

EDX 分析锡铅钎料 (SnPbAg 系列) 中常规元素成分

EDX-061

摘要：锡铅钎料是电子电器行业广泛使用的材料，GB/T 3131-2020《锡铅钎料》中对锡铅钎料的牌号和化学成分做了规定。本文使用 EDX-7000 对锡铅钎料 (SnPbAg 系列，包含 SnPb、SnPbAg) 的化学成分进行了分析实验，结果显示分析元素检测下限满足《锡铅钎料》标准限值要求，主要组成元素 Sn、Pb、Ag 的短期分析稳定性优于 0.4%，主要组成元素 Sn、Pb、Ag 的分析结果与光电直读光谱仪分析结果比较，误差优于 0.3%，可应用于锡铅钎料 (SnPbAg 系列) 的型号筛选分析判定。

关键词：锡铅钎料 成分分析 能量色散型 X 射线荧光分析仪

锡铅钎料通俗称呼为有铅焊锡，主要由 Sn、Pb、Ag 等元素组成，是使用最早的锡焊料。随着环保法规的实施，无铅钎料的使用得到了发展。锡铅钎料以其成本低，浸润性好、易焊接、焊温低、焊接效果好等特点，在电子行业的软钎焊、散热器及五金等各行业波峰焊、浸焊等精密焊接等场合使用。

GB/T 3131-2020《锡铅钎料》标准中，将锡铅钎料分为了 AA、A、B 共 3 个等级，各等级对组成元素的要求范围有差异，如 S-Sn55PbAA 规定 Sn 的范围为

54.50%~55.50%，S-Sn55PbA 和 S-Sn55PbB 规定 Sn 的范围为 54.00%~56.00%。

本实验使用岛津 EDX-7000 型 X 射线荧光光谱仪，对锡铅钎料 (SnPbAg 系列) 组成元素 Sn、Pb、Ag、Cu、Bi、Fe、Sb、Zn 的含量进行了分析研究，实验结果表明 EDX-7000 分析锡铅钎料具有分析速度快、稳定性好，分析结果和光电直读光谱仪比较一致，可以用于锡铅钎料 (SnPbAg 系列) 的型号筛选分析判定。

■ 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	准直器：10 mm
靶材：Rh	滤光片：None、4#、5#
电压：50 kV	电流：Auto
DT：30%	分析时间：100 s

1.3 实验样品

锡铅钎料标准样品见图 2，锡铅钎料生产样品见图 3。



图 2 锡铅钎料标准样品

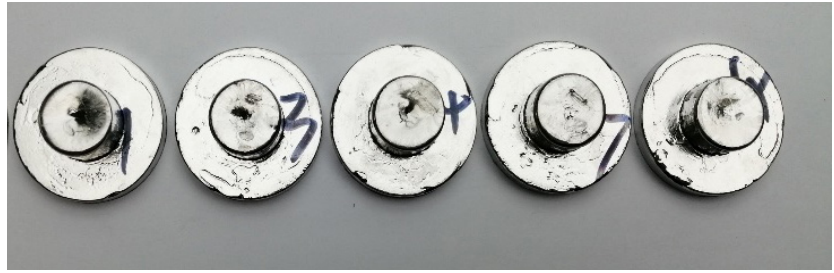


图 3 锡铅钎料生产样品

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。

■ 结果与讨论

2.1 工作曲线

参考 GB/T 3131-2020《锡铅钎料》标准中 SnPbAg 系列常见元素化学成分的规定，创建锡铅钎料分析工作组。在实验中对设置的分析元素的分析条件参数进行优化，锡铅钎料中 Pb 含量通常比较高，Pb 和 Bi 为相邻元素，其特征谱峰邻近形成干扰。在分析条件采用 BiLa 为分析线，采用邻近峰扣除的方法降低了 PbLa 对 BiLa 的干扰。使用锡铅焊锡标准样品制作分析元素的工作曲线，工作曲线见图 4。

