

簡易なCu酸化膜測定方法の検討と測定事例  
～ SERA法による水溶性プリフラックス下の  
Cu酸化膜測定～

## 概要

ランドの表面酸化は、はんだ付けに影響をおよぼすため確認すべき項目であるが、簡易に測定できる方法がない。本報ではSERA法(連続電気化学還元法)を用いた、簡易に計測できるランド酸化膜測定方法の検討結果を報告する。また、実際に水溶性プリフラックスが塗布された基板での酸化膜変化とはんだぬれ性の測定事例を紹介する。

## 報告内容

01

SERA法(連続電気化学還元法)

02

基板ランドを測定するための検討結果

03

OSP基板での酸化膜とぬれ性の測定事例

04

まとめ

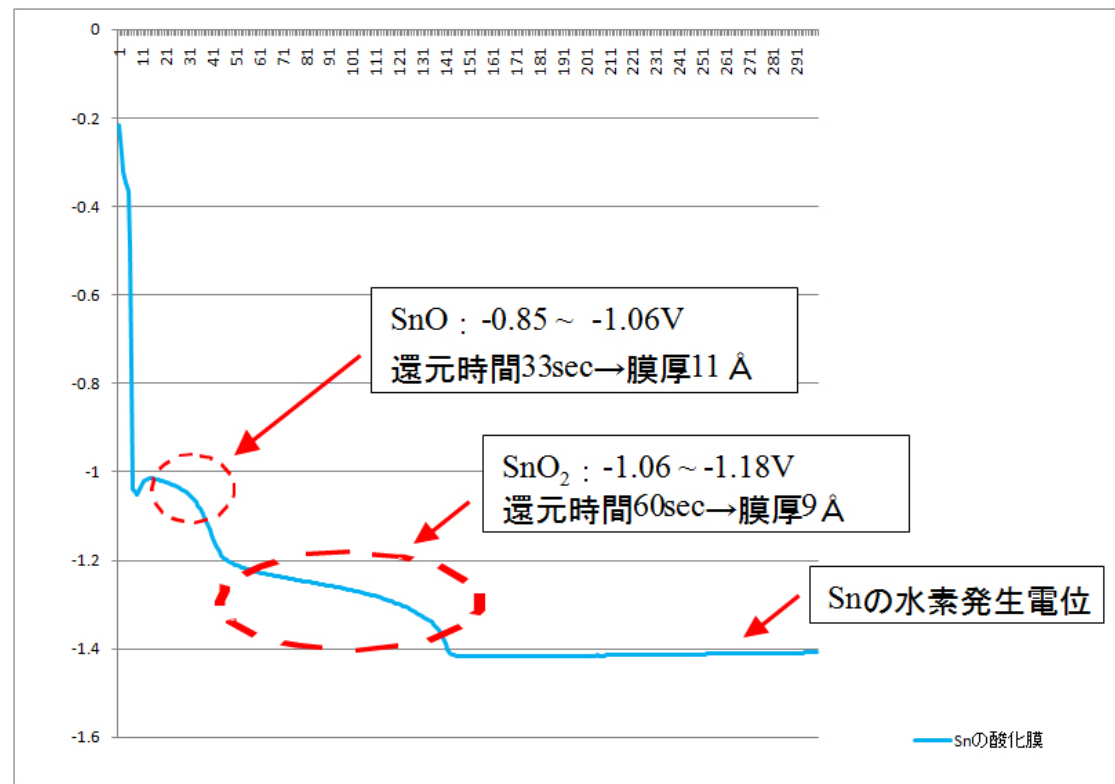
05

今後の予定

# 1 . S E R A 法（連続電気化学還元法）

## 測定原理

金属表面に電解液をあて、電極より微小電流を流すと還元反応が起きる。各物質は、固有の還元電位を持つことから、還元に必要な時間を測定することで膜厚を算出する。



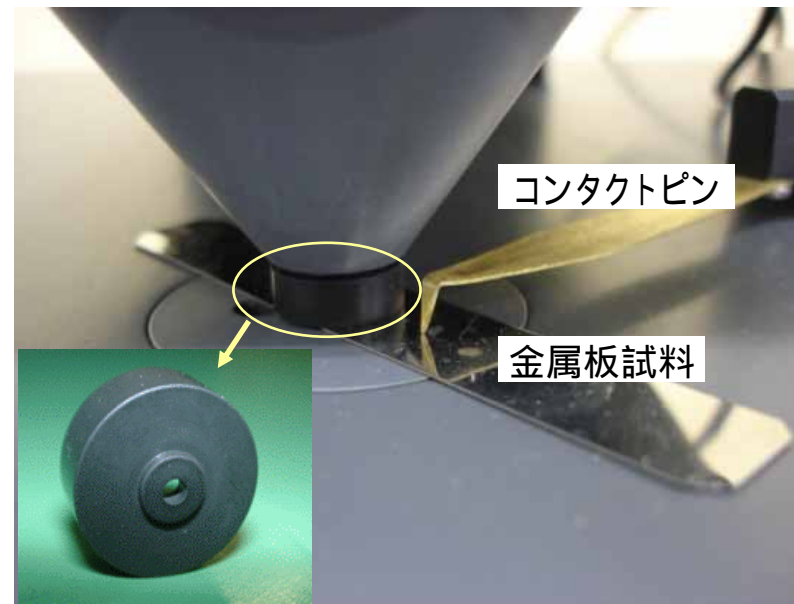
Sn表面の測定事例

# 測定装置

## 装置全体



## 装置部 拡大



# SERA法の特長

## SERA法の特長

- ・測定時間が短かく安価。
- ・価数が異なる酸化膜の切り分け可能。
- ・非破壊計測。
- ・nm単位での測定可能。

## 測定対象

- ・金属酸化膜 : Cu、Ag、Sn、はんだ
- ・金属膜厚 : Ni、Cu、Ag、Sn、Au
- ・有機保護膜 (OSP)

