



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

FORMOVÁNÍ STRUKTURY TUHNUTÍ PÁJECÍ SLITINY PŘI PRŮCHODU ELEKTRICKÝM PROUDEM

FORMATION OF THE SOLIDIFICATION STRUCTURE OF A SOLDER ALLOY DURING PASSING AN
ELECTRIC CURRENT

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Michal Šrajer

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Josef

Skácel

BRNO 2024

Bakalářská práce

bakalářský studijní program **Mikroelektronika a technologie**

Ústav mikroelektroniky

Student: Michal Šrajber

ID: 240886

Ročník: 3

Akademický rok: 2023/24

NÁZEV TÉMATU:

Formování struktury tuhnutí pájecí slitiny při průchodu elektrickým proudem

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Vypracujte rešerši na téma struktury pájeného spoje při zaměření na jeho tuhnutí a formování vnitřní struktury při průchodu proudem. Vytvořte experiment se zaměřením na vytvoření testovací aparatury pro zjištění tohoto jevu a vytvořte vzorky pro testování a definování jevu.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

King-Ning Tu: Solder Joint Technology

Termín zadání: 5.2.2024

Termín odevzdání: 30.5.2024

Vedoucí práce: Ing. Josef Skácel

doc. Ing. Pavel Šteffan, Ph.D.
předseda rady studijního programu

UPOZORNĚNÍ:

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

ABSTRAKT

Bakalářská práce se věnuje tématu pájecích slitin, sledování její struktury a jejím formování při tuhnutí. V první části se práce zabývá teoretickým rozbohem slitin, krystalizace a vysvětlení použitých technik a terminologií. Navazující je část praktická, ve které je popsán proces tvorby vzorků a jejich následná práce s nimi. V další kapitole praktické části se práce zabývá zkoumáním struktury daných vzorků pájecí slitiny.

KLÍČOVÁ SLOVA

Pájecí slitiny, vznik krystalů, růst krystalů, tuhnutí pájecí slitiny, bezolovnaté pájecí slitiny, SAC305

ABSTRACT

The bachelor thesis is devoted to the topic of soldering alloys, monitoring its structure and its formation during solidification. The first part of the thesis deals with the theoretical analysis of alloys, crystallization and explanation of the techniques and terminology used. This is followed by a practical part in which the process of sample formation and subsequent work with them is described. The next chapter of the practical part deals with the investigation of the structure of the given solder alloy samples.

KEYWORDS

Solder alloys, crystal formation, crystal growth, solder alloys solidification, lead-free solder alloys, SAC305

ŠRAJER, Michal. *Formování struktury tuhnutí pájecí slitiny při průchodu elektrickým proudem*. Bakalářská práce. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav mikroelektroniky, 2024. Vedoucí práce: Ing. Josef Skácel,

Prohlášení autora o původnosti díla

Jméno a příjmení autora:	Michal Šrajer
VUT ID autora:	240886
Typ práce:	Bakalářská práce
Akademický rok:	2023/24
Téma závěrečné práce:	Formování struktury tuhnutí pájecí slitiny při průchodu elektrickým proudem

Prohlašuji, že svou závěrečnou práci jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucí/ho závěrečné práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené závěrečné práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této závěrečné práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

Brno

.....

podpis autora*

*Autor podepisuje pouze v tištěné verzi.

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych poděkoval vedoucímu bakalářské práce panu Ing. Josefu Skácelovi, za odborné vedení, konzultace, trpělivost a podnětné návrhy k práci.

Obsah

Úvod	12
1 Teoretická část studentské práce	13
1.1 Pájecí slitiny	13
1.1.1 Bezolovnaté pájecí slitiny	14
1.1.2 Pájecí slitina SAC305	15
1.2 Pájený spoj	16
1.2.1 Tvorba krystalů	17
1.2.2 Krystalizace	18
1.3 Použité materiály při studii	19
1.3.1 Křemenné sklo	19
1.3.2 Kanthal	20
1.4 Metody použité během studie	21
1.4.1 Čtyřbodová metoda	21
1.4.2 Diamantové pasty	22
1.4.3 Leptání	23
1.5 Elektromigrace	24
1.5.1 Elektromigrace přetavením pájecí slitiny	25
2 Výsledky studentské práce	26
2.1 Trubice z křemenného skla	26
2.2 Kanthalový drát	28
2.3 Těsnící zátky	29
2.3.1 Formy na těsnící zátky	29
2.3.2 Emulze do forem na těsnící zátky	30
2.4 Elektrody	31
2.4.1 Čtyřbodová metoda	32
2.5 Aparatura	33
2.6 Ingoty	34
2.6.1 Postup při tvorbě ingotů	35
2.7 Použité zařízení při tvorbě ingotů pájky	36
2.7.1 Zdroje proudu a napětí	36
2.7.2 Termokamera	36
2.7.3 Termosnímky při tvorbě ingotů	37
2.8 Broušení ingotu	39
2.9 Leštění ingotů diamantovými pastami	41
2.10 Pozorování jevů v průběhu zpracovávání ingotů	44

2.10.1 Elektromigrace	44
2.11 Leptání	45
2.12 Sledování ingotů	49
2.12.1 Struktura ingotů před leptání	49
2.12.2 Struktura ingotů po leptání	50
Závěr	58
3 Přílohy	63