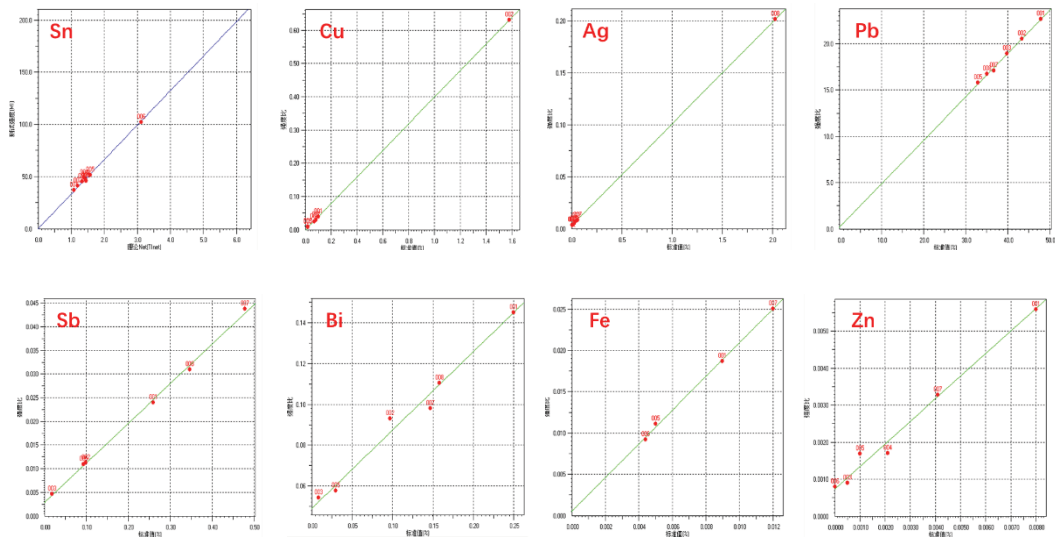
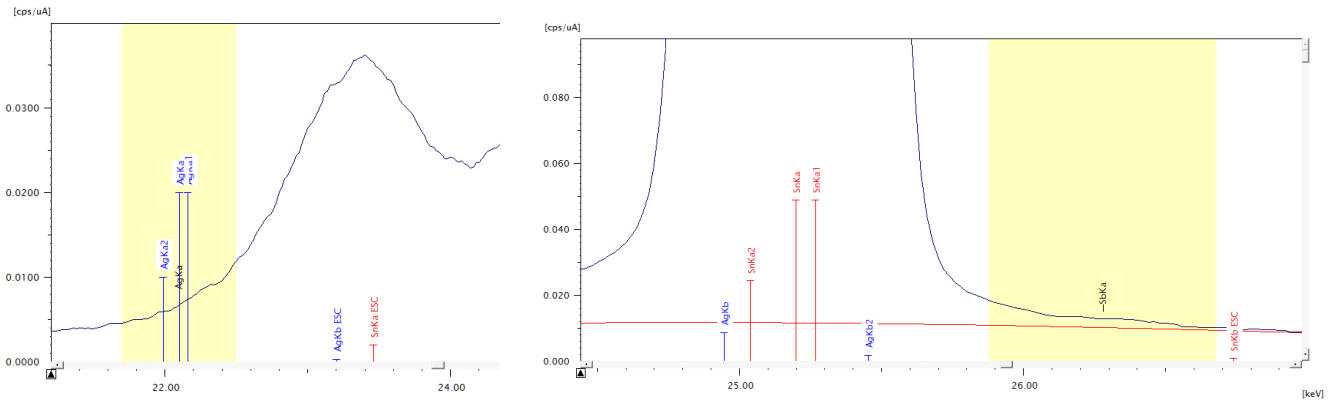


图 4 工作曲线

2.2 检出下限

由于锡合金中 Sn 为主量，AgKa 受到 SnKaESC 拖尾峰重叠干扰、SbKa 受到 SnKa 拖尾峰重叠干扰，影响到 Ag 和 Sb 的检测下限。表 1 中所列举元素的检测下限，能够满足《锡铅钎料》中化学成分限值的要求。