## 測定例

- ・酸化膜厚測定による、実装不良の解析
- ・電子部品の保管状態検査
- ・酸化膜の成長
- ・OSP有無の確認

## 2. 基板ランドを測定するための検討結果

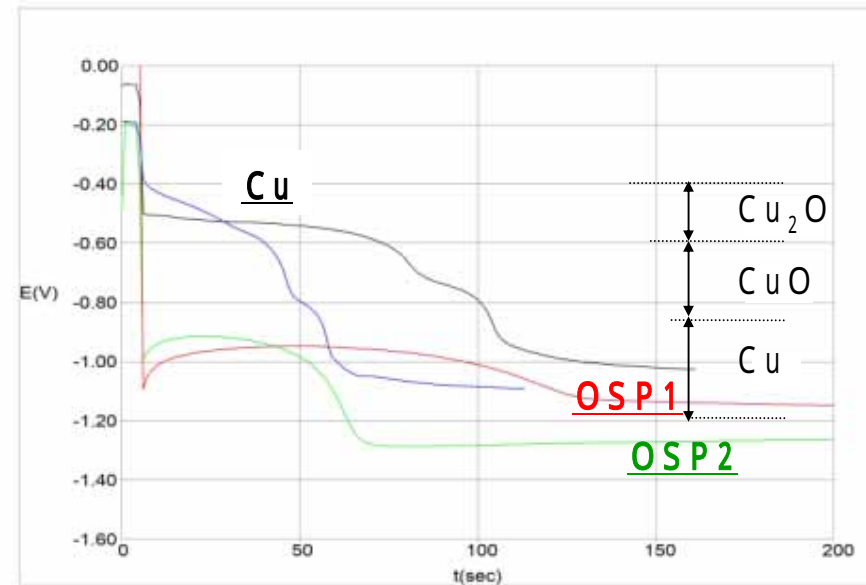
## 基板ランドを測定する場合の問題点

### 問題点1

OSP処理ランドのSERA測定結果は、Cuと異なるチャートを示す。

OSP下のCu酸化膜は測定できていない可能性が強い。

注)OSP(Organic Solderability Preservative)  
耐熱性水溶性プリフラックス



### 問題点2

OSPを除去すれば測定可能と推察されるが、適当な洗浄液がない。

メーカー推奨の洗浄液は酸性で、ランドのCu表面も除かれる可能性がある。



## 測定方法の検討

### 検討内容

溶剤でOSPを除いた後、SERA測定を実施する。

➡ OSPを洗浄できる溶剤の選定が必要。

### 溶剤選定の考え方

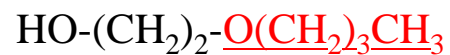
- ・OSPが水溶性であることから、同じ水溶性の溶剤をベースにする。
- ・ベース溶剤にCを付加し、水に対する溶解性を離れた溶剤で試験する。

例)



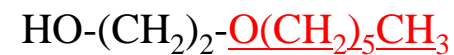
エチレングリコール

水と自由に混和



エチレングリコール  
モノブチルエーテル

水に可溶



エチレングリコール  
モノヘキシルエーテル

水に微溶

## 検討溶剤とリンス液

### アルコール類 R-OH

| R基  | 化合物名        |
|---|-------------|
| CH <sub>3</sub>                                 | メチルアルコール    |
| CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>                 | エタノール       |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> | プロピルアルコール   |
| CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | イソプロピルアルコール |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> | 1-ブタノール     |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> | 2-ブタノール     |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> | ヘキサノール      |

### プロピレングリコール系 CH<sub>3</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>-R

| R基  | 化合物名                  |
|---|-----------------------|
| OH  | プロピレングリコール            |
| CH <sub>3</sub>                                 | プロピレングリコール モノメチルエーテル  |
| CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>                 | プロピレングリコール モノエチルエーテル  |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> | プロピレングリコール モノプロピルエーテル |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> | プロピレングリコール モノブチルエーテル  |

リンス液: アセトン, IPA, エタノール

### エチレングリコール系 HO(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>O-R

| R基  | 化合物名                 |
|---|----------------------|
| OH  | エチレングリコール            |
| CH <sub>3</sub>                                 | エチレングリコール モノメチルエーテル  |
| CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>                 | エチレングリコール モノエチルエーテル  |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> | エチレングリコール モノブチルエーテル  |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> | エチレングリコール モノヘキシルエーテル |

### ジエチレングリコール系 HO(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>O(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>O-R

| R基  | 化合物名                  |
|---|-----------------------|
| OH  | ジエチレングリコール            |
| CH <sub>3</sub>                                 | ジエチレングリコール モノメチルエーテル  |
| CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>                 | ジエチレングリコール モノエチルエーテル  |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> | ジエチレングリコール モノブチルエーテル  |
| CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> | ジエチレングリコール モノヘキシルエーテル |

## 試験方法と評価

### 試験片

- ・Cu板にOSP処理(OSPは2種類使用)
- ・加熱処理なし、リフロー3回

### 試験方法

試験片を溶剤で超音波洗浄(10分) リンス液で超音波洗浄(10分)

- ➔ SERAで酸化膜測定
- ➔ 試験片のOSP厚測定

### 評価と判定

- ・SERA法で酸化膜を測定。
  - ➔ 測定波形がCuに類似していること。
- ・メーカー推奨方法(UV法)でOSP厚を計測。
  - ➔ OSPが検出されないこと。(できるだけ少ないこと)

