Fig.4 に Sn-2In-0.05Al と Sn-8In-0.05Al のマクロ及びミクロ凝固組織を示す。結晶粒は Sn-In 系と同様に粗大化した。結晶粒内に形成した亜結晶組織は Al 無添加試料に比べ、微細化されているのが分かる。

相の亜結晶粒径は 2 ~ 5 μm 程度で約 1/6 ~ 1/10 程度の微細化であり、相もわずかながら微細化していた。また Sn-8In-0.05Al の相の割合は、 $\beta$  :  $\alpha$  = 9 : 1 で、わずかながら状態図とずれていた。この結果から Al 添加によって状態図全体が In の低濃度側にシフトした可能性が予想される。

Al 添加による亜結晶の形成機構については、組織観察の結果から、切断・研磨の加工時ではなく、凝固時における熱収縮などのゆらぎや、包晶反応過程での相変態が駆動力となって晶出することが予測される。また、元素によって亜結晶粒径に違いがあることから、Sn-In-Al 系では成長時の転位・粒界の移動が Al 化合物によって妨げられる、ピン止め効果によって亜結晶が成長せず微細化されると考えられる。

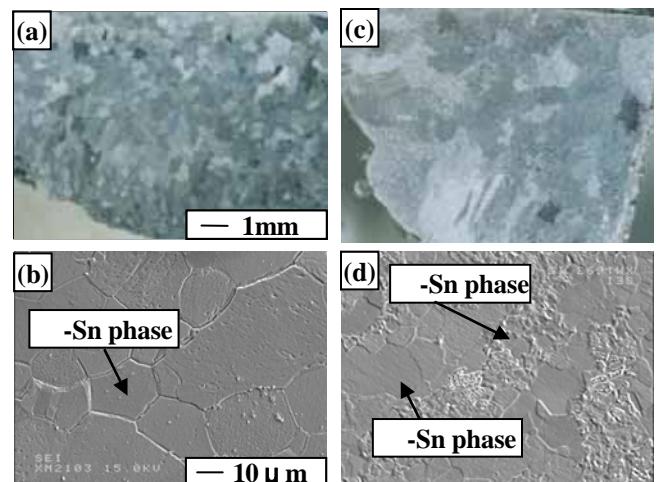


Fig.3 Microstructure of (a) (b)Sn-2In and (c)(d) Sn-8In .

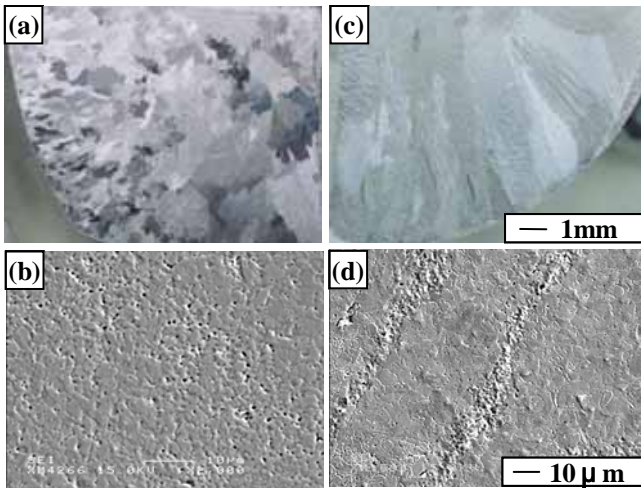


Fig.4 Microstructure of (a) (b)Sn-2In-0.05Al and (c)(d) Sn-8In-0.05Al .

### 3.3 Sn-In-Al-Ni 系合金の凝固組織

Fig.5 にSn-2In-0.05Al-0.1NiとSn-2In-0.05Al-0.25Niの凝固組織を示す。Sn-2In-0.05Al-0.25Niでは細長い針状の金属間化合物が観察された。この化合物は、Sn中へのNiの固溶限は 0.12%と予想されることから、過剰のNiは粗大なNi<sub>3</sub>Sn<sub>4</sub>の金属間化合物として晶出したと考えられる。一方Sn-2In-0.05Al-0.1NiではSn中にNiは固溶するために粗大な金属間化合物の形成は観察されなかったと予想できる。

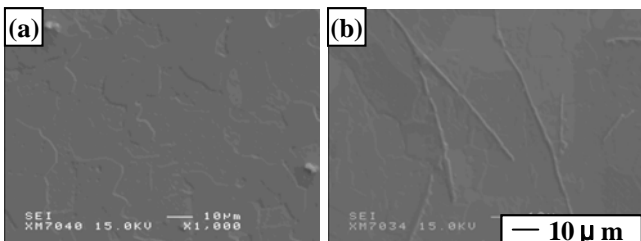


Fig.5 Microstructure of (a) Sn-2In-0.05Al-0.1Ni and (b) Sn-2In-0.05Al-0.25Ni .

