



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101818323 A

(43) 申请公布日 2010.09.01

(21) 申请号 201010180555.0

(22) 申请日 2010.05.24

(71) 申请人 中南大学

地址 410083 湖南省长沙市麓山南路1号

(72) 发明人 马运柱 刘文胜 崔鹏 彭芬

(74) 专利代理机构 中南大学专利中心 43200

代理人 胡奕

(51) Int. Cl.

C23C 14/24 (2006.01)

B22F 1/02 (2006.01)

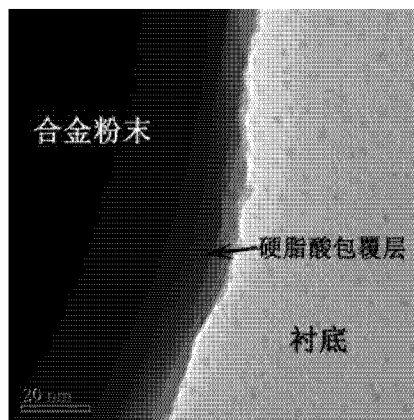
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

包覆改性锡基或铟基无铅焊料合金粉末的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种包覆改性锡基或铟基无铅焊料合金粉末的方法,称取硬脂酸放于真空蒸镀罐底部,在真空蒸镀罐距离底部2~6cm处设置基板,再将微细Sn基或In基无铅焊料合金粉末平铺于基板上。真空蒸镀罐密封后抽真空,使其真空度低于 1.6×10^{-2} Pa,将真空蒸镀罐置于70~90℃的条件下保温6~36h;在保温一半时间时,将真空蒸镀罐随炉冷却打开翻动粉末一次,再密封、重抽真空,升温至70~90℃,直至保温时间结束。本发明方法使Sn基或In基无铅焊料合金粉末表面包覆了硬脂酸单分子或多分子层,从而提高了合金粉末的抗氧化性能、分散性和流动性,优化了焊膏使用性能,改善了焊点的润湿性及力学性能。



1. 一种包覆改性锡基或铟基无铅焊料合金粉末的方法,称取硬脂酸放于真空蒸镀罐底部,在真空蒸镀罐距离底部 2 ~ 6cm 处设置基板,再称取微细 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末平铺于基板上,形成均匀的薄层;蒸镀罐容积每升添加硬脂酸和微细 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末总量为 5 ~ 10g,所述硬脂酸和微细 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末的质量比为 3 : 1 ~ 1 : 1;真空蒸镀罐密封后抽真空,使其真空度低于 1.6×10^{-2} Pa,将真空蒸镀罐置于 70 ~ 90°C 的条件下保温 6 ~ 36h;在保温一半时间时,将真空蒸镀罐随炉冷却到室温,打开翻动粉末一次,再密封、重抽真空,升温至 70 ~ 90°C,直至保温时间结束,随炉冷却到室温,即可得包覆致密的改性 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末。

2. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于:所述硬脂酸和微细 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末的质量比为 2 : 1。

3. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于:所述真空蒸镀罐在 70°C 条件下保温 12h。

4. 如权利要求 1 ~ 3 之一所述的方法,其特征在于:所述 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末为 SnAgCu、SnInAg 或 InAg 合金粉末。

包覆改性锡基或铟基无铅焊料合金粉末的方法

技术领域

[0001] 本发明属于合金表面组装技术领域的保护层制备,尤其是无铅焊料合金粉末的表面改性方法。

背景技术

[0002] Sn-Pb 焊料因其成本低廉,导电、焊接、力学性能良好,铺展性、润湿性优异等特点,是目前电子行业中最主要的封装材料。但是,铅及铅化合物属于剧毒物质,它不仅会对环境造成严重污染,更对人体健康构成极大威胁。随着美、日及欧盟限制铅使用的法令出台,电子产品无铅化已经迫在眉睫。

[0003] 传统的电子组装,就其成本、重量、体积和可靠性方面而言,已经达到了其极限,随着电子产品更加“轻薄短小”,表面贴装技术在电子工业中正得到越来越广泛的应用。表面贴装技术重视无铅化,同时也向窄间距、高密度、多功能、免清洗方向发展,这就对贴装工艺和贴装材料提出了新的要求,尤其是组成焊膏的主要原材料焊锡合金粉末,要求其具有更小的粒度,更好的球形度,更低的氧含量和更好的抗氧化性。