Seznam obrázků

1.1	Rozdělení smáčivosti povrchů podle velikosti smáčecího úhlu [1]	14
1.2	Tyčová pájecí slitina SAC305 [3]	15
1.3	Fázový diagram SAC305 [1]	15
1.4	Řez pájeným spojem [4]	16
1.5	Krystalová struktura Cínu[7]	17
1.6	Krystal soli krystalizující do krychlové soustavy [8]	18
1.7	Síťová krystalická struktura oxidu křemičitého [10]	19
1.8	Cívka použitého kanthalu	20
1.9	Měření čtyřbodovou metodou [12]	21
1.10	Ukázka zrnitosti a barev diamantových past [14]	22
1.11	Mechanismus mokrého leptání a) adsorbce b) reakce c) desorbce [17] .	23
1.12	Teoretická ukázka elektromigrace [18]	24
1.13	Ukázka elektromigrace na pájeném spoji [18]	25
2.1	Trubice v aparatuře s termoemisní barvou	26
2.2	Poškozená trubice po vytvoření třetího vzorku	27
2.3	Nová trubice po obroušení ostrých hran	27
2.4	Ukázka navinutého Kanthalu na trubici	28
2.5	Finální verze těsnících zátek	29
2.6	Těsnící zátky ve formách	30
2.7	Těsnící zátky s kaptonovou páskou	30
2.8	Ukázka elektrod vložených skrz těsnící zátky	31
2.9	Elektrody upevněné v teflonu	32
2.10	Ilustrace délky elektrod v trubici	32
2.11	Kompletní aparatura s trubicí	33
2.12	Hotový ingot po ztuhnutí a vyjmutí z trubice	34
2.13	Připravené pracoviště pro tvorbu ingotů	35
2.14	Zdroje napětí a proudu a multimetr	36
2.15	Termosnímek na počátku tvorby ingotu	37
2.16	Termosnímek s tuhnoucím ingotem	38
2.17	Horní pohled do trubice na roztavenou pájku při chladnutí	38
2.18	Přístroj pro broušení	39
2.19	Ingot po prvním broušení hrubým brusným papírem	40
2.20	Ingot po broušení brusným papírem	40
2.21	Ukázka použitých diamantových past	41
2.22	Pracoviště při leštění diamantovými pastami	42
2.23	Leštěný ingot všemi používanými pastami	43

2.24	Elektromigrace na rozhraní pájky a měděných elektrod u ingotu s průchodem proudu 30A	44
2.25	Elektromigrace vniknutím SAC305 do měděné elektrody u ingotu s průchodem proudu 30A	44
2.26	Pracoviště pro leptání vzorků	45
2.27	Výsledek leptání ingotu s průchodem proudu 25A leptadlem <i>Ethanol</i> + <i>HNO₃</i> + <i>HCl</i>	46
2.28	Výsledek leptání ingotu bez průchodu proudu leptadlem <i>Ethanol</i> + <i>HNO₃</i> + <i>HCl</i>	47
2.29	Výsledek leptání ingotu bez průchodu proudu leptadlem Nital v ultrazvukové čističce	47
2.30	Povrch ingotu bez průchodu proudu po leptání <i>Ethanol</i> + <i>HNO₃</i> + <i>HCl</i> 40 vteřin	48
2.31	Spálený ingot bez průchodu proudu leptadlem <i>Ethanol</i> + <i>HNO₃</i> + <i>HCl</i>	48
2.32	Struktura před leptáním pod mikroskopem s polarizačním filtrem	49
2.33	Porovnání ingotu(1) bez průchodu proudu(vlevo) s ingotem(2) s průchodem proudu 25A(vpravo)	50
2.34	Porovnání v oblasti proudových elektrod ingotu(1) bez průchodu proudu(vlevo) s ingotem(5) s průchodem proudu 25A(vpravo)	51
2.35	Kladná elektroda(+I) ingotu(5) s průchodem proudu 25A	51
2.36	Struktura ingotu(2) s průchodem proudu 25A pod mikroskopem	52
2.37	Porovnání ingotu(1) bez průchodu proudu(vlevo) s ingotem(3) s průchodem proudu 30A(vpravo)	53
2.38	Kladná proudová elektroda(+I) ingotu(6) s průchodem proudu 30A	53
2.39	Struktura ingotu(6) s průchodem proudu 30A pod mikroskopem	54
2.40	Ingotu(6) s průchodem proudu 30A - rozhraní proudové elektrody a SAC305	55
2.41	Ukázka výřezu intermetalické vrstvy ingotu(1) bez průchodu proudu na horní proudové elektrodě z vnější strany	55
2.42	Graf střední hodnoty tloušťky intermetalické vrstvy s chybovými úsečkami	56
2.43	Ukázka zarovnané intermetalické vrstvy ingotu(1) bez průchodu proudu na horní proudové elektrodě z vnější strany	57
2.44	Graf efektivní hodnoty drsnosti intermetalické vrstvy s chybovými úsečkami	57
3.1	1. ingot bez průchodu proudu	63
3.2	2. ingot s průchodem proudu 25A	63
3.3	3. ingot s průchodem proudu 30A a po 5 min. 25A	63
3.4	4. ingot bez průchodu proudu (zničeny leptáním)	64

3.5	5. ingot s průchodem proudu 25A	64
3.6	6. ingot s průchodem proudu 30A a po 5 min. 25A	64

Úvod

Tato bakalářská práce se zaměřuje na problematiku tvorby krystalů v pájecích slitinách, s důrazem na pájecí slitinu SAC305, a na vliv průchodu proudu na proces tuhnutí této slitiny. Pájení je klíčovým technologickým postupem v elektronickém průmyslu, a kvalita pájených spojů hraje zásadní roli v spolehlivosti elektronických zařízení. Výzkum krystalové struktury pájecích slitin a jejího vývoje v průběhu tuhnutí při průchodu elektrického proudu má zásadní význam pro pochopení a optimalizaci tohoto procesu.

Pájecí slitina SAC305, obsahující cín (Sn), stříbro (Ag) a měď (Cu), je jednou z nejběžněji používaných pájecích slitin a nabízí výbornou kombinaci mechanických a elektrických vlastností. Tato slitina se však v průběhu pájení a tuhnutí mění, což může mít významný vliv na vlastnosti pájených spojů.

Jedním z klíčových aspektů této práce je zkoumání vlivu elektrického proudu na tvorbu krystalů během tuhnutí pájecí slitiny SAC305. Elektrický proud může ovlivnit tepelné proudění a rychlost chladnutí pájecí slitiny, což zase ovlivňuje strukturu a velikost krystalů. Porozumění těmto procesům a jejich řízení je nezbytné pro dosažení požadovaných vlastností pájených spojů, zejména v oblasti elektrické a termické vodivosti.

