

EDX 分析锡铅铋合金焊料中常规元素成分

EDX-068

摘要: 锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 是一类低温焊锡, 对于不耐温的电子元器件的焊接具有明显的优势。《IPC J-STD-006C CN 电子焊接领域 电子级焊料合金及含助焊剂与不含助焊剂的固体焊料的要求》中对锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 的技术要求作出了规定。本实验使用岛津 EDX-7000 仪器, 分析锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 中的 Sn、Pb、Bi 成分, 短期分析稳定性优于 0.50%, 分析结果与化学法分析值比较, 误差优于 0.25%, 可应用于锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 成分的定量分析。

关键词: 锡铅铋合金 成分分析 能量色散型 X 射线荧光分析仪

锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 具有很低的液相线 (LIQ) 和固相线 (SOL), 适用低温焊接加工工艺, 不容易损害烧伤电子元器件。主要应用在不能耐常规高温的元器件的贴片工艺中, 如 LED 行业中, 适合做功率大的 LED 封装等。《IPC J-STD-006C CN 电子焊接领域 电子级焊料合金及含助焊剂与不含助焊剂的固体焊料的要求》标准中, 对锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 提出了技术要求, 其主要组成元素 SnPbBi 的含量对焊接温度及性能存在影响。

锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 成分分析通常使用 ICP-OES 等化学法, 多数电子产品制造商没有配备 ICP-OES 等仪器, 但对锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 成分也有分析的需求。电子生产商基本都配置了 EDX 仪器, 用于环保检测。本实验使用岛津 EDX-7000 型 X 射线荧光分析仪, 对锡铅铋合金焊料 (SnPbBi 系列) 进行了成分分析研究, 意在扩展 EDX-7000 的应用范围, 快速解决锡铋合金焊料的定量分析需求。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光分析仪。



图 1 EDX-7000

1.2 分析条件

氛围: 大气
靶材: Rh
电压: 50 kV
DT: 30%

准直器: 10 mm
滤光片: 1#、4#
电流: Auto
分析时间: 100 s

1.3 实验样品

取生产线产品制样, 经过化学分析定值后作为参考标准样品, 锡铅铋合金焊料标准样品见图 2。



图 2 锡铅铋合金焊料标准样品

1.4 样品前处理

块状样品分析面需要经过车削出新鲜的平整面；不规则丝状样品需要压片；粉状、屑状样品需要加热制成块状样品，必要时进行压片处理。样品分析面应为洁净平整面，必要时表面打磨处理。处理后的样品直接放置在仪器室的测试位进行分析。有文献报道锡铅类合金易出现表面偏析，建议样品车削时，削去量在车平后再车一个毫米以上。

■ 结果与讨论

2.1 检测曲线

创建锡铅铋合金焊料分析组，包含样品中的主量元素 SnPbBi、常见杂质元素等。优化分析元素的分析条件参数，使用标样校准 FP 法条件中 SnPbBi 的灵敏度系数，校准后的灵敏度系数曲线见图 3。

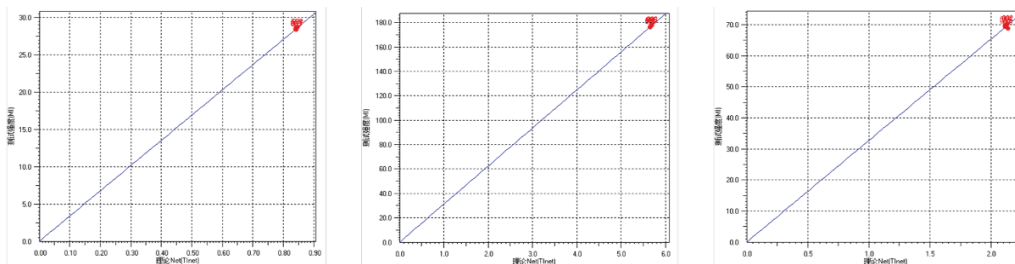


图 3 灵敏度系数曲线

2.2 分析精度

采用含有 SnPbBi 的合适样品，使用校准后的分析条件连续测试 10 次，样品固定不动的测试结果为准点精度；样品移动测试结果的为准点精度，统计测试结果的 RSD 值结果如表 1、表 2。