使用高纯度的锡合金样品,连续分析 10 次,计算分析元素测试值的标准偏差,取 3 倍的标准偏差为检测下限,下表列出了相关分析元素的检测下限。

表 1 检测下限

单位: wt / %

元素	Cu	Ag	Bi	Fe	Sb
LLD	0.001	0.014	0.003	0.002	0.012

2.3 分析稳定性

采用含有 SnPbAg 的合适标准样品,使用校准后的工作曲线连续测试 10 次,统计测试结果的 RSD 值结果如表 2。

表 1 稳定性分析结果

单位: wt / %

样品名称	统计项目	Sn	Cu	Ag	Pb	Bi	Fe	Sb	Zn
91X S62AG2 A	AVG	62.054	0.069	2.028	35.316	0.134	0.011	0.334	0.003
	STD	0.105	0.001	0.008	0.106	0.009	0.001	0.019	0.001
	RSD (%)	0.17	2.03	0.38	0.30	6.97	11.93	5.82	46.74
91X S63PR3 G	AVG	64.214	0.090	0.018	35.018	0.139	0.013	0.256	0.003
	STD	0.105	0.001	0.004	0.087	0.030	0.002	0.007	0.002
	RSD (%)	0.16	1.43	23.83	0.25	21.49	13.18	2.74	55.00

注: AVG 代表平均值; STD 代表标准偏差; RSD 代表相对标准偏差

上表显示, SnPbAg 合金中的主要组成元素 Sn、Ag、Pb 常规含量的分析稳定性 RSD 值优于 0.4%。

2.4 分析准确性

从生产工厂生产线取不同型号的锡铅焊料样品,在工厂使用光电直读光谱仪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焊料样品的成分,统计 EDX-7000 分析结果,并与光电直读光谱仪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: wt / %

样品名称	检测项目	Sn	Cu	Ag	Pb	Bi	Fe	Sb	Zn
20093251	参考值	60.910	0.001	1.840	37.230	0.001	0.001	0.004	0.001
	分析值	60.717	0.008	1.816	37.408	N.D.	0.007	N.D.	0.001
	误差	0.193	-0.007	0.024	-0.178	—	-0.006	—	0
20103037	参考值	60.480	0.001	1.850	37.650	0.001	0.001	0.003	0.001
	分析值	60.346	0.008	1.837	37.739	0.020	0.006	N.D.	0.001
	误差	0.134	-0.007	0.013	-0.089	-0.019	-0.005	—	0
20093250	参考值	60.460	0.001	1.870	37.650	0.001	0.001	0.003	0.001
	分析值	60.380	0.008	1.837	37.726	N.D.	0.005	N.D.	N.D.
	误差	0.080	-0.007	0.033	-0.076	—	-0.004	—	—
20123003	参考值	60.180	0.001	1.880	37.920	0.003	0.001	0.003	0.001
	分析值	60.283	0.009	1.817	37.831	0.002	0.007	N.D.	N.D.
	误差	-0.103	-0.008	0.063	0.089	0.001	-0.006	—	—
20123008	参考值	60.530	0.001	1.870	37.480	0.103	0.001	0.003	0.001
	分析值	60.569	0.008	1.797	37.466	0.119	0.005	N.D.	N.D.
	误差	-0.039	-0.007	0.073	0.014	-0.016	-0.004	—	—

注: N.D. 表示未检出。

EDX-7000 分析锡铅焊料 (SnPbAg 系列) 的成分结果表明, 主要组成元素 Sn、Ag、Pb 分析值与光电直读光谱仪参考结果分析比较, 分析误差优于 0.3%。

2.5 结果讨论

岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7000, 分析锡铅钎料 (SnPbAg 系列) 中的 Sn、Cu、Ag、Pb 等主要组成元素成分, 分析元素检测下限能满足《锡铅钎料》标准限值要求。Sn、Cu、Ag、Pb 等主要组成元素的短期分析稳定性, RSD 值优于 1.0%。EDX-7000 分析锡铅焊锡样品的主要组成元素 Sn、Cu、Ag、Pb, 分析值与光电直读光谱仪分析结果误差优于 0.3%, 可适用于锡铅钎料型号的筛选分析判定。

■ 结论

利用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7000, 分析锡铅钎料成分, 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。使用工作曲线法分析准确度高, 分析结果稳定性好, 可应用锡铅钎料 (SnPbAg 系列, 包含 SnPb、SnPbAg) 成分的分析, 适用于锡铅钎料的型号筛选分析判定。

岛津应用云

