

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická
Katedra materiálů a technologií

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Mechanické vlastnosti intermetalických sloučenin

Autor práce: **Bc. Jan Kříček**
Vedoucí práce: **doc. Ing. František Steiner, Ph.D.**

2023

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická
Akademický rok: 2022/2023

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Jan KŘÍČEK**
Osobní číslo: **E21N0019P**
Studijní program: **N0713A060011 Materiály a technologie pro elektrotechniku**
Téma práce: **Mechanické vlastnosti pájených spojů**
Zadávací katedra: **Katedra materiálů a technologií**

Zásady pro vypracování

1. Seznamte se s problematikou bezolovnatých pájecích slitin a tvorby intermetalických sloučenin (IMC).
2. Zpracujte rešerši současného stavu v oblasti zkoumání vlivu IMC na mechanické vlastnosti bezolovnatých pájených spojů.
3. Stanovte faktory ovlivňující mechanické vlastnosti pájených spojů s ohledem na tvorbu IMC.
4. Navrhněte experiment pro stanovení míry vlivu jednotlivých faktorů a experiment realizujte.
5. Vyhodnoťte realizovaný experiment a navrhněte doporučení pro praxi.

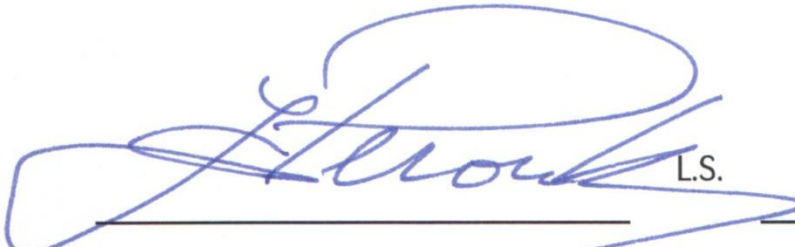
Rozsah diplomové práce: **40 – 60**
Rozsah grafických prací: **-**
Forma zpracování diplomové práce: **elektronická**

Seznam doporučené literatury:

1. Klein Wassink, R. J. Soldering in Electronics.
2. Hwang, J. Environment-Friendly Electronics: Lead-free Technology.
3. Coombs, Clyde F. Printed circuits handbook.
4. Internet.

Vedoucí diplomové práce: **Doc. Ing. František Steiner, Ph.D.**
Katedra materiálů a technologií

Datum zadání diplomové práce: **7. října 2022**
Termín odevzdání diplomové práce: **26. května 2023**



L.S.

Prof. Ing. Zdeněk Peroutka, Ph.D.
děkan



Prof. Ing. Aleš Hamáček, Ph.D.
vedoucí katedry

V Plzni dne 7. října 2022

Abstrakt

Předkládaná práce je zaměřena na mechanické vlastnosti bezolovnatých pájených spojů vztažené k intermetalickým sloučeninám a k faktorům ovlivňující mechanické vlastnosti. V první kapitole jsou vysvětleny základní pojmy a důvod, proč se přešlo k bezolovnatým pájecím slitinám. V druhé kapitole je probírán vznik intermetalických vrstev různých bezolovnatých pájek, vliv na mechanické vlastnosti např. tvrdost, pevnost tahu a smyku a dále vliv faktorů, jako je např. druh pájky, doba a teplota pájení a druh stárnutí na mechanické vlastnosti. V praktické části je navrhnout experiment skládající se ze dvou druhů pájek (SAC305 a SN100C), třech typech povrchových úprav (zdrsněné, broušené a elektrolyticky poniklované) a třech druhích stárnutí (nestárnuté, šokově stárnuté od -40 °C do 125 °C 1000 cykly a teplotně stárnuté teplotou 125 °C po 1000 h). Výsledky ukázaly že největší vliv měl druh stárnutí a nejlepší mechanickou pevnost nestárnutý nebroušený vzorek pájeny SAC305.

Klíčová slova

Intermetalické sloučeniny, tahová zkouška, bezolovnaté pájky, tepelné stárnutí, mechanická odolnost, pájené spoje

Abstract

The presented work focuses on mechanical properties of lead-free solder joints related to intermetallic compounds and factors influencing mechanical properties. The first chapter explains the basic concepts and the reason for the transition to lead-free solder alloys. The second chapter discusses the formation of intermetallic layers in various lead-free solder compounds, the effect on mechanical properties such as hardness, tensile and shear strength, and the effect of factors such as solder material type, soldering time and temperature, and aging type on mechanical properties. In the practical part, an experiment is designed consisting of two types of solder (SAC305 and SN100C), three types of surface treatments (roughened, polished, and electrolytic nickel plated) and three types of aging (unaged, shock-aged from -40 °C to 125 °C for 1000 cycles and temperature-aged at 125 °C for 1000 h). The results showed that the type of aging had the biggest influence, and the best mechanical strength was measured in unaged untreated samples of SAC305 solder.

Key Words

Intermetallic compounds, tensile test, lead-free solder, thermal ageing, mechanical resistance, solder joints

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Františku Steinerovi, Ph.D. a Ing. Pavlu Rousovi za odborné připomínky a metodické vedení. V neposlední řadě velice děkuji svým rodičům, díky jejichž podpoře mi bylo vůbec umožněno studovat tuto školu.

Obsah

Úvod.....	- 1 -
1 Teoretický úvod.....	- 2 -
1.1 Pájení.....	- 2 -
1.2 Náhrada olovnatých pájecích slitin	- 2 -
1.3 Evoluce bezolovnatých pájek.....	- 3 -
1.4 Intermetalické sloučeniny	- 3 -
2 Mechanické vlastnosti intermetalických sloučenin	- 5 -
2.1 Tvorba IMC na substrátových a vývodových materiálech.....	- 5 -
2.2 Mechanické vlastnosti intermetalických sloučenin v pájených spojích.....	- 16 -
2.2.1 Youngův modul a tvrdost IMC	- 21 -
2.3 Vliv morfologie a tloušťky IMC na pevnost pájených spojů.....	- 22 -
2.4 Vliv doby a druhu stárnutí na mechanické vlastnosti pájených spojů	- 28 -
3 Návrh experimentu (DoE)	- 34 -
3.1 Historie DoE.....	- 34 -
3.2 Použití metody DoE	- 34 -
3.3 Faktory experimentu	- 35 -
3.3.1 Pájka.....	- 36 -
3.3.2 Povrchová úprava	- 36 -
3.3.3 Typy stárnutí	- 37 -
3.4 Postup experimentu	- 38 -
4 Experiment	- 42 -
4.1 Vzorky pájené SAC305.....	- 42 -
4.2 Vzorky pájené SN100C.....	- 43 -
4.3 Broušené vzorky pájené SAC305	- 44 -
4.4 Broušené vzorky pájené SN100C	- 45 -
4.5 Poniklované vzorky pájené SAC305.....	- 46 -
4.6 Poniklované vzorky pájené SN100C.....	- 47 -
4.7 Porovnání vlivů na mechanickou pevnost a smáčivost.....	- 48 -
Zhodnocení a závěr.....	- 52 -

Literatura.....	- 53 -
Přílohy.....	I

Seznam symbolů a zkratek

IMC	Intermetallic compound - intermetalická sloučenina
SAC	Sn-Ag-Cu pájecí slitina
SN100C	Sn-Cu-Ni + Ge pájecí slitina
RoHS	Restriction of Hazardous Substances – Omezení nebezpečných látek
SEI	Secondary electron image - Sekundární elektronový obraz
SEM	Scanning electron microscope - Rastrovací elektronový mikroskop
EDS	Energiově disperzní spektrometrie
EDX	Energy-dispersive X-ray Spectroscopy - Energeticky disperzní rentgenová spektroskopie
OM	optická mikroskopie
EBSD	Electron Backscatter Diffraction - difrakce zpětně odražených elektronů
TLP	Transient liquid phase - Přechodná kapalná fáze
Wt. %	Weight percent – Váhová procenta
At. %	Atomic percent – Atomová procenta
ENIG	Electroless Nickel Immersion Gold – Povrchová úprava nikl-zlato
UTS	Ultimate tensile strength - Mezní pevnost v tahu
DoE	Design of Experiment

Úvod

Pájení je jednou z nejčastěji používaných metod pro mechanické a elektrické spojování materiálů. Dlouhou dobu se používaly eutektické pájky s příměsí olova, ale z důvodu jeho negativních účinků na lidský organismus se musely začít hledat alternativy. Ty se našly v podobě bezolovnatých pájecích slitin nejčastěji s příměsí mědi a/nebo stříbra. Tím se otevřela zcela nová neprozkoumaná oblast. S rostoucí ekonomickou náročností výroby, zvyšující se kompaktností zařízení a narůstajícími nároky zákazníků se tedy bezolovnaté pájky musely začít testovat. V kapitole rešerše bylo zjištěno, že nejvíce mechanických závad v těchto pájkách vzniká kolem intermetalických vrstev. Během přetavení chemicko-tepelná reakce mezi roztavenou pájkou a ploškou vytvoří vrstvu intermetalických sloučenin. Vznik vrstvy IMC je nevyhnutelný jev pro úspěšné pájecí operace používané v elektronickém průmyslu. Velikost intermetalické vrstvy je zprvu určena dobou a teplotou pájení, druhem materiálů pájky, materiálem a tvarem pájených plochy a následně druhem teplotního namáhání kterým je spoj vystavován.

Cílem této práce bylo navrhnout a vyhodnotit experiment, který stanoví míru vlivu faktorů ovlivňujících mechanickou pevnost. Experiment byl koncipován pro dva druhy pájky (SAC 305 a SN100C), tři druhy pájených ploch (zdrsněná vodním paprskem, broušená a elektrolyticky poniklovaná) a tři typy teplotního stárnutí (nestárnuté, šokově stárnuté od -40 °C do 125 °C 1000 cykly a teplotně stárnuté při teplotě 125 °C po 1000 h).

1 Teoretický úvod

1.1 Pájení

Pájení je proces používaný pro spojování kovových částí za účelem vytvoření mechanického nebo elektrického spojení. Obvykle se používá kovová slitina s nízkým bodem tání (pájka), která se roztaví a nanese na kovové části, které mají být spojeny. Ta se spojí s kovovými částmi a vytvoří spojení. Pájení je běžnou praxí při montáži elektrických součástek a elektroinstalace. Lze jej použít pro instalátorské práce, výrobu plechů nebo opravy automobilových chladičů, ale také pro elektrické montáže, kde se použitá technika a materiály liší od těch konstrukčních. Pájka se taví pomocí tepla z pájecí pistole v případě ručního pájení nebo např. tepelnou vlnou v průmyslu. Pájka je zahřáta na teplotu přesahující její bod tání (olovnaté pájky ~ 183 °C, bezolovnaté pájky SAC ~ 217 °C), což následně způsobí její roztavení. Ta se následně ochladí a vytvoří pájený spoj. Pájecí slitiny se dají rozdělit na dva různé typy. Olovnaté a bezolovnaté. K očištění spojů proti oxidům se používá tavidlo, které tím spoj zpěvní a vylepší jeho mechanické vlastnosti. Samotné pájení lze rozdělit na mnoho druhů. Nejzákladnější rozdělení je ale na tvrdé a měkké. Měkké pájení je prováděno do teploty do 450 °C a tvrdé pájení nad touto teplotou [1–3]

1.2 Náhrada olovnatých pájecích slitin

Přídavné kovy používané při pájení byly kdysi na bázi olova (olověná pájecí slitina), avšak přijetí směrnice o omezení nebezpečných látek 2002/95/ES (RoHS 1) v roce 2003 bylo jednou z hlavních hnacích sil, která nařídila elektronickému průmyslu hledat alternativy k nahrazení eutektické slitiny SnPb používané po desetiletí. RoHS byla přijata na začátku roku 2003 a vstoupila v platnost 1. července 2006. Omezuje zahrnutí jakéhokoli olova do většiny spotřební elektroniky prodávané v regionu EU a má široký dopad na veškerou spotřební elektroniku prodávanou po celém světě. Přijetím této směrnice bylo zahájeno postupné nahrazování tradičních olovnatých pájek bezolovnatými alternativami. Komerčně používané bezolovnaté pájky mohou obsahovat cín, bismut, zinek, indium, antimon, měď, stříbro a stopy dalších kovů. Bezolovnaté náhražky konvenční pájky Sn63Pb37 a Sn60Pb40 mají body tání od 118 °C (In50-Sn50) [4] až k teplotám 220 °C (SAC305). Bezolovnatá pájka obvykle potřebuje minimálně alespoň 2 % tavidla na jednotku hmotnosti pro adekvátní smáčivost. Bezolovnatá pájka může být méně žádoucí pro některé kritické aplikace, jako jsou letectví a lékařské projekty, protože její vlastnosti

ještě nejsou úplně známy. Bezolovnaté pájky se rychle rozšiřují a mají vysokou poptávku kvůli regulačním požadavkům a díky jejich zdravotním a ekologickým výhodám, které spočívají v tom, že se vyhýbají jakýmkoli stopám olova. [1, 5]

1.3 Evoluce bezolovnatých pájek

Od roku 2006 je bezolovnaté pájení hlavním průmyslovým proudem kvůli směrnici RoHS 1. Bylo přijato mnoho změn ve složení slitin, aby bylo možné vyhovět požadavkům na bezolovnatý pájený spoj. Pájky z mědi a cínu (SnCu), stříbra a cínu (SnAg) a cínu-stříbra-mědi (SnAgCu, také označované jako SAC) jsou dominantními bezolovnatými pájecími slitinami přijatými průmyslem. Slitina SAC získala největší publicitu v počáteční fázi konverze ze Sn63Pb37 na pájku bez olova. Jedním z důvodů bylo, že slitina SAC305 s 3,0 % stříbra (Ag) a 0,5 % mědi (Cu), byla schválena radou produktů IPC Solder Value Product Council jako preferovaná možnost pro montáž SMD. Kromě SAC305 přijal průmysl také další slitiny SAC s vyšším obsahem stříbra, jako je Sn3.8Ag0.7Cu (SAC387) a Sn4.0Ag0.5Cu (SAC405), o kterých se věří, že jsou skutečnými eutektickými ternárními pájecími slitinami a které mají bod tání při 217 °C. Vysoké náklady způsobené cenou stříbra však nutí průmysl zvážit jiné alternativy, jako jsou sloučeniny s nízkým obsahem stříbra SAC0307, nebo sloučeniny bez stříbra, jako je SnCuNi (SN100C). [6]

1.4 Intermetalické sloučeniny

Intermetalické sloučeniny patří mezi třídu látek složených z určitého poměru dvou nebo více elementárních kovů. Krystalová struktura a vlastnosti intermetalických sloučenin se často výrazně liší od vlastností jejich původních materiálů. Kromě normálních valencí jejich složek mají na složení intermetalických sloučenin významný vliv relativní velikosti atomů a poměr celkového počtu valenčních elektronů k celkovému počtu atomů. Jsou obecně křehké a mají vysoký bod tání. Často nabízejí kompromis mezi keramickými a kovovými vlastnostmi, pokud je tvrdost a/nebo odolnost vůči vysokým teplotám dostatečně důležitá na to, aby se obětovala určitá houževnatost a snadné zpracování. Mohou také vykazovat žádoucí magnetické, supravodivé a chemické vlastnosti díky silnému vnitřnímu uspořádání a smíšené (kovové a kovalentní/iontové) vazbě. Tvorba intermetalik může ale způsobovat problémy. Např. intermetaliky zlata a hliníku jsou významnou příčinou selhání drátových spojů v polovodičových zařízeních a dalších odvětvích mikroelektroniky. [7–9]

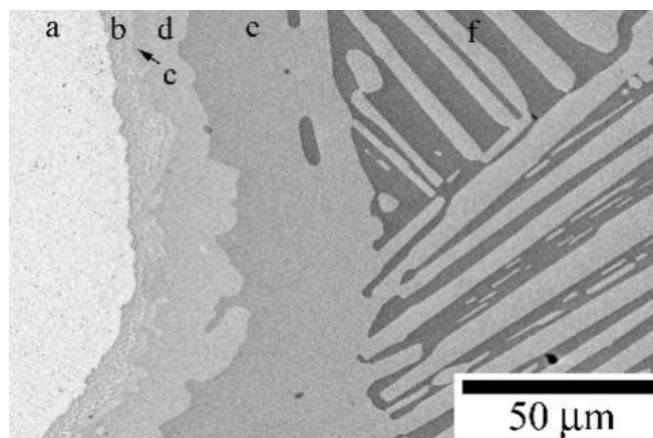
K tvorbě IMC vrstev dochází na rozhraní pájka – kov v důsledku difúze různých materiálů (tj. Sn, Ag, Cu, Ni, Zn atd.) během procesu pájení. Většina IMC na rozhraních kovových podložek jsou binární nebo ternární sloučeniny na bázi cínu, z nichž nejběžnější jsou intermetalické látky jako Cu_6Sn_5 nebo $(\text{CuNi})_6\text{Sn}_5$. V důsledku izotermického stárnutí narůstají tyto IMC vrstvy na tloušťce, což nepříznivě ovlivňuje celkovou životnost pájených spojů. Může být přítomno několik morfologií, které nejsou běžně pozorovány při pájení Pb-Sn, včetně jehelnatých útvarů Ag_3Sn a částic, které mohou pokrývat celý pájený spoj. Tyto částice se spojují a také se časem zvětšují během vystavení pájeného spoje izotermickému stárnutí. Pochopení mechanických vlastností IMC a lepší znalosti o jejich chování v různých provozních podmínkách se stávají žádoucí, protože mikroelektronický průmysl čelí význačným výzvám souvisejícím s interfaciální intermetalikou. [10]

2 Mechanické vlastnosti intermetalických sloučenin

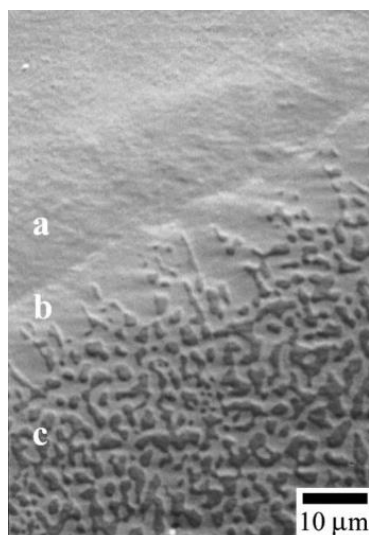
Mechanické vlastnosti jsou podskupinou fyzikálních vlastností, které materiál vykazuje, když je na něj působeno vnějšími silami. Příklady mechanických vlastností jsou např. modul pružnosti, pevnost v tahu, tažnost, tvrdost, mez únavy a elasticita. V technologii povrchové montáže je pájka zodpovědná za elektrickou kontinuitu, vedení tepla a mechanické spojení. Pokud selže mechanické připevnění nelze očekávat, že spoj bude plnit své první dvě funkce. [11, 12]

2.1 Tvorba IMC na substrátových a vývodových materiálech

Pro intermetalické látky Au – Sn platí, že většina z nich se vytváří stárnutím difúzních párů v pevné fázi. Na vzorcích byly nalezeny dvě vrstvy intermetalických sloučenin AuSn_4 a AuSn_2 . Mezi Au a AuSn_2 byly také nalezeny dvě vrstvy: velmi tenká vrstva AuSn vedle AuSn_2 a vrstva vykazující eutektickou strukturu sestávající z Au_5Sn a AuSn . Na základě Obr. 1 a měření v tomto difúzním páru byly přítomny následující materiály: Au, AuSn_2 , AuSn_4 a Sn. Obr. 2 je snímek difúzního páru bohatého na Au za použití elektronového mikroskopu. Mezi Au a eutektickou pájkou se vytvořila jedna vrstva intermetalické sloučeniny Au_5Sn (29Sn). Fáze Au_5Sn se skládá ze souvislé vrstvy a krápníkových výrůstků zasahujících do pájky. [13]

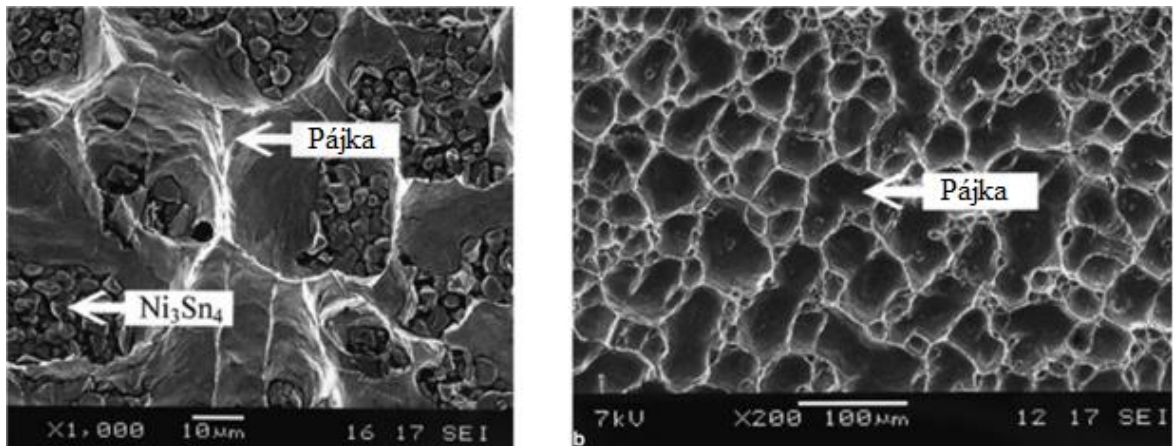


Obr. 1 Rastrovací elektronová mikroskopie Sn bohatého difúzního páru. (a) Au, (b) $\text{Au}_5\text{Sn} + \text{AuSn}$, (c) AuSn , (d) AuSn_2 , (e) AuSn_4 , (f) $\text{AuSn}_4 + \text{Sn}$. Převzato z [13]