Cílem této práce je provést komplexní analýzu tvorby krystalů v pájecí slitině SAC305 a zkoumat, jaký vliv má průchod elektrického proudu na tuto strukturu. Výsledky této práce by mohly přispět k lepšímu porozumění a řízení procesu pájení v elektronickém průmyslu, což má významný dopad na spolehlivost a výkon elektronických zařízení.

1 Teoretická část studentské práce

Tato kapitola se zabývá primárně teorií pájecích slitin, krystalické struktury a dalších základních teorií použitých technik, metod, přípravků a materiálů.

1.1 Pájecí slitiny

Pájecí slitiny jsou slitiny vhodných kovů určené k pájení materiálů, nazývané jako kovové směsi v tekutém nebo pevném stavu. Proces jejich ochlazování nazýváme tuhnutí, což je krystalizační proces vedoucí k vytvoření krystalické struktury. Při ohřevu následně dochází k tání této krystalické struktury vytvářející taveninu. Taveniny, neboli roztavené slitiny, jsou roztoky kovů obsahující i roztavené sloučeniny. Tuhé slitiny představují polykrystalické látky. [1]

Pájecí slitina musí zajišťovat:

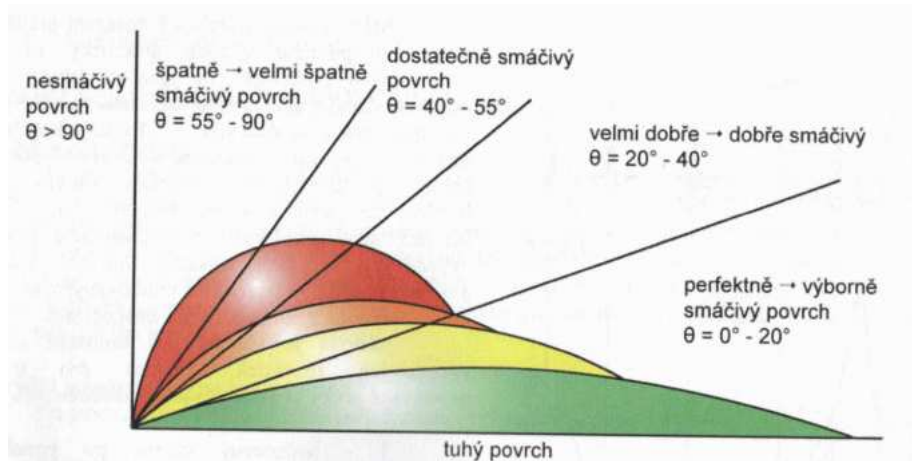
- mechanickou fixaci součástky na desce s plošnými spoji (DPS)
- spolehlivé elektrické propojení
- odvod ztrátového tepla
- funkčnost povrchové úpravy, neboli ochranu povrchu před oxidací a zlepšení pájitelnosti

Pájecí slitiny se dělí na měkké a tvrdé. Měkké pájky mají teplotu tání do 450°C . To mohou být slitiny dvou či více kovů jako je Pb, Sn, Cd, Zn, Ag. Pájecí slitiny s olovem měly lepší smáčivost a nižší teplotu tavení. S těmito vlastnostmi mohou souviset důsledky jako vyšší tepelné zatížení součástek a zkrácení životnosti součástek. Tvrdé pájecí slitiny mají teplotu tavení nad 450°C . Jsou to slitiny kovů a v některých případech i čisté kovy. Z čistých kovů je to například stříbro, měď, zlato a paladium. [2]

1.1.1 Bezolovnaté pájecí slitiny

Bezolovnaté pájecí slitiny jsou náhradou jako alternativa k slitinám Sn63Pb37, Sn60Pb40, Sn62Pb36Ag2 a mnoha dalším, především kvůli jejich toxickým vlastnostem a pevnosti pájených spojů. Klíčovým rozdílem je jejich vyšší bod tavení oproti olovnatým pájkám. Zatímco Sn/Pb pájky se taví při 183 °C, bezolovnaté pájky dosahují teploty tavení v rozmezí 195 - 227°C, což závisí na složení pájecí slitiny. Vyšší bod tavení je způsoben převahou cínu ve slitinách. Některé z těchto pájek mají vyšší tendenci k oxidaci, ale na druhou stranu lepší smáčecí vlastnosti. Smáčivost těchto pájek je vidět na obrázku 1.1. [1]

Smáčecí vlastnosti se výrazněji projevují v dusíkové atmosféře. U bezolovnatých pájek se obvykle tvoří pájecí kuličky snáze a mají menší schopnost roztékat se než eutektická slitina SnPb. Tento rozdíl je způsoben rozdílem povrchových napětí, rovnováhovou mezifází napětí na smáčecích plochách, úrovni oxidace a reakcí s podkladovým materiálem. Přítomnost příměsí v bezolovnatých pájkách může negativně ovlivnit jejich smáčecí vlastnosti. Smáčecí úhly těchto slitin na měděném substrátu jsou většinou vyšší ve srovnání s olovnatou slitinou Sn63Pb37. [1]



Obr. 1.1: Rozdělení smáčivosti povrchů podle velikosti smáčecího úhlu [1]

