



MISKOLCI EGYETEM
MŰSZAKI ANYAGTUDOMÁNYI KAR
TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT
3515 MISKOLC, Egyetemváros



Ólommentes forrasanyagok nedvesítésvizsgálata: Sn-Ni/Cu rendszer

Készítette:
Somlyai-Sipos László

Konzulensek:
Dr. Baumli Péter
Prof. Dr. Kaptay György

Nanotechnológiai Kihelyezett Intézeti Tanszék
Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft., Logisztikai és
Gyártástechnikai Intézet (BAY-LOGI) – Nanotechnológiai Kutatóintézet

Miskolci Egyetem, Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet
3515 Miskolc-Egyetemváros

2014. november

Tartalomjegyzék

Tartalomjegyzék.....	2
Bevezetés	3
1. Irodalmi áttekintés	4
1.1. A nedvesítés értelmezése	5
2. Kísérleti körülmények.....	9
3. Az eredmények bemutatása.....	11
3.1. A peremszög meghatározása	11
3.2. Az ón-nikkel ötvözet és a réz szubsztrát között létrejövő szövetszerkezet értelmezése	13
3.3. Hőkezelés.....	20
4. Összegzés	21
Köszönetnyilvánítás	21
Felhasznált irodalom.....	22

Bevezetés

Napjainkban számos forrasztott kötéssel készített termékkel találkozhatunk, amelyek készítésénél a kötést kialakító forrasztóanyag kisebb-nagyobb mértékben ólmot tartalmaz. Ezen ónalapú forrasztóanyagok fejlesztésénél azért kezdtek ólmot ötvözőként használni, mert az csökkentette az intermetallikus fázis mennyiségét. Az Európai Unió előírásainak megfelelően azonban ezeket az ólomtartalmú forrasztóanyagokat fokozatosan ki kell vezetni a technológiákból. A forrasztóanyagokból az ólom kivonása viszont technológiai problémákat vet fel, ugyanis a réz alapanyag forrasztása esetén, a forrasztóanyag/réz szubsztrát határfelületen Sn_5Cu_6 intermetallikus fázis keletkezik, amely a kötés mechanikai tulajdonságait csökkenti.

Az ón alapú lágyforrasztóanyagok ma legtöbbet vizsgált rendszerei a réz, ezüst [1], bizmut [2] tartalmú kétalkotós ötvözetek, valamint a három alkotós ötvözetek közül a Sn-Cu-Ag [3, 4] és a Ni mikro ötvöztetésű Sn-Cu-Ni ötvözetek [5], valamint Au-In-Sn és Bi-In-Sn [6].

Az Sn-Cu-Ni ötvözetet az elektronikai ipar előszeretettel alkalmazza forrasztóanyagként hisz, mint ahogy azt Felberbaum [7] és munkatársai megállapították: a nikkel adagolása javítja az olvadási folyási és nedvesítési tulajdonságait. A forrasztott kötés kialakítására szánt ötvözetek fizikai- és kémiai tulajdonságai közül egyik fontos kérdés, hogy a forrasztóanyag a forrasztandó felületeket milyen mértékben nedvesíti. Emellett természetesen a vizsgálatok központi kérdése a kötés során kialakult mikroszerkezet is. Dolgozatomban ezt a két szempontot fogom vizsgálni, nikkel ötvöztetésű ón alapú forrasztóanyagok esetén.

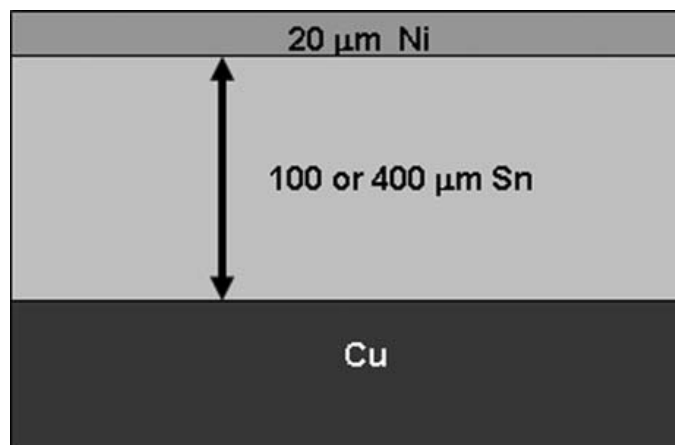
1. Irodalmi áttekintés

A továbbiakban a nikkel tartalmú forrasztanyagokkal végzett vizsgálatok eredményeit foglalom össze az irodalom alapján.

Yu és munkatársai [8] ón-ezüst-nikkel ötvözetet alkalmazva a réztartalom hatását és a létrejövő határfelületi intermetallikus vegyületek kialakulását vizsgálták a forrasztóötvözet és a nikkel szubsztrát között. Ezen túlmenően azt vizsgálták, hogy az oldott nikkel hogyan befolyásolja a réz diffúzióját, ezáltal a $(\text{Cu,Ni})_6\text{Sn}_5$ valamint a $(\text{Cu,Ni})_3\text{Sn}$ képződését. Meghatározták a forrasztanyagok kritikus réztartalmát a binér SnCu és a ternér Sn_{3,5}AgCu forrasztok esetében 250°C-on, melyek 0,5 és 0,4m/m %-osak volt.

Forrasztanyagok határfelületi tulajdonságainak vizsgálata mellett mechanikai tulajdonságokat is vizsgáltak Kim és munkatársai [9]. Megállapították, hogy a 0,2 és 1m/m % rézet tartalmazó forrasztanyagok esetében csak $(\text{Ni,Cu})_3\text{Sn}_4$ és $(\text{Cu,Ni})_6\text{Sn}_5$ intermetallikus vegyületek jöttek létre. A 0,5Cu mintadarab esetében $(\text{Ni,Cu})_3\text{Sn}_4$ összetételű mag alakult ki, amelyre $(\text{Cu,Ni})_6\text{Sn}_5$ fázis vált ki. Azt figyelték meg, hogy felületi repedések alakultak ki a $(\text{Ni,Cu})_3\text{Sn}_4$ és a $(\text{Cu,Ni})_6\text{Sn}_5$ fázisok között.

Chang és munkatársai [10] a nikkel/ón/réz ternér rendszert tanulmányozták. Munkájuk során azt vizsgálták, hogy milyen keresztthatások lépnek fel a nikkel és a réz ötvözők között. A kísérletekben egy 100-400μm vastagságú tiszta ón réteget galvanizáltak réz fóliák felületére. Majd erre a tiszta ónrétegre 20μm vastagságú tiszta nikkel réteget hoztak létre szintén galvanizálással (1. ábra). Ezt követően a lemezeket hőkezelésnek vetették alá. A kísérleteket minden esetben 160°C-on végezték, különböző hőtartási idők mellett. Vizsgálatuk eredménye, hogy a réz atomok 100 vagy akár 400μm tartományban is bediffundáltak az ón rétegbe (néhány száz óra alatt). Az így átdiffundált réz atomok az ón-nikkel határfelületen kialakult reakciótermékek összetételét megváltoztatták, és háromalkotós, $(\text{Cu}_{1-x}\text{Ni}_x)_6\text{Sn}_5$ fázisok jelentek meg [10].



1. ábra: Réz fólia felületén galvanizálással kialakított ón és nikkel réteg elhelyezkedésének sematikus ábrája [10]

Gyenes és munkatársai a nikkel hatását vizsgálták az ólommentes Innolot[®] (Sn-Ag-Cu-Bi-Sb-Ni) forrasztótvözetben képződő intermetallikus vegyületfázisokra [11]. Megállapították, hogy a nikkeltartalom növekedésével a képződő intermetallikus vegyületfázisok aránya is fokozatosan nő. Vizsgálataikban a nikkel/réz arány: 0,27; 0,32; 1,21 és 2,45 volt. Kísérleteik szerint célszerű az ötvözet nikkel tartalmát az alsó határértékre ($w' = 0,1 \text{ m/m } \%$), míg az olvadék hőmérsékletét a forrasztási technológiához igazodva nagyobb értékre megválasztani, annak érdekében, hogy elkerüljük a káros vegyületfázisok képződését.

1.1. A nedvesítés értelmezése

Dolgozatom elsődleges témája az ón/nikkel ötvözet réz szubsztráton történő nedvesítésének vizsgálata, így ezen alfejezetben ismertetem a nedvesítés értelmezését, jelentését.