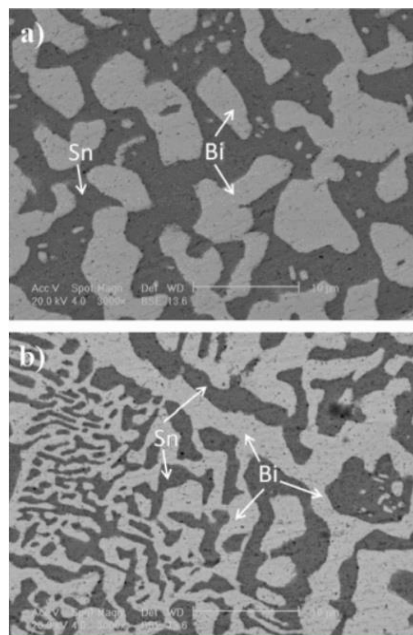
Obr. 2 Rastrovací elektronová mikroskopie Au bohatého difúzního páru. (a) Au, (b) Au_5Sn , a eutektikum, (c) $\text{Au}_5\text{Sn} + \text{AuSn}$. Převzato z [13]

Obr. 3(a) a Obr. 3(b) jsou mikrofotografie sekundárního elektronového obrazu (secondary electron image-SEI) míst B a D v páru Ni/Sn/Ni (Obr. 17), který reagoval po dobu 72 hodin. Na rozhraní se vyskytuje pouze fáze Ni_3Sn_4 a její tloušťka vzrostla na 5,7 μm . Důlkovité vrstvy Sn se nacházejí v obou polohách B i D. Sloučeniny Ni_3Sn_4 se však nacházejí pouze ve středu důlků v poloze B (Obr. 3(a)), nikoli však v poloze D (Obr. 3(b)). Je zřejmé, že povrch lomu je přes rozhraní Sn/ Ni_3Sn_4 s mechanismem vytahování materiálu. Při 24hodinové reakční době, se lomová plocha posunula na rozhraní mezi reakční vrstvou a matricí pájky. Sloučeniny Ni_3Sn_4 se nacházejí ve středu důlků Sn v místech B a D, ale množství sloučeniny Ni_3Sn_4 je mnohem vyšší v místě B oproti místu D. Výsledky naznačují významný mechanismus vytahování, ale s výskytem rozbití nějaké intermetalické sloučeniny. Intermetalická sloučenina Cu_6Sn_5 je pozorována na obou površích a fáze pájky existuje v některých oblastech na povrchu D. Fáze Ni_3Sn_4 se tvoří na rozhraní Sn/Ni a fáze Cu_6Sn_5 i Ni_3Sn_4 se tvoří na rozhraní Sn-0,7Cu/Ni. [14]



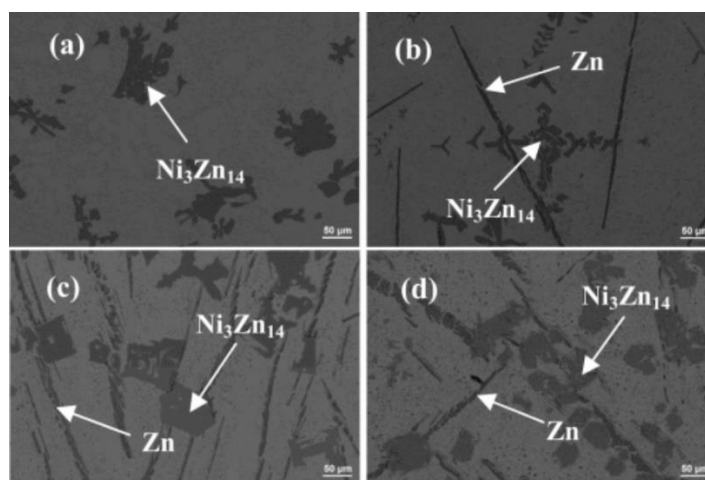
Obr. 3 (a) Mikrofotografie místa B Ni/Sn/Ni při 200 °C po dobu 72 hodin. (b). Převzato z [14]

Při zkoumání vlivu nanočástic ZrO_2 bylo zjištěno, že při jejich začlenění do pájených spojů $Sn_{42}Bi_{58}$, se přichytí na hranice zrn a potlačí tím pohyb dislokací. Nanočástice ZrO_2 navíc zjemnily mikrostrukturu objemové pájky a zvýšily hustotu dislokací. Proto se s přidávkem nanočástic ZrO_2 zvýšila pevnost pájených spojů ve smyku. Pro pozorování vývoje mikrostruktury byly provedeny průřezy pájenými spoji $Sn_{42}Bi_{58}$ a $Sn_{42}Bi_{58}-ZrO_2$ s různou dobou stárnutí. Na Obr. 4 jsou uvedeny SEM snímky mikrostruktur v objemové pájce dvou pájených spojů. Jak je vidět na Obr. 4(a), velikost zrn Bi byla v průměru větší než na Obr. 4(b). Na druhou stranu byla zrna Bi na Obr. 4(a) od sebe oddělena, zatímco na Obr. 4(b) byla víceméně spojená do jednoho velkého celku. Podobné jevy byly pozorovány také u pájecích spojů po 300 hodinách stárnutí. [15]



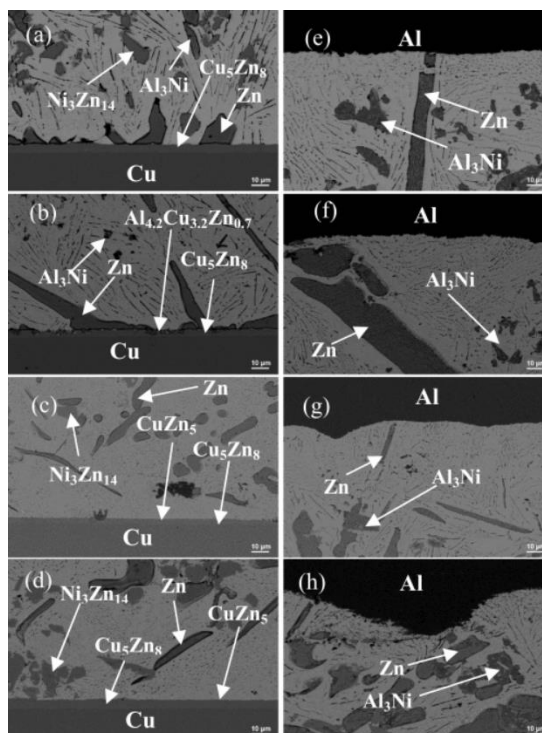
Obr. 4 SEM snímky mikrostruktury v řezu, a) přetavený pájený spoj $Sn_{42}Bi_{58}$, b) přetavený pájený spoj $Sn_{42}Bi_{58}-ZrO_2$. Převzato z [15]

Pro pájení Al a Cu substrátů v další studii byly použity čtyři bezolovnaté pájky Sn-Zn-Ni (1#, 2#, 3# a 4#). Obsah Zn v těchto čtyřech pájkách byl vyšší než v pájce Sn-9Zn a postupně se zvyšoval. Příslušná množství Sn (99,99 wt%), Zn (99,995 wt%) a Ni (99,9 wt%) Hliníkové a měděné substráty měly rozměry $50 \times 10 \times 1$ mm a tloušťka pájky mezi oběma substráty byla 0,5 mm. Obr. 5 ukazuje snímky SEM se zpětným rozptylem elektronů objemových Sn-Zn-Ni pájek. U všech čtyř pájek byly pozorovány objemové tmavé fáze, jejichž množství se zvyšovalo s přidáním Zn a Ni. Podle binárního fázového diagramu Sn-Zn by tmavé fáze měly být sloučeninami Ni-Zn nebo Ni-Sn. Energeticky disperzní rentgenová spektroskopická analýza identifikovala tyto tmavé fáze jako $\text{Ni}_3\text{Zn}_{14}$. [16]



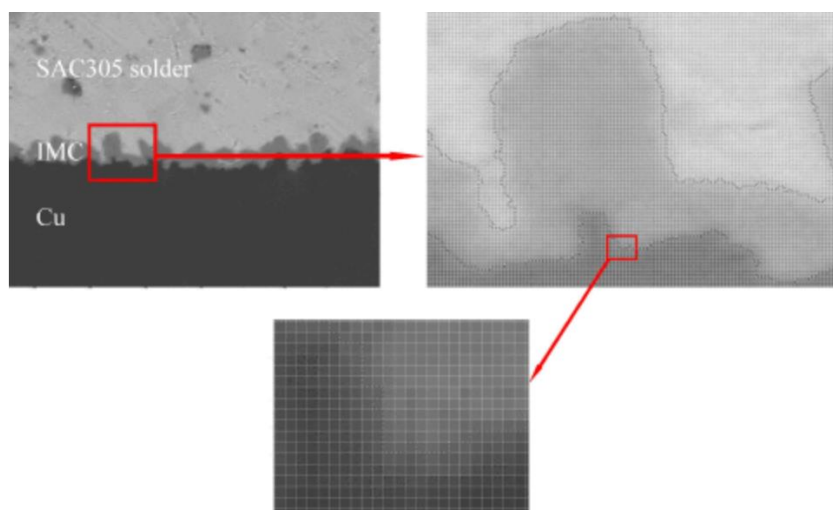
Obr. 5 SEM snímky mikrostruktury vzorků: (a) 1#, (b) 2#, (c) 3#, and (d) 4#. Převzato z [16]

Průřez mikrostrukturou na rozhraních ve spojích Al/Sn-Zn-Ni/Cu je znázorněn na Obr. 6. Jak je vidět na Obr. 6(a)-(d), pájky a Cu substráty byly spojeny především prostřednictvím vytvořených mezifázových IMC. V blízkosti IMC se rozptýlily některé fáze bohaté na Zn a v blízkosti rozhraní Cu se vytvořily fáze $\text{Ni}_3\text{Zn}_{14}$. Současně atomy Al difundovaly do pájky a reagovaly se zbývajícím Ni za vzniku Al-Ni fází. Při různých složeních pájky se IMC vzniklé na rozhraní Cu rovněž lišily. Jak ukazuje Obr. 6(a), Cu, Zn, se na rozhraní 1#/Cu vytvořila vrstva IMC. Zatímco obě Cu, Zn, tak $\text{Al}_{4,2}\text{Cu}_{3,2}\text{Zn}_{0,7}$ IMC se vytvořily na rozhraní 2#/Cu, jak ukazuje Obr. 6(b), což naznačuje, že Al substrát se rozpustil v pájce a rozpuštěné atomy Al difundovaly na opačné rozhraní Cu, aby se zapojily do mezifázové reakce. Se zvyšujícím se obsahem Zn v pájce se na rozhraní pájka/Cu tvoří Cu Zn IMC, jak je znázorněno na Obr. 6(c) a (d). [16]



Obr. 6. Snímky SEM rozhraní se zpětným rozptylem elektronů: (a) 1#/Cu, (b) 2#/Cu, (c) 3#/Cu, (d) 4#/Cu, (e) 1#/Al, (f) 2#/Al, (g) 3#/Al a (h)4#/Al. Převzato z [16]

Tvorba intermetalických vrstev v pájených spojích vlivem kryogenního ošetření kapalným dusíkem je znázorněna na Obr. 7, který ukazuje proces měření IMC pomocí techniky grafického zpracování obrazu. Je vidět, že rozhraní se skládá ze tří oblastí, a to z Cu matrice, vrstvy IMC a pájky Sn3,0Ag0,5Cu. Na rozhraní se po pájení vytvořila souvislá vrstva IMC. Analýza EDS ukázala, že složení je Cu_6Sn_5 . Na rozhraní by se měla vyskytovat také vrstva Cu_3Sn . [17]



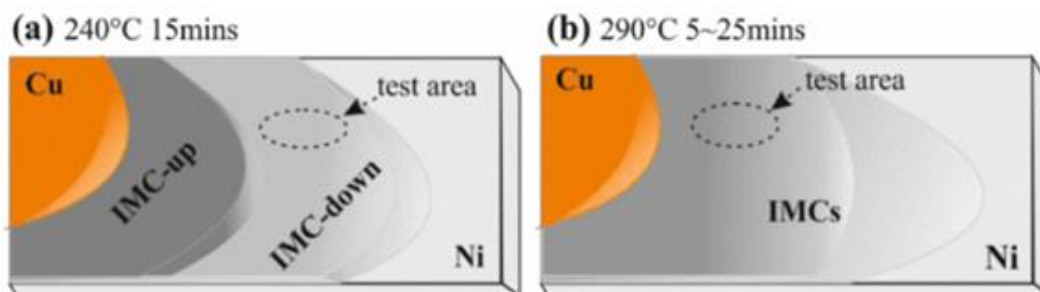
Obr. 7. Změřená IMC vrstva pomocí techniky grafického zpracování obrazu. Převzato z [17]

Pomocí SEM a softwaru photoshopu lze vypočítat plochu nepravidelného rozhraní IMC a délku vrstvy IMC na rozhraní ve formě pixelů. Výsledky statistických výpočtů jsou uvedeny v tabulce 1. Je vidět, že tloušťka IMC se s dobou ošetření kapalným dusíkem neměnila. [17]

Tabulka 1 Tloušťka vrstev IMC při různém ošetření kapalným dusíkem. Převzato z [17]

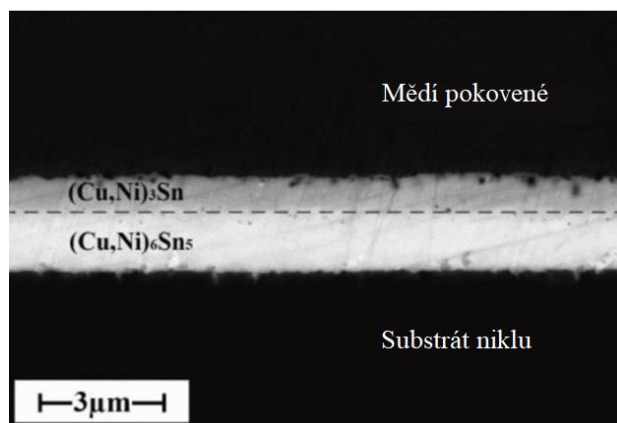
Doba ošetření kapalným dusíkem (h)	průměrná tloušťka IMC (μm)
0	2,760
24	2,900
72	2,800
168	2,901
600	2,727

V případě struktur mikro spojů Cu/IMC/Ni připraveného ze sendvičových vrstev Cu/Sn (1,5 μm)/Ni lze na základě pozorování mikrostruktury rozlišit dvě vrstvy, a to silnou vrstvu (Cu, Ni)₆Sn₅ pod horní vrstvou tenké vrstvy (Cu, Ni)₃Sn, která tvoří mezivrstvu IMC. Topografie mezivrstev Cu-Sn-Ni IMC jsou schematicky znázorněny na Obr. 8 na základě pozorování optickým mikroskopem. [18]



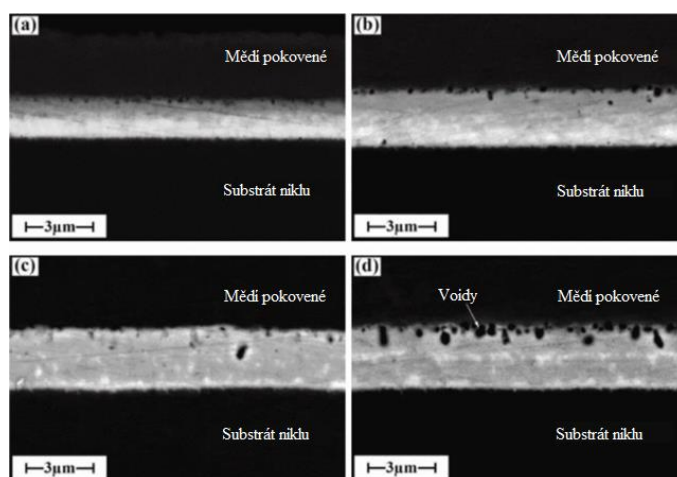
Obr. 8 Schémata pro dva typy mezivrstev Cu-Sn-Ni IMC optickou mikroskopií. Převzato z [18]

Na Obr. 9 je znázorněna morfologie příčného řezu mikrospoje Cu-Sn-Ni IMC, který byl pájený při 240 °C po dobu 15 minut. V mezivrstvě IMC lze jasně rozlišit dvě hlavní rozdílné vrstvy. Tmavší z nich v blízkosti vrstvy pokovené Cu je identifikována jako (Cu, Ni)₃Sn, zatímco druhá je (Cu, Ni)₆Sn₅ v blízkosti Ni substrátu, přičemž odpovídající atomová procenta Cu, Ni, Sn jsou (73,1; 2,5; 24,4) a (52,7; 7,0; 40,3) z detekce EDX. [18]



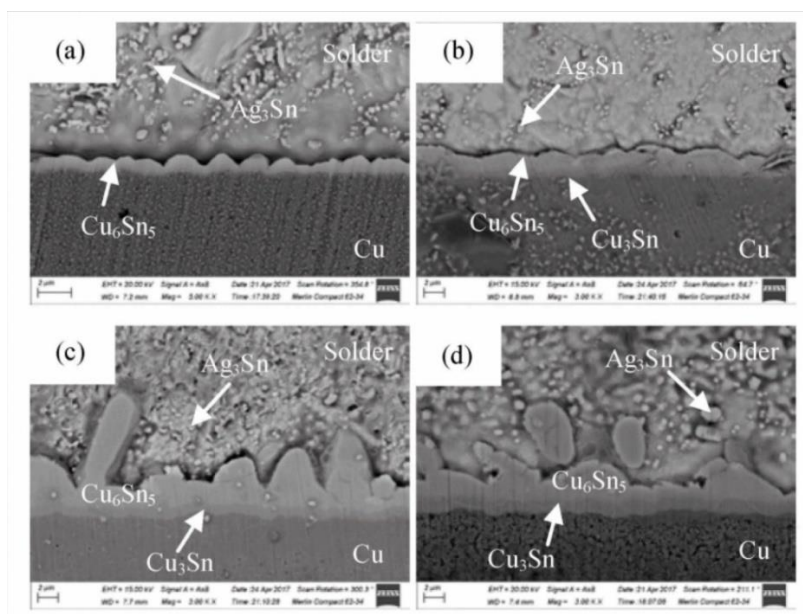
Obr. 9. Morfologie příčného řezu mikrospoje Cu-Sn-Ni imc vytvořeného při 240 °C po dobu 15 minut. Převzato z [18]

Při zvýšení teploty lepení na 290 °C se mikrostruktura mezivrstvy IMC měnila v závislosti na době působení, jak je znázorněno na Obr. 10. Morfologie příčného řezu mikrospojů bez ponechání při teplotě 290 °C je dosti podobná mikrospojům vytvořeným při teplotě 240 °C, ačkoli rozhraní mezi dvěma IMC se stalo nejasným. S prodlužující se dobou trvání se většina plochy mezivrstvy IMC změnila na tmavou barvu, na Ni substrátu se zachovalo pouze několik šedavých látek, u kterých se předpokládá, že se jedná o $(\text{Cu}, \text{Ni})_6\text{Sn}_5$. Zejména kolem středové linie mezivrstvy IMC vzniklé při 25minutovém pobytu při teplotě 290 °C (Obr. 10(d)) se objevilo několik $(\text{Cu}, \text{Ni})_6\text{Sn}_5$ IMC, což je při relativně vysokém obsahu Ni asi 20 %. Přitom podíl atomu Ni v okolním $(\text{Cu}, \text{Ni})_3\text{Sn}$ IMC byl zjištěn v rozmezí 1,5 at.% až 5,2 at.%. To znamená, že doplňkové atomy Ni mohou zabránit přeměně $(\text{Cu}, \text{Ni})_6\text{Sn}_5$ na $(\text{Cu}, \text{Ni})_3\text{Sn}$. [18]



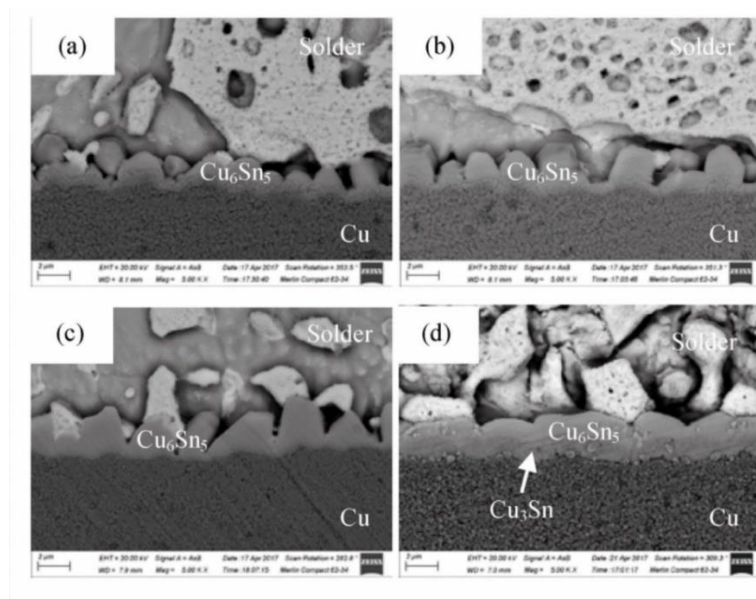
Obr. 10. Morfologie příčných řezů mikrospojů Cu-Sn-Ni IMC vytvořených při 290 °C s různou dobou setrvání (a) 0 min; (b) 5 min; (c) 15 min; (d) 25 min. Převzato z [18]

Obr. 11 ukazuje mikrofotografie SEM mezifázové mikrostruktury spojů SAC305 po vystavení různým cyklům extrémního teplotního šoku. Je vidět, že na rozhraní mezi pájkou SAC305 a Cu podložkou se vytvořila souvislá vrstva Cu_6Sn_5 . Vrstva Cu_6Sn_5 měla hřebenovitý tvar. Spoje prošly během extrémního teplotního šoku mikrostrukturním vývojem. Po 100 cyklech se mezi vrstvou Cu_6Sn_5 a Cu podložkou vytvořila tenká vrstva Cu_3Sn , jak je znázorněno na Obr. 11(b). Velikost částic Ag_3Sn uvnitř pájecí kuličky i tloušťka vrstvy IMC se s rostoucími cykly tepelného šoku zvětšovaly. Morfologie vrstvy IMC se během extrémního teplotního tepelného šoku změnila z hřebenovité na rovinnou. [19]