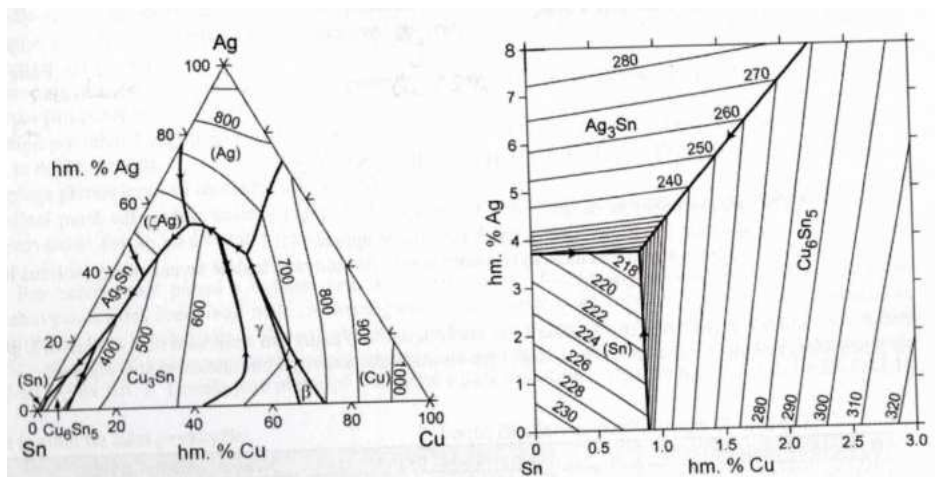
1.1.2 Pájecí slitina SAC305

Pájecí slitina SAC305 obsahuje Cín(Sn), Stříbro(Ag) ze 3 % a Měd(Cu) z 0.5 %. Slitina vyniká svou vysokou teplotní stabilitou a pevností spojů. Teplotu tavení u SAC305 je přibližně 217 °C. Proces krystalizace v této slitině může být ovlivněn různými faktory, jako jsou podmínky při pájení, složení slitiny a vliv okolních podmínek.



Obr. 1.2: Tyčová pájecí slitina SAC305 [3]

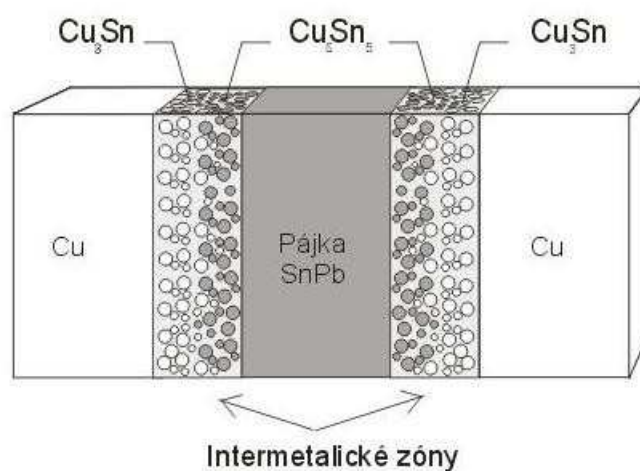
Pájecí slitiny SAC mají výrazně vyšší povrchovou energii oproti olovnatým slitinám Sn/Pb, což zvyšuje kritičnost procesu smáčení různých kovových povrchů. Pro překonání tohoto omezení je nezbytné zvyšovat teplotu a čas pájení podle diagramu 1.3, což v konečném důsledku vede ke zlepšení procesu smáčení.[1]



Obr. 1.3: Fázový diagram SAC305 [1]

1.2 Pájený spoj

Pájený spoj je způsob metalurgického spojení dvou kovů pomocí třetího roztaveného kovu tzv. pájecí slitinou. Při splnění podmínek pro adhezivní neboli přilnavostní a koherézní, neboli soudržnostní síly se vytvoří pájený spoj. Dojde tak ke styku atomů základního materiálu s atomy pájecí slitiny jak je vidět na obrázku 1.4. Výsledkem celého procesu je pájený spoj, který má splňovat požadované elektrické a mechanické vlastnosti. Výhodou pájených spojů je možnost spojení dvou kovů odlišného chemického složení. [4]



Obr. 1.4: Řez pájeným spojem [4]

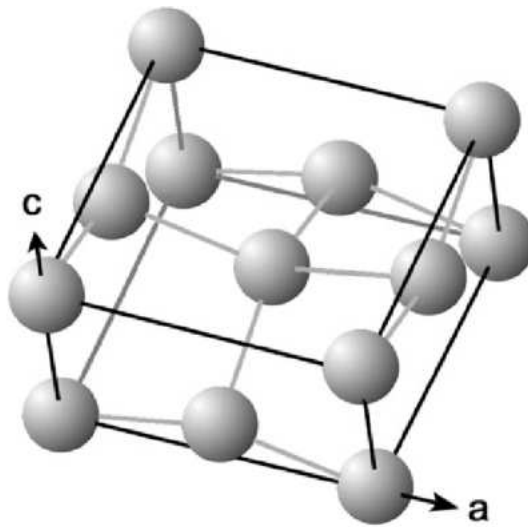
Na spoje však klademe určité požadavky. K základním patří [5]:

- Elektrické vlastnosti - požadovaný elektrický kontakt
- Tepelné vlastnosti - požadovaný tepelný kontakt
- Mechanická integrita spoje - požadovaná pevnost a tažnost spoje s minimem voidů
- Metalurgická stabilita - požadované reakční mechanismy mezi pájenými kovy a pájecí slitinou
- Enviromentální trvanlivost - odolnost vůči erozi a oxidaci spoje

1.2.1 Tvorba krystalů

Tvorba krystalů představuje klíčový aspekt výzkumu materiálů a technologických procesů, a to i v kontextu pájecích slitin. Krystalová struktura materiálu má významný vliv na jeho mechanické, elektrické a tepelné vlastnosti. V případě pájecích slitin, které jsou čteně využívány v elektronickém průmyslu, je kvalita a stabilita krystalové struktury klíčová pro dosažení požadovaných vlastností pájených spojů. Tvorba krystalů zahrnuje procesy, jako je krystalizace a růst krystalů, které jsou podstatně ovlivněny parametry jako teplota, rychlost chladnutí a přítomnost dalších slitinových prvků. [6]

Tvorba krystalů v pájecích slitinách, zejména v případě pájecí slitiny SAC305, zahrnuje složité fyzikální a chemické interakce během procesu pájení a tuhnutí. Materiál prochází přechodem z kapalně fáze do tuhého stavu, což vytváří ideální prostředí pro vznik krystalové struktury jako je na obrázku 1.5. Teplotní gradienty a rychlost chladnutí během tohoto procesu mají klíčový vliv na velikost a uspořádání krystalů, což zase determinuje mechanické pevnosti a elektrické vlastnosti výsledného pájeného spoje. [6]



Obr. 1.5: Krystalová struktura Cínu[7]