Ha egy folyadékcsepp szilárd fázishoz ér, akkor felületének legalább egy kis hányadán közös felületet alakít ki vele. A fajlagos felület minimumra való törekvése miatt a csepp gömbsüveg alakú lesz, amely egy kör mentén fog a szilárd fázissal érintkezni. Az egyensúlyi alakot az úgynevezett peremszöggel tudjuk jellemezni, jele: Θ . Ez nem más, mint az érintkezési körvonalra merőleges, a folyadék/gáz határfelülettel párhuzamos egyenes és a szilárd síkja közötti szög, a folyadékcseppen keresztül mérve. A peremszög szemléltetése az 2. ábrán látható.

Tökéletes nedvesítés	Nedvesítő	Nem nedvesítő	Egyáltalán nem nedvesítő
			
$\Theta = 0^\circ$ $W \geq 2\sigma_{lg}$	$\Theta < 90^\circ$ $2\sigma_{lg} > W > \sigma_{lg}$	$\Theta \geq 90^\circ$ $\sigma_{lg} > W > 0$	$\Theta = 180^\circ$ $W = 0$

2. ábra: A peremszögek és adhéziós energiák

A folyadékcsepp egyensúlyi alakját a három határfelületi energia relatív értéke határozza meg, melyet Young-egyenletnek nevezünk:

$$\cos\Theta = \frac{\sigma_{sg} - \sigma_{sl}}{\sigma_{lg}} \quad (1)$$

, ahol a σ_{sl} , σ_{sg} , σ_{lg} , a szilárd-folyadék; a szilárd-gáz és a folyadék-gáz határfelületi energiák.

Mivel azonban a σ_{sl} és a σ_{sg} mennyiségek mérhetetlenek, így a Dupré által felállított adhéziós energia egyenlettel ($W \equiv \sigma_{lg} + \sigma_{sg} - \sigma_{sl}$) összevonva a Young-egyenletet megkaphatjuk a Young-Dupré egyenletet [12]:

$$\cos\Theta = \frac{W - \sigma_{lg}}{\sigma_{lg}} = \frac{W}{\sigma_{lg}} - 1 \quad (2)$$

, ahol a W az adhéziós energia.

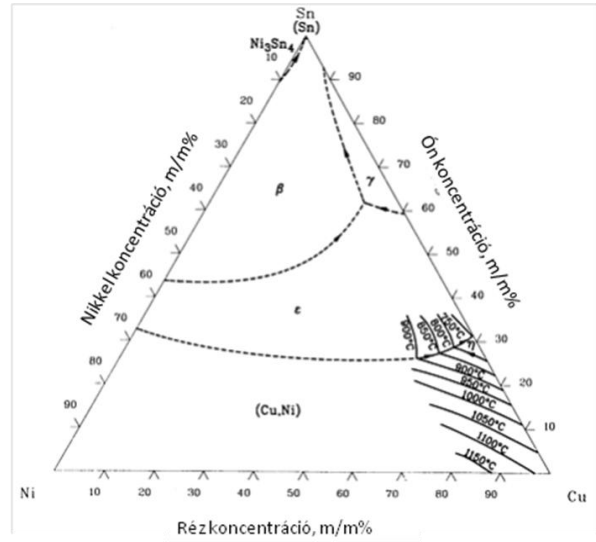
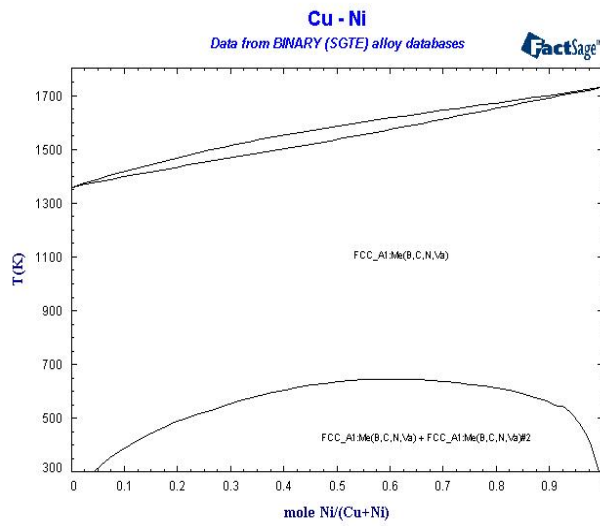
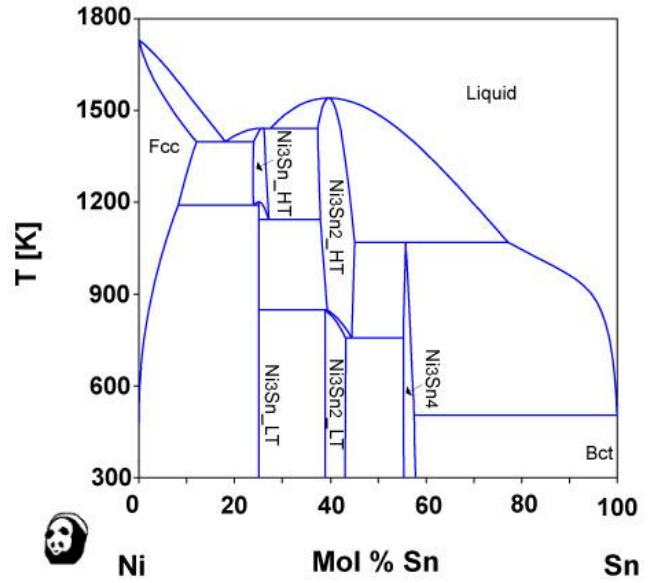
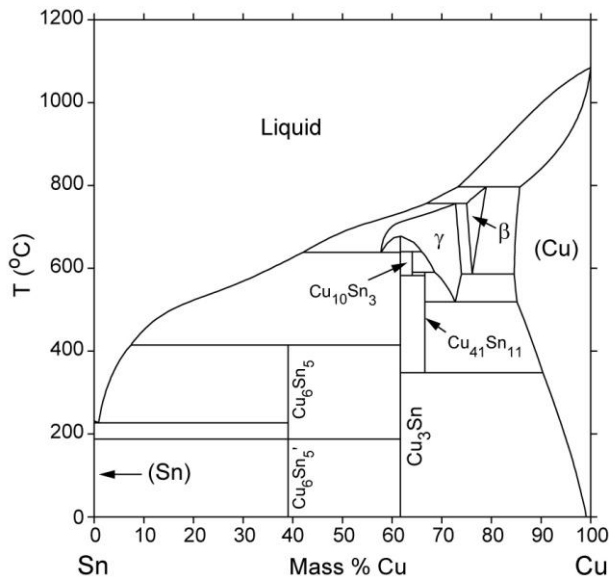
Az adhéziós energia értéke annál nagyobb, minél erősebb a kötés a szilárd és a folyadék fázisok között, egységnyi felületre vonatkoztatva.

A peremszög értéke 0 és 180° közötti értéket vehet fel. A peremszög értékei alapján négy különböző tartományt különböztethetünk meg:

- $\Theta = 0^\circ$ esetén az olvadék tökéletesen nedvesíti a szilárd fázist; az adhéziós energia legalább kétszerese az olvadék felületi feszültségének [13].
- $\Theta < 90^\circ$ esetén az olvadék még nedvesíti a szilárd fázist; az adhéziós energia kevesebb, mint kétszerese az olvadék felületi feszültségének
- $\Theta \geq 90^\circ$ esetén az olvadék rosszul nedvesíti a szilárd fázist; az adhéziós energia pedig kisebb, mint az olvadék felületi feszültsége
- $\Theta=180^\circ$ esetén az olvadék egyáltalán nem nedvesíti a szilárd fázist; az adhéziós energia értéke pedig 0.

A fentiek alapján megállapítható, hogy az ón-nikkel/réz rendszer vizsgálatánál nélkülözhetetlen a határfelületi erők és a peremszögek értelmezése. Valamennyi forrasztási technológia szempontjából elmondható a peremszög nagy jelentősége, mely nem csak a kialakuló kötések, hanem a megrendelő által elvárt követelményeknek is meg kell felelnie. Ezért kíváncsok, hogy a szubsztrát és a csepp között a nedvesítés egy bizonyos (10-30° közötti) peremszög tartományom belül mozogjon. A forrasztási technológiában a cél, hogy ne legyen tökéletes nedvesítés ($\Theta = 0^\circ$), mert akkor a létrejövő kötés nem lenne elég stabil ahhoz, hogy megtartsa a két összeforrasztott részt. Viszont nem is lehet túl nagy a peremszög, mert akkor rossz lesz az adhézió, azaz a forrasztanyag és a szubsztrát közti tapadás.