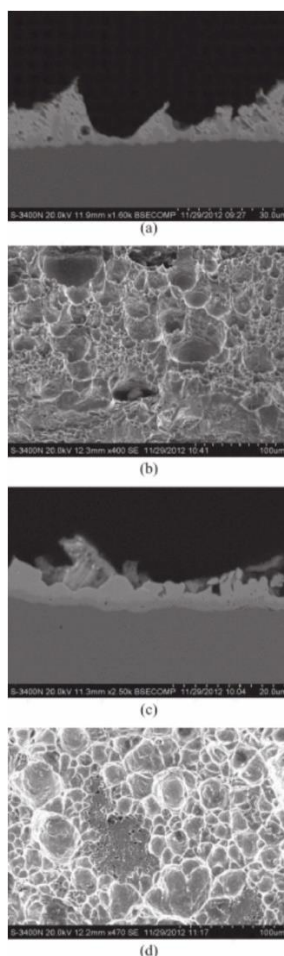
Obr. 11. Mikrofotografie SEM pájecích spojů SAC305 po (a) přetavení, (b) 100 cyklech, (c) 200 cyklech a (d) 300 cyklech. Převzato z [19]

Obr. 12 ukazuje mikrofotografie SEM mezifázové mikrostruktury spojů Sn-37Pb po různých cyklech extrémního teplotního šoku. Po přetavení se na rozhraní mezi pájkou Sn-37Pb a Cu podložkou vytvořila hřebenovitá vrstva Cu_6Sn_5 . Na rozhraní mezi vrstvou Cu_6Sn_5 a Cu podložkou byla po 300 cyklech zjištěna přítomnost Cu_3Sn . S rostoucím počtem cyklů tepelného šoku se tloušťka vrstvy IMC zvětšovala a morfologie vrstvy IMC se měnila z hřebenovité na rovinnou. Přejít z hřebenovité na rovinnou lze přičíst kratší difuzní vzdálenosti mezi hřebenovými prohlubněmi a olovem ve srovnání se vzdáleností mezi vrcholy hřebenových prohlubní a olovem, což vede k rychlejšímu růstu v prohlubních než ve vrcholech hřebenů. [19]



Obr. 12. Mikrofotografie SEM pájených spojů Sn-37Pb po (a) přetavení, (b) 100 cyklech, (c) 200 cyklech a (d) 300 cyklech. Převzato z [19]

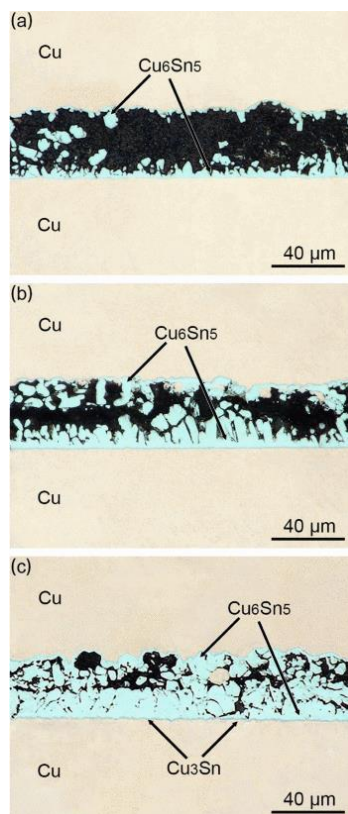
Na Obr. 13 je znázorněn průřez a pohled shora na vzorky pájených spojů s lomem, které byly izotermicky stárnuty při 150 °C po dobu 0 a 500 h a testovány při rychlosti napínání $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. U vzorku po přetavení lze pozorovat plastickou deformaci a hrdlo pájky, jak je znázorněno na Obr. 13(a) a Obr. 13(b), vzorek po přetavení vykazuje typický rys tvárného porušení, jak naznačuje morfologie lomu ve tvaru důlku. Pomocí EDS se ukazuje, že k poruše dochází zcela v objemu pájky. Po 500 h izotermického stárnutí se vrstva IMC stává silnější a plošnější. Ke štěpení Cu_6Sn_5 dochází před plastickou deformací pájky. Plastická deformace vzorku tedy není závažná. Ukazuje se, že trhliny se v některých oblastech šíří pájkou a v jiných vrstvou IMC (viz Obr. 13(c)). Pohled shora na vzorek pájecího spoje zestárlého po dobu 500 h vykazuje typické rysy tvárného porušení ve většině částí lomové plochy, ale je patrné i určité fazetování, což naznačuje mechanismus křehkého lomu. Zdá se, že vzorky se lámou ve smíšeném režimu lomu, protože na lomovém povrchu koexistují jak tvárné důlky, tak křehká zrna Cu_6Sn_5 (jak bylo stanoveno pomocí EDS) (viz. Obr. 13(d)). [20]



Obr. 13. (a)(c) příčný řez po dobu 0 a 500 h, (b)(d) pohled shora na lomovou plochu v tahu pro vzorky stárnuté při 150 °C po dobu 0 a 500 hodin. Převzato z [20]

Obr. 14 představuje průřezové OM snímky mikrostruktur spojů vytvořených pájením přechodné kapalně fáze TLP (transient liquid phase) za asistence ultrazvuku při 250 °C při různých dobách lepení. Lze shledat, že na jedné straně Cu substrátu došlo k eroznímu jevu s mnoha důlky na povrchu, který se označuje jako kavitační eroze. Nadměrné množství Cu se tak během lepení oddělilo od substrátu a uvolnilo se do roztaveného Sn. Některé nerozpuštěné odloučené částice Cu byly nalezeny také kolem strany kavitační eroze., zatímco povrch druhé strany Cu substrátu byl relativně rovný. Růst Cu_6Sn_5 v blízkosti obou rozhraní Sn/Cu vykazoval asymetrii, tj. Cu_6Sn_5 v blízkosti strany kavitační eroze rostl náhodně, zatímco Cu_6Sn_5 v blízkosti opačné strany rostl ve vrstvách. Asymetrický růst lze zcela přičíst asymetrickým ultrazvukovým účinkům v celé cínové mezivrstvě. Asymetrické ultrazvukové účinky vedly k rozdílným podmínkám pro nukleaci a růstové chování Cu_6Sn_5 na horním a dolním rozhraní Cu/Sn. Kromě toho bylo množství Cu rozpuštěné v roztavené pájce Sn během procesu ultrazvukového spájení přímo úměrné době ultrazvukového

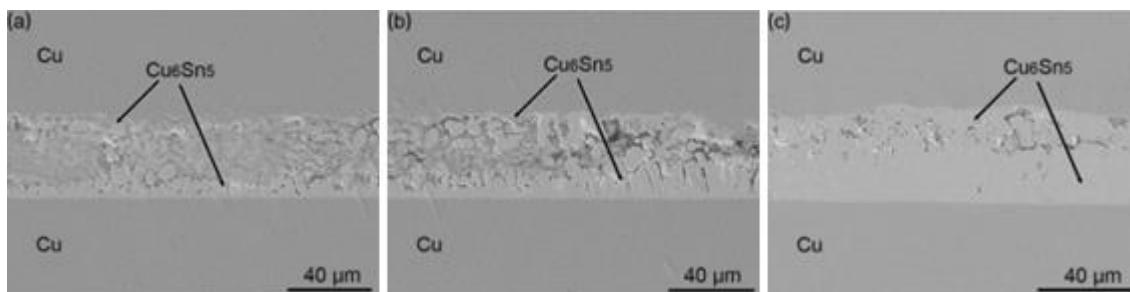
spájení, což vedlo k nárůstu množství Cu_6Sn_5 s prodlužující se dobou spájení v celém spoji. Mezitím mohla růst souvislá vrstva Cu_3Sn na plochem rozhraní $\text{Cu}_6\text{Sn}_5/\text{Cu}$. [21]



Obr. 14 Příčné snímky optické mikroskopie mikrostruktur spojů vytvořených pájením TLP za pomoci ultrazvuku při 250 °C při dobách spojování: (a) 5 s, (b) 15 s, (c) 30 s.

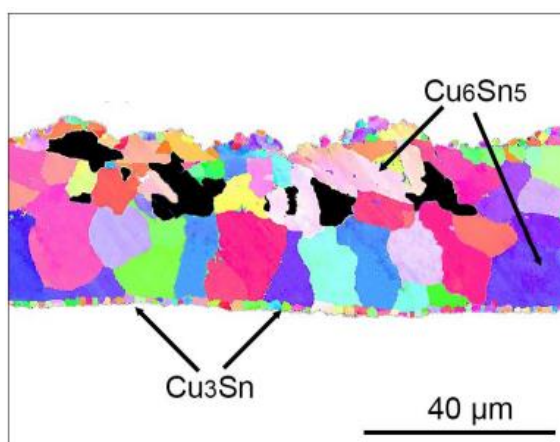
Převzato z [21]

Obr. 15 ukazuje průřezové snímky SEM morfologie Cu_6Sn_5 v leptaných spojích vytvořených pájením TLP za pomoci ultrazvuku při 250 °C v různých dobách spojování. V režimu zobrazování sekundárními elektrony nebylo možné pozorovat částice Cu a vrstvu Cu_3Sn . [21]



Obr. 15. Příčné snímky SEM morfologie Cu_6Sn_5 v leptaných spojích vytvořených pájením TLP za asistence ultrazvuku při 250 °C při různých dobách spojování: (a) 5 s, (b) 15 s, (c) 30 s. Převzato z [21]

Za účelem pozorování morfologie zrn Cu-Sn IMC ve spoji byla provedena analýza EBSD. Na Obr. 16 je znázorněn průřezový obraz mapování zrn Cu-Sn IMC spoje vytvořeného pájením TLP za pomoci ultrazvuku při 250 °C a 30 s. Lze zjistit, že zrna Cu_6Sn_5 v blízkosti strany kavitační eroze vykazují nepravidelné tvary s různou velikostí. Naproti tomu zrna Cu_6Sn_5 v blízkosti opačné strany mají sloupcovitý tvar. Navíc tenká souvislá vrstva Cu_3Sn byla tvořena sloupcovitými zrny. [21]



Obr. 16. Průřezový obraz mapování zrn spoje Cu-Sn IMCs vytvořeného pájením TLP za pomoci ultrazvuku při 250 °C po dobu 30 s. Převzato z [21]

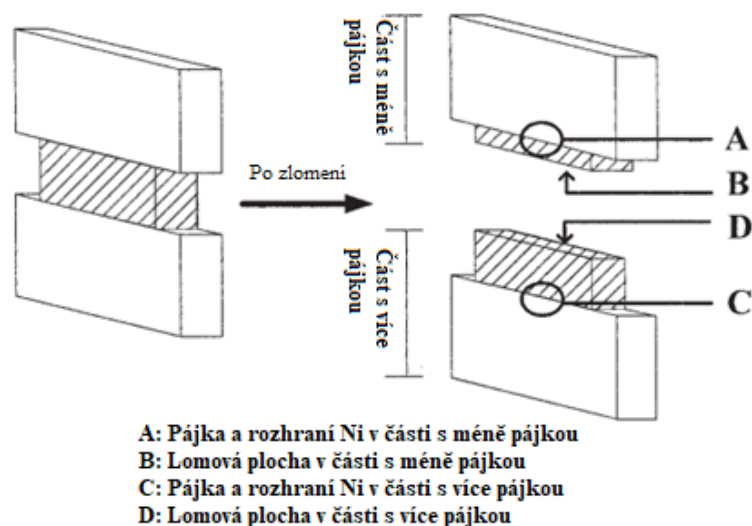
2.2 Mechanické vlastnosti intermetalických sloučenin v pájených spojkách

Intermetalické sloučeniny (IMC), které se vyskytují na rozhraní mezi pájecí slitinou a jejími spojovacími ploškami, hrají zásadní roli ve spolehlivosti pájených spojů. Bylo zjištěno, že praskání kolem vrstvy IMC je primárním důvodem selhání u bezolovnatých pájených spojů. Během přetavení chemická reakce mezi roztavenou pájkou a ploškou vytváří vrstvu intermetalických sloučenin. Vznik vrstvy IMC je nevyhnutelné pro úspěšné pájecí operace používané v elektronickém průmyslu. Síla mezifázového spojení pájených spojů závisí do značné míry na IMC. Tenčí intermetalická vrstva prospívá silné mechanické a chemické vazbě mezi pájkou a měděným substrátem, zatímco silnější intermetalická vrstva často působí jako místo iniciace trhliny vedoucí k selhání spoje, zhoršuje mechanickou pevnost a životnost elektronických produktů. Ze čtyř poruchových důvodů (uvnitř pájky, pájky/rozhraní IMC, v oblasti IMC, rozhraní IMC/Cu[22]) pájených spojů se tři týkají rozhraní IMC. Komplexní znalost mechanických vlastností IMC je proto extrémně důležitá. Mechanické vlastnosti IMC lze získat experimentálním měřením nebo teoretickými výpočty. Vlastnosti jako Youngův modul (modul pružnosti v tahu) a tvrdost

se většinou měří, ale mají velký rozptyl výsledných hodnot. Pevnost v tahu a pevnost ve smyku jsou testovány, aby se zjistil vztah mezi touto pevností a dobou stárnutí. [23]

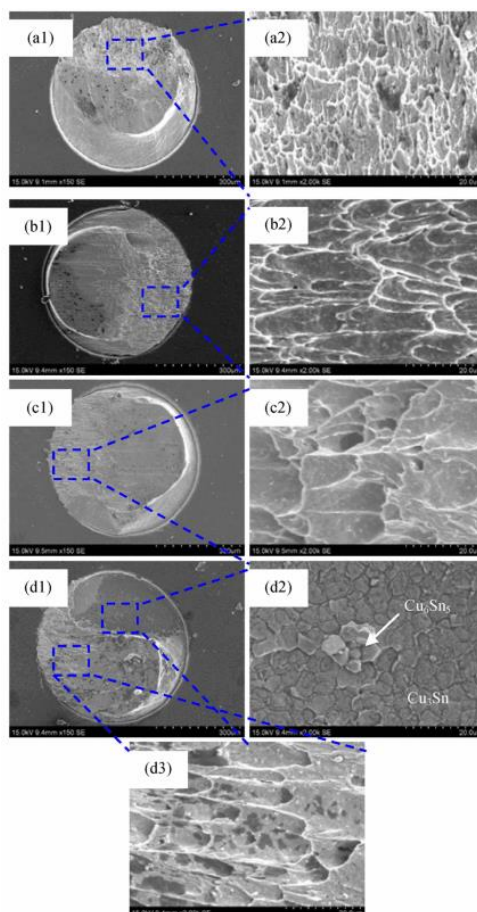
Elastoplastické vlastnosti IMC lze charakterizovat pomocí algoritmu reverzní analýzy, který integruje parametrickou analýzu konečných prvků instrumentované indentace, rozměrovou analýzu a experimentální instrumentovanou indentační zkoušku. Algoritmus je nejprve použit k charakterizaci elastoplastického chování elektrodepozitního tenkého Cu filmu, jehož výsledky jsou porovnány se známými údaji, a následně je proveden test na tenké IMC vrstvě z Ni_3Sn_4 . Předpovězené elastoplastické vlastnosti jsou zadány do modelu analýzy konečných prvků pouzdra při zrychleném tepelném cyklování pro simulaci mechanické odezvy pájeného spoje, pomocí níž je vyhodnocena odpovídající únavová životnost. Výsledky dokazují, že navzdory tomu, že objemové IMC jsou obvykle pružné, křehké a tvrdé, tenké Ni_3Sn_4 IMC mají vysoce tvárné (plastické) a deformačně tvrdé chování. Zohlednění plastického chování tenkého Ni_3Sn_4 IMC navíc pomáhá zlepšit předpověď únavové životnosti pájeného spoje pouzdra. [24]

Jak znázorňuje Obr. 17, vzorek je po měření tahových vlastností rozbit na dvě části a dvě lomové plochy jsou označeny jako místo B a místo D. Povrch B je část s menším množstvím pájky, zatímco D má pájky více. Kromě lokalit B a D je na Obr. 17 také rozhraní A a C. Jedná se o kontakty mezi pájkou a dvěma Ni substráty. Rozhraní A je kontakt v části s méně pájkou, zatímco D je s více pájkou. Čtyři místa, vyznačená na obr. 17, jsou oblasti zájmu. Sloučeniny Ni_3Sn_4 spoje Ni/Sn-0,7Cu/Ni se nacházejí ve středu důlků Sn v místech B a D, ale množství sloučeniny Ni_3Sn_4 je mnohem vyšší v místě B oproti místu D. Výsledky naznačují významný mechanismus vytahování, ale s výskytem rozbití nějaké intermetalické sloučeniny. Když je reakční doba při 200 °C pouze 1 h, lomové plochy obou druhů párů jsou v matici pájky a jejich UTS jsou blízké těm, které mají pájky. Při delší časové reakci, např. 240 hod., se lomové plochy posunou k vrstvám směsi a je zjištěna významná degradace tahových vlastností. Malé množství přídavku 0,7Cu k Sn fázi nejen mění tvorbu rozhraní fáze, ale ovlivňuje také mechanické vlastnosti spoje. [14]



Obr. 17 Schematický diagram zlomeného vzorku. Převzato z [14]

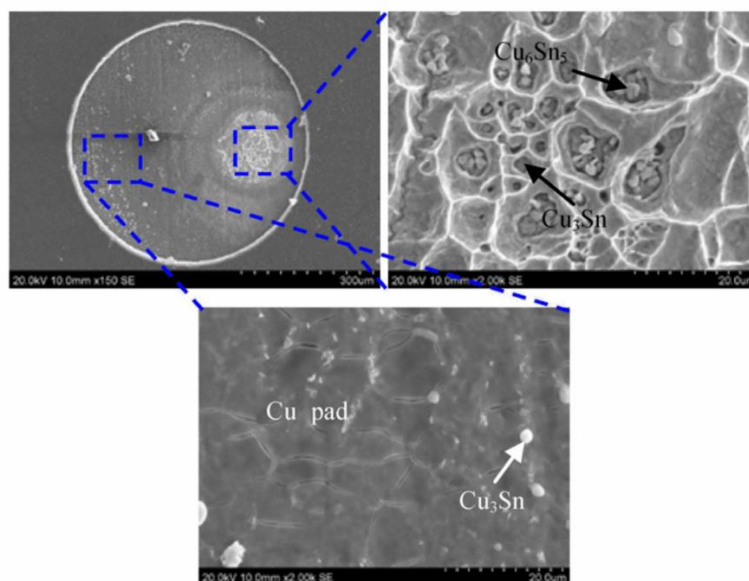
Při testování kryogenním způsobem za pomoci tekutého dusíku na rozhraních mezi pájkami SAC0305 a substrátem se během přetavování vytvořila souvislá vrstva intermetalické sloučeniny Cu_6Sn_5 (IMC). Po tepelném šoku (od $-196\text{ }^\circ\text{C}$ do $150\text{ }^\circ\text{C}$) se mezi vrstvou Cu_6Sn_5 a Cu podložkou vytvořila Cu_3Sn . Na Obr. 18 jsou zobrazeny snímky SEM porušeného povrchu pájených spojů SAC0305 vystavených různým cyklům extrémního teplotního šoku. Lomový povrch pájeného spoje vykazoval tvárné lomové charakteristiky, což naznačuje, že k lomu došlo uvnitř objemové pájky. S rostoucím počtem cyklů teplotního šoku důlky hrubly a prodlužovaly se, k čemuž mohlo přispět hrubnutí a zvětšování rozestupů IMC a růst zrn objemové pájky během extrémního teplotního šoku. S nárůstem počtu cyklů tepelného šoku na 300 se lomová plocha pájeného spoje SAC0305 skládala ze dvou typů lomové morfologie, tj. z oblasti důlků a relativně ploché oblasti, jak je vidět na Obr. 18d1-d3. Podle analýzy EDX byla relativní plocha pokryta převážně Cu_3Sn , doprovázenou lomovou strukturou Cu_6Sn_5 . To odhalilo, že spoje se lámaly přes pájku a vrstvu IMC. Při extrémních tepelných šocích se místo lomu posunulo směrem k mezifázové vrstvě IMC. Tento jev lze vysvětlit tím, že se tloušťka vrstvy IMC během tepelného šoku zvětšila, lom měl tendenci se šířit skrz vrstvu IMC, což bylo způsobeno tvrdou a přirozeně křehkou povahou IMC. [19]



Obr. 18 Mikrofotografie SEM lomových ploch pájecích spojů SAC305 po (a1-a2) přetavení, (b1-b2) 100 cyklech, (c1-c2) 200 cyklech a (d1-d3) 300 cyklech. Převzato z [19]

Při testování stejným způsobem byly lomové plochy spojů Sn-37Pb vystavených různým cyklům extrémních teplotních šoků vykazují podobnou tendenci ke změnám jako spoje pájky SAC0305. Před 300 cykly extrémního teplotního šoku se spoje Sn-37Pb lámaly uvnitř objemové pájky s důlkovitým a tvárným lomem. Po 300 cyklech teplotního šoku se spoj Sn-37Pb lámal hlavně podél rozhraní vrstvy IMC a Cu podložky, částečně se lámal uvnitř pájky a skrz vrstvu IMC, jak ukazuje Obr. 19. Způsob porušení byl převážně křehký lom s částečným tvárným lomem. Na dně důlkových dutin se nacházelo mnoho částic IMC, u nichž bylo analýzou EDX potvrzeno, že se jedná o Cu_3Sn a Cu_6Sn_5 . Vznik důlků lze popsat následujícími kroky: nejprve došlo k lomu v místě vyboulení IMC a poté se trhлина šířila do pájky, což vedlo ke vzniku lomové morfologie podobné důlku. K transformaci způsobu lomu mohlo přispět i zesílení vrstvy IMC. Z důsledku zvětšení tloušťky mezifázové vrstvy IMC se morfologie vrstvy IMC během extrémního teplotního tepelného šoku změnila z hřebenovité na rovinnou. Způsob lomu pájecích spojů SAC305 se změnil z tvárného lomu na smíšený lom tvárného lomu a mezifázového lomu, zatímco

způsob lomu pájených spojů Sn-37Pb se změnil z tvárného lomu na křehký lom s částečným tvárným lomem, protože vrstva IMC se s větším počtem cyklů tepelných šoků zesilovala. [19]



