

## N118

## バナジウム系鉛フリーガラスの異なる粒径に対する封着力の評価

(鹿大院理工)○(学)荒牧 一輝・(正)吉田 昌弘・(正)幡手 泰雄・(ヤマト電子)(正)甲原 好浩

## 緒言

現在、封着加工用ガラスは、様々な電子部品の封着材としてエレクトロニクス産業において幅広く用いられている。封着用ガラスに求められる特性は、低融性・低熱膨張性・高接着・高封止性・化学的耐久性が優れている等が挙げられる。このような特徴を有する封着用ガラスとしては主に酸化鉛(PbO)多量に含んだガラスが中心である。しかし、近年この鉛の持つ有毒性が問題視されている。欧州では2006年7月以降、基準値以上の鉛を使用する電化製品の販売を禁止した。これより事実上、使用を禁止することにつながりメーカーも無鉛化の方向へと動き出している。よって、封着加工用鉛フリーガラスの開発は、現在緊急の課題となっている。そこで本研究では、鉛ガラスの代替材料となる封着加工用鉛フリーガラスの開発を目的とした<sup>1)</sup>。

## 実験

**鉛フリーガラスの調製:** 金属酸化物を所定の組成で十分混合させた後、白金るつぼに入れ電気炉にて約1000°Cで1時間焼成した。その後、溶液をアルミナボートに流し込み、ガラスバーを作製した。

**フリットガラスの調製:** 調製した粉末ガラスと粉末状のケイ酸ジルコニウム(以下フィラー)を各々の粒径に分けた。その後、規定の粒径をポットミルに入れ10分間混合し、フリットガラスを作製した。

**DTA 測定:** 示差熱分析装置(DTA)を用いて $T_g$ (ガラス転移点)および $T_f$ (軟化点)、 $T_x$ (結晶析出点)を測定した。

**TMA 測定:** 回収したガラスバーを円柱状に加工して、熱膨張係数 $\alpha$ を測定した。

**ペーストの発泡状態の検証:** 作製したフリットガラスをソーダライムガラス基板上に塗布した。焼成後基板ガラスを切断し、ペースト断面のSEM観察を行い、発泡状態に関して評価を行った。

**圧縮せん断接着強さ試験:** フリットガラスを基板ガラス上に塗布し、焼成及び封着を行った。その後、測定器に固定し、接着面が剥れた時の荷重を基に接着力を算出した。

**平面蛍光管封着実験:** 平面蛍光管で封着実験を行った。その後、平面蛍光管を切断し、断面を観測して、接着部分の濡れ拡がりを確認した。

## 結果及び考察

$V_2O_5$ -ZnO-BaO-TeO<sub>2</sub> ガラスにおいて、DTA、接着実験を行った結果、良好な接着性を有したガラスは、

組成 33.3 mol%V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-12.4 mol%ZnO-19.8 mol%BaO-34.5 mol%である V-8-Te35 系ガラスであった。しかし、TMAの結果より熱膨張係数が高いことがわかった。そこで、熱膨張係数を下げるためフィラーを混合した。混合する際、各々の粒径を変化させ熱的特性、接着力にどのような影響を与えるか調査した。

**表1**に調製したフリットの組み合わせとDTA、TMAの結果を示す。測定による誤差があるもののDTA、TMAの結果は、粒径変化に影響されないことがわかった。**表2**に圧縮せん断接着強さ試験結果を、**図1**に最も接着力の低かった(A)と高かった(F)のペーストの発泡状態を示す。**表2**より、ガラスとフィラーの粒径が均一であり、粒径が小さいほど高い接着力を有していた。また**図1**より、接着力の高い方が泡のサイズが小さく、数が少ないことがわかった。

平面蛍光管封着実験を行い(A)と(F)を比較した結果、(A)は僅かに接着している程度であった。また、(F)ほどの良好な濡れ拡がりを示さなかった。

以上の結果より、ガラスとフィラーの粒径を均一にすることで、接着力が向上することがわかった。

表1 フリットの組み合わせとDTA、TMAの結果

	V-8-Te35 D <sub>p</sub> [mm]	フィラー D <sub>p</sub> [μm]	フリット D <sub>p</sub> [mm]	T <sub>g</sub> [°C]	T <sub>f</sub> [°C]	T <sub>x</sub> [°C]	α [10 <sup>-7</sup> /°C]
V-8-Te35	100>	-	-	292	310	447	144.4
(A)	5.8	12.8	7.08	298	310	455	78.1
(B)	5.8	6.4	6.18	297	309	463	77.3
(C)	5.8	3.1	3.89	296	309	458	79.1
(D)	3.4	12.8	6.58	296	311	466	77.9
(E)	3.4	6.4	4.12	298	310	448	78.6
(F)	3.4	3.1	3.26	299	311	466	79.1

表2 圧縮せん断接着強さ試験結果

	鉛ガラス	(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(F)
接着強度 [kgf/mm <sup>2</sup> ]	1.43	0.98	1.32	1.04	1.09	1.10	1.52

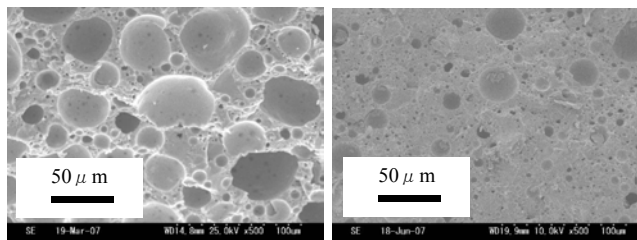


図1 ペーストの発泡状態、左(A)、右(F)

## 参考文献

- 1) 吉田昌弘, 日高隆太, 幡手泰雄, 吉中忠, 甲原好浩, 無機マテリアル学会誌, Vol.14, pp.207-213 (2006)

〒890-0065 鹿児島市郡元 1-21-40

\*Tel: 099-285-8526

E-mail:myoshida@cen.kagoshima-u.ac.jp