## 一次評価 SERA測定波形による評価

1項: 水素発生電位が < -1.2をNG

2項: -0.4 ~ -0.6に電位の滞留(フラット)が認められないものをNG

3項: 水素発生電位到達時間が > 100secをNG

赤塗りつぶしがNG評価を示す。

| 洗浄液       | リンス液     | 1項 | 2項 | 3項 |
|-----------|----------|----|----|----|
| メチルアルコール  | アセトン     |    |    |    |
|           | エタノールベース |    |    |    |
|           | IPA      |    |    |    |
| エタノール     | アセトン     |    |    |    |
|           | エタノールベース |    |    |    |
|           | IPA      |    |    |    |
| プロピルアルコール | アセトン     |    |    |    |

⋮

➡ 264条件(洗浄液22種 × リンス液3種 × OSP2種 × 加熱有無)から28条件を選定

## 二次評価 洗浄後のOSP厚を測定

測定方法はメーカー推奨方法に従う。(UV法)

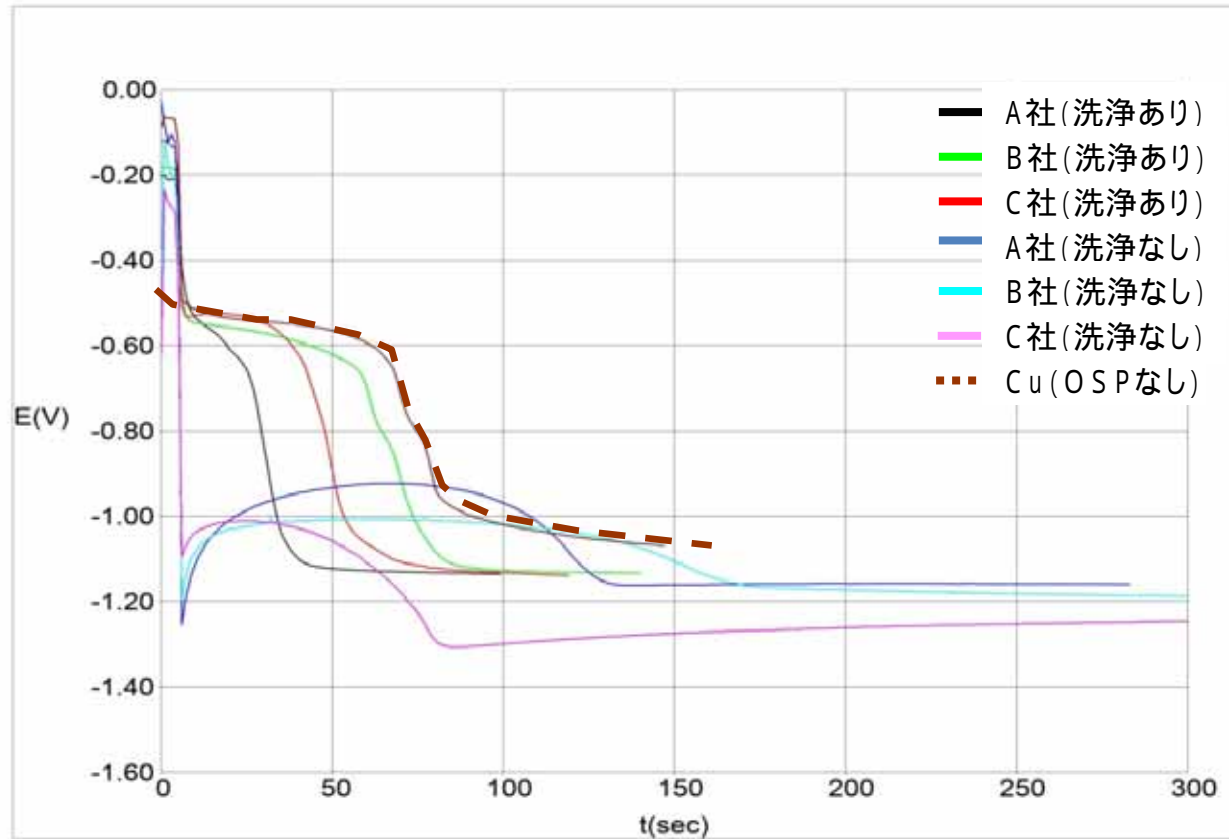
| 洗浄液       | リンス液     | 未加熱    | 加熱(3回リフロー) |
|-----------|----------|--------|------------|
|           |          | 膜厚(μm) | 膜厚(μm)     |
| プロピルアルコール | アセトン     | 0.01   |            |
| 1-ブタノール   | アセトン     | 0.00   | 0.15       |
|           | エタノールベース | 0.01   | 0.17       |
|           | IPA      | 0.00   | 0.14       |
| エチレングリコール | IPA      | 0.01   |            |
| モノブチルエーテル | アセトン     | 未検出    | 0.01       |
|           | エタノールベース | 未検出    | 0.01       |
|           | IPA      | 0.00   | 0.01       |