Obr. 19. Mikrofotografie SEM lomových ploch pájených spojů Sn-37Pb po 300 cyklech. Převzato z [19]

Článek zabývající se lomovým chováním pájeného spoje říká, že hlavním faktorem je především mikrostruktura IMC. S prodlužující se izotermickou dobou se vyvíjí mikrostruktura vrstvy IMC, což je doprovázeno změnou lomového mechanismu a lomové morfologie. Když je vrstva IMC tenká, lomový mechanismus je dominantně tvořen tvárným porušením v objemové pájce a lomový povrch vykazuje morfologii podobnou důlkům; když se vrstva IMC stane nadměrně tlustou a rozhraní pájka/IMC se stane planárním, lomový mechanismus se postupně změní na trhlinu IMC a lomový povrch vykazuje jak morfologii podobnou důlkům, tak fazetový vzhled. [20]

Na základě studia a pozorování mechanických vlastností IMC s převahou Cu_6Sn_5 lze vyvodit následující závěry: Křivka závislosti zatížení na posunutí je při vysokých teplotách plynulejší a posunutí během doby udržování je větší. To je způsobeno přechodem z křehkého do tvárného stavu a jevem creepu. [25]

Při zkoumání Au–Sn intermetalik bylo zjištěno, že jsou převážně tažná. Konkrétně bylo zjištěno, že fáze AuSn_4 a $(\text{Au},\text{Ni})\text{Sn}_4$, které jsou běžně obviňovány z křehnutí pájených spojů Au, jsou relativně měkké. Tento výsledek ukazuje na pravděpodobnost účinků mikrostruktury a pevnosti na rozhraní jako hlavní příčinu křehnutí Au, nikoli na vlastnosti samotných intermetalických sloučenin [13]

Literatura probírající odolnost pravoúhlých pájených spojů Au/Sn_{3,0}Ag_{0,5}Cu/Au proti nárazu vyplývá, že se snižujícím se objemem se křehkost – IMC v matrici pájecích spojů zjevně zvyšuje, což dále vede k horší mechanické odolnosti pravoúhlých pájených spojů vyrobených pájecími kuličkami s menším průměrem [26]

2.2.1 Youngův modul a tvrdost IMC

Nanoindentační a ultrazvukové metody se používají k testování Youngova modulu a tvrdosti IMC. Nanoindentace je založena na tradiční zkušební metodě tvrdosti podle Brinella a Vickerse, která se provádí průběžnou kontrolou a zaznamenáváním údajů o zatížení a posunutí. Ultrazvukové měřicí techniky byly použity ke stanovení Youngova modulu a Poissonova poměru pomocí rychlosti zvukových vztahů pro podélné i příčné zvukové vlny. Mechanické vlastnosti Cu₆Sn₅ a Cu₃Sn z různých testů jsou zaznamenány v Tabulce 2. Ta ukazuje, že Youngův modul a tvrdost Cu₆Sn₅ a Cu₃Sn dosahuje značných rozptylů hodnot. Pro tyto výchyly lze uvést některé důvody. Za prvé, různé experimentální techniky použité při měření mohou vést k různým výsledkům, i když jsou použity podobné vzorky. Dalším zdrojem rozptylu hodnot může být zpracování vzorků. [23]

Tabulka 2 Youngův modul (E) a tvrdost (H) Cu₆Sn₅ a Cu₃Sn. Převzato z [23]

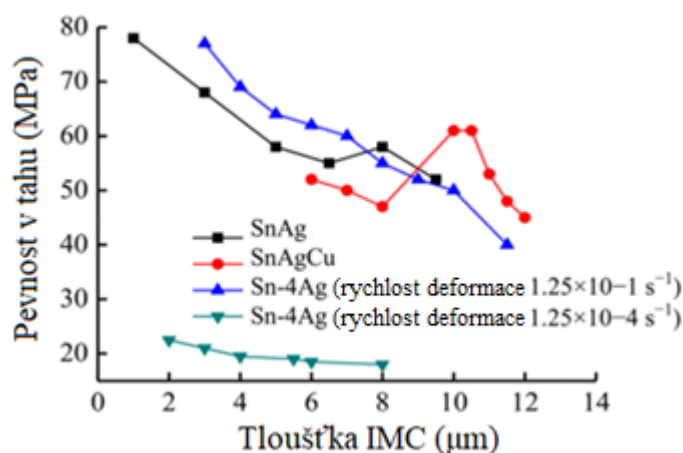
Popis vzorku	Technika experimentu	<i>E</i> (GPa)	<i>E</i> (GPa)	<i>H</i> (GPa)	<i>H</i> (GPa)
		Cu ₆ Sn ₅	Cu ₃ Sn	Cu ₆ Sn ₅	Cu ₃ Sn
Žihání Sn-Cu difúzních párů	Nanoindentace	116,89 (kolmo)	133,4 (kolmo)	6,35	6,32
	Nanoindentace	118,97 (postranní)	132,17 (postranní)	6,45	6,34
Stárnutí v pevné fázi difúzního páru	Nanoindentace	134	143	6,5	6,2
Sn _{3.5} Ag/Cu hot plate	Nanoindentace	112,3	134,2	6,38	6,12
Žihání Cu/Ti/Si substrát/pájecí pasta	Nanoindentace	114,9(Sn ₃₇ -Pb) 125(Sn _{3.5} Ag)	122 Sn ₃₇ -Pb) 136(Sn _{3.5} Ag)	5,62	5,7
SAC/Cu přetavené pájky	Nanoindentační kontinuální měření tuhosti	97	115,7	5,7	7,0

Cu_6Sn_5 mělo tři formy vzorků. Krápníky v předem připravených spojích, vrstvy v žíhaných difuzních párech a objemové intermetalikum. Výsledky pro vrstvu a objemový vzorek se shodují. Výsledky testování v takto připraveném spoji však naznačují mírně nižší modul a tvrdost, než bylo naměřeno u ostatních dvou druhů vzorků. Vzhledem k tomu že krápníky jsou třírozměrná struktura na rozhraní Cu/pájka a nikoli souvislá vrstva, mohou být nanoindentační měření prováděna měkčími fázemi kolem a pod krápníky. Testování krápníků v takto připravených spojích bylo tedy opuštěno. Dále byla použita metoda nanoindentace k měření mechanických vlastností Cu_6Sn_5 a Cu_3Sn vzniklých po žíhání při $240\text{ }^\circ\text{C}$ v rozhraní pájka/Cu. Výsledek ukazuje, že modul pružnosti Cu_6Sn_5 dosahující $116,3\text{ GPa}$ byl podobný jako ve spoji Sn37Pb který dosáhl hodnoty $114,9\text{ GPa}$. Byl ale menší než u spoje Sn-3,5Ag, který měl hodnotu 125 GPa . Tento rozdíl byl pravděpodobně způsoben posilujícím účinkem rozpuštěných atomů Ag v Cu_6Sn_5 , což může zvýšit modul pružnosti ve spoji Sn-3,5Ag/Cu. Tradiční metodou nelze získat čistý objemový vzorek materiál, takže ztuhnutí taveniny obsahující šest dílů mědi a pět dílů cínu povede k tomu, že pevné těleso získá směs Cu_3Sn , Cu_6Sn_5 a Sn, což vede ke zkresleným naměřeným výsledkům. Elastický modul Cu_3Sn vzniklý na nanosených kovových filmech je v rozmezích od 159 do 173 GPa , ale na kovové fólii je to jen 143 GPa . Důvodem může být to, že nanosený kovový film obvykle vykazuje jiné mechanické vlastnosti a mikrostrukturu než jeho objem. Dalším důvodem může být anizotropie, která bude částečně zodpovědná za nesoulad ve výsledku experimentu. Konzistentní výsledek však ukazuje, že Cu_3Sn má větší Youngův modul než Cu_6Sn_5 a hodnoty tvrdosti se příliš neliší. [23]

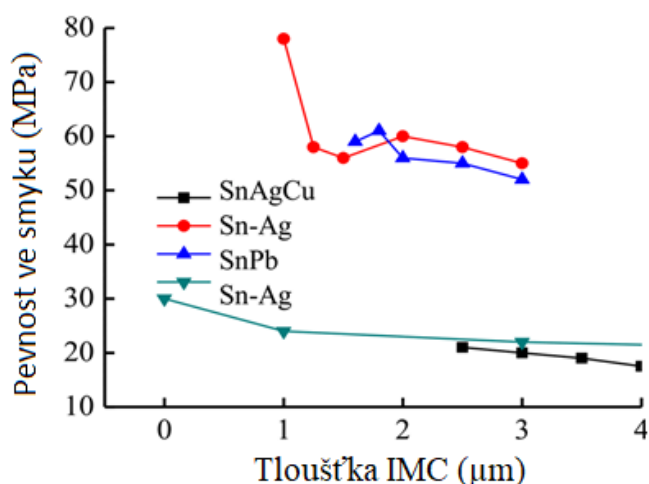
2.3 Vliv morfologie a tloušťky IMC na pevnost pájených spojů

Zkouškou tahem můžeme získat spolehlivá data, úplnou pevnost rozhraní a čisté přetrhnutí povrchu. Kromě toho dojde k selhání v nejslabším místě pájených spojů, což přispívá k přesnému určení mechanismu selhání a faktorů ovlivňujících spolehlivost pájeného spoje. Test chování zlomení v tahu, morfologie intermetalických sloučenin a složení na rozhraní Cu/Sn3,0Ag0,5Cu po stárnutí při $150\text{ }^\circ\text{C}$ ukázala, že s prodlužující se dobou stárnutí se lomová pevnost pájených spojů snižuje a prasklina začíná většinou na rozhraních mezi pájkou a vrstvou IMC nebo/a IMC a vrstvou IMC. Morfologie lomové plochy se mění z dolíčkovitých na šterbinovité. Tloušťka IMC a drsnost rozhraní mají významný vliv na pevnost v tahu a morfologii lomu. Silnější IMC vede k hrubšímu rozhraní a má významnější vliv na oslabení pevnosti pájeného spoje. Ačkoli pevnost IMC vykazuje rozmanitost, některé společné trendy se dají vypořádat. Pevnost v tahu a

pevnost ve smyku klesají s rostoucí tloušťkou intermetalické vrstvy v rozhraní, jak můžeme vidět na Obr. 20 a Obr. 21. [23]



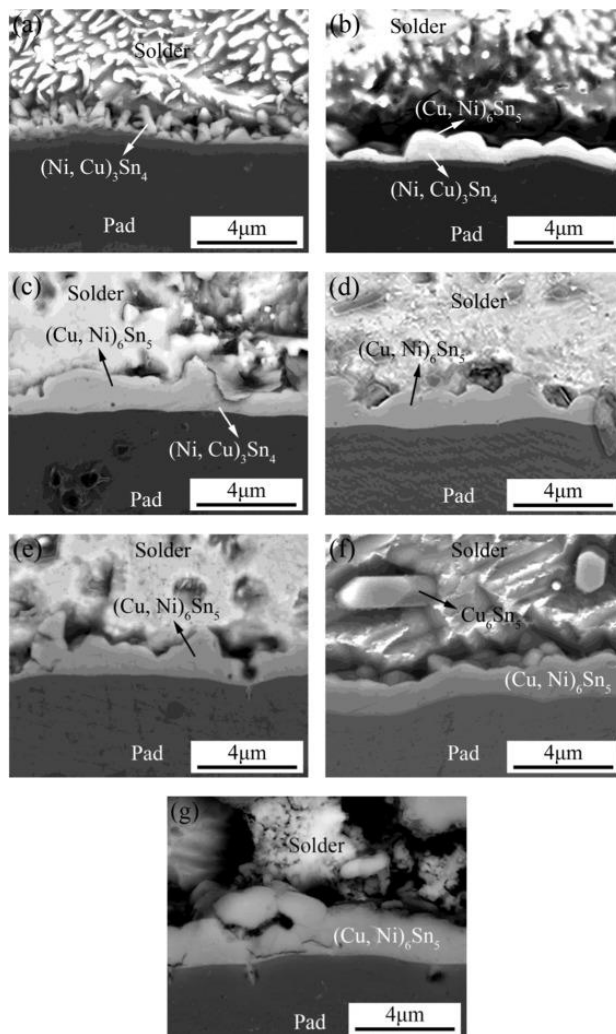
Obr. 20 Pevnost v tahu klesá s rostoucí celkovou tloušťkou interfaciální intermetalické vrstvy. Převzato z [23]



Obr. 21 Pevnost ve smyku klesá s rostoucí celkovou tloušťkou interfaciální intermetalické vrstvy. Převzato z [23]

Vliv teplotních šoků má na vliv na morfologii IMC také značný dopad. Po různých cyklech extrémního teplotního šoku byly vzorky více než pětkrát měřeny na různých místech pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) vybaveného energiově disperzní spektroskopií (EDS). Na obr. 22 je znázorněn vývoj mikrostruktury IMC na rozhraní pájky Sn-3Ag-0,5Cu a podložky ENIG během extrémního teplotního šoku. Bylo zřejmé, že na rozhraní mezi pájkou a ENIG podložkou se po přetavení vytvořila vrstva složená z jehličkovitých IMC (Obr. 22(a)) a tato vrstva IMC byla pomocí EDS analýzy identifikována jako $(\text{Ni}, \text{Cu})_3\text{Sn}_4$. Bylo pozorováno, že tloušťka vrstvy Ni-Cu-Sn se při

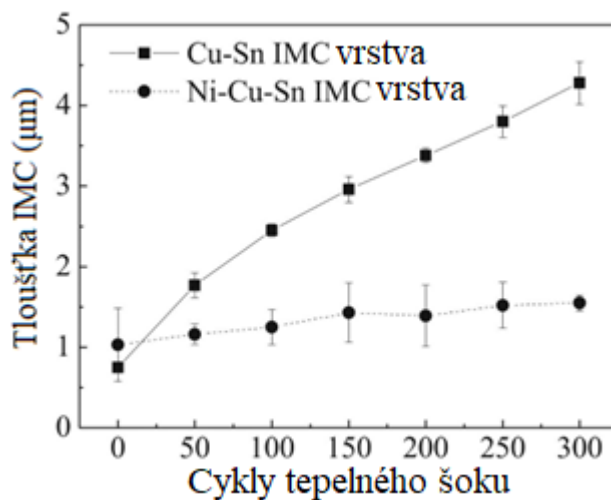
extrémním teplotním tepelném šoku zvětšuje. Po 50 cyklech byla mezi pájkou a vrstvou $(\text{Ni}, \text{Cu})_3\text{Sn}_4$ zjištěna nová vrstva IMC z $(\text{Cu}, \text{Ni})_6\text{Sn}_5$ a mezifázová vrstva IMC vykazovala dvouvrstvou strukturu. Mezitím se morfologie vrstvy Ni-Cu-Sn IMC změnila na hřebenovitou. [27]



Obr. 22. Vývoj mikrostruktury IMC na rozhraní pájka/podložka pájecího spoje Sn-3Ag-0,5Cu, (a) po zapájení, (b) po 50 cyklech, (c) po 100 cyklech, (d) po 150 cyklech, (e) po 200 cyklech, (f) po 250 cyklech a (g) po 300 cyklech. Převzato z [27]

Na Obr. 23 je znázorněna tloušťka vrstvy Cu-Sn IMC na straně vývodu a vrstvy Ni-Cu-Sn IMC na straně podložky při extrémním teplotním šoku. Bylo zřejmé, že rychlost růstu mezifázových vrstev IMC na vývodové straně i na straně podložky se s rostoucím počtem cyklů tepelného šoku snižuje. Tento jev lze vysvětlit tím, že vrstva IMC byla na začátku zkoušky tepelným šokem poměrně tenká, a proto atomy Sn, Cu a Ni mohly rychle difundovat přes mezifázovou vrstvu IMC a vytvářet IMC. Když mezifázová vrstva IMC zesílila, byla difúze atomů Sn, Cu a Ni omezena. To vede ke snížení rychlosti růstu

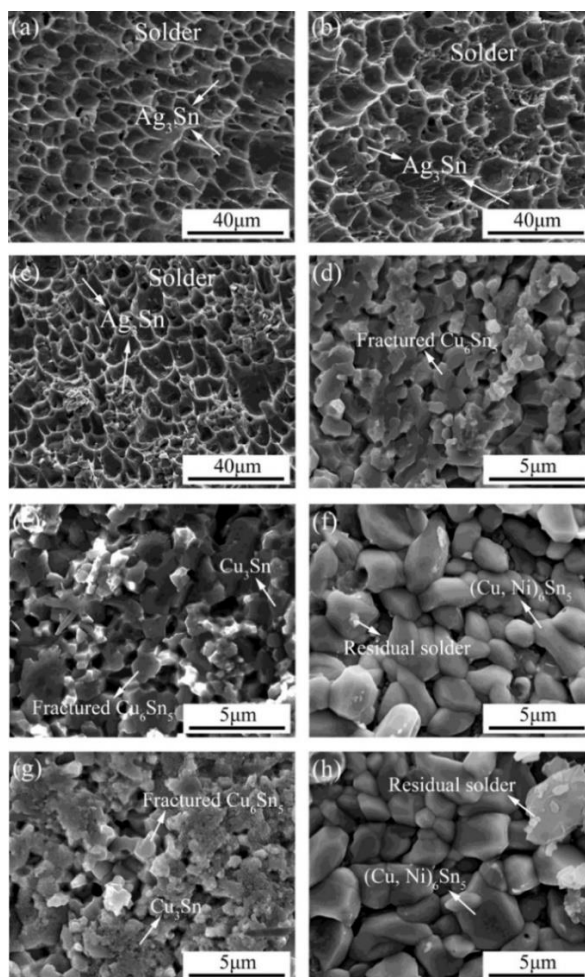
mezifázové vrstvy IMC. Kromě toho bylo zjištěno, že rychlost růstu vrstvy IMC na straně Cu a vývodu je při extrémním teplotním šoku mnohem vyšší než na straně podložky. [27]



Obr. 23. Tloušťka vrstvy Cu-Sn IMC na straně vývodu a vrstvy Ni-Cu-Sn IMC na straně podložky při extrémním teplotním šoku. Převzato z [27]

Na Obr. 24 jsou fraktografie SEM spojů vystavených různým cyklům tepelného šoku. Na lomovém povrchu pájeného spoje byly nalezeny četné důlky, jak ukazuje Obr. 24(a). Na dně důlků (obr. 24(a)) se nacházely některé částice IMC, u nichž bylo potvrzeno, že se jedná o fáze Ag_3Sn . To znamená, že pájený spoj praskl uvnitř pájky s tvárným způsobem. Spoj, který prošel 50 cykly tepelného šoku, vykazoval podobný lomový model jako spoj, který byl pouze pájený (Obr. 24(b)). V tomto typu lomového modelu byla pevnost spoje v tahu určena pájkou. Pevnost pájky by se po 50 cyklech zhoršila a pevnost tahu spoje se snížila, jak ukazuje Obr. 33. Na Obr. 24(c)-(d) jsou znázorněny lomové plochy pájeného spoje Sn-3Ag-0,5Cu po 100 cyklech. Bylo zjištěno, že se vyskytují dva různé typy morfologie lomu: důlky a trhliny, které představují smíšený tvárně-křehký lom. Silná vrstva IMC byla náchylná k iniciaci mikrotrhlin kvůli své vlastní křehké povaze. V důsledku toho měl lom tendenci šířit se skrz vrstvu IMC. Tloušťka vrstvy Cu-Sn IMC byla mnohem větší než tloušťka vrstvy Ni-Cu-Sn IMC. Proto se spoj po 100 cyklech lámal spíše přes vrstvu Cu-Sn IMC než přes vrstvu Ni-Cu-Sn IMC. Únava pájky a zesílení mezifázové vrstvy IMC vedly ke snížení pevnosti v tahu po 100 cyklech. Lomové plochy spojů po 150 a 200 cyklech obsahovaly důlky a trhliny, které byly podobné jako u spojů po 100 cyklech. S rostoucím počtem cyklů tepelného šoku se však ve spoji zmenšovala plocha tvárného důlkového lomu a zvětšovala plocha křehkého lomu. Po 250 cyklech obsahoval povrch lomu pouze trhlinový model a model ve tvaru písku (Obr. 24(e)-(f)). Ukázalo se, že

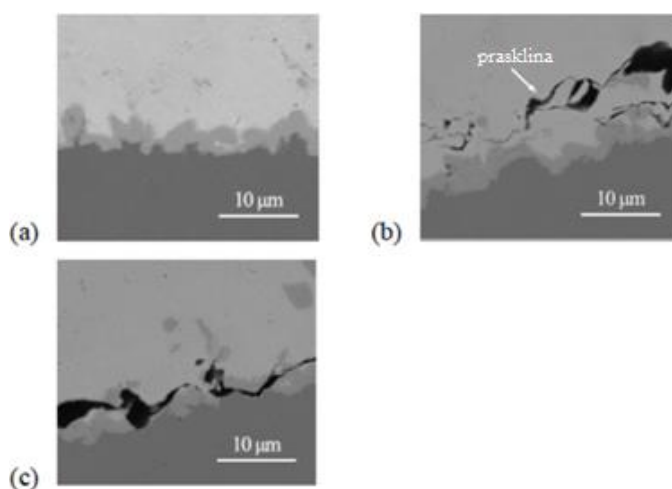
lom spoje se po 250 cyklech šířil přes vrstvu Cu-Sn IMC a vrstvu Ni-Cu-Sn IMC/rozhraní pájky. K poklesu pevnosti spoje v tahu po 250 cyklech přispěla únava pájky, zesílení mezifázové vrstvy IMC, koncentrace napětí a vznik trhlin na rozhraní IMC/pájka. Lom spoje po 300 cyklech se šířil také přes vrstvu Cu-Sn IMC a vrstvu Ni-Cu-Sn IMC/rozhraní pájky (Obr. 24(g)-(h)). Množství klastrových fází Cu_3Sn na lomovém povrchu se po 300 cyklech zvýšilo (Obr. 24(g)). [27]