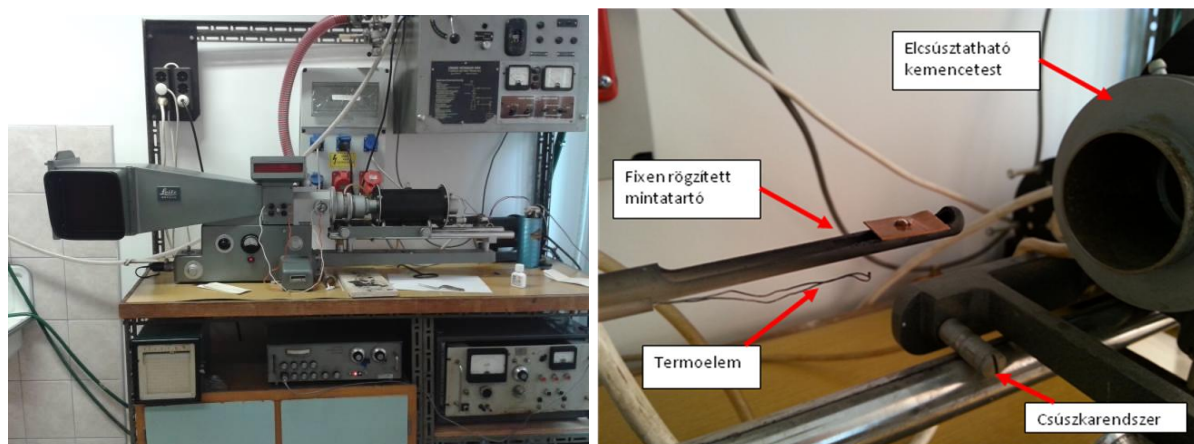
Kutatómunkám során a forrasztanyagként ón-nikkel ötvözetet használtam, amelyet réz szubsztráton olvasztottam meg. Ahogy korábban már a kutatócsoportunkban leírták [1], a forrasztanyag a szubsztrát egy részét beoldja, így tulajdonképpen egy háromalkotós ötvözetolvadékot kell vizsgálni. A háromalkotós ón-nikkel-réz ötvözet fázisdiagramja a 3. ábrán látható. A fázisdiagramról megállapíthatjuk, hogy öt intermetallikus fázis Cu_3Sn , Cu_6Sn_5 , Ni_3Sn_2 , Ni_3Sn_4 és Ni_3Sn keletkezése is lehetséges bizonyos koncentrációk mellett az általam vizsgált rendszerben.



3. ábra: Az ón-réz, az ón-nikkel és a réz-nikkel kétalkotós, valamint az ón-nikkel-réz háromalkotós rendszer likvidusz felülete [14-17]

2. Kísérleti körülmények

A nedvesítési vizsgálatokat a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet Fizikai Laboratóriumában található vízszintes csökemencében (4. ábra), levegő atmoszférán végeztem el.



4. ábra: A vízszintes csökemencéről készített felvétel zárt és nyitott állapotban a behelyezett mintával

A kísérlet előkészítéséhez ipari tisztaságú rézlemez alkalmaztam, melyet 1x1,5 cm-es darabokra vágtam. Ezt 10m/m %-os NaOH-os oldattal tisztítottam meg, hogy a szennyeződések eltávolítsam róla. Ezután desztillált vízzel, majd etil-alkohollal átmostam és megszáritottam. A kísérletekhez 0,1; 0,2 és 0,4m/m % nikkeltartalmú ón-nikkel ötvözeteket használtam, melyből minden kísérlet esetében 0,1g-os darabokat vágtam. Az ón-nikkel darabok megtisztításánál ugyanazt a módszert alkalmaztam, mint a réz lemezek esetében.

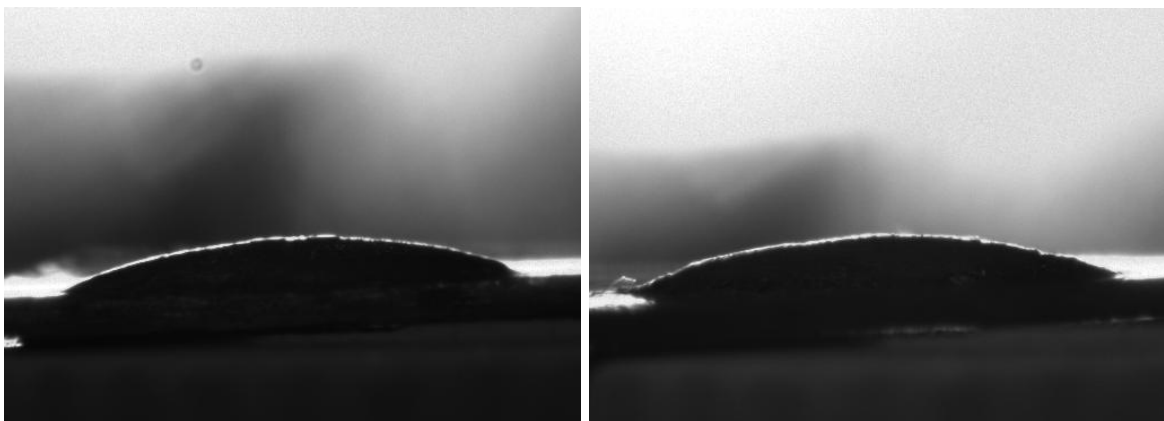
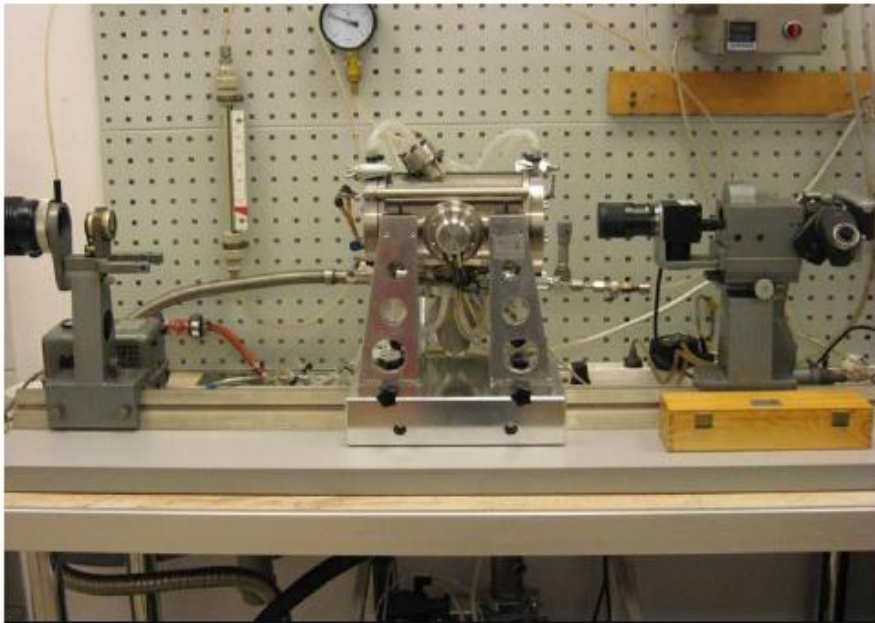
A kísérletet úgy végeztem el, hogy a réz lemez közepére helyeztem az ón-nikkel ötvözet 0,1g-os darabját, majd egy csepp forrasztófolyadékot (DIN EN 29454) cseppentettem rá, amellyel a forrasztás során a minta oxidációja elkerülhető. A mintát a vízszintes csökemence mintatartójára helyeztem, melyet már a vizsgálati (350°C) hőmérsékletre előmelegítettem, majd egy sínrendszer segítségével ráhúztam azt a mintára (a minta elhelyezkedését a 4. ábra, jobb oldala mutatja).