⋮

28条件から2溶剤を選択。

エチレングリコールモノブチルエーテル, ジエチレングリコールモノブチルエーテル

## 各OSPに対する洗浄の効果



3メーカーのOSPで洗浄によりCu同様のチャートとなる。

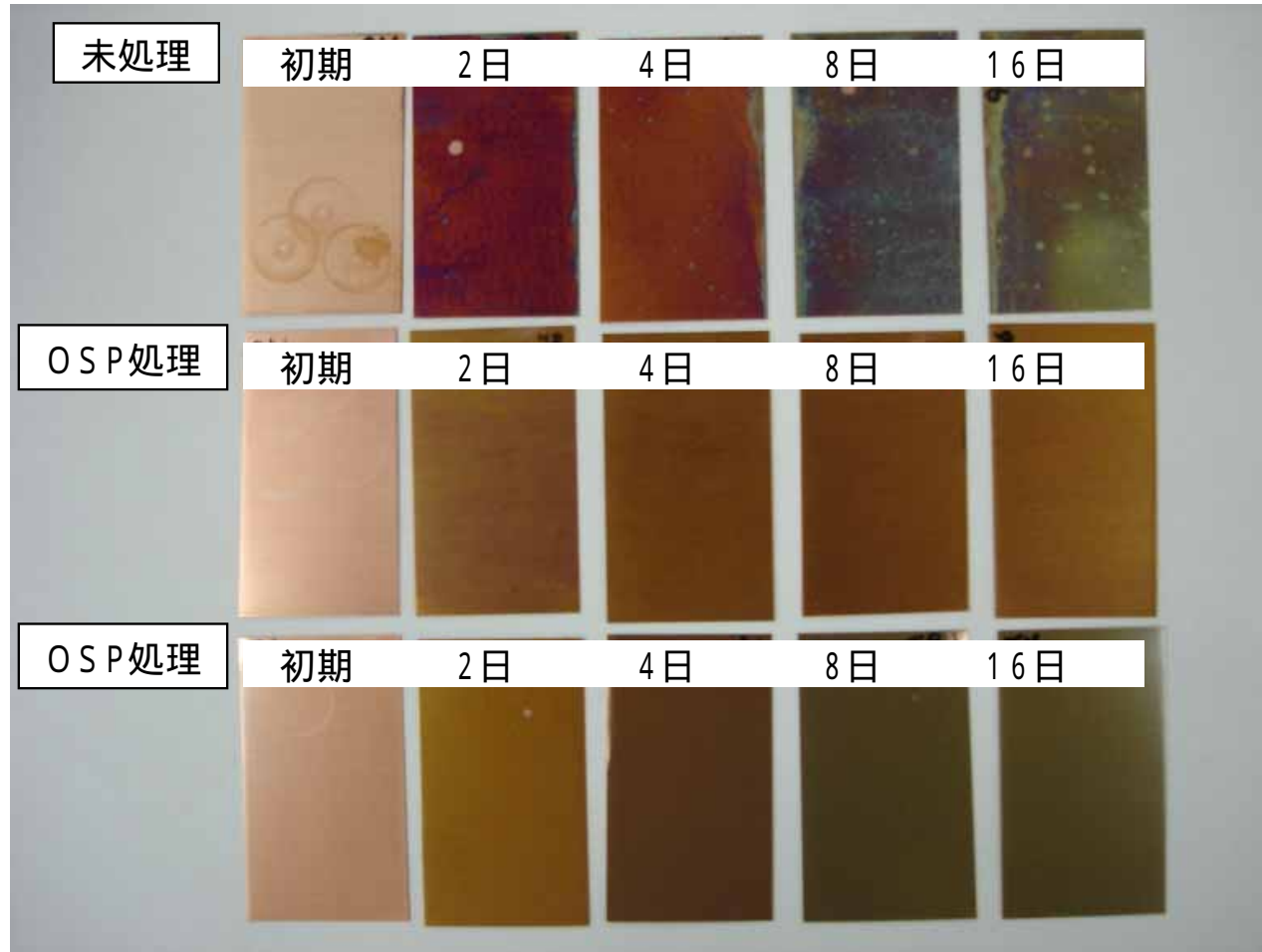
➡ OSP下のCu酸化膜をSERA法で測定可能。

### 3 . 酸化膜とぬれ性の測定事例 ( 1 ~ 3 例)

恒温恒湿放置での酸化膜厚とぬれ性の変化

# 測定例 1 85 / 85%RH放置での評価1

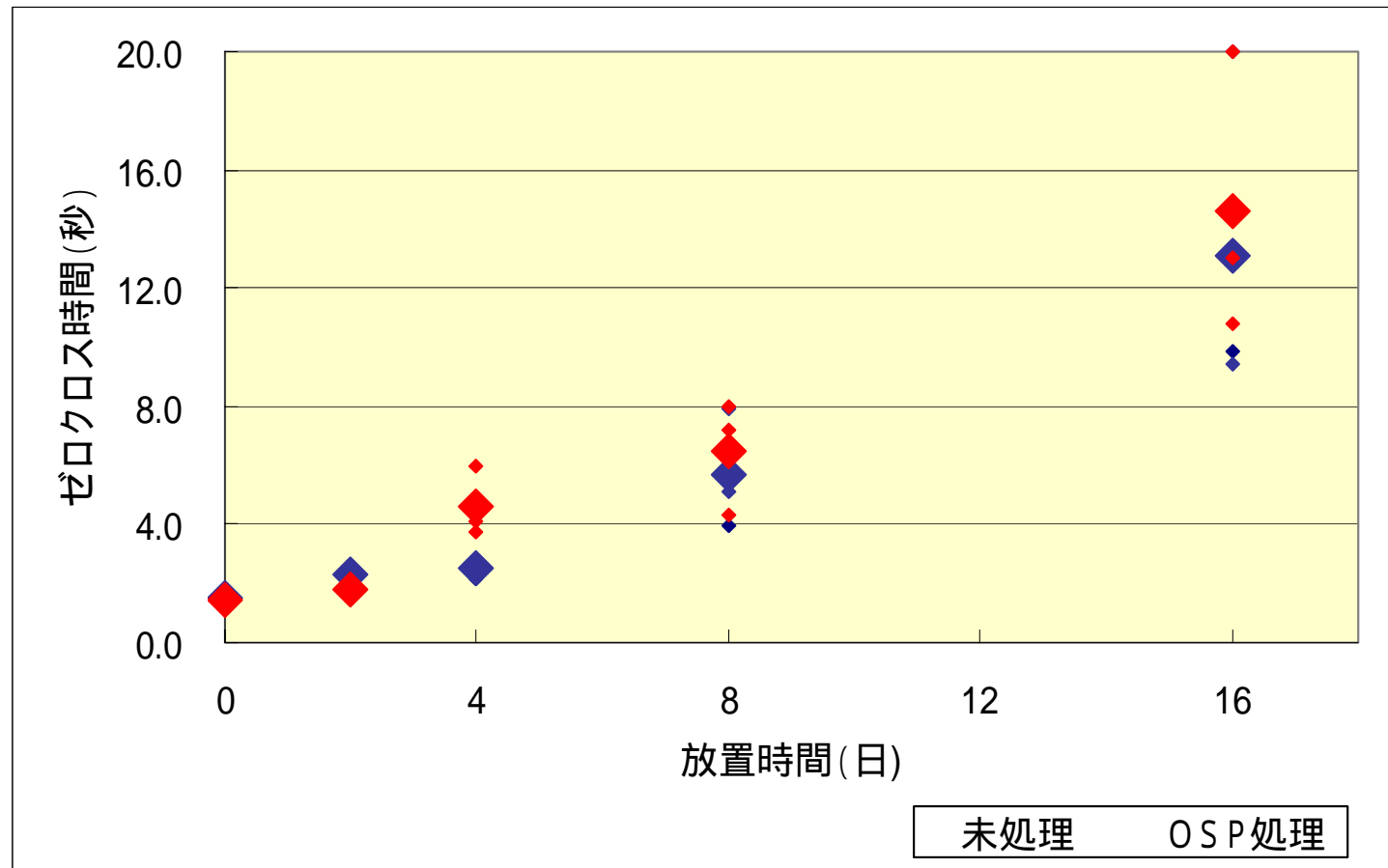
## 試験片外観





# 測定例 1 85 / 85%RH放置での評価1

はんだぬれ性(メニスコグラフ)



# 測定例 1 85 / 85%RH放置での評価1

## はんだぬれ性(ソルダーペースト広がり)

・測定位置