Obr. 24. Lomové plochy v Sn-3Ag-0.5Cu, (a) v pájeném spoji; (b) po 50 cyklech, v pájce; (c) po 100 cyklech, v pájce; (d) po 100 cyklech, ve vrstvě Cu-Sn IMC; (e) po 250 cyklech, ve vrstvě Cu-Sn IMC; (f) po 250 cyklech, na rozhraní Ni-Cu-Sn IMC vrstva/pájka; (g) po 300 cyklech, ve vrstvě Cu-Sn IMC; a (h) po 300 cyklech, na rozhraní Ni-Cu-Sn IMC vrstva/pájka. Převzato z [27]

V případě kryogenního ošetření se tloušťka IMC se s prodlužující dobou neměnila. Tento jev by mohl být přínosem pro zpracování pájeného spoje. Experimentálně bylo zjištěno, že pevnost pájky se postupně zvyšuje s delší dobou ošetření kapalným dusíkem, aniž by se výrazně změnila plasticita. Kolísání pevnosti v tahu a změna dráhy lomu mohou

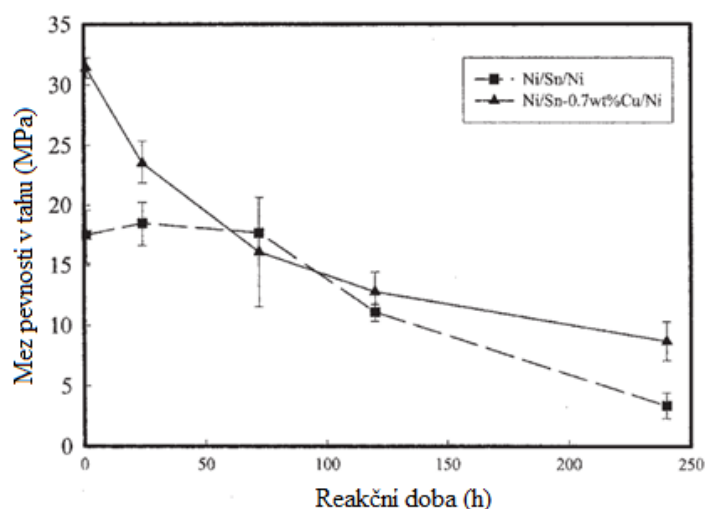
být způsobeny zvýšením pevnosti SAC305, snížením pevnosti IMC a nesouladem koeficientu tepelné roztažnosti. To povede ke zvýšení pevnosti pájených spojů v tahu v počáteční fázi ošetření kapalným dusíkem, zatímco plasticita a způsob poruchy se výrazně nezměnily. Na druhou stranu je také možné, že v důsledku nesouladu součinitele tepelné roztažnosti se pevnost materiálu IMC při ultra nízké teplotě snížila, čímž došlo k poklesu pevnosti pájeného spoje po dlouhé době ošetření kapalným dusíkem, což také změnilo způsob lomu mezivrstvy IMC. Po 24 hodinách kryogenního ošetření se pevnost pájky rychle zvýšila. Po 72 hodinách kryogenního ošetření se pevnost pájky zvýšila, zatímco pevnost IMC se snížila. Obr. 25 ukazuje lom v podélném průřezu a SEM vrstvy IMC. Jak ukazuje Obr. 25(b), po 72 hodinách ošetření kapalným dusíkem došlo ke koncentraci napětí v blízkosti vrstvy IMC. Trhlina vznikla ve vrstvě IMC a šířila se do pájky, nakonec vytvořila v blízkosti rozhraní vrstvy IMC rovnou lomovou plochu. Po 168 hodinách a 600 hodinách kryogenního ošetření se mechanické vlastnosti IMC dále zhoršily, zatímco pevnost pájky se podstatně zlepšila. Obr. 25(c) tento jev dokazuje a je na něm patrné že po delší době ošetření kapalným dusíkem se pevnost pájky zlepšila (zkouška ukázala, že po 600 hodinách ošetření kapalným dusíkem se pevnost pájky zvýšila téměř o 30 %). Intenzita materiálů IMC se snížila, což vedlo k iniciaci trhliny ve vrstvě IMC, trhlina se dále šířila, a nakonec se ve vrstvě IMC vytvořila hladká lomová dráha. Souhrnně lze říct, že s prodlužující se dobou ponoření do kapalného dusíku se zvyšovala pevnost pájky a snižovala pevnost IMC, což bylo spojeno s nesouladem koeficientu tepelné roztažnosti. To vede ke zlepšení pevnosti pájeného spoje v tahu na makroskopické úrovni. Vzor lomu se mění z tvárného lomu v pájeném spoji na křehký lom podél vrstvy IMC, který nakonec způsobí lom ve vrstvě IMC. [17]



Obr. 25. SEM snímky mikrofotografie v blízkosti vrstvy IMC po různé době ošetření kapalným dusíkem: (a) 24 hodin; (b) 72 hodin; (c) 168 hodin. Převzato z [17]

2.4 Vliv doby a druhu stárnutí na mechanické vlastnosti pájených spojů

Pájený pár s pájkou Sn-0,7Cu byl umístěn do pece při 200 °C po dobu 1–240 hodin. Po jedné hodině byla stanovena Mezní pevnost v tahu (ultimate tensile strength-UTS) na 18 MPa a blíží se k hodnotě čistému cínu, který má hodnotu 21 MPa. Analýza páru Ni/Sn/Ni reagovaného při 200 °C po dobu 24 hodin odhalila, že její výsledky jsou podobné jako u páru z reagovaného po dobu 1 hodiny. Povrch lomu prochází fází Sn a jeho UTS bylo stanoveno na 19 MPa, což je blízko k čistému Sn. Po 72 hodinách byla UTS 17 MPa, což zůstává téměř konstantní ve srovnání s těmi, které jsou žižány po kratší dobu. Významný pokles UTS je pozorován u vzorku Ni/Sn/Ni z reagovaného při 200 °C po dobu 120 h, protože jeho UTS se snížila na velikost pouze 10 MPa. Když byla reakční doba 240 hodin, UTS klesla na pouhé 3 MPa. Výsledky ukázaly, že povrch lomu se po 240hodinové reakci posunul k intermetalické vrstvě a během tahové zkoušky praskla fáze Ni_3Sn_4 . UTS Ni/Sn-0,7Cu/Ni po dobu 1 h bylo stanoveno na 31 MPa a je blízké hodnotě čisté pájky Sn-0,7Cu. Tahové vlastnosti za 24 h vykazuje pokles UTS na 23 MPa, jak je znázorněno na Obr. 26. UTS spoje se dále snižuje s delší reakční dobou. Jak je znázorněno na Obr. 26, UTS páru Ni/Sn-0,7Cu/Ni reagujícího po dobu 120 h je přibližně 9 MPa. [14]

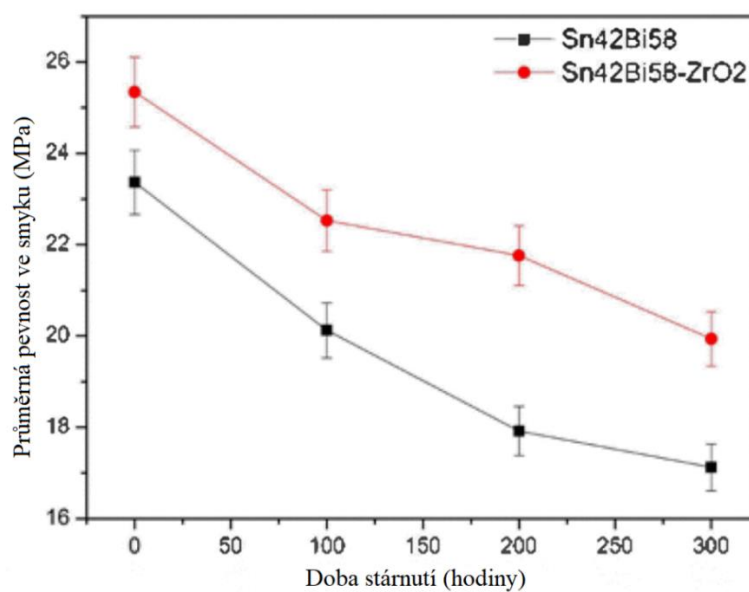


Obr. 26 Vztah mezi UTS a délkou reakční doby pro vzorky Ni/Sn/Ni a Ni/Sn-0,7Cu/Ni.

Převzato z [14]

V případě pájky $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}$ se došlo ke stejnému závěru. Výsledky ukázaly, že pevnost ve smyku pájených spojů $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}$ byla zesílena přidávkem nanočástic ZrO_2 . Bylo zjištěno, že růst intermetalických sloučenin (IMC) v pájecích spojích s příměsí ZrO_2 je zpomalen. Průměrná pevnost ve smyku pájecích spojů $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}$ a $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}\text{-ZrO}_2$ s různou dobou stárnutí byla vypočtena a vynesena na Obr. 27. Výsledky zkoušek ukázaly, že pájené spoje $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}\text{-ZrO}_2$ po přetavení měly průměrnou pevnost ve smyku 25,34 MPa, což bylo o 1,97

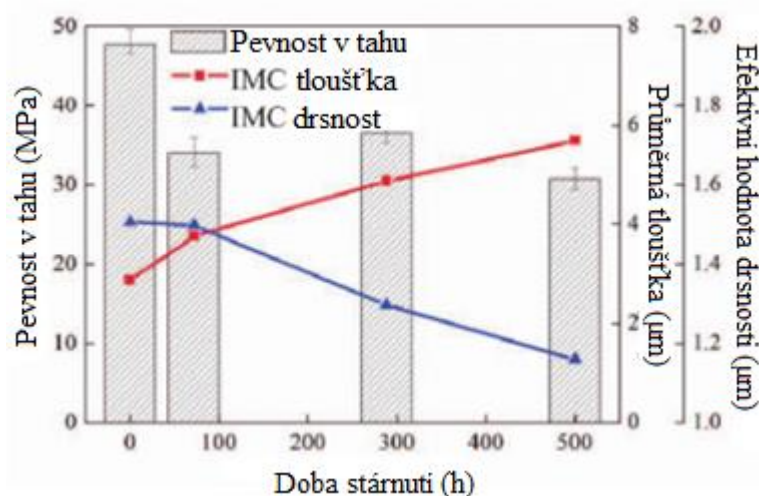
MPa více než pevnost ve smyku pájených spojů $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}$ (23,37 MPa). Ačkoli pevnost ve smyku obou pájených spojů s pokračujícím stárnutím klesala, pájené spoje $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}\text{-ZrO}_2$ si trvale udržovaly vyšší pevnost ve smyku než pájené spoje $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}$. Po 300 hodinách stárnutí se pevnost ve smyku pájených spojů $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}$ snížila o 26,74 % ve srovnání s pájenými spoji po přetavení. U pájených spojů $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}\text{-ZrO}_2$ se pevnost ve smyku snížila pouze o 19,34 %, což bylo o 7,40 % méně než u pájených spojů $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}$ [15]



Obr. 27 Průměrná pevnost ve smyku vystavená době stárnutí. Převzato z [15]

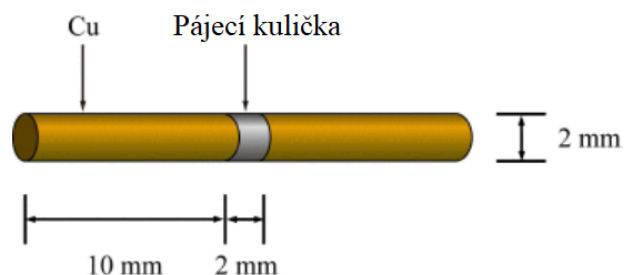
Další studie zkoumala vzorky po přetavení, které byly izotermicky stárnuty při teplotě 150 °C po dobu 0, 72, 288 a 500 hodin. Během procesu izotermického stárnutí se průměrná tloušťka vrstvy IMC zvyšuje s rostoucí dobou stárnutí a drsný vzhled hřebenovitého rozhraní pájka/IMC se postupně stává rovinným. Pro zkoumání vlivu mikrostruktury IMC na pevnost v tahu a lomové chování pájecího spoje bylo testováno šest vzorků pro každou dobu izotermického stárnutí při rychlosti deformace $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Závislost pevnosti v tahu pájecího spoje na mikrostruktuře IMC je znázorněna na Obr. 28. Tendence pevnosti v tahu není monotónní. To může být důsledkem kombinovaného vlivu tloušťky a drsnosti vrstvy IMC. Na jedné straně silnější vrstva IMC obsahuje více mikrotrhlin, které činí vrstvu IMC zranitelnou, a proto zvýšení tloušťky vrstvy IMC zhoršuje pevnost pájecího spoje. Na druhé straně relativně rovinná morfologie rozhraní zmírňuje vliv koncentrace napětí u počátků vyčnívajících zrn Cu_6Sn_5 , a tím zvyšuje pevnost pájecího spoje. Jak ukazuje Obr. 28, střední kvadratická drsnost vzorků pájecích spojů zestárlých po dobu 72 hodin je blízká drsnosti vzorků po přetavení, zatímco

průměrná tloušťka vrstvy IMC se zvyšuje. V porovnání se vzorky po přetavení se proto pevnost v tahu vzorků pájecích spojů zestárlých po dobu 72 hodin zjevně snižuje. Při prodloužení doby stárnutí na 288 h se průměrná tloušťka vrstvy IMC zvyšuje, avšak rozhraní pájka/IMC se stává rovinnějším než u vzorků stárnutých 72 h a koncentrace napětí se výrazně snižuje. V důsledku toho je pevnost v tahu vzorků pájeného spoje stárnutých po dobu 288 hodin mírně vyšší než u vzorků stárnutých po dobu 72 hodin. Je třeba poznamenat, že ačkoli vzorky pájeného spoje stárnutého po dobu 500 hodin mají nejplanárnější morfologii rozhraní pájky a IMC, jejich vrstva IMC je nejtlustší, a následkem toho je pevnost v tahu vzorků stárnutých po dobu 500 hodin nejnižší. [20]

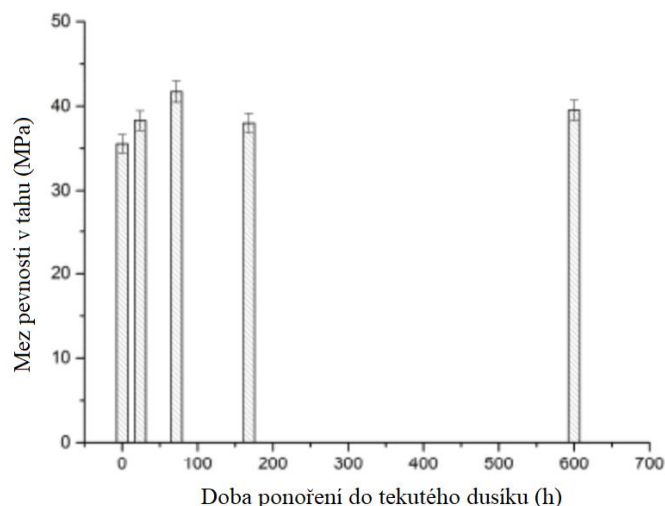


Obr. 28. Graf pevnosti v tahu pájecího spoje, tloušťky a drsnosti vrstev IMC v závislosti na době stárnutí. Převzato z [20]

Pájené vzorky se netestují pouze při vysokých teplotách, ale mohou se testovat také kryogenním způsobem. Podkladem pro další studii byly tyčinky z čisté mědi (Obr. 29) o čistotě 99,9 % a pájka Sn-3,0Ag-0,5Cu. Vzorky pájených spojů byly ponořeny do nádrže s kapalným dusíkem. Teplota ponoření do kapalného dusíku byla $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ a doba namáčení trvala 0, 24, 72, 168, nebo 600 hodin. Obr. 30 ukazuje změnu pevnosti v tahu pájecích spojů po různé době ošetření kapalným dusíkem.

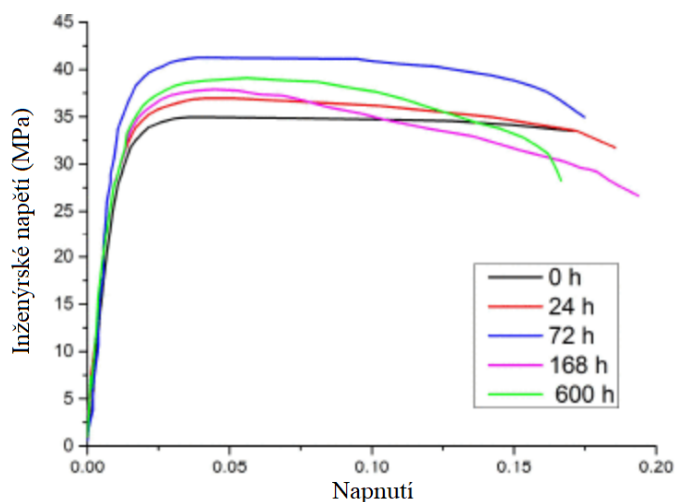


Obr. 29 Schematický diagram velikosti struktury Cu-pájka-Cu. Převzato z [17]



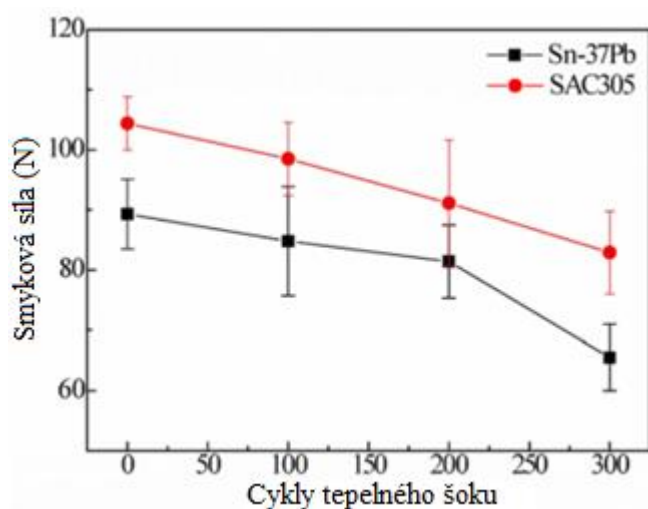
Obr. 30 Mez pevnosti v tahu pájených spojů SAC305 po různé době ponoření do tekutého dusíku. Převzato z [17]

Křivka napětí a deformace pájeného spoje je znázorněna na Obr. 31. Je patrné, že při tahovém procesu došlo u pájeného spoje po elastické fázi k výrazné deformaci a poté se před porušením projevila velká plastická deformace. Pevnost v tahu se s dobou namáčení v kapalném dusíku nezvyšovala, ale po 168 h zřetelně klesala. Po 600 hodinách ponoření do kapalného dusíku byla pevnost pájených spojů mírně vyšší než po 168 hodinách. Při zkouškách stárnutí při pokojové teplotě a při vysoké teplotě však pevnost pájených spojů s dobou stárnutí klesala. S prodlužující se dobou namáčení v kapalném dusíku se pevnost postupně zvyšuje a po 72 h se tento trend postupně zpomaluje. Na Obr. 17 je vidět, že podobný nárůst vykazuje pevnost pájeného spoje i před 72 hodinami. Po 72 h však dochází k náhlému poklesu trendu s mírným nárůstem pevnosti. [17]



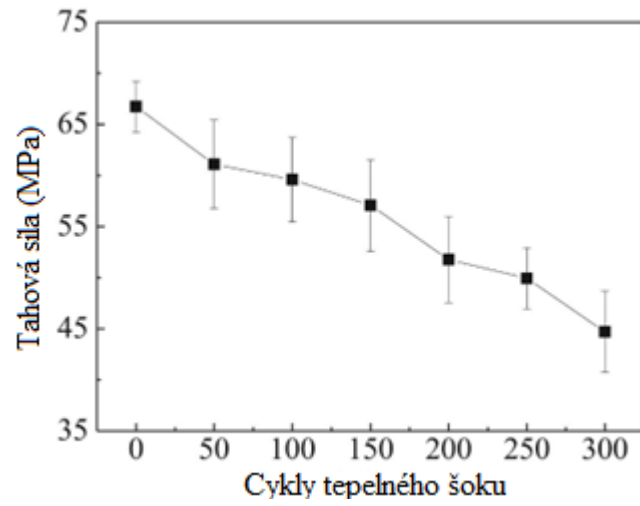
Obr. 31 Křivka napětí-deformace pájených spojů po různé době ponoření do kapalného dusíku. Převzato z [17]

Mezi další testování stárnutí patří zkoušky tepelnými šoky. V tomto případě byla zkouška teplotními šoky při extrémních teplotách provedena v rozmezí od $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pro extrémní teploty byla použita doba setrvání 30 min. Rychlost změny teploty byla více než 20 K/min . Po každých 100 cyklech byla skupina vzorků vyjmuta. Z Obr. 32 je patrné, že smykové síly pájecích spojů Sn-37Pb a SAC0305 se při extrémním teplotním šoku snižují. Smyková síla pájecích spojů SAC0305 byla vyšší než u spojů Sn-37Pb. [19]



Obr. 32 Smyková síla pájecích spojů Sn-37Pb a SAC0305 po cyklech extrémních teplotních šoků. Převzato z [19]

V jiné studii zabývající se stárnutím tepelnými šoky byla zkouška provedena přechodem vzorků mezi kapalným dusíkem a pecí s konstantní teplotou po dobu 300 cyklů. Maximální a minimální teplota při zkoušce byla 77 K a 423 K . Doba setrvání vzorků při každé extrémní teplotě činila 30 min. Doba nárůstu teploty byla 10 min a doba poklesu teploty byla 5 min. Po každých 50 cyklech byly odebrány 4 vzorky pro zkoušku mikrostruktury a mechanickou zkoušku. Zkouška tahem byla provedena za účelem zkoumání vlivu extrémního teplotního šoku na pevnost v tahu pájecích spojů Sn-3Ag-0,5Cu. Výsledky jsou uvedeny na obr. 33. Před zkouškou tepelným šokem byla počáteční pevnost spoje v tahu $66,72\text{ MPa}$. S rostoucím počtem cyklů tepelného šoku se pevnost v tahu snižovala a po 300 cyklech se zredukovala dokonce o 33 % (22 MPa). [27]