Kísérleteim során a mintákat a kemencében különböző ideig hőn tartottam a kísérleti hőmérsékleten. A hőtartási idő 1, 2, 3, 4, illetve 5 perc volt. Ezután a kemencét a mintáról lehúztam, és hagytam levegőn spontán kihűlni a mintát. A kihűlt mintát etil-alkohol segítségével megtisztítottam a forrasztófolyadék maradványaitól, majd műgyantába ágyaztuk, csiszoltuk, políroztuk. Az előkészített mintákat fénymikroszkópos és SEM-EDS vizsgálatoknak vetettük alá.

3. Az eredmények bemutatása

3.1. A peremszög meghatározása

Első lépésben megmértem a rézlemez felületén létrejött ón-nikkel cseppek peremszögeit. A peremszög méréseket a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet Nanotechnológiai Laboratóriumában található hevítőmikroszkóp segítségével (5. ábra) készített sziluettes felvételek (6. ábra) alapján KSV szoftverrel végeztem.



5. ábra: A Nanotechnológiai laboratóriumban található hevítőmikroszkóp (fent) és a KSV szoftver segítségével készített sziluettes felvételek (lent bal: 0,4% nikkeltartalmú, 1 percig hőntartott minta; lent jobb: 0,2% nikkeltartalmú, 5 percig hőntartott minta)

A mért peremszög adatokat az 1. táblázatban foglaltam össze.

1. táblázat: Az ón-nikkel cseppek réz szubsztráton mért peremszögek értékei

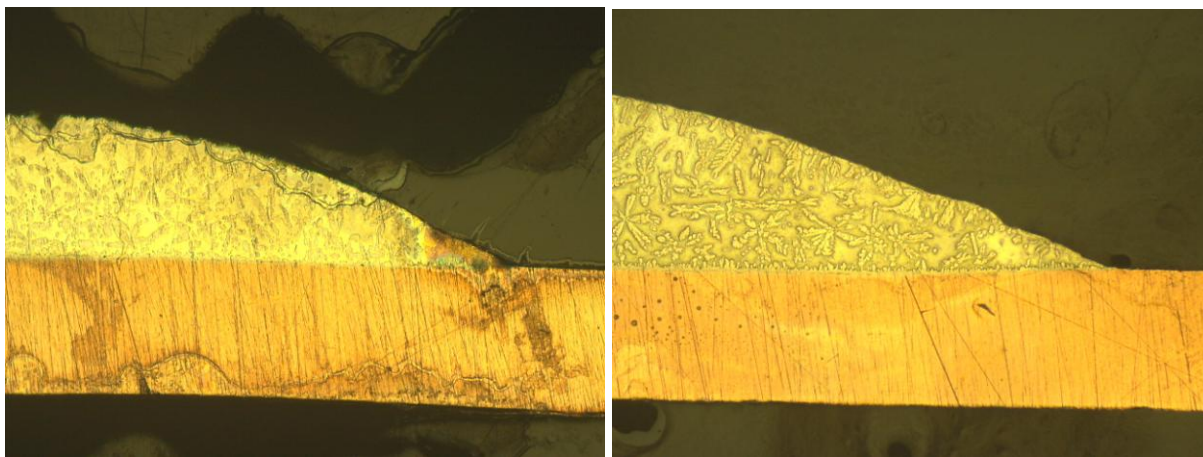
	Ón-nikkel ötvözet nikkel-tartalma		
Hőntartási idő	0,1%	0,2%	0,4%
1 min	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$
2 min	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$
3 min	$22^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$22^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$20^{\circ} \pm 3^{\circ}$
4 min	$22^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$
5 min	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$	$21^{\circ} \pm 3^{\circ}$

A peremszögek nem térnek el nagymértékben egymástól: $21^{\circ} \pm 3^{\circ}$ közöttiek. Vagyis ezek alapján elmondhatjuk, hogy a nikkeltartalom emelkedésével nem következik be változás a vizsgált ötvözetek nedvesítési tulajdonságaiban (0,4m/m % nikkeltartalomig).

A nikkel felületaktív tulajdonságának bizonyítására méréseket végeztem el, melyek a tiszta ón/réz rendszer nedvesítési vizsgálatait tartalmazták. Ezen méréseket is a 2. fejezetben feltüntetett kísérleti leírás szerint végeztem el, az ón-nikkel ötvözetet tiszta ónra cserélve, 300°C-on, 2 perces hőntartás mellett. A mérések eredményei szerint a tiszta ón/réz rendszerben a peremszög értéke 27° volt. Vagyis elmondható, hogy a nikkel valóban csökkentheti a peremszögek értékeit. Az általam vizsgált három ötvözet összetétele viszont olyan közel áll egymáshoz, hogy feltételezhetően ezért nem tapasztalható nagyobb különbség az eredményekben.

3.2. Az ón-nikkel ötvözet és a réz szubsztrát között létrejövő szövetszerkezet értelmezése

A peremszög meghatározása után a cseppek keresztmetszeti csiszolatát vizsgáltam, melyről az alábbiakban mutatom be a mikroszkópos felvételeket. A fénymikroszkópos képek alapján megállapítható, hogy a hűntartási idő befolyásolta a csepp szerkezetét (6. ábra).



6. ábra: A 0,2m/m % nikkel tartalmazó minta 1perces (bal), illetve 5 perces (jobb) darabjáról készített fénymikroszkópos felvételek

A hosszabb hűntartási időnek köszönhetően a cseppben található fázisok erőteljesebben jelennek meg, hisz több idejük volt kialakulni. Ugyanakkor az is megfigyelhető, hogy a kísérlet elején egyenletes vastagságúra hengerelt rézlemez vesztett keresztmetszetéből a csepp alatt, vagyis kráteresedett, a réz beoldódott a cseppbe. Ennek mértéke is a hűntartási idő növekedésével nőtt. Ugyanezen eredményeket kaptam a vizsgálataim során elvégzett többi kísérlet esetében is.

Méréseket végeztem annak érdekében, hogy meghatározzam a cseppek alatt kialakult kráterek térfogatát. Első lépésben megmértem a cseppek átmérőjét, majd a cseppek alatt található kráter mélységét. Második lépésben feltételeztem, hogy a cseppek alatti kráterek gömbsüveg alakúak, illetve, hogy a rézlemez – az egyenletes hengerlésnek köszönhetően – mindenhol ugyanolyan vastagságú. Számításomhoz a gömbsüveg térfogatának meghatározására használt algebrai képletet alkalmaztam (3):

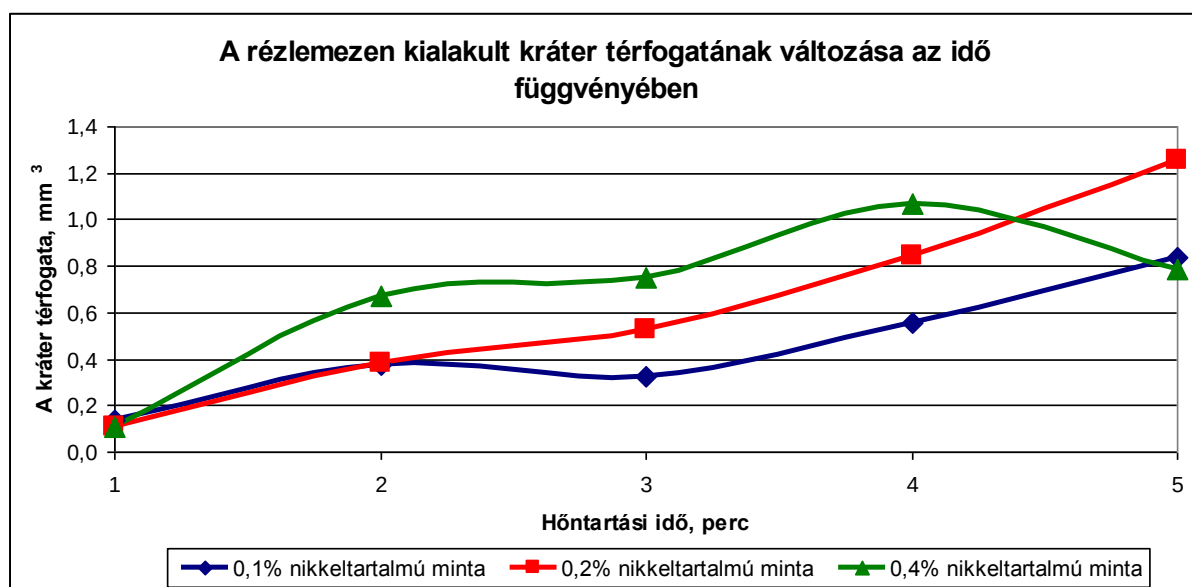
$$V = \frac{\pi}{6} * m * (3 * \rho^2 + m^2) \quad (3)$$

, ahol m a gömbsüveg magassága, vagyis a kráter legmélyebb pontja, ρ pedig a gömbsüveg alaplapjának sugara.