1.2.2 Krystalizace

Úzce související téma s tvorbou krystalů je krystalizace. Krystalizace je proces, při kterém částice látky, nazývané krystaly, se uspořádávají do periodické struktury. Tento jev může nastat při změně skupenství látky, obvykle při přechodu z kapalného stavu do pevného stavu. Díky krystalizaci vznikají pravidelné objekty jako na obrázku 1.6. Krystalizace je důležitým jevem v chemii, geologii, materiálovědě a mnoha dalších vědních odvětvích. [6]



Obr. 1.6: Krystal soli krystalizující do krychlové soustavy [8]

Proces krystalizace:

1. **Nukleace:** Prvním krokem je nukleace, kdy se molekuly látky shromažďují a uspořádávají do malých shluků nazývaných krystalická jádra. Tento proces může být spontánní nebo indukovaný přidáním krystalického materiálu (nukleátoru). [6]
2. **Růst krystalů:** Nukleovaná jádra začínají růst, kdy se další molekuly připojují k existujícím krystalům. Rychlost růstu a tvar krystalů jsou ovlivňovány různými faktory, jako jsou teplota, tlak, koncentrace látky a přítomnost dalších látek v roztoku. [6]
3. **Vytváření krystalické struktury:** Během růstu se krystaly uspořádávají do charakteristické periodické struktury, která je typická pro daný materiál. Tato struktura se skládá z opakujících se jednotek nazývaných jednotkové buňky. [6]

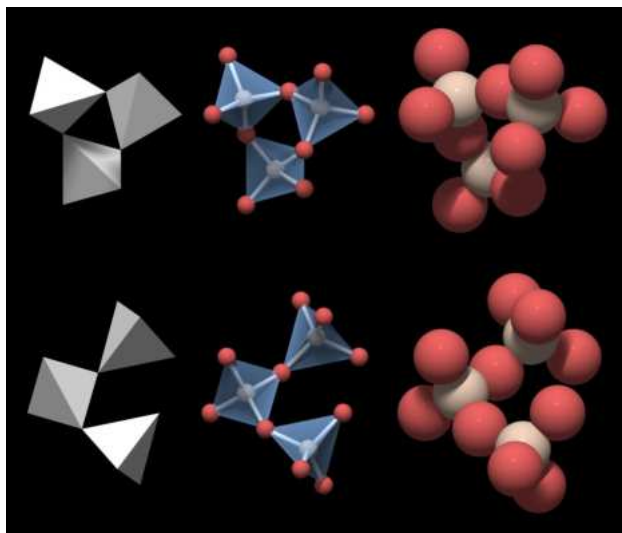
1.3 Použité materiály při studii

V této kapitole jsou podrobněji popsány materiály a jejich vlastnosti, který byly použity při tvorbě studie a tvorbě aparatury, o které je psáno v kapitole 2.1 2.2.

1.3.1 Křemenné sklo

Tomuto tématu byla věnována pozornost při výběru materiálu na trubici, která byla použita při tvorbě aparatury. Základem křemičitých materiálů je chemicky nejjednodušší oxid křemičitý (SiO_2). Z pohledu struktury se jedná o trojrozměrné síťování, které vzniká, když se rohové atomy kyslíku v každém tetraedru sdílejí se sousedními tetraedry (=nejjednodušší trojrozměrné čtyřstěnné těleso na obrázku 1.7). Tímto procesem je materiál elektricky neutrální a všechny atomy mají stabilní elektronickou strukturu. Při těchto zmíněných podmínkách je poměr Si a atomů O 1:2. Pravidelné uspořádání těchto čtyřstěnnů tvoří krystalickou strukturu. Mezi základní polymorfní krystalické formy oxidu křemičitého patří Křemen, cristobalit a tridymit. V důsledku těsně uložených atomů, mají křemičitany relativně nízkou hustotu a díky pevnosti meziatomových vazeb Si-O mají také vysokou teplotu tání $1710\text{ }^{\circ}C$.

Křemík existuje v podobě i jako krystalicky pevná látka nebo sklo s vysokým stupněm krystalizace nazývaný jako skelný oxid křemičitý. I v tomto případě jsou základem tetraedry Si, avšak mimo tuto strukturu se zde vyskytuje značná neuspořádanost. Na výrobu nádobí, oken a dalších výrobků se používají anorganická skla, do kterých jsou přidány další oxidy jako je CaO a NaO. Tyto přidané oxidy jsou síťotvorné a modifikují síť SiO. Těmito přísadami je docílena nižší teplota tání a viskozita skla, a s tím spojená jeho snazší výroba. [9]



Obr. 1.7: Síťová krystalická struktura oxidu křemičitého [10]

1.3.2 Kanthal

Při návrhu aparatury byl vybírán materiál na topný vodič, který byl zvolen z materiálu Kanthal. Kanthal je slitina železa, která obsahuje další kovy jako je chrom a to z 20-30 %, hliník z 4-7,5 % a také se v malém množství vyskytuje kobalt. Dříve mohl být Kantal znám i pod názvem Fechral, který nápadně vychází z chemických zkratk látek obsahující Kanthal(Fe-Cr-Al). Název je odvíjený ze jména vývojáře Hans von Kantzow a švédského města ve kterém byl vyvinut Hallstahammar. Název Kanthal vlastní firma AB Kanthal, která se zabývá výrobou slitin Kanthalu.