Obr. 33 Závislost tahové pevnosti pájecího spoje Pb/Sn-3Ag-0,5Cu na době tepelného šoku při extrémní teplotě. Převzato z [27]

3 Návrh experimentu (DoE)

3.1 Historie DoE

Experimentální návrhy byly poprvé použity ve 20. letech 20. století v zemědělství. Sir Fisher a Ronald Aylmer jako první použili při navrhování experimentů matematickou statistiku. Používání metod navrhování experimentu se začalo používat i v chemickém průmyslu, který byl podpořen v 50. letech 20. století rozsáhlou prací Boxe a jeho spolupracovníků na metodice odezvových ploch. Význam statistické kontroly kvality přenesl do Japonska v 50. letech 20. století W. Edward Deming. To odstartovalo to, co Montgomery nazývá druhou průmyslovou érou a někdy také revolucí kvality. Po druhé světové válce byly japonské výrobky příšerné kvality. V 60. letech se jejich kvalita začala zlepšovat. Japonský automobilový průmysl přijal postupy statistické kontroly kvality a prováděl experimenty, které odstartovaly tuto novou éru. Total Quality Management (TQM) a Continuous Quality Improvement (CQI) jsou manažerské techniky, které vzešly z této statistické revoluce kvality. Japonský inženýr Taguchi publikoval mnoho technik, které se později dostaly i do zbytku světa, a to pomocí nezávislého vývoje tzv. ortogonálních polí. Práce japonského poradce pro kvalitu G. Taguchiho o robustním návrhu pro snížení variability ukázala sílu technik návrhu experimentu pro zlepšování kvality. Kolem roku 1990 se stala populární metoda Six Sigma (nový způsob reprezentace CQI). Jedná se o techniku, která využívá statistiku k rozhodování na základě kvality a zpětnovazebných smyček. Zahrnuje mnoho předchozích statistických a manažerských technik. Dnes se techniky experimentálního navrhování stávají populárními také v oblasti počítačem podporovaného navrhování a inženýrství s využitím počítačových/simulačních modelů, včetně aplikací ve výrobě (automobilový a polovodičový průmysl) a také v jaderném průmyslu (Conover a Iman). [28–30]

3.2 Použití metody DoE

Cílem navrhování experimentu je především nalézt co nejefektivnější a nejekonomičtější metody, které nám umožní dospět k solidním a adekvátním závěrům o výsledcích experimentu. Kdybychom měli nekonečný rozpočet na čas a zdroje, pravděpodobně by se kolem navrhování experimentů nedělal velký rozruch. Při výrobě a kontrole kvality chceme sledovat chybovost a dozvědět se co nejvíce o procesu nebo

základní teorii s dostupnými zdroji. Z inženýrského hlediska se snažíme experimentování využívat k následujícím účelům:

- zkrácení času na návrh/vývoj nových produktů a procesů.
- zlepšit výkonnost stávajících procesů
- zlepšit spolehlivost a výkonnost výrobků
- dosažení odolnosti výrobků a procesů
- provádět hodnocení materiálů, konstrukčních alternativ, stanovení tolerancí součástí a systémů

Navrhování experimentu se v některých ohledech podobá programování experimentu. Každý faktor zapojený do experimentu může nabývat určitého počtu různých hodnot (nazývaných úrovně) a použitý plán experimentu určuje úrovně jednoho nebo mnoha faktorů (nebo kombinací faktorů) použitých v experimentu. [28–30]

3.3 Faktory experimentu

Design experimentu se používá, když chcete zjistit, jaké faktory významně ovlivňují výstup. Účelem také může být zjištění, zda existují nějaké interakce mezi dvěma nebo více faktory. Často existuje mnoho možných faktorů, z nichž některé mohou být rozhodující a jiné mohou mít na reakci malý nebo žádný vliv. Stejně důležité je znát faktory, které výstup neovlivňují. Pokud vstupní faktor neovlivňuje výstup významně, může tato znalost pomoci zvážit levnější nebo jednodušší možnosti. Jako cíl sám o sobě může být žádoucí snížit počet faktorů na relativně malý soubor (2-5), aby bylo možné zaměřit pozornost na kontrolu těchto faktorů pomocí vhodných specifikací, regulačních diagramů atd. I když je počet faktorů v návrhu malý, 2^k měření specifikovaných pro plný faktorový systém se může rychle stát velmi rozsáhlým. Například 2^6 je 64 měření pro dvouúrovňový plně faktorový návrh se šesti faktory. Po zúžení klíčových vstupů je žádoucí vytvořit matematický model procesu. Tento model napomáhá k pochopení, jak vstupní proměnné ovlivňují odezvu. Jakmile dojde k identifikaci faktorů ovlivňující výstup, je nutné určit optimální úroveň vstupů, která povede k požadovanému výstupu. Cílem může být maximalizace, minimalizace nebo dosažení cílové úrovně proměnné odezvy. Screening experimentů je účinný způsob, jak s minimálním počtem pokusů určit důležité faktory. Faktory mohou být také použity jako první krok, když je konečným cílem modelovat odezvu pomocí metody odezvových ploch. [31–33]

3.3.1 Pájka

Jak bylo řečeno již na začátku, z důvodu přijetí směrnice RoHS bylo zapotřebí najít alternativu za olovnaté pájky. Dnes se na trhu nachází mnoho používaných substitutů. Každý z nich má své výhody a nevýhody které určují jejich pole využití.

Pro zhotovení experimentu této práce byly použity dvě pájky, SAC305 a SN100C. Pájka SAC305 byla původně schválena pro použití při montáži SMT spolu s řadou dalších slitin na bázi cínu, stříbra a mědi. Tyto další slitiny jsou typy s vyšším obsahem stříbra, jako je SAC387 (3,8 % Ag) a SAC405 (4 % Ag). V případě těchto slitin se dá hovořit o skutečných eutektických slitinách. Při teplotě tuhnutí 217 °C [34] se zcela mění z pevné látky na kapalinu. Naproti tomu SAC305 (96,5 % cínu, 3 % stříbra a 0,5 % mědi) má rozsah mezi 217–219 °C [34]. Přidání stříbra do slitiny napomáhá vytvářet hladké, elektricky vodivé (velmi malý odpor) a korozivzdorné spoje. Ačkoli je SAC přijatelnou pájecí slitinou, přidání stříbra zvyšuje její cenu. To přimělo průmysl používat slitiny s nižším obsahem stříbra, a proto je dnes SAC305 jednou z nejčastěji používaných bezolovnatých pájek.

Slitina SnCu není pro pájení zcela preferována (jelikož měď má tendenci vytvářet poměrně hrubé a křehké IMC), její varianta, která může konkurovat slitinám SnPb a SAC nebo je dokonce překonávat, existuje již od 90. let 20. století, kdy společnost Nihon Superior vyvinula slitinu SN100C, což je sloučenina SnCuNiGe. Její bod tání je 227 °C [34], přičemž 0,05 % Ni [34] podporuje lesklý spoj a zároveň snižuje erozi měděné podložky. Obsah 0,009 % Ge [34] podporuje smáčení a zabraňuje tvorbě strusky. Vzhledem k tomu, že tato eutektická slitina je levnější než slitiny SnCuAg a má určité lepší vlastnosti například při přepracovávání, jeví se jako zajímavá volba jak pro profesionály, tak pro kutily. V případě obou pájek se jedná o nejčastěji [34] používané bezolovnaté pájky v průmyslové výrobě a opravách elektroniky.

3.3.2 Povrchová úprava

Povrchové úpravy jsou důležitým krokem při přípravě materiálů pro pájení a mají zásadní vliv na kvalitu pájených spojů. Existuje mnoho různých povrchových úprav, které se používají před pájením. Mezi některé používané povrchové úpravy můžeme řadit broušení, ENIG (Electroless nickel immersion gold) a elektrolytické poniklování, postříbření a pocínování [35, 36]. Každá z těchto povrchových úprav má své výhody a nevýhody, které je důležité zvážit v závislosti na konkrétních požadavcích na kvalitu a spolehlivost pájeného spoje. Při volbě vhodné povrchové úpravy je také zapotřebí

zohlednit materiál, který se bude pájet, typ a velikost pájeného spoje, náklady a další faktory.

Čištění se používá k odstranění nečistot z povrchu materiálu, což zlepšuje smáčivost povrchu. To může vést k lepší kvalitě a pevnosti pájeného spoje. Avšak některé čisticí prostředky mohou být agresivní vůči materiálu a mohou způsobit poškození povrchu. Proto je důležité používat vhodné čisticí prostředky a techniky pro každý konkrétní materiál.

Pokud je měď delší dobu vystavena působení vzduchu, má tento reaktivní kov tendenci oxidovat a vytvářet vrstvu, která má vliv na proces pájení. Tavidlo tento oxid částečně vyčistí, zredukuje a vytvoří čistý kovový povrch, ale je-li přítomno hodně oxidu, je užitečné jej odstranit i mechanicky. K tomu se používá proces broušení. Díky broušení získáme lesklejší, čistší kovový povrch, ke kterému může pájka lépe přilnout. Tím můžeme tavidlo ušetřit, a zajistit jeho rovnoměrnější vrstvu. [37, 38]

Elektrolytické poniklování je proces, při kterém se elektrickým proudem pokrývá vodivý materiál (obvykle kovový) tenkou vrstvou niklu. Účelem je změnit technické nebo fyzikální vlastnosti povrchu pokovovaných předmětů. Například jejich elektrickou vodivost nebo zlepšit jejich odolnost, vzhled a jiné vlastnosti. Zvláštností elektrolytického pokovování je, že úpravou složení elektrolytu a pracovních podmínek lze vlastnosti a vzhled niklu přizpůsobit konkrétním potřebám. Galvanicky pokovený nikl se hojně používá ke zvýšení hodnoty a atraktivity vyráběných produktů, jako např. spotřebního zboží. Jiné povlaky niklu se používají ke zlepšení fyzikálních vlastností, jako jsou odolnost proti opotřebení, teple nebo korozi, lepší tvrdost, vyšší pevnost a lepší tvárnost. [39, 40]

V rámci experimentu byly zkoumány vlastnosti tří druhů vzorků. První skupinu tvořily vzorky bez jakékoliv povrchové úpravy po řezáním vodním paprskem (povrch se zdrsnuje čím hlouběji paprsek proniká [41]), druhou skupinu tvořily vzorky s broušenou pájenou plochou a třetí skupinu pak tvořily vzorky, které prošli povrchovou úpravou elektrolytickým poniklováním. Před nanesením pájky na všechny vzorky bylo provedeno ultrazvukové čištění po dobu 10 minut v kádince s isopropylalkoholem, aby byla zajištěna maximální čistota a přilnavost pájky.

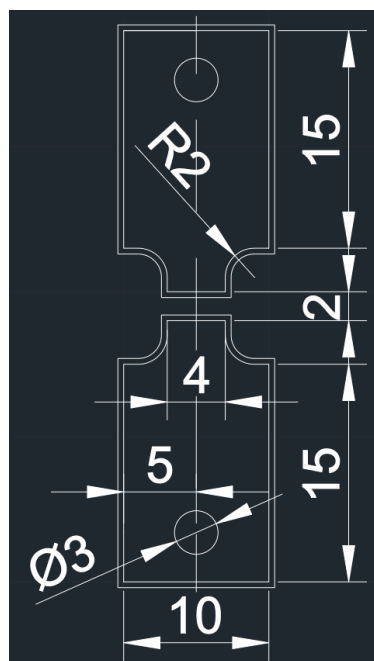
3.3.3 Typy stárnutí

Existuje několik druhů stárnutí pájených spojů, které můžeme dělit do různých kategorií: Teplotní, mechanické, korozní a elektrochemické stárnutí. Tepelné stárnutí je proces, při kterém jsou pájené spoje vystaveny tepelnému zatížení. Při zahřátí a ochlazení se materiály, ze kterých jsou spoje vyrobeny mohou rozšiřovat a smršťovat, což povede ke

vzniku mikrotrhlin nebo ke změnám vlastností materiálu a následnému snížení pevnosti spoje. Teplotní stárnutí můžeme dále dělit na několik druhů: Stárnutí při vysokých teplotách, cyklických teplotách a šokové stárnutí. Stárnutím při vysokých teplotách mohou materiály změnit své vlastnosti. Například se mohou stát křehkými nebo se mohou změnit jejich vnitřní struktury. Stárnutí při šokových teplotách je způsobeno změnami teplot v prostředí, nebo uměle vytvořeno jako součást testování odolnosti materiálu vůči opakovaným teplotním změnám. Šokové změny teploty mohou mít vliv na vlastnosti materiálů, jako jsou například pevnost, tvrdost, elasticita a odolnost proti únavě. Experiment v této práci byl koncipován do třech druhů stárnutí. Vzorky, které nebyly stárnuty vůbec, vzorky stárnuté šokovými teplotami, a to jmenovitě od $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ se skokovou změnou teploty s 10minutovou dobou pobytu v krajních teplotách po 1000 cyklů a na závěr vzorky stárnuté podle normy ČSN EN 60068-2-2 při teplotě $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 1000 hodin.

3.4 Postup experimentu

Vzorky byly vyřezány z měděného plátu o šířce 1,5 mm za pomoci vodního paprsku, který měl šířku 0,8 mm. Vyřezání vzorků bylo uskutečněno v externí firmě. Tvar a velikosti vzorku můžeme vidět na Obr. 34. Ve výkresu bylo zapotřebí přidat vnější obrys tvaru vzorku posunutý o 0,4 mm z důvodu šířky vodního paprsku. Kruhové výřezy se vyřezávali kvůli zavěšení vzorků v průběhu procesu elektrolytického poniklování a pro případ potřeby i jiného uchycení v trhačce.



Obr. 34 Tvar a rozměry vzorků

Následně nařezané vzorky se rozdělily do tří skupin. Část, která bude bez jakýchkoliv dalších povrchových úprav (s výjimkou čištění), části, které se budou dále brousit její pájecí plošky a části, která se nechala elektrolyticky poniklovat. Broušené vzorky opracovány brusným papírem se zrnitostí 2500 při 300 otáčkách za minutu a při chlazení vodním tokem. Na Obr. 35 je vyfocena bruska/leštička Phoenix Beta, na které bylo toto broušení uskutečněno.



Obr. 35 bruska/leštička Phoenix Beta

Po obroušení pájených ploch byly vzorky následně ofouknuty vzduchem, aby se omezilo dodatečné oxidaci. Před nanesením pájky se vzorky očistily v ultrazvukové čističce po dobu minimálně deseti minut v nádobce isopropylalkoholu a následně se osušily papírovým ubrouskem. Dále se vzorky umístily na keramickou destičku s co nejvíce přesnou a stejnou mezerou mezi sebou a přichytily se klipy k zafixování jejich poloh, jak znázorňuje Obr. 36. Nanášení pájky bylo realizováno za pomoci dispenzoru k zajištění co nejstálějšího množství pájky pro všechny vzorky. Celkem pro 45 párů vzorků byla použita pájka SAC305 a pro zbylých 45 párů vzorků byla použita pájka SN100C.



Obr. 36 Poniklované vzorky připravené k pájení

Po nanesení pájky se vzorky umístily do pece Asscon systemtechnik Quicky 300 (Obr. 37). Jedná se o systém zaměřující se na pájení v páře pro laboratoře, prototypové a malosériové výrobní procesy. V peci se vzorky nechali pájet po dobu 30 min a teplotě 240 °C. Následně po dobu 2 min se chladicí kapalinou Galden HS240 (plně fluorovaná kapalina) ochladilo procesní médium, aby se páry v komoře rozptýlily a bylo bezpečné pec otevřít. Po dokončení procesu pájení se chladicí kapalina musela doplnit. Do pece se vešly pouze 4 keramické destičky na které bylo možné vložit maximálně čtyři páry vzorků, a proto se tento postup musel několikrát opakovat.



Obr. 37 Systém pro pájení v páře Asscon systemtechnik Quicky 300

Po dokončení pájení všech 90 párů vzorků se dále rozdělily na další tři skupiny po 30 párech. Jedna skupina nebyla stárnutá vůbec. Druhá skupina se nechala stárnout šokovými teplotami od $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 10 minut v těchto teplotách a skokovými změnami mezi nimi. Celkový počet cyklů byl 1000. Třetí skupina se dala teplotně stárnout po dobu 1000 hodin při teplotě $125\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tímto byla veškerá příprava vzorků hotová a mohla se začít testovat jejich mechanická pevnost. Celkový počet 90 párů vzorků se rozdělil do skupin, kde v každé skupině bylo 5 párů. Hlavním rozdělením byl druh stárnutí a dále dělení podle povrchové úpravy a druhu pájky. Vzorky byly testovány tahem na trhačce. Nejdříve se pevně upnuli do čelistí trhačky (to způsobilo záporné pnutí, které bylo následně v datech odstraněno) tak aby byly co nejvíce kolmo ke směru tahu a nedocházelo k namáhání stříhem. Trhačka měla nastavenou rychlost posuvu na 1 mm za minut. Po dokončení testů všech vzorků určitého stárnutí byly data z trhačky exportována do MS Excelu pro další úpravy a zpracování. Stejným postupem se pokračovalo i pro zbylé vzorky. Jednotlivé natrhané vzorky se dále zkoumali optickým binokulárním mikroskopem Olympus SZX10 s připojeným fotoaparátom Canon EOS 1100D (Obr. 38). Pomocí mikroskopu byla zdokumentována odtržená plocha a velikost smáčené plochy pájkou k následnému dopočítání mechanické pevnosti.



Obr. 38 Optický binokulární mikroskop s připojeným fotoaparátom

4 Experiment

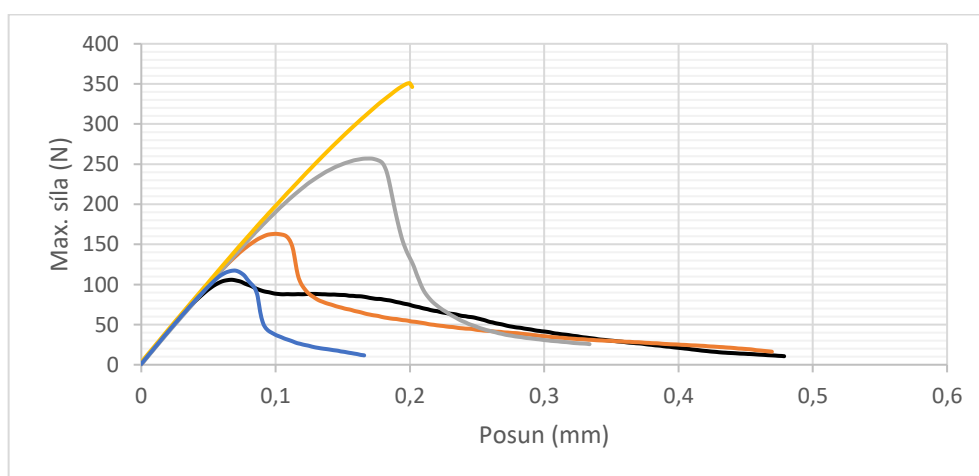
V testovací části byla provedena na vzorcích zkouška mechanickým tahem. Cílem bylo zjistit, jaký vliv na pevnost pájeného spoje má druh tepelného stárnutí, povrchová úprava pájených ploch, a která pájka snese největší namáhání tahem před a po těchto faktorech. Dále byla počítána a vyhodnocována mechanická pevnost díky snímkům přetržených vzorků z mikroskopu, na kterých byla měřena jejich smáčená plocha. Označení čísel vzorků bylo děláno podle postupného testování a je rozděleno po pěticích. Číslování vzorků, jejich povrchové úpravy a použitou pájku vysvětluje tabulka 3.

Tabulka 3 Označení vzorků

Číslo vzorku	Pájka	Povrchová úprava
1–5	SAC305	broušení
6–10	SN100C	bez úprav
11–15	SAC305	bez úprav
16–20	SN100C	broušení
21–25	SAC305	Elektrolytické poniklování
26–30	SN100C	Elektrolytické poniklování

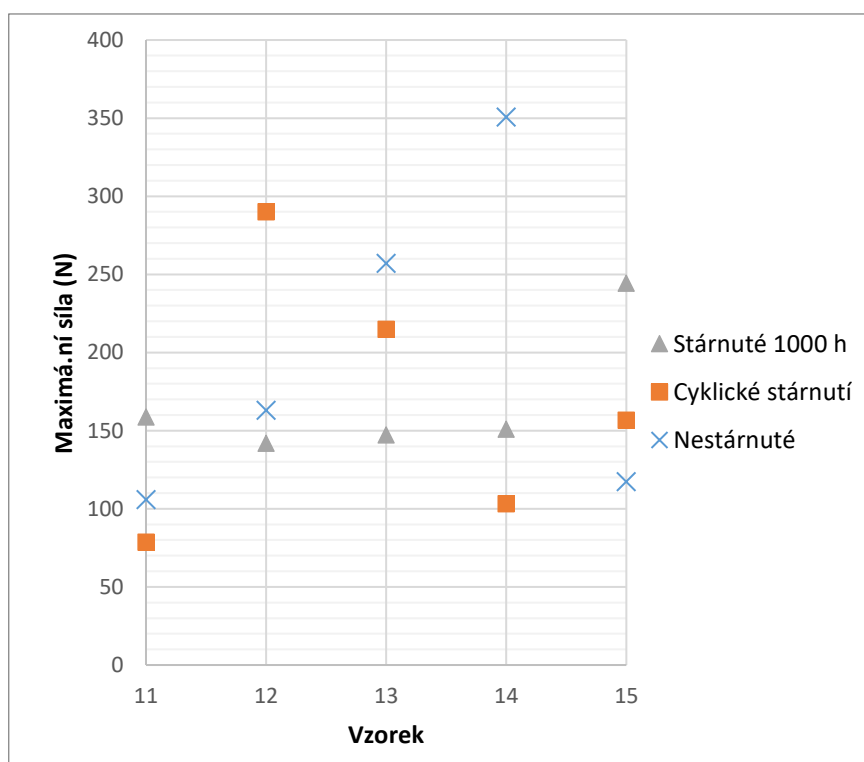
4.1 Vzorky pájené SAC305

Na Obr. 39 můžeme vidět tahové průběhy nestárnutých vzorků bez povrchových úprav. Je z něj patrné, že jediný vzorek 14 se zcela přetrhl. U zbylých čtyř vzorků se vyskytla plastická deformace a docházelo tím k postupnému povolování až do doby, dokud trhačka nevyhodnotila konec zkoušky poklesem síly o 70 % původní maximální hodnoty.