A fenti egyenlet alapján meghatározott térfogatokat a 2. táblázatban foglaltam össze.

2. táblázat: A rézlemezen kialakult kráter geometriai adatai

Minta nikkel tartalma (m/m %)	Forrasztás ideje (perc)	A gömbsüvegnek feltételezett csepp alaplapjának sugara (ρ); [mm]	A kráter mélysége (m); [mm]	Gömbsüveg térfogata (V); [mm ³]
0,1	1	3,181	0,009	0,140
0,1	2	2,774	0,031	0,377
0,1	3	1,982	0,053	0,327
0,1	4	2,027	0,086	0,556
0,1	5	2,362	0,096	0,838
0,2	1	3,022	0,008	0,108
0,2	2	2,813	0,031	0,384
0,2	3	2,868	0,041	0,524
0,2	4	3,287	0,050	0,842
0,2	5	3,484	0,066	1,254
0,4	1	3,340	0,006	0,108
0,4	2	3,208	0,041	0,668
0,4	3	3,334	0,043	0,750
0,4	4	3,409	0,058	1,067
0,4	5	2,862	0,061	0,786

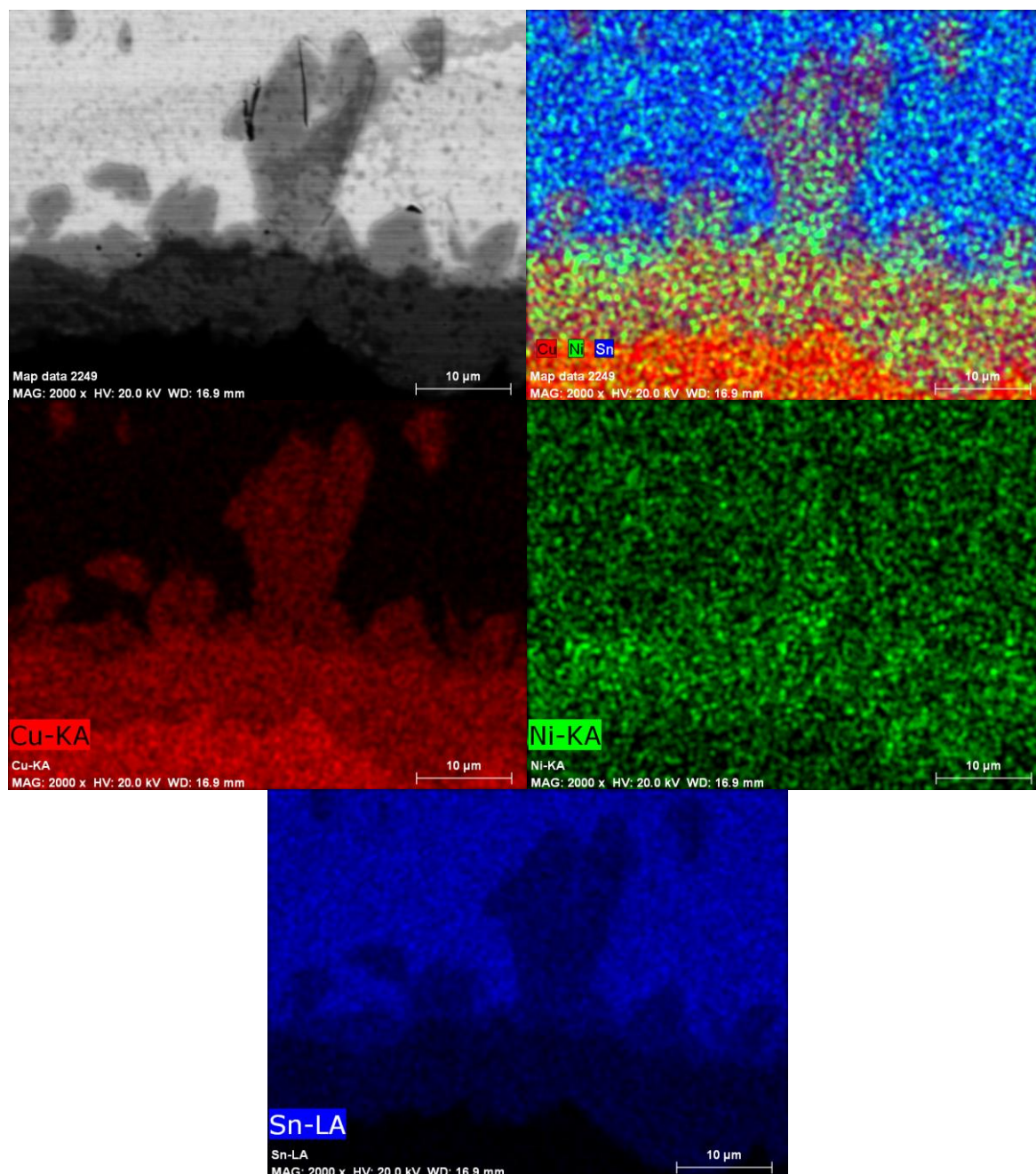


7. ábra: A rézlemezen kialakult kráter térfogatának változása az idő függvényében

A 2. táblázat, illetve a 7. ábra adataiból látható, hogy a kráter térfogata a hőntartási idő növekedésével párhuzamosan nőtt. Továbbá az is megállapítható, hogy az ötvözet összetétele az 1 perces hőntartási időnél nem befolyásolta a térfogati értékeket, vagyis közel azonos

térfogatú kráter alakult ki a 0,1; 0,2 és 0,4% nikkelt tartalmazó minták esetén. Ugyanakkor a hőtartási idő emelkedésével a kráterek térfogata is párhuzamosan nőtt.

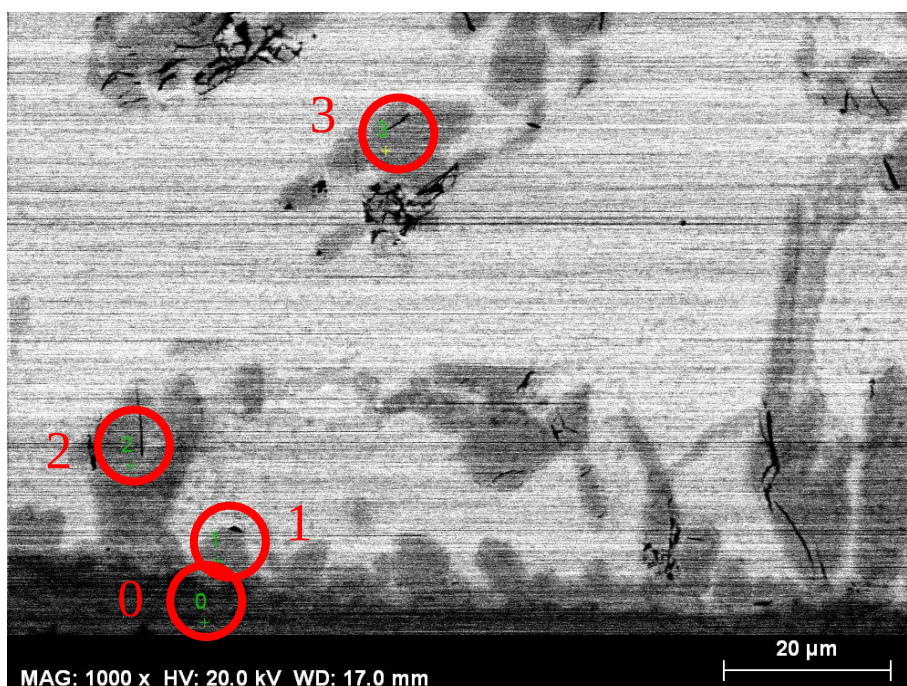
A minták keresztmetszeti csiszolatáról SEM-EDS vizsgálatot is készítettünk, melyek alátámasztják a réz beoldódását és annak mértékét is (8. ábra).