・評価(広がり区分)

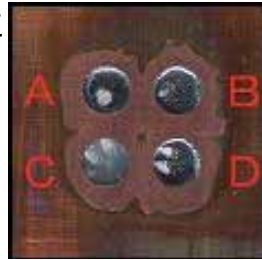
- 区分1 塗布面積以上に広がる
- 区分2 塗布した部分は全て濡れている
- 区分3 塗布した部分の大半が濡れている
- 区分4 濡れた様子がない

|     | 初期 | 2日放置 | 4日放置 | 8日放置 | 16日放置 |
|-----|----|------|------|------|-------|
| 未処理 |    |      |      |      |       |
| OSP |    |      |      |      |       |

# 測定例 1 85 / 85%RH放置での評価1

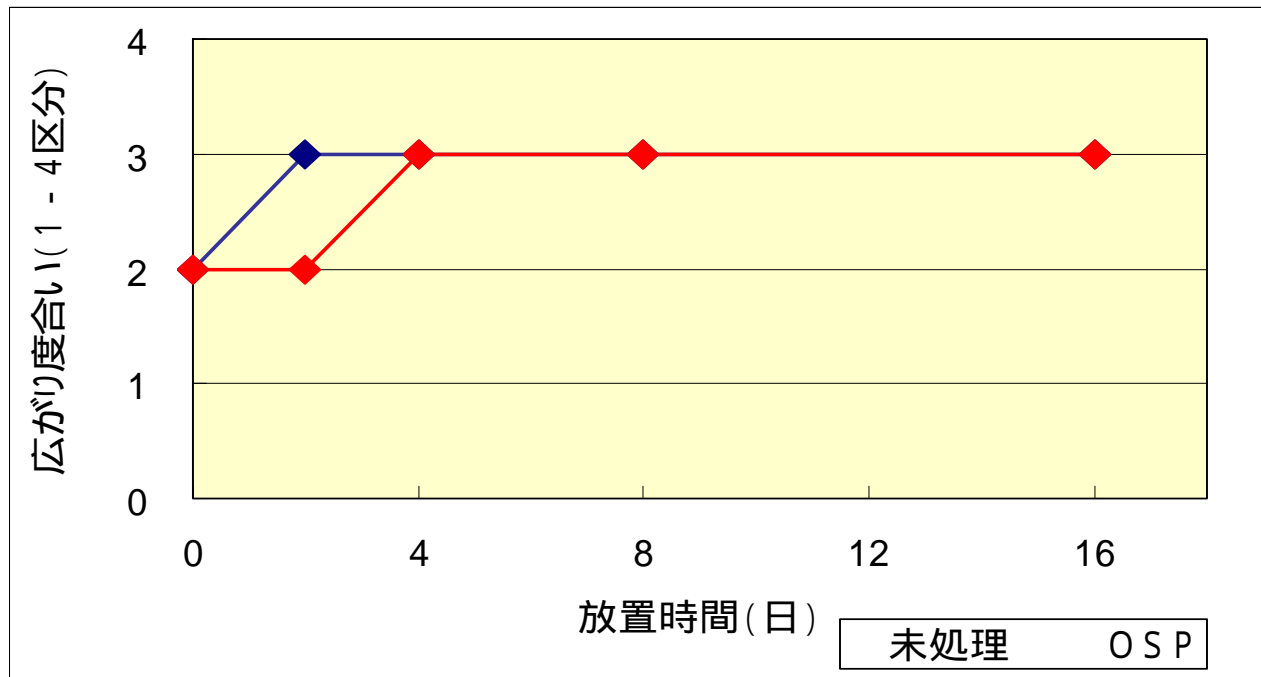
## はんだぬれ性(ソルダーペースト広がり)

・測定位置



・評価(広がり区分)