### 3.4 硬さの測定

Fig.6、7 に In 添加量及び、Ni 添加量の変化と硬さの関係を示す。硬さは In 量の増加と共に硬くなり、約 6wt%で収束した。一方、Al を添加した試料の硬さは無添加試料に比較し、大きく増加した。Al 添加合金の硬さが増加した理由は、Al 添加による結晶粒微細化効果と固溶強化によるものと考えられる。また Ni 添加量と硬さの関係より、無添加 Ni に比較し

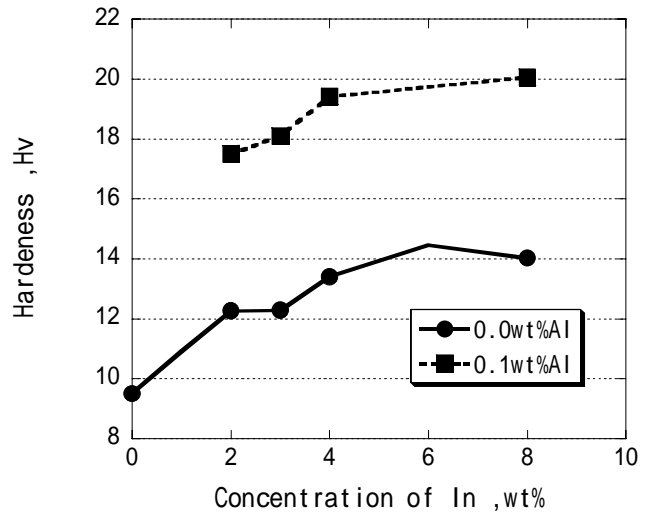


Fig.6 Change in micro-hardness of the Sn-In and Sn-In-0.05Al alloys with In content.

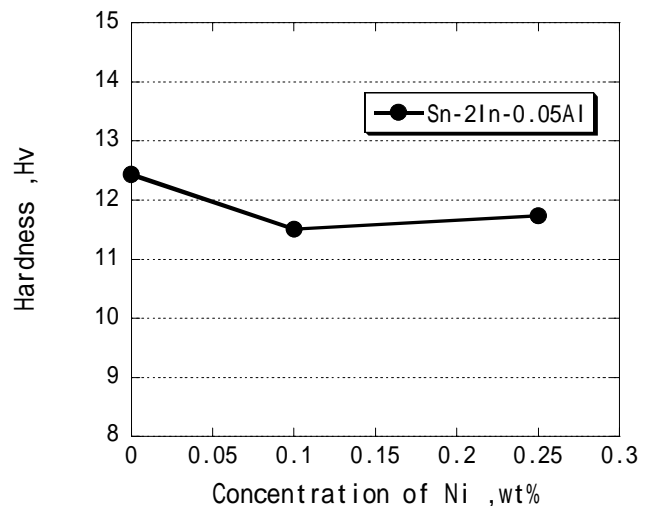


Fig.7 Change in micro-hardness of the Sn-2In-0.05Al and alloys with Ni content

Ni を添加すると硬さが小さくなる傾向を示した。この理由は、固溶した Ni が Al と化合し、Al 添加による効果を縮小した可能性が予測される。

### 3.5 温度サイクルによるクラック伝播長さ

Fig.8(a),(b)に 1 サイクル 60min、233K 398Kで行った温度サイクル試験によるサイクル数とクラック長さの測定結果を示す。Sn-3Ag-0.5Cu合金では低サイクル時からクラックの進行速度が速く、直線的にクラック長さは増加した。Sn-2In-0.05Alでは、300 サ

イクル時のクラック長さはSn-3Ag-0.5Cuの約 1/4 となり、著者等が以前に提案したSn-2Ag-0.05Al合金と同等の熱疲労特性を有していた<sup>(2)</sup>。また、Sn-2In-0.05Al-0.1Ni合金では、さらにクラック進行速度は遅延し、Sn-3Ag-0.5Cu合金と比べてもクラック長さは約 1/5 となり、熱疲労特性は最も良好であった。一方Sn-2In-0.05Al-0.25Ni合金ではSn-2In-0.05Alよりもクラックの進行は速くなった。