8. ábra: A 0,2m/m % nikkeltartalmú mintáról készített SEM felvétel és elemtérképei

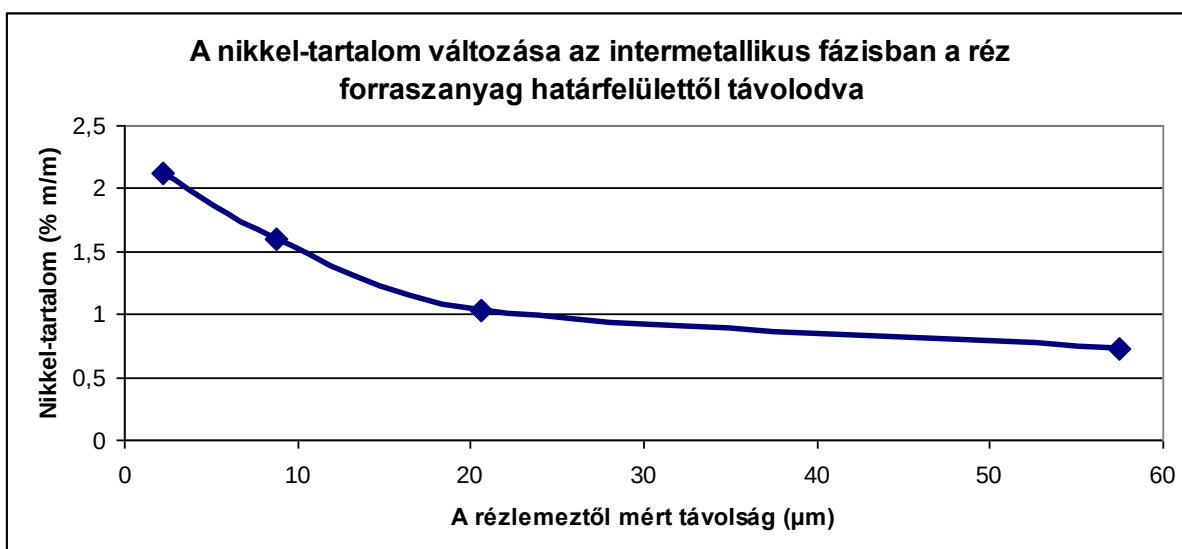
A rézlemez és az ón-nikkel csepp határfelülete között készített SEM felvételen látható (8-9. ábra), hogy a réz fokozatosan oldódott be a cseppbe. Távolodva a határfelülelettől a réz

menyisége fokozatosan csökken, melynek oka, hogy a réz az ón-nikkel ötvözetben diffúzió útján tud bejutni, mely a folyamat elején még gyorsabban lejátszódó folyamat. Amint a réz koncentrációja elér egy kritikus pontot, intermetallikus fázissá alakul egy része, mely réteget képez, mely a réz/ón határfelületet fedi. Ezen rétegen keresztül a réz már rosszabbul tud átdiffundálni, mint az olvadékon. Fontos szempont a hűtési idő is, mely alapvetően befolyásolja a réz koncentrációját a cseppen (ón-nikkel ötvözetben) belül. Vizsgálataim során azt tapasztaltam, hogy a réz jelenléte a csepp teljes keresztmetszetében fellelhető és jelentős mennyiségben kimutatható. (9. ábra 3. ponttal jelölt fázis és a 10-11. ábra). A réz oldódása a hűtési idővel párhuzamosan nőtt. A 8. és 10. ábrákon az is látható, hogy a nikkeltartalom a rézlemez közelében nagyobb, mint a forrasanyagban. Ennek oka lehet az, hogy a nikkel határfelület-aktív anyag. Ez a jelenség a 0,1 és 0,4m/m %-os minták esetében is megfigyelhető volt.



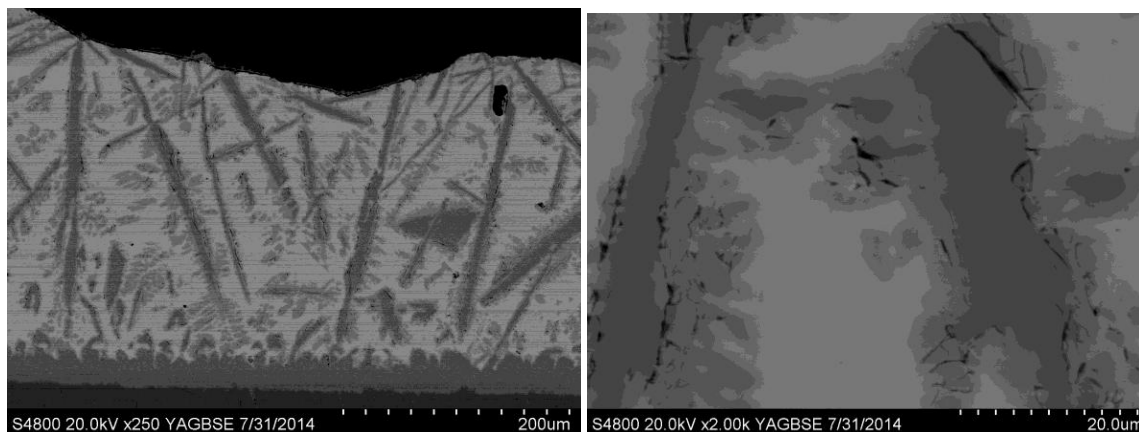
Tömegszázalékos összetétel (%)			
Spektrum	Ni	Cu	Sn
0	2,12	64,25	33,64
1	1,60	39,49	58,91
2	1,03	35,87	63,10
3	0,72	33,38	65,90
Mean value	1,37	43,24	55,39
Sigma	0,62	14,22	14,78
Sigma mean	0,31	7,11	7,39

9. ábra: A 0,2m/m % nikkeltartalmú mintáról készített SEM felvétel és pontelemzése



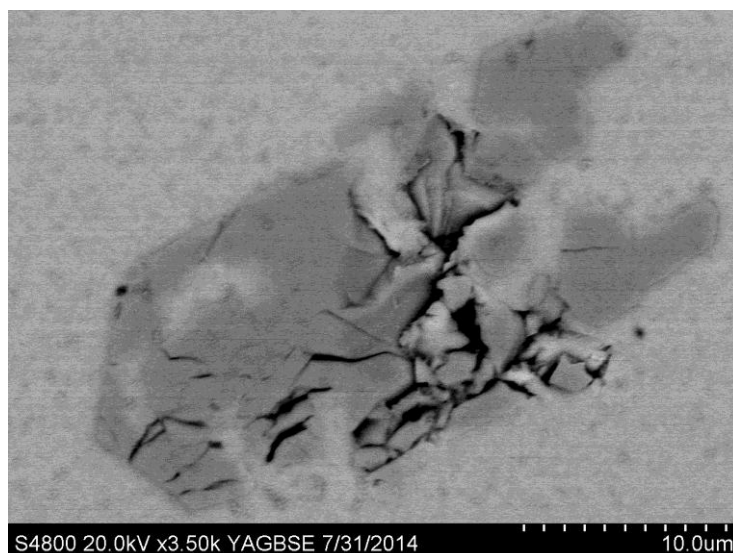
10. ábra: A nikkeltartalom változása az intermetallikus fázisban a réz forrasztanyag határfelületétől távolodva

A 10. ábra szemléletesen bemutatja, hogy a nikkeltartalom mennyisége hogyan változik a cseppben keletkező intermetallikus fázisokban. Ezen méréshez a 9. ábra SEM felvételét és a táblázat adatait vettem alapul. Megmértem a rézlemez és a pontelemzés helye közötti távolságokat, majd összevettem az adott pontban található nikkeltartalom mennyiségével. Az eredmények alátámasztják a fent leírtakat, vagyis, hogy a nikkeltartalom valóban nagyobb mennyiségben van jelen a rézlemez és az ón-nikkel csepp határfelületén, mint a csepp más vegyületfázisaiban.