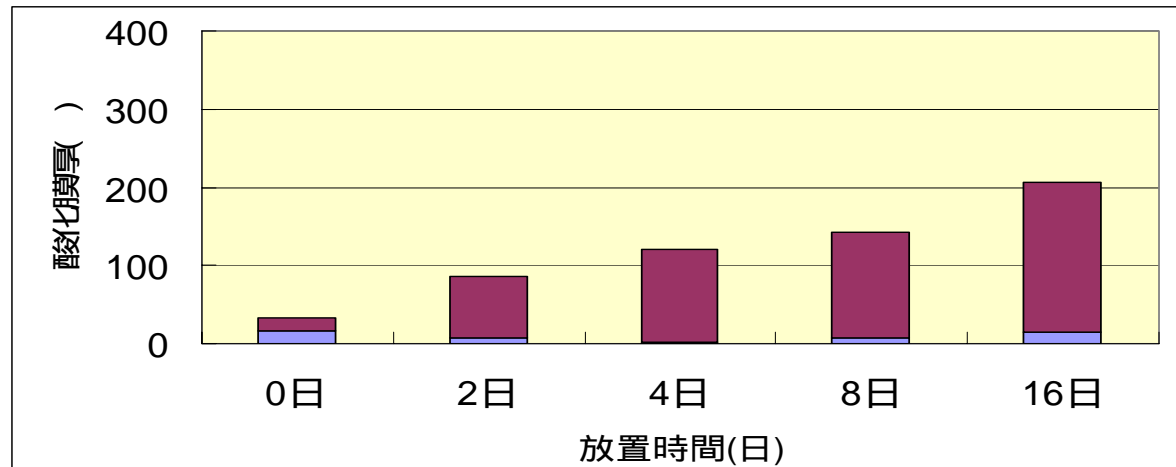
- 区分1 塗布面積以上に広がる
- 区分2 塗布した部分は全て濡れている
- 区分3 塗布した部分の大半が濡れている
- 区分4 濡れた様子がない