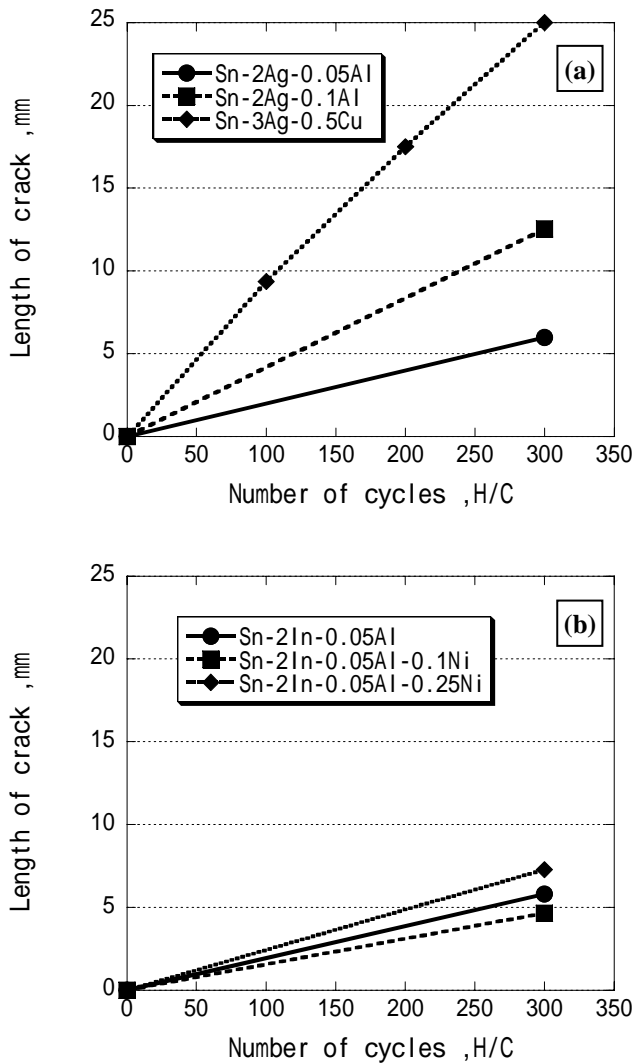


Fig.8 Change in crack length with number of heat cycles.  
 (a) Sn-Ag-Al, Sn-3Ag-0.5Cu alloys  
 (b) Sn-In-Al, Sn-In-Al-Ni alloys

熱疲労試験によるクラック伝播速度を規定する因子として はんだ組織形態、 はんだ中の粗大な金属間化合物、 はんだ中のポイドの形成、 界面反応層の成長形態、 基板からはんだ中への元素の溶融等があげられるが、大型のパワ - モジュール接合においては、 はんだ組織の均一形成が一番重要な要素と考察される。また、 はんだ中の硬さの違う組織同士が一定の領域を持って形成すると、クラック伝播速度は大きく増加する傾向を示した。とりわけ Al 添加の効果は微細な sub-grain を形成することで、硬さの均一な組織が得られることが大きい。また、局所的には微細な結晶粒界であるために、複雑な進行経路を経るための効果もあったと予測される。

#### 4. 結言

本研究により、以下の結論が得られた。

- Sn-2In 合金に Al を微量添加すると、 -Sn 相内に亜結晶組織が微細に晶出した。この結果、強度は上昇し、結晶粒径は Al 無添加試料に比較し 1/6 から 1/10 程度まで微細化した。
- 温度サイクル試験より、 Sn-2In-0.05Al は Sn-3Ag-0.5Cu と比較してクラック長さが約 1/5 となり、優れた熱疲労特性を示す。また、 Ni を添加した Sn-2In-0.05Al-0.1Ni が最も良好な熱疲労特性を示した。

#### 参考文献

- (1) 藤野純司ら, 高信頼性ポイドレスダイボンドプロセス, 9th Symposium on "Microjoining and Assembly Technology in Electronics" 99-102 (2003)
- (2) 鈴木直人ら, Sn-Ag-Al 系合金/Cu 接合による界面溶解反応と熱サイクル特性, 10th Symposium on "Microjoining and Assembly Technology in Electronics" 149-154 (2004)
- (3) 穂阪貴ら, 各種鉛フリーはんだ銅箔の細り現象の検証, MES2003 (第13回マイクロエレクトロニクスシンポジウム) 29-32 (2003)