[0004] 焊膏是由球形合金粉末(即焊粉)和助焊剂机械混合而成,通常合金粉约占焊膏质量分数的 90%,或焊膏体积分数的 55%。焊膏中所使用的焊粉粒径小(通常为 5-75 μm),比表面积和表面能较大,因而其活性大,极易氧化和团聚。焊粉在生产出来后,因为包装、运输等原因,通常有一定的时间间隔才能配置成焊膏。在这个过程中,焊粉表面极易被氧化,粉末颗粒间极易团聚。如果焊粉颗粒表面氧化程度过高,焊料间就不会形成合体,回流焊易形成很小的焊料球,从而引起电路短路,甚至导致电路板作废。粉末颗粒团聚会使粉末分散性和流动性变差,影响其使用性能。因此,微细焊粉抗氧化和防团聚是影响焊料可靠性和焊接性能的关键。

[0005] US4994326 公开了通过将 SnPb 粉末浸没在氟化物 FC-721 的氟利昂改性溶液中,搅拌,分离,得到包覆有氟化物的焊粉,此方法可以提高焊粉的抗氧化性能。然而,氟利昂对生态环境具有破坏作用。SungilCho 等在 JournalofMaterials (2005, (6):50-52) 上报道:在 150 $^{\circ}\text{C}$ 干态空气中,SnZnBi 合金生成 ZnO 和 SnO₂,Zn 的存在促使 SnO₂ 的形成,降低了其抗氧化性。Tiwasaki 等在 JournalofElectronicMaterials (2005, 34(5):647-654) 上报道:采用十二羧基酸通过干态球磨的方法包覆 Sn₈Zn₃Bi 焊粉,包覆粉末存放后的润湿性能及焊球实验表明其抗氧化性能良好。Fei-YiHuang 等在 JournalofAlloysandCompounds (2006, 415:85-92) 上报道:Sn-3.5Ag-(2.0Cu) 焊料粉末表面氧化膜由 SnO 和 SnO₂ 组成,表面层 SnO₂ 的浓度大于 SnO 的浓度,焊料内部 SnO 浓度逐步增加,整体氧化层厚度约为 1 μm 。夏志东等在 CN101486095A 以氢化松香为包覆材料,以聚乙二醇为成膜剂,以乙醇为溶剂,对焊粉进行液相包覆,所得包覆粉末抗氧化性好,可以保持焊粉原有形状。

发明内容

[0006] 本发明旨在提供一种 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末的表面改性方法,以提高无

铅焊料合金粉末抗氧化性能,延长存储时间,提高焊料合金粉末的流动性和分散性。增进其与助焊剂的相容性,提高焊膏的润湿性和稳定性,提高焊膏的回流焊接性能。

[0007] 本发明的详细技术方案为:称取硬脂酸放于真空蒸镀罐底部,在真空蒸镀罐距离底部 2~6cm 处设置基板,再称取微细 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末平铺于基板上,形成均匀的薄层;蒸镀罐容积每升添加硬脂酸和微细 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末的总量为 5~10g,所述硬脂酸和微细 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末的质量比为 3:1~1:1。真空蒸镀罐密封后抽真空,使其真空度低于 1.6×10^{-2} Pa,将真空蒸镀罐置于 70~90°C 的条件下保温 6~36h;在保温一半时间时,将真空蒸镀罐随炉冷却到室温,打开翻动粉末一次,再密封、重抽真空,升温至 70~90°C,直至保温时间结束。随炉冷却到室温,即可得包覆致密的改性 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末。

[0008] 本发明的表面包覆改性方法同样适合于 SnAgCu、SnInAg、InAg 等各种 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末。

[0009] 经本发明方法改性后,由于在 Sn 基或 In 基无铅焊料合金粉末表面包覆了硬脂酸单分子或多分子层,隔离了合金粉末与环境介质,提高了合金粉末的抗氧化性能、分散性和流动性,从而延长了焊粉的保存时间。同时,由于改变了合金粉末表面亲水亲油平衡值,提高了焊料合金粉末与有机助焊剂的相容性,提高了焊膏的稳定性。优化了焊膏使用性能,改善了焊点的润湿性及力学性能。

附图说明

[0010] 图 1 是实施例 1 获得的包覆改性 SnAgCu 合金粉末的 TEM 图。

具体实施方式

[0011] 实施例 1:

称取 4g 硬脂酸,放于真空蒸镀罐底部;称取 2g 微细 SnAgCu 焊料合金粉末,放于 1L 容积真空蒸镀罐内部所放置的基板上,平铺成均匀的薄层,基板与底部距离为 4cm;密封蒸镀罐,并对真空蒸镀罐抽真空,使其真空度低于 1.6×10^{-2} Pa。将真空蒸镀罐置于恒温干燥箱中,在 70°C 的条件下保温 12h,在保温 6h 时,真空蒸镀罐经由随炉冷却到室温,打开真空蒸镀罐,翻动粉末,将合金粉末翻动一次,再次平铺成均匀的薄层,密封、重抽真空。再把真空蒸镀罐放置到恒温干燥箱中,升至 70°C,至保温时间结束。随炉冷却到室温,取出试样,即可得产物。

[0012] 所获产物的 TEM 图见附图 1,图中可见改性 SnAgCu 焊料合金粉末包覆致密,厚度为 5~10nm。

[0013] 采用转鼓中粉末最大稳定角的方法进行测试,结果:未包覆和包覆合金粉末最大稳定角分别为 69.1°、54.5°,相对于未包覆粉末,包覆粉末具有更好的流动性;在常温空气中存储 30 天后,包覆粉末的氧含量增量为 0.018wt.%,而未包覆粉末氧含量增量为 0.067wt.%,因此,改性粉末的抗氧化性能明显优于未改性粉末。

[0014] 实施例 2:

称取 6g 硬脂酸,放于真空蒸镀罐底部。称取 3g 微细 SnInAg 焊料合金粉末,放于 1L 容积真空蒸镀罐内部所放置的基板上,平铺成均匀的薄层,基板与底部距离为 4cm。密封蒸镀

罐,并对真空蒸镀罐抽真空,使其真空度低于 1.6×10^{-2} Pa。将真空蒸镀罐置于恒温干燥箱中,在 80°C 的条件下保温 12h,在保温 6h 时,真空蒸镀罐经由随炉冷却到室温、打开、翻动粉末、密封、重抽真空五个步骤,将合金粉末翻动一次,再次平铺成均匀的薄层,以保证包覆过程的均匀性。再把真空蒸镀罐放置到恒温干燥箱中,升至 80°C ,至保温时间结束。随炉冷却到室温,取出试样,即可得厚度为 $5 \sim 10\text{nm}$ 、包覆致密的改性 SnInAg 焊料合金粉末。

[0015] 在常温空气环境中存储 30 天后,包覆粉末的氧含量增量为 0.012wt.%,而未包覆粉末氧含量增量为 0.058wt.%,由此可见,经本发明方法改性的 SnInAg 粉末的抗氧化性能明显优于未改性粉末。

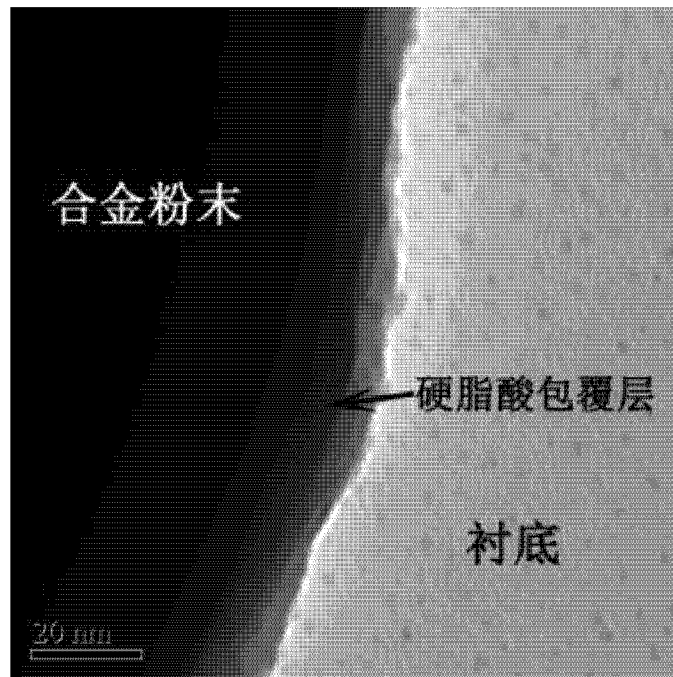


图 1