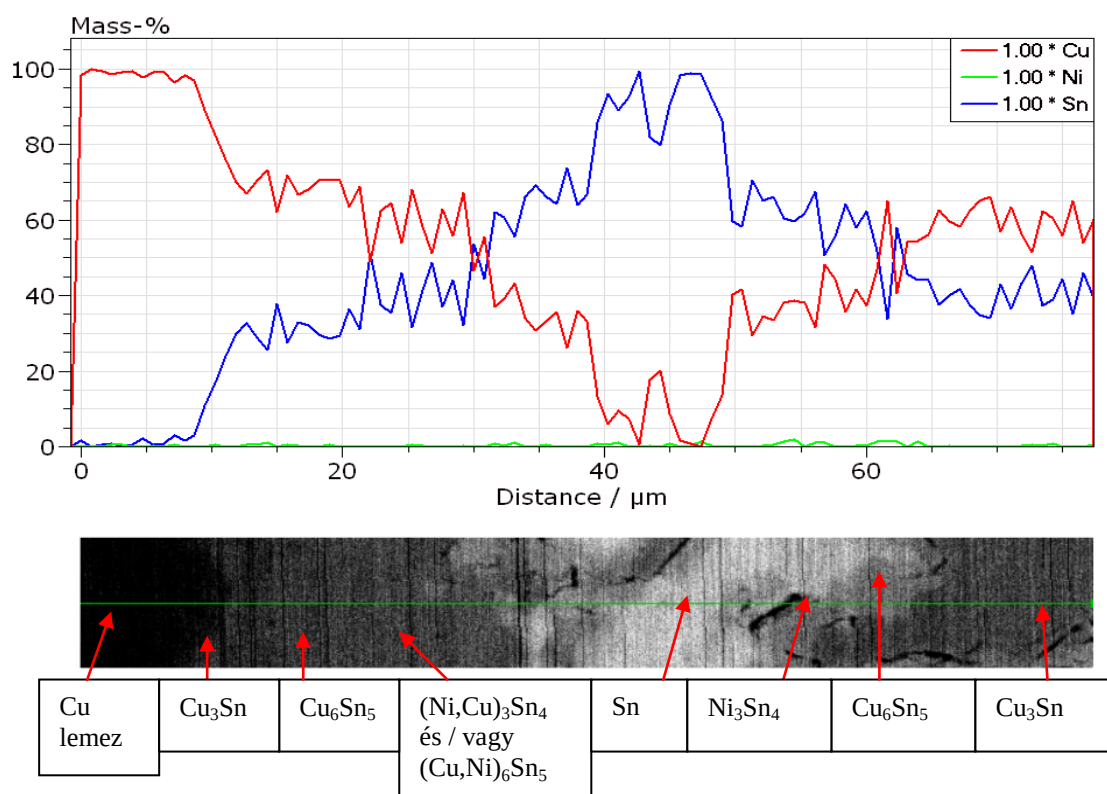
11. ábra: A 0,4% nikkelt tartalmazó, 5 perces hőntartású mintáról készített SEM felvétel

A 11. ábrán látható felvétel a 0,4m/m % nikkelt tartalmazó mintáról készült, 5 perces hőntartási idővel. A mintán a csepp belsejében található fázisok láthatók, melyeken apró repedések figyelhetők meg (11-12. ábra).



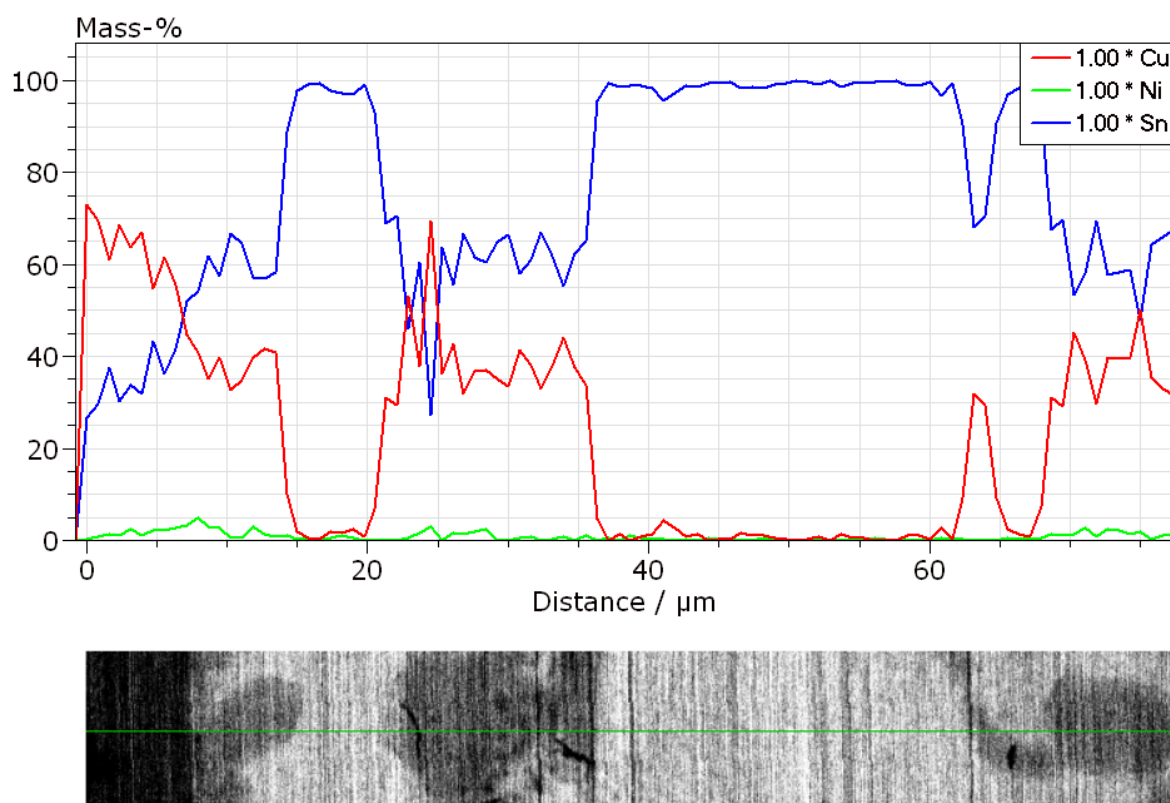
12. ábra: A 0,2% nikkeltartalmú minta 1 perces hűtértásos mintában található repedések nagyított képe

Ezen repedések valamennyi minta estében megfigyelhetőek voltak. A repedések megjelenésének oka a nikkel. A rendszerben elsőként a magasabb réztartalmú Cu_3Sn kristályosodik, majd erre nő rá a Cu_6Sn_5 fázis, amelyben a 13. ábra alapján nikkel is megjelenik és ezt a képződményt veszi körül az ón-réz szilárd oldat. A nikkeltartalmú fázisnak a hőtágulása más, mint a mátrixként szolgáló szilárd oldatnak, és ez mechanikai feszültséget okozva eredményezi a mintában a repedéseket.



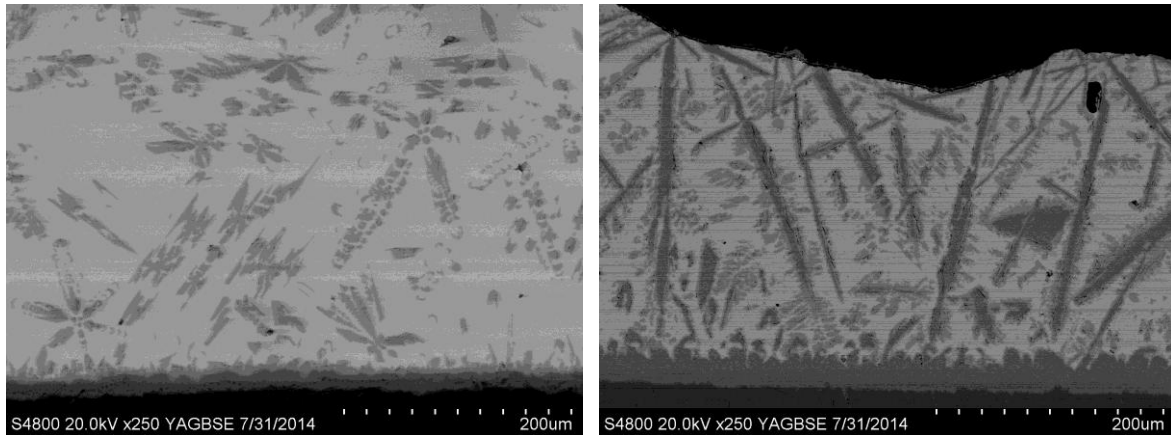
13. ábra: A 0,4m/m % nikkeltartalmú, 5perces hűtértású minta vonalmenti analízise

A 13. és 14. ábrán látható a 0,4m/m % nikkelt tartalmazó mintáról készített vonalmenti analízis. A minta a nedvesítési kísérlet során 5 percig volt hőntartva. Az ábráról és az irodalomban fellelhető kísérleti eredményekből megállapítható, hogy a réz lemez és a csepp határfelületén, a réz szubsztráthoz közelebb magasabb réztartalmú Cu_3Sn réteg húzódik, amire a kisebb réz tartalmú Cu_6Sn_5 vált ki. Ettől a rétegtől kezdve, a line scan diagramon a nikkel is megjelenik, azaz $(\text{Ni,Cu})_3\text{Sn}_4$ és $(\text{Cu,Ni})_6\text{Sn}_5$ intermetallikus vegyületfázisok feltételezhetőek a határfelületen.