Jednou z výrazných vlastností slitiny je její vysoká teplotní odolnost (teplotní součinitel +49 ppm/K). Dále také stojí za zmínku její velký měrný elektrický odpor, který se pohybuje v hodnotách okolo $1,4 \mu\Omega \cdot m$. Díky těmto vlastnostem je kanthal využíván v aplikacích, kde je zapotřebí využití těchto výrazných vlastností. Jako jsou například aplikace, kde se elektrická energie přeměňuje na teplo a zároveň je zapotřebí vysoká teplota tání. Vysokou teplotu tání zajišťuje ve slitině obsah Chromu, který má teplotu tání 1400°C . V oblasti elektronických spotřebičů se Kanthal využívá v toustovačích, žehličkách, fénech a dalších podobných spotřebičích na každodenní využití. Z pohledu průmyslu se využívá v laboratorních a průmyslových pecích a jako cívka v elektronických cigaretách a atomizérech. Některé ze zmíněných vlastností jsou na obrázku 1.8. [11]



Obr. 1.8: Cívka použitého kanthalu

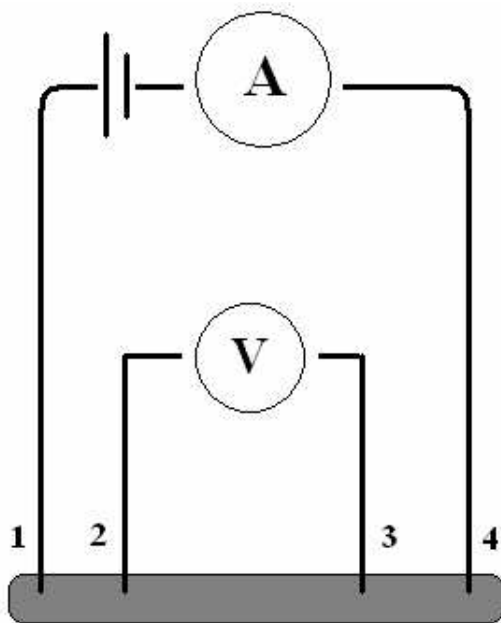
1.4 Metody použité během studie

V této části jsou teoreticky popsány metody a praktiky, které byly použity během studie. Dále je psáno o těchto metodách v kapitolách 2.4.1, 2.9 a 2.11.

1.4.1 Čtyřbodová metoda

Čtyřbodová metoda byla použita během experimentu na snímání nízkého odporu v materiálu. Čtyřbodová metoda se využívá na měření vnitřních vlastností materiálů, jako je měrný odpor materiálu a k měření elektrické impedance. Díky této metodě je možné porovnat jak vodivý je materiál oproti jinému, neboli jak dobře materiál nese elektrický náboj. Základem je využití čtyř svorek či elektrod pro oddělené snímání proudu a napětí z důvodu přesnějšího měření. Příklad zapojení je na obrázku 1.9. Oddělením proudových a napěťových elektrod dosáhneme lepších a hlavně přesnějších výsledků měření, protože se vyloučí odpor vedení, přechodu a kontaktů. Tudíž se tato metoda velmi využívá k měření nízkých hodnot odporů v jednotkách až desítkách Ohmů.

Čtyřbodové snímání můžeme také znát pod názvem Kelvinovo snímání po lordu Kelvinovi. Ten v roce 1861 vynalezl pomocí čtyřbodové metody, k měření velmi nízkých odporů, Kelvinův můstek. Proto se tedy dá nazývat každá dvojice kontaktů jako Kelvinův kontakt. [12]



Obr. 1.9: Měření čtyřbodovou metodou [12]

1.4.2 Diamantové pasty

Diamantové pasty byly použity při povrchovém zpracování v průběhu experimentu. Diamantové pasty se používají k leštění a lapování. Jsou složené z diamantového prášku a pojiva, které má mazací a také chladivý efekt. Použití těchto past po použití brusných nástrojů nebo jejich nahrazení, umožňuje zvýšení rychlosti lapování dvakrát až pětkrát a zlepšuje tak čistotu a zmenšuje hrubost obráběného povrchu materiálu. Pasty se mohou použít k obrábění kovových i nekovových materiálů. Mohou to být materiály jako je keramika, křemen, slinuté karbidy a další materiály vyšší i nižší tvrdosti. Využívají se v oboru strojírenství pro různé materiály při finálních úpravách pracovních ploch nástrojů, dokončovacích broušení forem, lisovacích nástrojů, forem a trysek, lakování zdvihátek a ventilových sedel, a také pro precizní úpravy částí hydraulických, pneumatických a palivových systémů. Tyto nástroje se mohou také používat k leštění kovových součástí a také k leštění kamene a polodrahokamů. [13] Pasty jsou rozděleny podle velikosti zrn a jsou odlišeny barvami. Na obrázku je zrnitost přiřazena k příslušným barvám. Na obrázku 1.10 je příklad jak mohou tyto pasty vypadat.

Ra	zrnitost	heavy	barevné označení
0,020	1/0	198,-	světle žlutá
0,025	2/1	198,-	žlutá
0,030	3/2	198,-	tmavě žlutá
0,040	5/3	198,-	světle zelená
0,050	7/5	198,-	zelená
0,063	10/7	198,-	tmavě zelená
0,080	14/10	246,-	světle modrá
0,100	20/14	330,-	modrá
0,125	28/20	330,-	tmavě modrá
0,160	40/28	354,-	červená
0,200	60/40	354,-	oranžová

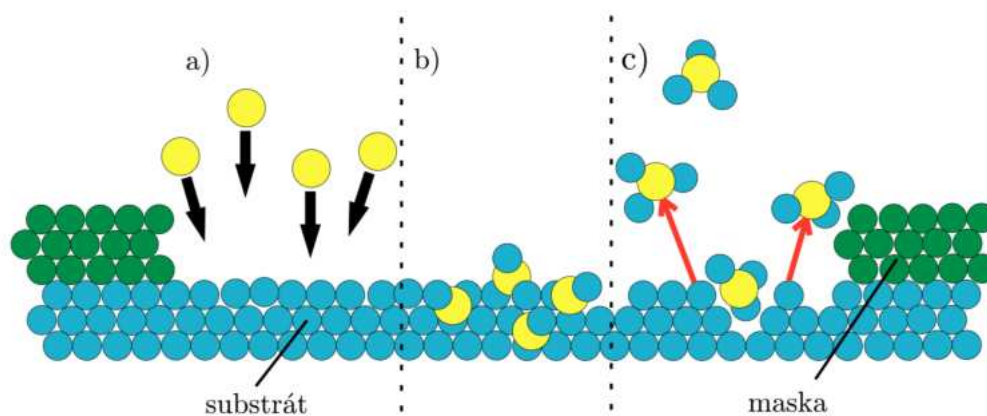
Obr. 1.10: Ukázka zrnitosti a barev diamantových past [14]

Diamantové pasty jsou omyvatelné organickými rozpouštědly nebo i pouze vodou. Jako organická rozpouštědla mohou být použita například benzíny, petroleje, lín, nízkoviskozitní minerály.