表 1 定点分析精度

单位： $w_t / \%$

| 样品名称 | 统计项目 | Sn | Pb | Bi |
|-----------------|---------|--------|--------|--------|
| 984A201211W0131 | AVG | 42.833 | 43.084 | 14.023 |
| | SD | 0.055 | 0.050 | 0.027 |
| | RSD (%) | 0.128 | 0.116 | 0.192 |
| 984A201206W0040 | AVG | 42.824 | 43.344 | 13.777 |
| | SD | 0.056 | 0.041 | 0.034 |
| | RSD (%) | 0.130 | 0.095 | 0.249 |

表 2 动点分析精度

单位： $w_t / \%$

| 样品名称 | 统计项目 | Sn | Pb | Bi |
|-----------------|---------|--------|--------|--------|
| 984A201211W0131 | AVG | 42.820 | 43.056 | 14.067 |
| | SD | 0.083 | 0.083 | 0.049 |
| | RSD (%) | 0.195 | 0.192 | 0.350 |
| 984A201206W0040 | AVG | 42.802 | 43.379 | 13.755 |
| | SD | 0.062 | 0.064 | 0.023 |
| | RSD (%) | 0.144 | 0.148 | 0.165 |

注：AVG 代表平均值；SD 代表标准偏差；RSD 代表相对标准偏差

上表显示，SnPbBi 合金中的主要组成元素 Sn、Pb、Bi 的定点分析精度及动点分析精度 RSD 值优于 0.5%。

2.3 分析准确性

从生产工厂生产线取不同型号的锡铅铋合金焊料样品，在工厂使用化学法分析的结果作为参考值。使用 EDX-7000 校准后的工作曲线分析锡铅铋合金焊料样品的成分，统计 EDX-7000 分析结果，并与化学法参考分析结果进行比较，结果比较如表 3。

表 3 分析结果准确性

单位: $w_t/\%$

| 样品名称 | 检测项目 | Sn | Pb | Bi |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|
| 984A201206W0040 | 参考值 | 42.67 | 43.26 | 14.02 |
| | 分析值 | 42.76 | 43.39 | 13.79 |
| | 误差, % | 0.09 | 0.13 | -0.23 |
| 984A201209W0031 | 参考值 | 42.72 | 43.38 | 13.84 |
| | 分析值 | 42.55 | 43.51 | 13.89 |
| | 误差, % | -0.17 | 0.13 | 0.05 |
| 984A201209W0131 | 参考值 | 42.58 | 43.51 | 13.85 |
| | 分析值 | 42.39 | 43.53 | 14.03 |
| | 误差, % | -0.19 | 0.02 | 0.18 |
| 984A201211W0031 | 参考值 | 42.87 | 43.14 | 13.93 |
| | 分析值 | 42.83 | 43.08 | 14.04 |
| | 误差, % | -0.04 | -0.06 | 0.11 |
| 984A201211W0131 | 参考值 | 42.82 | 43.15 | 13.97 |
| | 分析值 | 42.91 | 43.03 | 13.99 |
| | 误差, % | 0.09 | -0.12 | 0.02 |

上表表明，EDX-7000 分析锡铅铋合金焊料（SnPbBi 系列）主要元素 Sn、Pb、Bi 分析值与化学法参考结果分析比较，误差优于 0.25%。

■ 结论

利用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7000，分析锡铅铋合金焊料成分，具有分析速度快、分析过程无损、环境友好，分析过程简单的优点。分析精度 RSD 优于 0.50%，分析结果与化学值比较误差优于 0.25%，方法精度与准确度良好，可应用锡铅铋合金焊料（SnPbBi、SnPb、SnBi）成分的分析。

岛津应用云