14. ábra : A 0,4m/m % nikkeltartalmú, 5perces hőntartású minta vonalmenti analízise

A hőntartási idő növelésével a létrejövő intermetallikus fázisok mennyisége jelentősen megnőtt. A 15. ábra szemléletesen bemutatja, hogy a hőntartási idő növekedésével a keletkező fázisok akár a csepp teljes keresztmetszetén, tűkristályszerűen végigfuthatnak. Tudva, hogy ezen fázisok jelenléte utal a nikkeltartalom feldúsulására aggodalomra adhat okot, hisz a fentebb megállapított repedések keletkezése ezen fázisok megjelenéséhez köthető. A forrasztási technológia szempontjából ezen repedések károsak lehetnek, így csak bizonyos technológiák esetében alkalmazhatóak.



15. ábra: A 0,4% nikkelt tartalmazó mintáról készített SEM felvételek 2 (bal), illetve 5 (jobb) percen hűntartási idővel

3.3. Hőkezelés

Vizsgálataim során – minden egyes minta esetében – párhuzamos kísérleteket is végeztem, melyeknek segítségével vizsgáltam, hogy milyen hatást lehet elérni, hogyha hőkezelésnek vetem alá a mintákat. Ennek jelentősége a gyakorlati életben keresendő, hisz a forrasztott kötések hosszabb ideig tartó, tartós hőhatásnak is ki lehetnek téve. Vizsgálataim célja nem más, minthogy megtudjuk, a hőkezelés hatására hogyan változik a rendszer szövetszerkezete.

A minta előkészítést a 2. fejezetben leírtaknak megfelelően végeztem el, majd a 0,1; 0,2 és 0,4% nikkelt tartalmazó mintákból az 1 és 5 perces mintákat 6, illetve 24 órás hőkezelésnek vetettem alá 100°C-os hőmérsékleten a Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft., Logisztikai és Gyártástechnikai Intézet (BAY-LOGI) – Nanoanyagok Osztályának kemencéjében.

Az 1 és 5 perces forrasztási hűntartási idővel készített, különböző összetételű (0,1; 0,2 és 0,4% nikkeltartalom) minták esetében nem tapasztalható változás sem a fázisok mennyisége, sem pedig azok eloszlása között a hőkezelések hatására.

4. Összegzés

Összességében tehát elmondhatom, hogy

- A nikkeltartalom emelkedésével az ötvözet nedvesíthetősége, vagyis a peremszög értékek nem változtak jelentősen.
- A hőntartási idő növekedésével nőtt:
 - a réz beoldódása,
 - a kráter mélysége,
 - a cseppben lévő fázisok mérete,
 - illetve a nikkeldúsulás is a szilárd/folyadék határfelületen.
- A cseppben található fázisokon repedések jelentek meg, azaz a nikkeltartalmú ötvözetek nem szerencsések forrasztanyagnak.
- További kutatásaim során tervezem vizsgálni a nagyobb nikkeltartalmú ólommentes forrasztanyagok nedvesítési tulajdonságait, valamint hosszabb idővel, illetve magasabb hőmérsékleten végzett hőkezelés hatását a szövetszerkezetre.

Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném kifejezni köszönetemet konzulenseimnek, illetve Márkus Zoltánnának és Molnár Jánosnának a minta előkészítéseknél nyújtott segítségéért, valamint Kissné Dr. Svéda Máriának és Dr. Anna Sychevának a SEM vizsgálatok elvégzéséért. A dolgozatomban ismertetett kutatómunka a TÁMOP-4.2.2.-A-11/1/KONV-2012-0019 jelű projekt részeként – az Új Széchenyi Terv keretében – az Európai Unió támogatásával és az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

Felhasznált irodalom

- [1] Baumli P., Vaskó G., Laczkó S., Sytcheva A., Svéda M.: Ólommentes forrasztanyagok nedvesítési vizsgálata: Sn-Ag/Cu rendszer, BKL 147. évfolyam, 2.szám (2014), pp. 21-25
- [2] Rontó V., Tranta F., Svéda M., Baumli P., Czagány M.: Ólommentes forrasztanyagok vizsgálata: Sn-Bi ötvözetek, BKL 147. évfolyam, 2.szám (2014), pp. 7-12
- [3] Dezső A., Kaptay Gy.: Rézforrasztásra használt ón-ezüst-réz rendszer egyensúlyi vizsgálata, BKL 147. évfolyam, 2. szám (2014), pp. 2-6
- [4] Molnár A., Kardos I., Molnár I., Gácsi Z.: Az ezüstartalom hatása ólommentes forrasztanyagok tulajdonságaira, BKL 147. évfolyam, 2.szám (2014), pp. 17-20
- [5] Gyenes A., Lanszki P., Nagy E., Gácsi Z.: Nikkellel mikroötvözött Sn-0,7Cu ólommentes forrasztanyagok vizsgálata, BKL 147. évfolyam, 2.szám (2014), pp. 12-17
- [6] F. Gnecco, E. Ricci, S. Amore, D. Giuranno, G. Borzone, G. Zanichchi, R. Novakovic: Wetting behaviour and reactivity of lead free Au-In-Sn and Bi-In-Sn alloys on copper substrates, International Journal of Adhesion and Adhesives Volume 27, Issue 5, (2007), pp. 409–416
- [7] M. Felberbaum, T. Ventura, M. Rappaz, A.K. Dahle: Microstructure formation in Sn-Cu-Ni solder alloys, www.tms.org/jom.html, Vol. 63 No. 10, (2011), pp. 56-59.
- [8] H.Yu, V. Vuorinen, J.K. Kivilahti: Solder/substrate interfacial reactions in Sn-Cu-Ni interconnection system, Journal of Electronic Materials,
- [9] J.Y. Kim, Y.C. Sohn, J. Ju: Effect of Cu content on the mechanical reliability of Ni/Sn–3.5Ag system, J.Mater.Res., Vol.22, No. 3. (2007).
- [10] C.W. Chang, S.C. Yang, C.T. Tu, C.R. Kao: Cross-interaction between Ni and Cu across Sn layers with different thickness, Journal of ELECTRONIC MATERIALS, Vol. 36, No. 11, (2007), pp. 1455-1461.
- [11] Gyenes A., Pázmán J., Gácsi Z.: A nikkel hatása ólommentes forrasztötvözetben képződő intermetallikus vegyületfázisokra, Anyagmérnöki Tudományok, 38/1. (2013), pp. 93-102.
- [12] G.Kaptay, E.Báder, L.Bolyán: Interfacial Forces and Energies Relevant to Production of Metal Matrix Composites – Materials Science Forum, vols. 329-330 (2000) 151-156.

- [13] N. Eustathopoulos, M. Nicholas, B. Drevet: Wettability at high temperatures, Pergamon, Oxford, (1999)
- [14] ASM Metals Handbook Volume 03 - Alloy Phase Diagrams, 1992
- [15] <http://www.metallurgy.nist.gov/phase/solder/cusn-w.jpg> Letöltés dátuma: 2014.11.09
- [16] http://www.nims.go.jp/cmsc/pst/database/ni-elem/nisn/nisn_liu.jpg Letöltés dátuma: 2014.11.09
- [17] <http://www.crct.polymtl.ca/fact/documentation/BINARY/Cu-Ni.jpg> Letöltés dátuma: 2014.11.09