Obr. 39 Průběhy tahové zkoušky nestárnutých vzorků

U šokově stárnutých vzorků po 1000 cyklech došlo k přímému odtrhnutí u dvou vzorků a zbylé tři měly také značnou část nehomogenní deformace. U všech teplotně stárnutých vzorků po dobu 1000 h došlo k tvrdému utrnutí a žádný z nich neměl poddajný charakter. Na Obr. 40 jsou vyneseny maximální síly všech vzorků pájených pájkou SAC305 bez povrchových úprav. Pro nestárnuté vzorky maximální síla byla v rozmezích od 105 N až do 350 N. V průměru vzorky dosáhly maximální síly 198,8 N. Pro šokově stárnuté vzorky byl rozsah maximálních sil v rozpětí od 78 N až do 290 N. Průměr jejich maximálních sil klesl o 30 N na hodnotu 168,7 N. To nasvědčuje zvětšení intermetalických vrstev, které oslabují pájený spoj. Podobný trend byl zaznamenán u teplotně stárnutých vzorků po 1000 h, kde jejich maximální síla také klesla o 30 N oproti vzorkům nestárnutým. Jediný rozdíl oproti šokově stárnutým vzorkům byl v rozmezí, ve kterém se maximální síly pohybovaly. Maximální síly dosahovaly od 142 N až do 244 N, což je mnohem užší rozpětí než u předešlých dvou stárnutí.

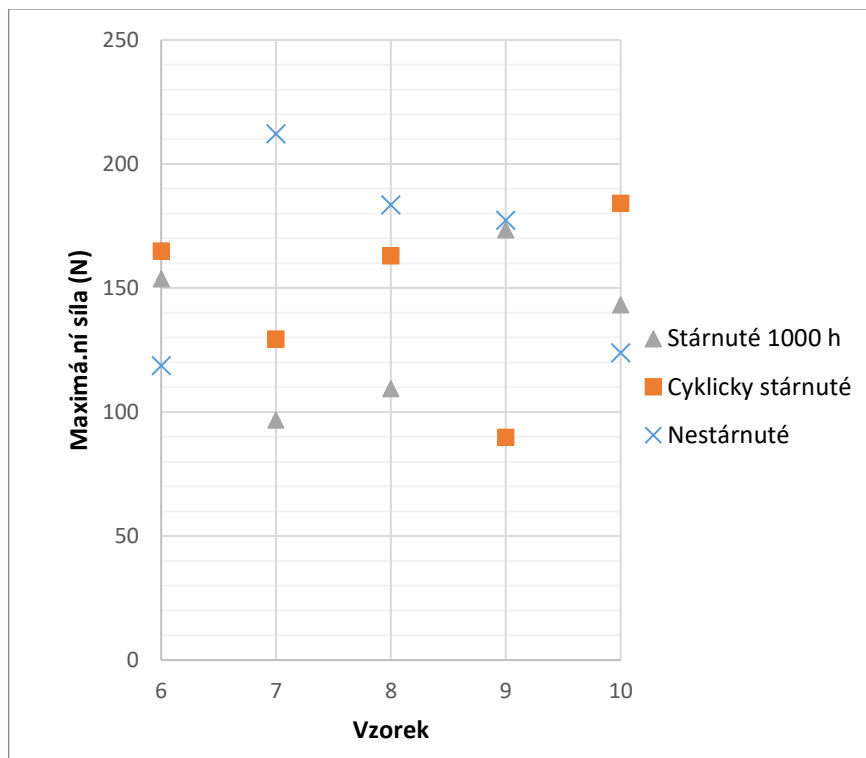


Obr. 40 Maximální síly vzorků pájených SAC305 bez povrchových úprav

4.2 Vzorky pájené SN100C

Vzorky pájené SN100C měly všechny bez výjimky plastické chování nehledě na to, jak byly stárnuty. Na Obr. 41 jsou zobrazeny maximální síly všech testovaných vzorků bez povrchových úprav pájených SN100C. Pro nestárnuté vzorky se maximální síla pohybovala v rozmezí od 119 N až do 212 N. Jejich průměr činil 163,1 N. Pro šokově

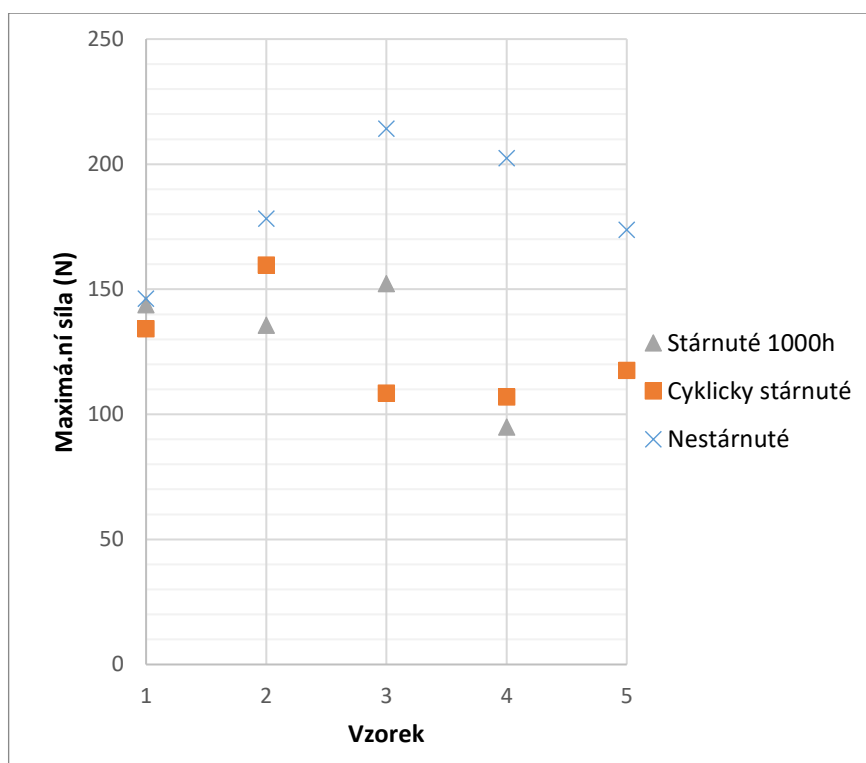
stárnuté vzorky průměrná maximální síla klesla o 17 N (na hodnotu 146,2 N), zatímco rozmezí zůstalo téměř stejné. Průměrná maximální síla u vzorků, které byly teplotně stárnuty po 1000 hodin klesla o něco více než po šokovém stárnutí. Tyto vzorky dosáhly v průměru pouze 135,3 N a pohybovaly se v rozmezí od 97 N až po 173 N.



Obr. 41 Maximální síly vzorků pájených SN100C bez povrchových úprav

4.3 Broušené vzorky pájené SAC305

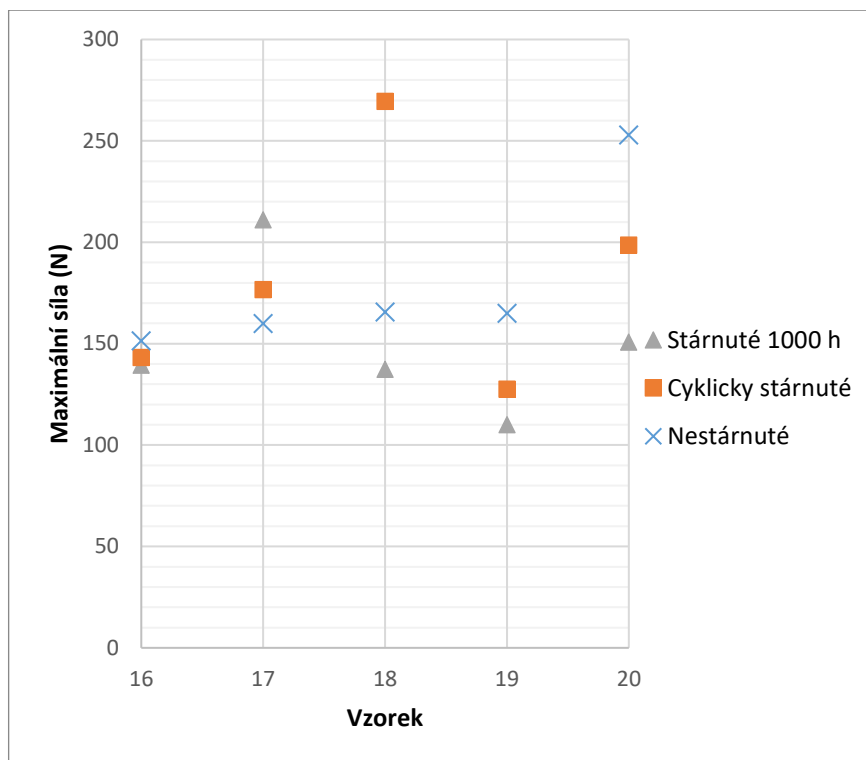
Pro broušené vzorky pájené SAC305 došlo pro nestárnuté a šokově stárnuté vzorky čtyřikrát k přímému utrnutí a pouze jeden vzorek z obou skupin vykazoval duktilní chování. Vzorky, které byly teplotně stárnuty byly velmi křehké. Jeden ze vzorků se utrhl hned při jeho sevření do čelistí trhačky a tím pádem ani nemohl být otestován. Všechny 4 zbylé vzorky se dále tvrdě přetrhly. Na Obr. 42 jsou vyneseny maximální síly jednotlivých vzorků každého typu stárnutí. Pro nestárnuté vzorky se maximální síly pohybovali v rozmezí od 146 N až po 214 N. Průměrná maximální síla činila 182,9 N. U šokově stárnutých vzorků sice došlo ke zmenšení rozmezí maximálních sil (signalizující lepší spolehlivost) ale jejich průměrná síla klesla o 57,5 N na pouhých 125,4 N. Teplotně stárnuté vzorky sice dosáhly lepšího průměru, ale to bylo především zapříčiněno srovnáváním síly v N, a ne tlaku v Pa. V průměru maximální síla dosahovala 131,6 N, a to v rozmezí od 95 N do 152 N.



Obr. 42 Maximální síly broušených vzorků pájených SAC305

4.4 Broušené vzorky pájené SN100C

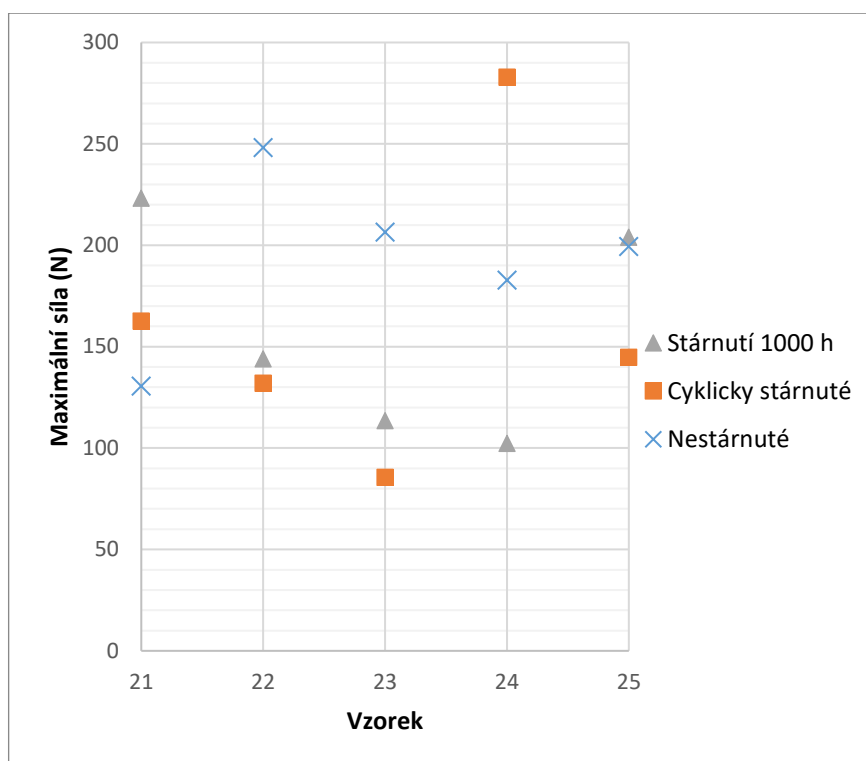
U všech nestárnutých vzorků došlo k plastické deformaci. Vlivem šokového stárnutí poté došlo u jednoho vzorku k úplnému prasknutí spoje a u teplotně stárnutých již ke dvěma úplným prasknutím. Na Obr. 43 jsou znázorněny maximální síly vzorků s broušenými pájecími ploškami pájenými SN100C. Pro nestárnuté vzorky se maximální síla pohybovala v rozmezí od 151 N až do 253 N. Průměrná hodnota maximálních sil nestárnutých pěti vzorků poté činila 178,9 N. Pro šokově stárnuté vzorky se průměrná hodnota maximální síly mírně zvýšila, a to na hodnotu 183 N. Opět se hodnoty nedají zcela porovnat vzhledem k měření síly a ne tlaku. Rozpětí maximálních sil bylo naopak velmi značné, pohybující se od 127,6 N až po 269 N. Tento rozdíl poukazuje na zhoršenou spolehlivost. Pro teplotně stárnuté vzorky opět průměrná maximální síla klesla o téměř 30 N oproti nestárnutým vzorkům. Jejich průměr se pohyboval od 110 N do 210 N s průměrnou hodnotou 149,7 N.



Obr. 43 Maximální síly broušených vzorků pájených SN100C

4.5 Poniklované vzorky pájené SAC305

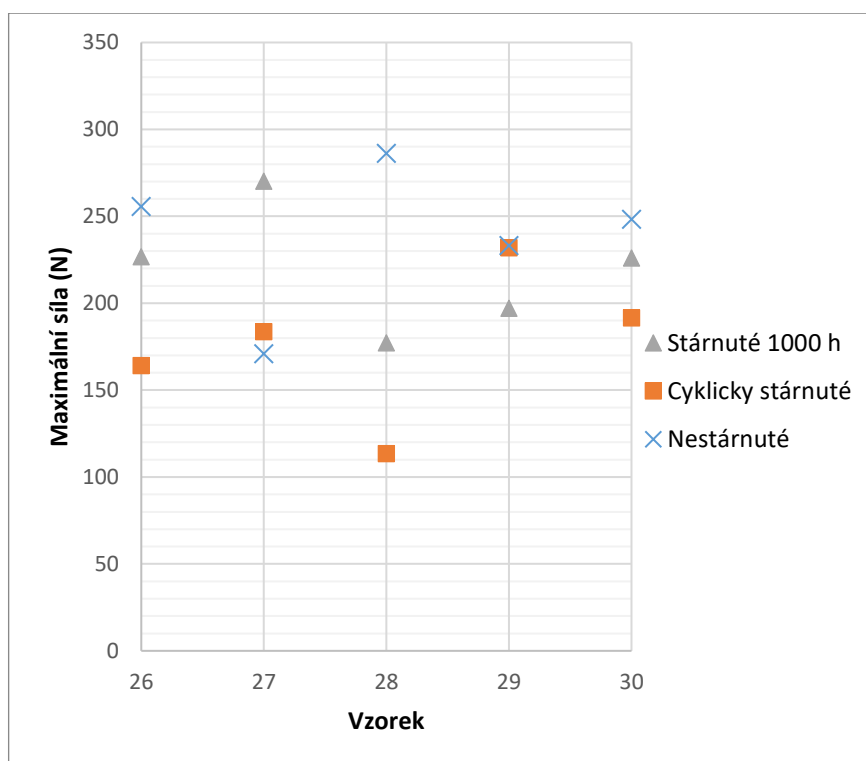
Vzorky, které byly elektrolyticky poniklovány měly všechny velkou část nehomogenní deformace. Faktor stárnutí tedy neměl na druh přetrhnutí žádný vliv a všechny vzorky se plasticky deformovaly. Nestárnuté vzorky měly největší průměrnou maximální sílu o hodnotě 193,5 N. Z pohledu rozmezí sil a spolehlivosti vykazovaly také nejlepší vlastnosti. Po šokovém stárnutí průměrná hodnota klesla na 161,5 N a rozmezí všech sil se zvýšilo o 80 N. U teplotně stárnutých vzorků došlo o ještě větší pokles průměrné síly na hodnotu 157,3 N. Rozmezí sil ale nebylo tak špatné, jako u šokově stárnutých vzorků. Maximální síly se pohybovaly v rozmezí od 102 N do 223 N. Velikosti všech maximálních sil všech elektrolyticky poniklovaných vzorků pájených SAC305 jsou zobrazeny v Obr. 44.



Obr. 44 Maximální síly elektrolyticky poniklovaných vzorků pájených SAC305

4.6 Poniklované vzorky pájené SN100C

Stejně jako pro elektrolyticky poniklované vzorky pájené pájkou SAC305 vykazovaly všechny vzorky velkou nehomogenní deformaci a všechny se tedy postupně povolovaly, dokud nedošlo ke snížení síly o 70 % z maximální síly. Tyto nestárnuté vzorky vykazovaly největší průměrnou maximální sílu ze všech testovaných vzorků. Jejich hodnota byla 238,8 N. Rozmezí maximálních sil se pro nestárnuté vzorky pohybovalo od 171 N až po 286 N. Pro šokově stárnuté vzorky došlo k značnému poklesu průměrné maximální síly. Průměr klesl na 176,9 N, což je snížení téměř o 62 N. Pro teplotně stárnuté vzorky nebyl rozdíl tak razantní. Průměrná maximální hodnota síly byla 219,4 N. Záznamy maximálních sil elektrolyticky poniklovaných vzorků znázorňuje Obr. 45.



Obr. 45 Maximální síly elektrolyticky poniklovaných vzorků pájených SN100C

4.7 Porovnání vlivů na mechanickou pevnost a smáčivost

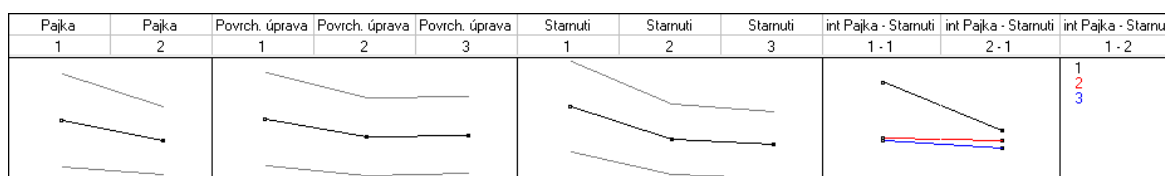
Pro vyhodnocení vlivu jednotlivých faktorů jde využít různých statických metod. Jednou z těchto metod mohou být grafy hlavních efektů z DoE. Vyhodnocována byla pevnost v tahu a smáčivost pájených ploch na faktorech pájky, povrchové úpravy a druhu stárnutí. Vysvětlení označení je znázorněno v tabulce 4.

Tabulka 4 Označení faktorů

	Pájka	Povrchová úprava	Druh stárnutí
1	SAC305	Nebroušené	Nestárnuté
2	SN100C	Broušené	Šokově stárnuté
3	X	Poniklované	Teplotně po 1000 h

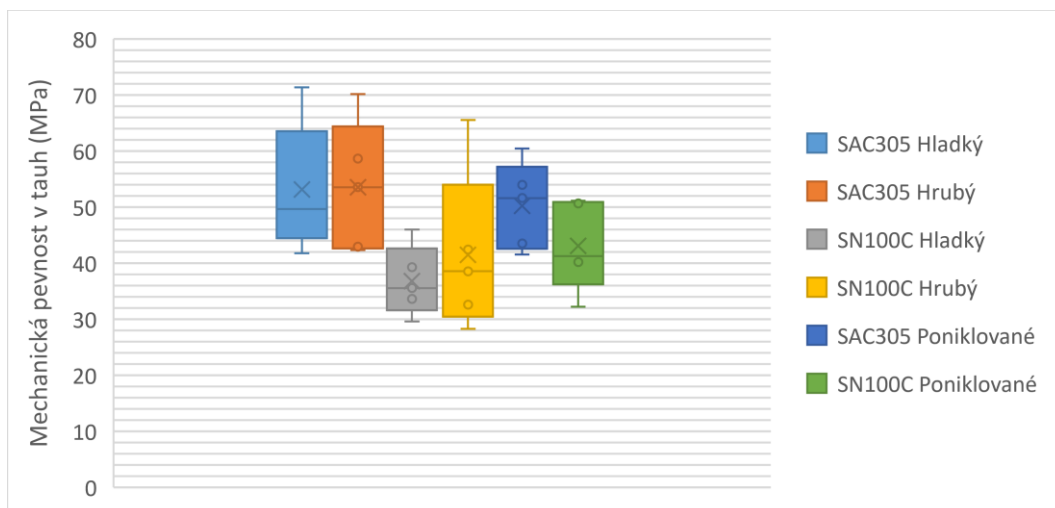
Na Obr. 46 můžeme vidět míru faktorů ovlivňující pevnost v tahu. Pájka SAC305 má mírně lepší vlastnosti, které zvedají mechanickou pevnost v tahu oproti pájce SN100C. Z povrchových úprav má největší kladný vliv na pevnost hrubý povrch díky své větší ploše způsobených nerovnostmi povrchu. Mírně klesající přímka naznačuje lehké zhoršení pevnosti v tahu u zbroušených povrchů. Pro elektrolyticky poniklované vzorky nastalo téměř nepatrné zlepšení vůči broušeným vzorkům, ale stále nedosahují kladného vlivu hrubých pájecích plošek. Stárnutí mělo na mechanickou pevnost největší účinek. Pro

nestárnuté vzorky byly vlastnosti zcela nejlepší. Po šokovém stárnutí se značně mechanická pevnost zhoršovala a u teplotně stárnutých vzorků dále mírně klesla. Z kombinace faktorů pájky na stárnutí bylo zjištěno, že v případě nestárnutých vzorků je mechanická pevnost mnohem lepší u pájky SAC305. Po teplotním stárnutí se pevnosti pájek začínají více podobat, ale SAC305 je stále lepší volbou. Šokové stárnutí pájka SN100C zvládá nejlépe z těchto tří typů stárnutí, kde je rozdíl mezi ní a SAC305 zcela minimální. Ačkoli se pájka SN100C vlivem stárnutí čím dál více přibližuje v mechanické pevnosti SAC305, tak pájka s příměsí stříbra stále zůstává lepší variantou. Číselné indexy jsou vysvětleny v tabulce 4.