1.4.3 Leptání

K další povrchové úpravě materiálu v experimentu byla využita metoda leptání. Leptání, nebo také nazývané mokré leptání, je odstraňování tenké vrstvy povrchu materiálu. Základem je chemická reakce molekul leptadla, která reaguje s molekulami leptaného vzorku. Při této reakci dochází k postupnému uvolňování částic materiálu. Tento jev je znázorněn na obrázku 1.11. Mokré leptání se dělí do dvou skupin na izotropní a anizotropní, které se liší rychlostí. Navíc u anizotropního leptání velmi závisí na směru leptání závislé na krystalické struktuře. Leptání se provádí ponořením leptaného vzorku do vhodného roztoku. [15]

V elektrotechnologiích se leptání používá například při výrobě mělkých tvarově složitých reliéfů, obrábění malých i velkých ploch do malé tloušťky, výrobě děr tenkostěnných trubek a folií, výrobě velmi přesných objektů a součástí, a také k leptání desek plošných spojů. [16]



Obr. 1.11: Mechanismus mokrého leptání a) adsorbce b) reakce c) desorbce [17]

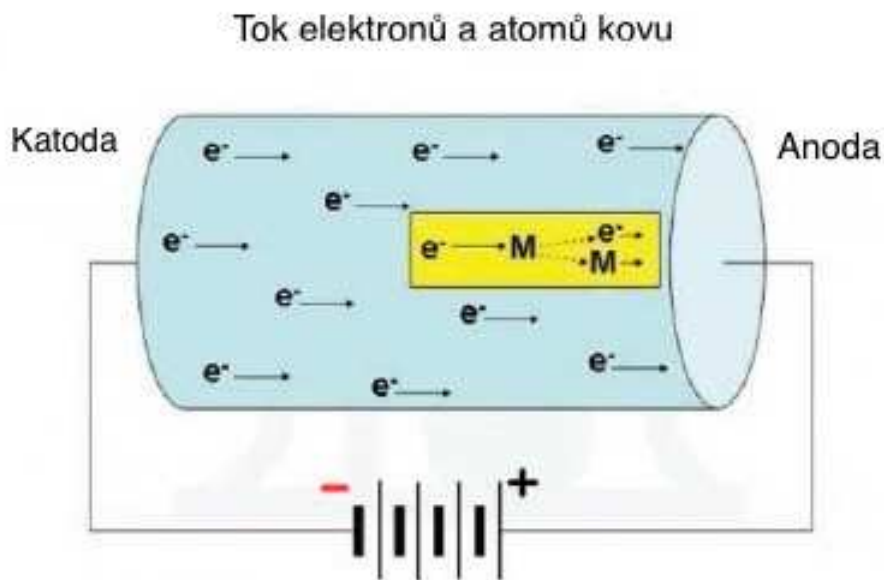
1.5 Elektromigrace

V průběhu experimentu byl objeven jev elektromigrace. Elektromigrace je v elektrotechnice označována za závažný poruchový mechanismus, který se podepisuje na elektronické součástky. Elektromigraci rozdělujeme na dva typy mechanismů. První z nich je Elektrochemická migrace, která se vyskytuje na rozhraní kov-izolant-kov, na kterém je elektrické napětí mezi kovy. Druhý typ je Elektromigrace, která se vyskytuje v kovovém vodiči nebo se s ní také můžeme setkat na rozhraní kov-kov, přes které jde elektrický proud. Při elektrochemické migraci dochází ke čtyřem etapám.[18]

Etapy elektrochemické migrace:

1. Adsorpce vody
2. Rozpouštění zbytků tavidla (vytváření elektrolytu)
3. Rozpouštění kovu anody
4. Migrace iontů ke katodě

V tomto případě anodu a katodu chápeme jako dva sousední kovy či vodivé komponenty, které mají různé potenciály. Názorně je toto zobrazeno na obrázku 1.12. Tento mechanismus může nastat u součástky s postříbřenými vývody. Jak to může vypadat v praxi je vidět na obrázku 1.13. K zabránění či minimalizaci tohoto mechanismu musí být dbáno na čistotu povrchu, či přímo povrchu desky plošných spojů(DPS). Elektromigrace se se primárně vyskytuje u pájených spojů. [18]



Obr. 1.12: Teoretická ukázka elektromigrace [18]

1.5.1 Elektromigrace přetavením pájecí slitiny

V případě elektromigrace při přetavení pájecí slitiny se jev zjevně objevuje tvorbou dutin a výrůstků, které vedou k tvorbě trhlin. Tímto jevem může docházet k mikrostrukturálním změnám a ovlivnění růstu intermetalických sloučenin. Tento problém se objevuje miniaturizací elektronických zařízení, který zapříčiní zvyšování hustoty proudu v pájených spojích. Větší hustota proudu zvýší účinky elektromigrace, která má negativní vliv na pájené spoje. Při tepelném namáhání je růst intermetalických vrstev menší než při proudovém zatížení. Vlivem průchodu elektrického proudu se elektromigrační tok dá určit vztahem 1.1.[19]

$$j_{em} = \frac{C \cdot D \cdot Z^* \cdot e \cdot \rho \cdot j}{k \cdot T} \quad (1.1)$$

j_{em} – elektromigrační tok

C – koncentrace pohybujících se atomů [m^3]

D – součinitel difúze [$m^2 \cdot s^{-1}$]

Z^* – efektivní zatížení [m^3]

e – elektronový náboj [eV]

ρ – rezistivita [$\Omega \cdot m$]

j – proudová hustota [$A \cdot m^2$]

k – Boltzmannova konstanta $8,617 \cdot 10^{-5}$ [$eV \cdot K^{-1}$]

T – teplota [K]



Obr. 1.13: Ukázka elektromigrace na pájeném spoji [18]

2 Výsledky studentské práce

Tato kapitola se zabývá praktickou částí od sestavení aparatury, přípravě potřebných součástí a komponent, tvorby zkoumaných vzorků ingotů pájky, úpravě vytvořených ingotů až ke konečnému zpracování a zkoumání krystalické struktury.

