

## 燃焼-イオンクロマトグラフ法による はんだ材料中ハロゲンの分析

Analysis of Halogen in Soldering Materials by Combustion Ion-Chromatography

電機・電子機器で用いられるはんだ材料には、電極や銅箔の活性剤としてハロゲンが古くから添加されてきましたが、最近では環境負荷低減の観点から低ハロゲン化への要求が高まり、「ハロゲンフリーはんだ材料」が用いられるようになってきました。社団法人電子情報技術産業協会（JEITA）では、はんだ本来の接合性と環境負荷低減の両方の観点から、ハロゲンフリーはんだ材料の規格化を進めており、はんだ材料製品であるフラックス固形分を規格対象として、各ハロゲン（塩素、

臭素、ふっ素）の含有量により定義される見通しです。

また、この中で各ハロゲン含有量の試験法としては、フラックス固形分を燃焼分解し、イオンクロマトグラフで測定する方法が用いられる予定です。

ここでは、燃焼分解法として、自動化および再現性に優れる石英管燃焼法を用いた燃焼装置ではんだフラックスを燃焼させ、得られた吸収液を島津イオンクロマトグラフ“Prominence HIC-SP”で分析した例をご紹介します。

J. Nagata

### ■試料（はんだフラックス）

Sample (Soldering Flux)

電機・電子機器の基板等、実装後の製品におけるフラックス残渣は、量が少ない上にサンプリングも容易でないことから、液状フラックス（ペースト状も含む）、やに入りはんだ、ソルダペーストといったはんだフラックス製品そのものが測定対象となります。

Fig.1はペースト状フラックスの一例です。通常は、前処理済みの製品（ペースト状フラックスの場合はそのまま）から秤量誤差を考慮して100 mg程度を燃焼用試料として用いますが、不完全燃焼による回収率の低下が懸念される場合は20～50 mg程度を試料量とします。



Fig.1 ペースト状フラックスの例  
Example of Soldering Flux

### ■標準試料

Standard Sample

石英管燃焼法による燃焼-イオンクロマトグラフ法では、測定対象のハロゲン量が既知である固体標準試料を燃焼させ、イオンクロマトグラフでの測定結果から検量線を作成し、実際のはんだフラックス中のハロゲン含有量を求める方法が一般的です。ここでは、固体標準試料として“NAC-st1※”を用いました。Fig2は“NAC-st1”の構造式、Fig3は“NAC-st1”を燃焼分解しイオンクロマトグラフで測定した結果です。

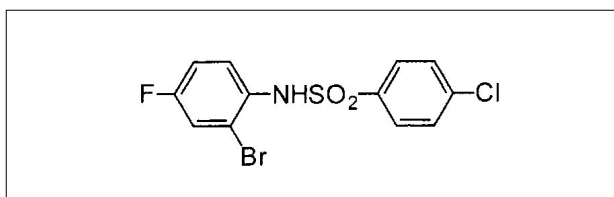


Fig.2 固体標準試料“NAC-st1”の構造式  
Structural Formula of Standard Sample “NAC-st1”

※ 株式会社ナックテクノサービスと東京都立産業技術研究センターの共同開発品です。

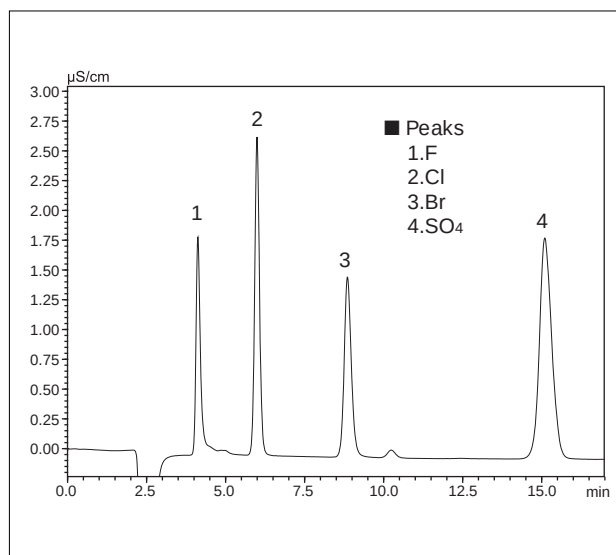


Fig.3 “NAC-st1”のクロマトグラム  
Chromatogram of “NAC-st1”