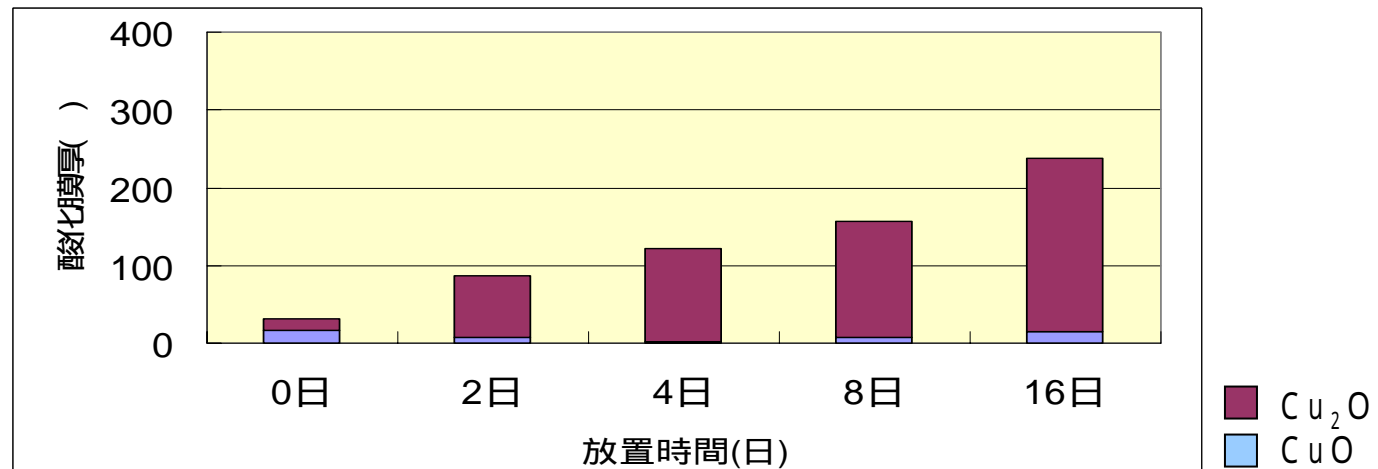
# 測定例 1 85 / 85%RH放置での評価1

## 酸化膜測定結果

未処理

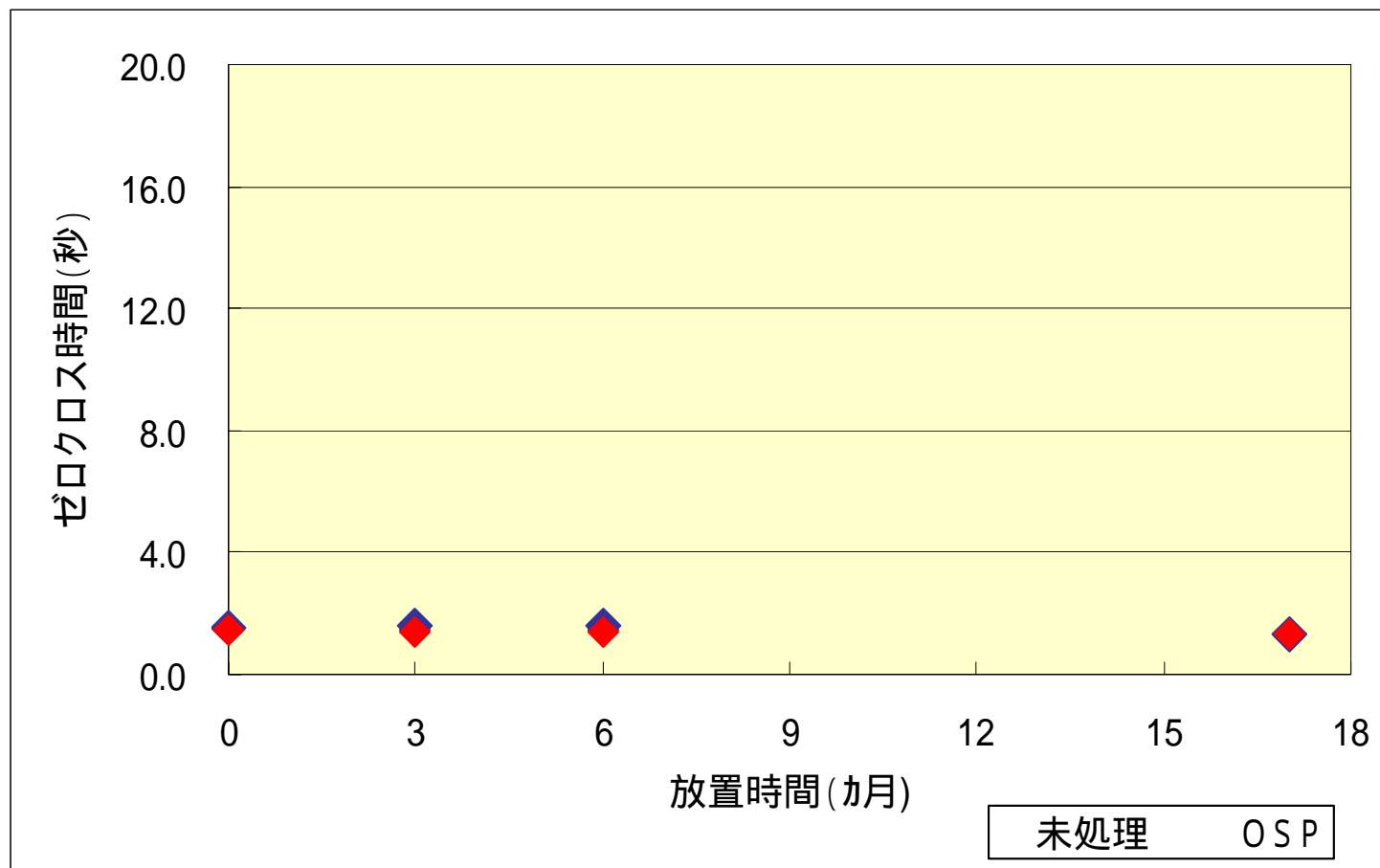


OSP処理



## 測定例2 室温放置での評価

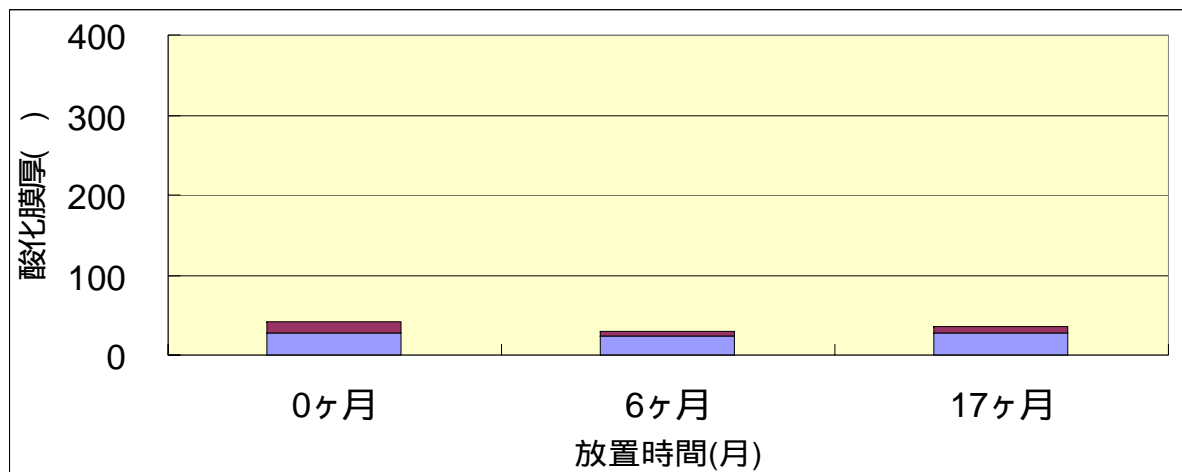
はんだぬれ性(メニスコグラフ)