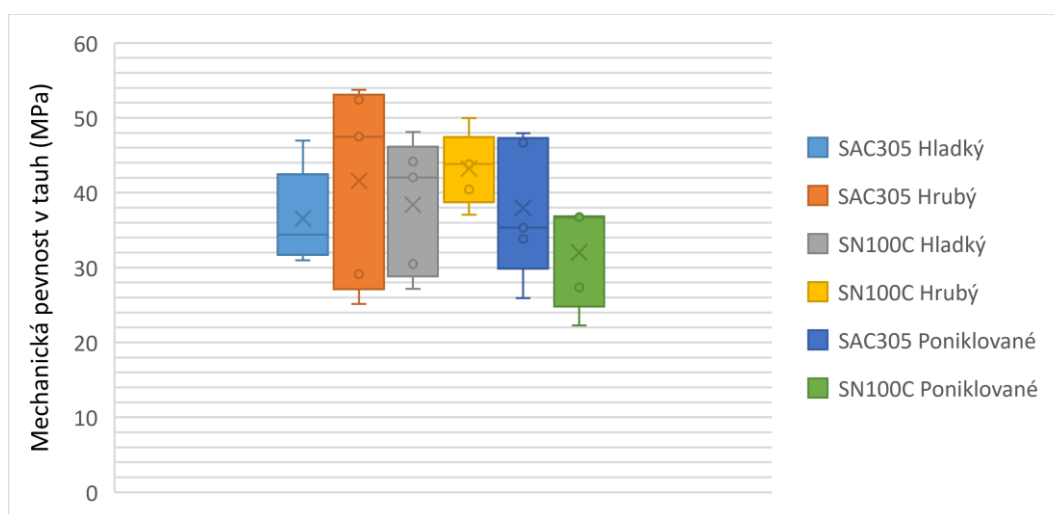
Obr. 46 Vliv faktorů na mechanickou pevnost v tahu

Pro nestárnuté vzorky odpovídala průměrná největší hodnota mechanické pevnosti v tahu pro pájku SAC305 s hrubým a hladkým povrchem. Hladký povrch měl sice jen o málo menší průměrnou hodnotu mechanické pevnosti, ale jeho medián již byl znatelně menší než u nebroušených vzorků. Pájka SN100C s broušenými pájenými plochami dosáhla nejhorších výsledků pevnosti ale v případě, kdy prvky nebudou tolik namáhány, by byla tato kombinace nejlepší volbou z pohledu spolehlivosti, avšak pro plochy povrchově neupravené je tato vlastnost nejhorší. Elektrolytickým poniklováním pro pájku SAC305 nastalo mírnému snížení pevnosti vůči hrubým vzorkům SAC305, ale zároveň došlo k mírnému zvýšení spolehlivosti (menší rozmezí hodnot, lepší předvídatelnost). To samé platí pro spolehlivost poniklovaných vzorků pájených SN100C, ale na rozdíl od pájky SAC305 nastalo i k zvýšení mechanické pevnosti. Elektrolytické poniklování tedy zajistilo nejlepší mechanickou pevnost ze všech nestárnutých variant vzorků pájených pájkou SN100C Tyto výsledky jsou graficky znázorněny v Obr. 47.



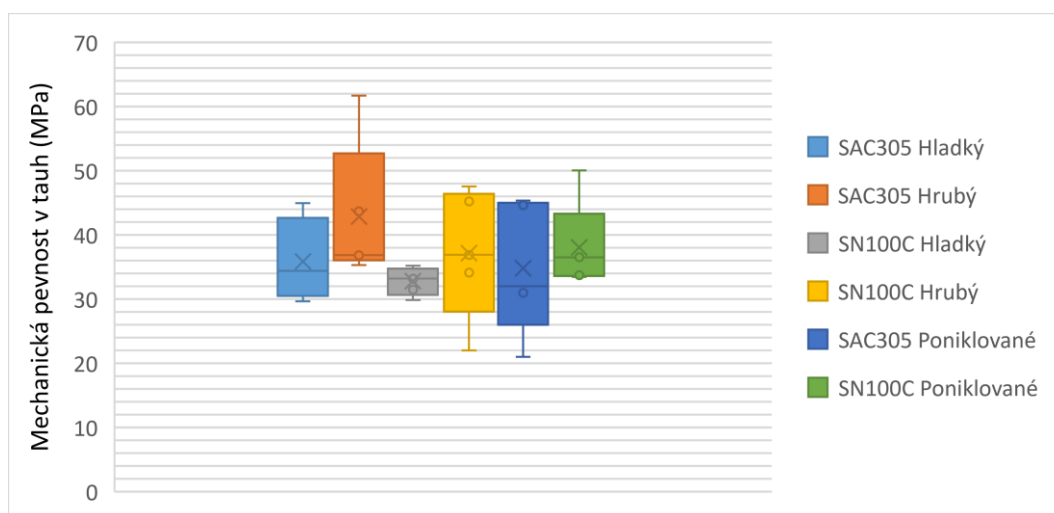
Obr. 47 Mechanická pevnost v tahu nestárnutých vzorků

Z šokově stárnutých vzorků měly největší průměrnou hodnotu vzorky pájené SN100C s hrubým povrchem. Tyto vzorky dosáhly i nejlepší spolehlivosti. Nejvyššího mediánu ale dosáhly vzorky pájené SAC305, ale z pohledu spolehlivosti jsou zdaleka nejhorší. Tomu nasvědčuje velký rozdíl mezi jejich průměrnou hodnotou a jejich mediánem. Hladké vzorky pájené SAC305 a vzorky pájené SN100C jak hrubé, tak hladké dosahovali téměř stejných velikostí průměrných hodnot pevnosti. Jediný znatelný rozdíl je z pohledu spolehlivosti kde hrubé vzorky vyhovují více než hladké a hrubé vzorky pájené SN100C. Pro poniklované vzorky pájené SAC305 došlo ke zlepšení spolehlivosti oproti hrubým plochám ale za cenu snížení mechanické pevnosti. Elektrolytickým poniklováním se v případě pájky SN100C zhoršila jak kvalita pevnosti, tak i spolehlivosti vůči neobroušeným vzorkům pájených touto pájkou. Výsledky mechanických pevností jsou zobrazeny v Obr. 48



Obr. 48 Mechanická pevnost v tahu šokově stárnutých vzorků

Na Obr. 49 jsou vidět mechanické pevnosti v tahu teplotně stárnutých vzorků po dobu 1000 hodin. Nejlepší hodnoty pevnosti dosahují vzorky pájené SAC305 s hrubými pájecími ploškami. Jejich průměrná hodnota je ale posunuta jedním odlehlým bodem. Tento jev je znatelný na velmi sníženém mediánu vůči jeho průměrné hodnotě. Z tohoto úhlu pohledu jsou na tom lépe vzorky pájené SN100C s hrubými plochami, jejichž hodnoty mechanické pevnosti jsou téměř stejně dobré. Zcela nejlepší spolehlivosti dosahuje pájka SN100C s hladkými pájecími plochami. Tato varianta je sice jednou z nejhorších z pohledu mechanické pevnosti ale pro případy, kde by byly prvky méně namáhány je tato kombinace nejvíce vyhovující. Elektrolytické poniklování s pájkou SAC305 si zachovalo téměř stejné vlastnosti jako u jeho varianty s hladkými plochami. Pro poniklované vzorky pájené SN100C došlo k celkovému zvýšení spolehlivosti a k zachování stejné pevnosti.



Obr. 49 Mechanická pevnost v tahu teplotně stárnutých vzorků po dobu 1000 h

Zhodnocení a závěr

Předkládaná diplomová práce je zaměřena na mechanické vlastnosti pájených spojů s ohledem na tvorbu intermetalických vrstev. Věnuje se bezolovnatým pájecím slitinám z důvodu přijetí směrnice o omezení nebezpečných látek 2002/95/ES (RoHS 1). V kapitole rešerše se zabývala faktory vzniku intermetalik na co nejvíce diverzifikovaném množství druhů pájecích slitin a materiálů a vlivu intermetalik na mechanické vlastnosti. Praktická část byla věnována návrhu a následném vyhodnocení experimentu ke zjištění vlivu pájky, druhu povrchové úpravy a typu stárnutí na mechanickou pevnost za pomoci metody Design of experiment. Dále byly vyhodnocovány maximální síly, při kterých došlo k přetrhnutí pájeného spoje. Maximální síly skupin vzorků byly dále zprůměrovány a porovnány.

Největší mechanickou pevnost dosáhly vzorky pájené slitinou SAC305. Konkrétněji v pořadí vzorky bez povrchových úprav, broušené vzorky a následně elektrolyticky poniklované vzorky. Elektrolytické poniklování se více hodí uplatnit u pájecí slitiny SN100C, která nabývala největších hodnot mechanické pevnosti právě tímto povrchovým upravením. Zcela nejlepší spolehlivosti dosahuje pájka SN100C s hladkými pájecími plochami, kdy při stálé teplotě je pevnost sice o dost menší ale velmi předvídatelnou.

Na mechanickou pevnost měl největší vliv druh stárnutí. Vzorky, které nebyly stárnuty, dosahovaly největší mechanické pevnosti. Šokové stárnutí způsobilo značné oslabení pájeného spoje, které dále ještě vzrostlo u teplotně stárnutých vzorků po dobu 1000 h. Nejznatelnějších rozdílů bylo mezi druhem pájky a vlivem stárnutí. Pokud vzorky nebyly stárnuty, rozdíl mezi pájecími slitinami byl velmi výrazný, kde pájecí slitina SAC305 dosahovala větších hodnot mechanické pevnosti. Vlivem teplotního stárnutí došlo k razantnímu snížení tohoto rozdílu. V případě šokového stárnutí se stal vliv degradace téměř stejně velký pro obě pájecí slitiny. I když se rozdíl vlivem stárnutí zmenšoval, pájka SAC305 zůstala vždy lepší variantou. Jediné praktické využití pro pájecí slitinu SN100C se z tohoto pohledu nabízí v případech umístění na místa, kde se vyskytují větší změny teplot a nebude vadit zanedbatelně menší mechanická pevnost, která bude vykompenzována nižší pořizovací cenou pájecí slitiny.

Literatura

- [1] *What is Soldering? A Full Guide (Meaning, Definition and Types)* - TWI [online]. [vid. 2022-04-18]. Dostupné z: <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/what-is-soldering>
- [2] Soldering [online]. nedatováno [vid. 2022-04-23]. Dostupné z: https://www.uts.edu.au/sites/default/files/Soldering_0.pdf
- [3] *Jaký je rozdíl mezi měkkým pájením, tvrdým pájením a svařováním?* - Portál pro strojní konstruktéry [online]. [vid. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://e-konstrukter.cz/novinka/jaky-je-rozdil-mezi-mekkym-pajenim-tvrdym-pajenim-a-svarovanim>
- [4] *In50-Sn50 Indium-Tin Solder* [online]. [vid. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=65a01b5dc0c748a987a7bdb5a71bbb2e&ckck=1>
- [5] *Pb-free Solder Alloys* [online]. [vid. 2022-04-18]. Dostupné z: <https://sinovoltaics.com/learning-center/materials/pb-free-solder-alloys/>
- [6] NG, Wayne a Chee WENG. Evolution of Pb-Free Solders. *Recent Progress in Soldering Materials* [online]. 2017. Dostupné z: doi:10.5772/INTECHOPEN.69553
- [7] *intermetallic compound / chemical compound / Britannica* [online]. [vid. 2022-04-29]. Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/intermetallic-compound>
- [8] *Intermetallics* [online]. [vid. 2022-04-29]. Dostupné z: <https://www.chemeurope.com/en/encyclopedia/Intermetallics.html>
- [9] TAKASUGI, Takayuki. *Intermetallic alloys* [online]. B.m.: MDPI AG. 1. září 2019. ISSN 20754701. Dostupné z: doi:10.3390/met9090940
- [10] FAHIM, Abdullah, Sudan AHMED, Jeffrey C. SUHLING a Pradeep LALL. Nanomechanical characterization of intermetallic compounds in lead free solder joints. *Proceedings - Electronic Components and Technology Conference* [online]. 2018, **2018-May**, 2359 [vid. 2022-05-22]. ISSN 05695503. Dostupné z: doi:10.1109/ECTC.2018.00355
- [11] *Mechanical properties - Latest research and news / Nature* [online]. [vid. 2022-04-18]. Dostupné z: <https://www.nature.com/subjects/mechanical-properties>
- [12] *Physical And Mechanical Properties Of Intermetallic Compounds Commonly Found In Solder Joints* [online]. [vid. 2022-04-18]. Dostupné z: https://www.metallurgy.nist.gov/mechanical_properties/solder_paper.html

- [13] CHROMIK, R. R., D. N. WANG, A. SHUGAR, L. LIMATA, M. R. NOTIS a R. P. VINCI. Mechanical properties of intermetallic compounds in the Au-Sn system. *Journal of Materials Research* [online]. 2005, **20**(8), 2161–2172 [vid. 2022-04-23]. ISSN 08842914. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.2005.0269
- [14] CHEN, Sinn-Wen, Shou-Wei LEE a Ming-Chuen YIP. Mechanical Properties and Intermetallic Compound Formation at the Sn/Ni and Sn-0.7wt.%Cu/Ni Joints. *Journal of ELECTRONIC MATERIALS*. 2003, **32**(11).
- [15] ZHU, Ze, Yan Cheong CHAN a Fengshun WU. Effects of ZrO₂ nanoparticles on the mechanical properties of Sn₄₂Bi₅₈ solder joint. *16th International Conference on Electronic Packaging Technology, ICEPT 2015* [online]. 2015, 140–143 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT.2015.7236561
- [16] HUANG, Mingliang, Xianlin HOU, Haitao MA, Jie ZHAO a Yaochun YANG. Interfacial reaction and mechanical properties of Al/Sn-Zn-Ni/Cu solder joints. *Proceedings - 2013 14th International Conference on Electronic Packaging Technology, ICEPT 2013* [online]. 2013, 879–882 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT.2013.6756602
- [17] LI, Xiao a Yao YAO. Effect of cryogenic treatment on mechanical properties and microstructure of solder joint. *18th International Conference on Electronic Packaging Technology, ICEPT 2017* [online]. 2017, 1327–1330 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT.2017.8046683
- [18] MO, Liping, Zheng ZHOU, Fengshun WU, Shiyuan LIU, Hui LIU a Changqing LIU. Mechanical property of Cu-Sn-Ni intermetallics in the full intermetallic micro-joints formed with transient liquid phase soldering. *18th International Conference on Electronic Packaging Technology, ICEPT 2017* [online]. 2017, 1046–1050 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT.2017.8046622
- [19] TIAN, Ruyu, Chunjin HANG, Yanhong TIAN a Liyou ZHAO. Microstructure evolution and mechanical property of Sn-37Pb and Sn-3.0Ag-0.5Cu BGA solder joints under extreme temperature environment. *18th International Conference on Electronic Packaging Technology, ICEPT 2017* [online]. 2017, 473–476 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT.2017.8046497
- [20] QIN, Fei, Xiaoliang WANG a Tong AN. Effects of aging time on interfacial fracture behaviors of Sn_{3.5}Ag_{0.5}Cu/Cu joints. *Proceedings - 2013 14th International Conference on Electronic Packaging Technology, ICEPT 2013* [online]. 2013, 857–860 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT.2013.6756598

- [21] LIU, Jihou, Hongyun ZHAO, Zhoulin LI a Xiaoguo SONG. The study of the growth behavior of Cu₆Sn₅ intermetallic compound in Cu/Sn/Cu interconnection system during the ultrasonic-assisted transient liquid phase soldering. *18th International Conference on Electronic Packaging Technology, ICEPT 2017* [online]. 2017, 10–13 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT.2017.8046396
- [22] LEE, Chin C., Pin J. WANG a Jong S. KIM. Are intermetallics in solder joints really brittle? *Proceedings - Electronic Components and Technology Conference* [online]. 2007, 648–652. ISSN 05695503. Dostupné z: doi:10.1109/ECTC.2007.373866
- [23] ZHONG, Weixu, Fei QIN, Tong AN a Tao WANG. Mechanical properties of intermetallic compounds in solder joints. *Proceedings - 2010 11th International Conference on Electronic Packaging Technology and High Density Packaging, ICEPT-HDP 2010* [online]. 2010, 520–524. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT.2010.5582669
- [24] CHENG, Hsien Chie, Ruei You HONG, Hsuan Chi HU a Wen Hwa CHEN. Role of Plastic Behaviors of Ni₃Sn₄ Intermetallic Compound on Solder Joint Reliability. *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability* [online]. 2018, **18**(1), 18–26 [vid. 2022-05-22]. ISSN 15582574. Dostupné z: doi:10.1109/TDMR.2017.2771442
- [25] YANG, Fan, Sheng LIU, Zhaoxia ZHOU, Zhiwen CHEN, Li LIU, Canyu LIU a Changqing LIU. Mechanical properties of intermetallic compounds at elevated temperature by nanoindentation. *Proceedings - Electronic Components and Technology Conference* [online]. 2019, **2019-May**, 850–854 [vid. 2022-05-22]. ISSN 05695503. Dostupné z: doi:10.1109/ECTC.2019.00133
- [26] YUE, Wu, Zhenyu ZHANG, Bunv LIANG, Jing LI a Cheng XUE. Inner microcrack induced by intermetallic compound in right-angle Au/Sn_{3.0}Ag_{0.5}Cu/Au solder joints. In: *2021 22nd International Conference on Electronic Packaging Technology (ICEPT)* [online]. B.m.: IEEE, 2021, s. 1–4 [vid. 2022-05-22]. ISBN 978-1-6654-1391-6. Dostupné z: doi:10.1109/ICEPT52650.2021.9567928
- [27] TIAN, Ruyun, Chunjin HANG, Yanhong TIAN a Liyou ZHAO. Growth behavior of intermetallic compounds and early formation of cracks in Sn-3Ag-0.5Cu solder joints under extreme temperature thermal shock. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2018, **709**, 125–133 [vid. 2023-03-25]. ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:10.1016/J.MSEA.2017.10.007

- [28] Design of Experiments. *The Concise Encyclopedia of Statistics* [online]. 2008, 162–163 [vid. 2023-04-24]. Dostupné z: doi:10.1007/978-0-387-32833-1_109
- [29] *1.1 - A Quick History of the Design of Experiments (DOE) | STAT 503* [online]. [vid. 2023-04-24]. Dostupné z: <https://online.stat.psu.edu/stat503/lesson/1/1.1>
- [30] *Appendix B: A Short History of Experimental Design, with Commentary for Operational Testing | Statistical Methods for Testing and Evaluating Defense Systems: Interim Report |The National Academies Press* [online]. [vid. 2023-04-24]. Dostupné z: <https://nap.nationalacademies.org/read/9074/chapter/13>
- [31] *5.1.2. What are the uses of DOE?* [online]. [vid. 2023-04-24]. Dostupné z: <https://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/section1/pri12.htm>
- [32] *5.3.3.4. Fractional factorial designs* [online]. [vid. 2023-04-24]. Dostupné z: <https://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/section3/pri334.htm>
- [33] *Purpose of Design of Experiments | Quality Gurus* [online]. [vid. 2023-04-24]. Dostupné z: <https://www.qualitygurus.com/purpose-of-design-of-experiments/>
- [34] *Lead-Free Solder Alloys: Their Properties And Best Types For Daily Use | Hackaday* [online]. [vid. 2023-05-17]. Dostupné z: <https://hackaday.com/2020/01/28/lead-free-solder-alloys-their-properties-and-best-types-for-daily-use/>
- [35] *Common Surface Treatment Processes - PCB Manufacturing Information - PCBway* [online]. [vid. 2023-05-25]. Dostupné z: https://www.pcbway.com/blog/PCB_Manufacturing_Information/Common__Surface_Treatment_Processes.html
- [36] *Surface treatment methods* [online]. [vid. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://www.nanosol.com/en/technologies/surface-treatment-methods>
- [37] *Soldering 101 – The 4 Steps for Successful Soldering | Nancy L T Hamilton* [online]. [vid. 2023-05-17]. Dostupné z: <https://nancylthamilton.com/techniques/soldering/soldering-101/>
- [38] *How Is Sandpaper Used in Soldering? - Howcast* [online]. [vid. 2023-05-17]. Dostupné z: <https://www.howcast.com/videos/504739-how-is-sandpaper-used-soldering>
- [39] *Plating: the role of nickel* [online]. [vid. 2023-05-19]. Dostupné z: <https://nickelinstitute.org/en/about-nickel-and-its-applications/plating/>

- [40] *Nickel Electroplating–Benefits, Uses, and Process* [online]. [vid. 2023-05-19].
Dostupné z: <https://www.thomasnet.com/articles/custom-manufacturing-fabricating/electro-plating-process/>
- [41] *Surface Roughness of Carbides Produced by Abrasive Water Jet Machining* [online]. [vid. 2023-05-25]. Dostupné z: <https://scialert.net/fulltext/?doi=jas.2005.1757.1761>

Přílohy