## ■直線性

### Linearity

Fig.4に、固体標準試料“NAC-st1”の分析結果から得られた検量線（塩素、臭素、ふっ素）を示します。

なお、検量線の横軸は、燃焼ガス吸収液中の濃度（mg/L）です。

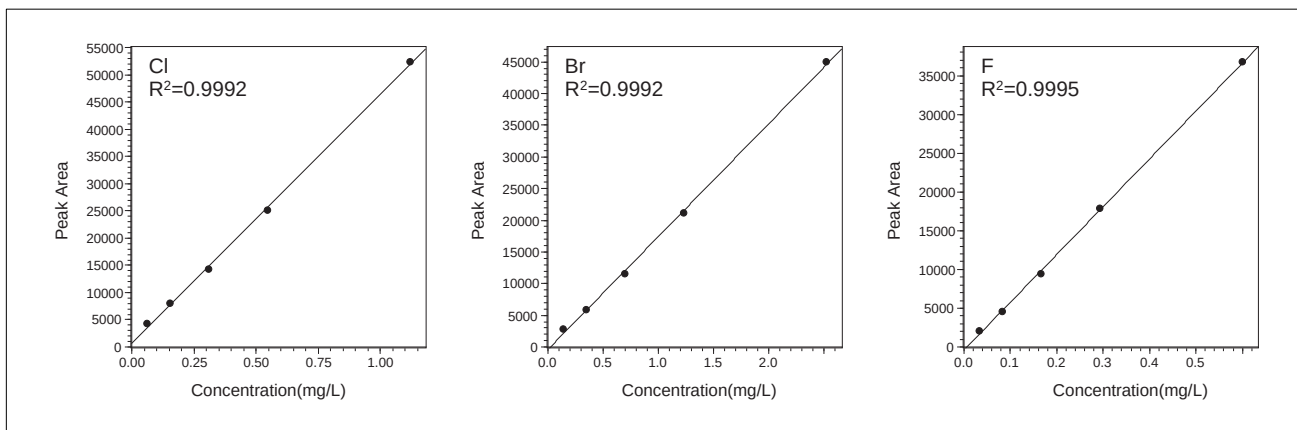


Fig.4 検量線  
Calibration Curves

## ■はんだフラックスの分析

### Analysis of Soldering Flux

Fig.5に、はんだフラックス※を燃焼-イオンクロマトグラフ法で分析した結果を、また燃焼条件と分析条件をTable 1と2に示します。

Fig.5の濃度表記は、燃焼ガス吸収液中の各イオン濃度を実際のフラックス中濃度に換算しています。

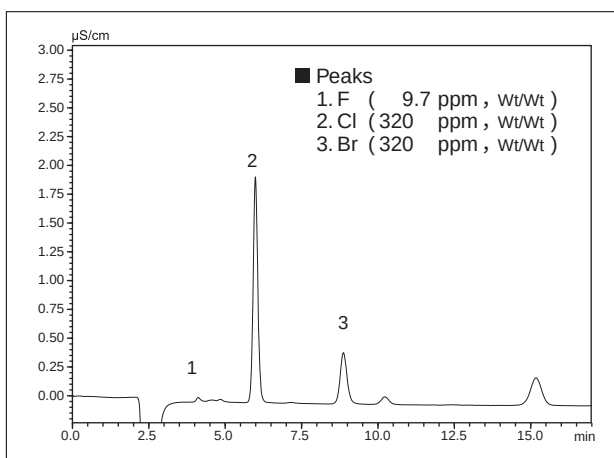


Fig.5 はんだフラックスのクロマトグラム  
Chromatogram of Soldering Flux

Table 1 燃焼条件  
Combustion Conditions

|                    |                                                                                   |
|--------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| Sample Weight      | : 50 mg                                                                           |
| Combustion Furnace | : 1050 °C                                                                         |
| Flow Rate          | : Air 1.0-2.0 L/min                                                               |
| Absorption Liquid  | : pure H <sub>2</sub> O<br>(added small amount of H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) |
| Absorption Volume  | : 40 mL                                                                           |
| Equipment          | : Combustion SQ-1(Yanako )<br>: Absorption HSU-35(Yanako )                        |

Table 2 分析条件  
Analytical Conditions

|                  |                                                                      |
|------------------|----------------------------------------------------------------------|
| Column           | : Shim-pack IC-SA2 (250 mm L. × 4.0 mm I.D.)                         |
| Mobile Phase     | : 12 mmol/L Sodium hydrogen carbonate<br>0.6 mmol/L Sodium carbonate |
| Flow Rate        | : 1.0 mL/min                                                         |
| Column Temp.     | : 30 °C                                                              |
| Detection        | : CDD-10A <sub>SP</sub> (Suppressor)                                 |
| Injection Volume | : 100 μL                                                             |

※はんだフラックス試料は、社団法人電子情報技術産業協会（JEITA）様よりご提供いただきました。試料は株式会社ナックテクノサービス様において燃焼処理後、分析しました。

初版発行：2009年3月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691 (携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。