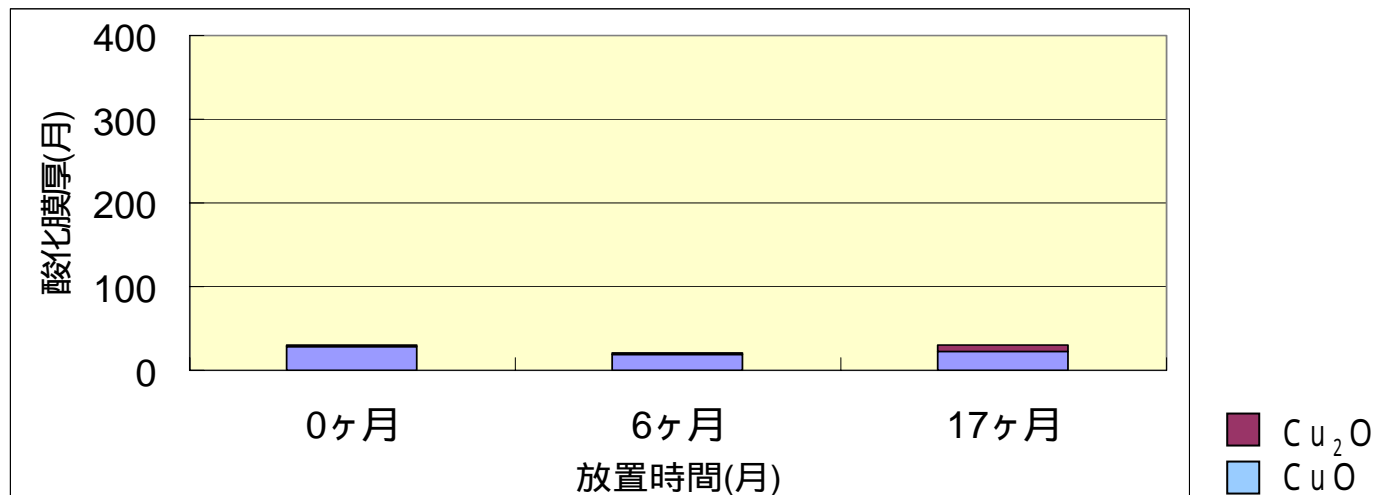
## 測定例2 室温放置での評価

### 酸化膜測定結果

未処理



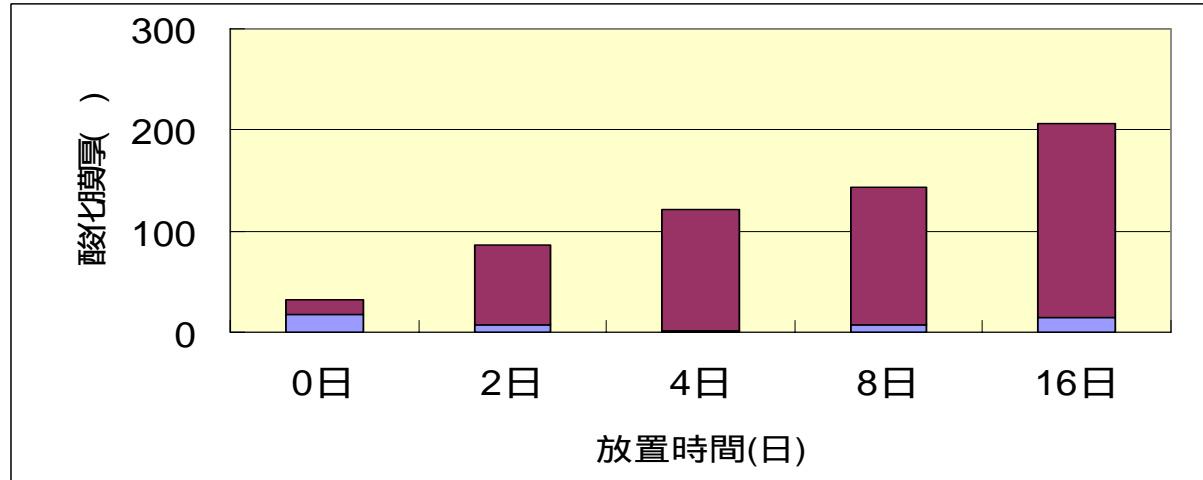
OSP処理



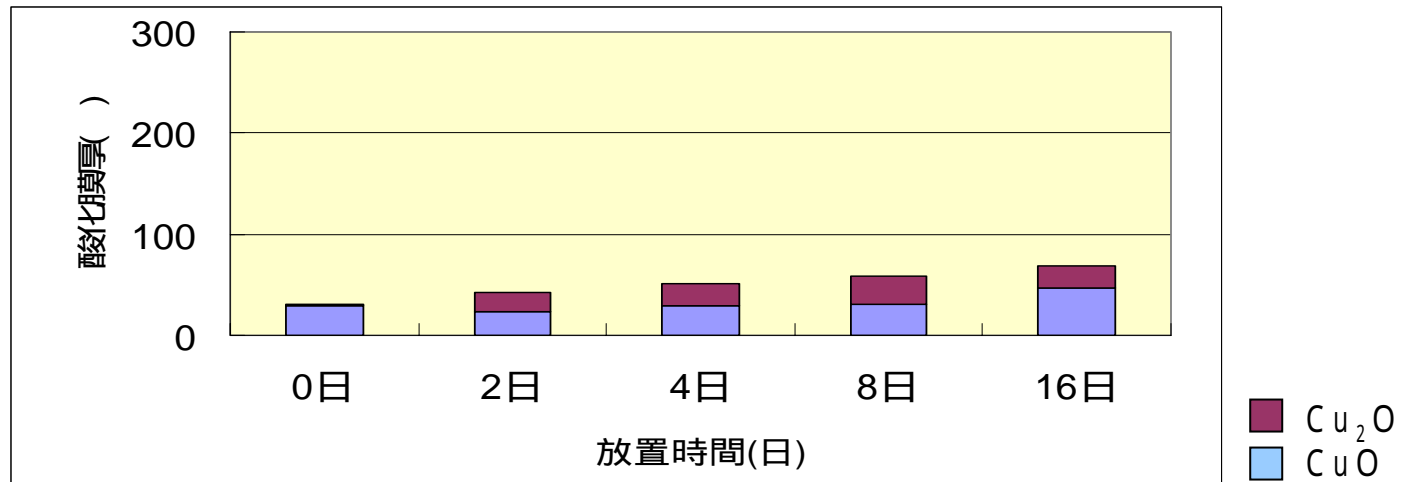
# 測定例 3 85 / 85%RH放置での評価2

## 酸化膜測定結果

未処理



OSP処理



## 4. まとめ

SERA法は簡易な酸化膜測定方法で、有効な方式である。特に試験点数が多い場合、測定時間の短さが有利な測定方法と考えている

これまで、厚くOSPが塗布されている場合は、測定に支障をきたすき場合もあったが、特定の洗浄液を使用することで、安定した測定ができるようになった。

OSP下の酸化膜厚増加に伴い、はんだぬれ性劣化が認められた。また、同一放置条件下でも酸化膜形成に差異が認められる場合もある。

## 5. 今後の予定

基板ランドの加熱程度、放置条件、OSP種、OSP処理条件などが、はんだ付け性に及ぼす影響を、酸化膜厚を指標として詳細な実験を進める。

クオルテック  
「受託研究」ページ

クオルテック  
「お問い合わせ」