2.1 Trubice z křemenného skla

Na volbu použité trubice, která vydrží požadované tepelné namáhání, byla ta z křemenného skla nejlepší možností, což bylo vyhodnoceno z předchozího pokusu prototypu menší varianty ingotu. Byla zvolena trubice s vnitřním průměrem 10,7mm. Trubicí bylo potřebné připravit do požadované délky a opracovat ostré hrany na koncích pomocí brusného papíru, aby nedošlo k jejímu poškození či úplnému roztržení, ke kterému může dojít rozpínáním při zvyšování teploty skla. Tento stav byl nežádoucí, aby nastal během experimentu již s roztavenou pájkou uvnitř a došlo tak k narušení pokusu, poškození pracovní plochy a dalšího příslušenství používaném při pokusu jako jsou vodiče se zdroji proudu a napětí či termokamery Fluke. Po této nutné úpravě trubice bylo sklo očištěno, aby nedošlo k nežádoucím příměsím nečistot a oxidů do zkoumaného vzorku během studie.

Aby bylo možné snímat teplotu na kompletním vzorku při tvorbě vzorků přes termokameru, bylo třeba nanést na trubicí termoemisní barvu jak je vidět na obrázku 2.1. Barva byla zvolena černá, která byla nejlepší možností pro tento materiál.



Obr. 2.1: Trubice v aparatuře s termoemisní barvou

Po vytvoření třech vzorků byla trubice poškozena. Poškozená trubice je na obrázku 2.2. Byla snaha zpevnit kraj trubice v místě praskliny, však neúspěšně, proto bylo nutné vytvořit trubici novou. Po řezání trubice musely být ostré hrany opět ručně obroušeny brusným papírem. Nová trubice je na obrázku 2.3. Z rozbité trubice byl použit původní Kanthalový drát, aby bylo docíleno stejným podmínkám u všech vzorků.



Obr. 2.2: Poškozená trubice po vytvoření třetího vzorku



Obr. 2.3: Nová trubice po obroušení ostrých hran

2.2 Kanthalový drát

Odporový drát navinutý na trubici z křemenného skla byl zvolen z materiálu Kanthal. Drát o průměru 1,2mm, který má odpor $1,19 \Omega/m$. Tento materiál byl použit z důvodu jeho dobrým tepelně vodivým vlastnostem, aby se trubice rozehtřívala rovnoměrně na všech místech stejně a pájka byla tak roztavená ve všech částech. Aby rozvorného zahřívání bylo dosaženo, navinutí bylo rozvrženo tak, že na koncích trubice je drát navinut těsněji u sebe a naopak ve středu trubice jsou větší mezery mezi vinutím, jak je vidět na obrázku 2.4. Toto rozložení drátu bylo zkušeno na simulacích v programu Ansys. Namotaný odporový drát je zde tedy využit na roztavení nastříhané pájecí slitiny. Negativní vlastností Kanthalu je jeho rozpínání při zahřívání, tudíž bylo dbáno na opravdu těsné navinutí Kanthalu na trubici, aby se při zahřívání drát stále dotýkal trubice a ohřev byl tak co nejvíce efektivní. Tento rozpínavý jev se projevil při pokusu slyšitelným vysokofrekvenčním zvukem při tření o sklo během ohřevu. Aby bylo zaručeno opravdu těsného navinutí, byl Kanthal nejprve navinut na kovovou tyč s menším průměrem než samotná trubice, a poté byla cívka nasunuta na trubici. Dostatečně dlouhé konce drátu byly vyvedeny mimo trubici, aby bylo možné připojit krokosvorkami drát ke zdroji.



Obr. 2.4: Ukázka navinutého Kanthalu na trubici

2.3 Těsnící zátky

Těsnící zátky, kterými jsou zacpány konce trubice, byly významným aspektem na začátku experimentu a vyřešit tento problém nebylo jednoduché. Zátky musí zajistit, aby při pokusu pájka nevytekla z trubice, tudíž musí vydržet vysoké tepelné namáhání a dobře těsnit, aby pájka neobtekla kolem zátek. Z různých možností silikonových pružných materiálů byl nakonec použit silikonový těsnící tmel Gasket sealant, který má tepelnou odolnost až 300 °C, což je vyšší teplota než teplota tavení pájecí slitiny SAC305. Dalším požadavkem byla průchodnost elektrod skrz zátky, se kterým se zmiňovaným tmelem nebyl závažný problém. Bylo provedeno několik zkušebních vzorků zátek, aby bylo dosaženo co nejlepších použitelných zátek. Tento proces trval několik týdnů z důvodu tuhnutí tmelu dvou až pěti dní. Doba tuhnutí a vytvrzení tmelu bylo závislé na použité emulzi, o které je dále psáno v kapitole 2.3.2.

Samotná tvorba zátek byla realizována vytlačněním tmelu z tuby na podložku a poté ručně pod tlakem tlačena do forem z materiálu PLA (více v kapitole 2.3.1), tak aby nevznikaly nebo se minimalizovaly vzduchové cesty či bubliny. Výsledné vzorky zátek jsou na obrázku 2.5.



Obr. 2.5: Finální verze těsnících zátek

2.3.1 Formy na těsnící zátky

Formy na těsnící zátky byly navrženy podle průměru trubice tak, aby dobře izolovaly a eliminovaly možné vzduchové mezery, a zároveň, aby zátky dostatečně držely v trubici a nevyklouzávaly z ní. Formy byly vytisknuty na 3D tiskárně z materiálu PLA. Formy i s tmelem v provizorním stojanu na vzorky na obrázku 2.6.



Obr. 2.6: Těsnící zátky ve formách

2.3.2 Emulze do forem na těsnící zátky

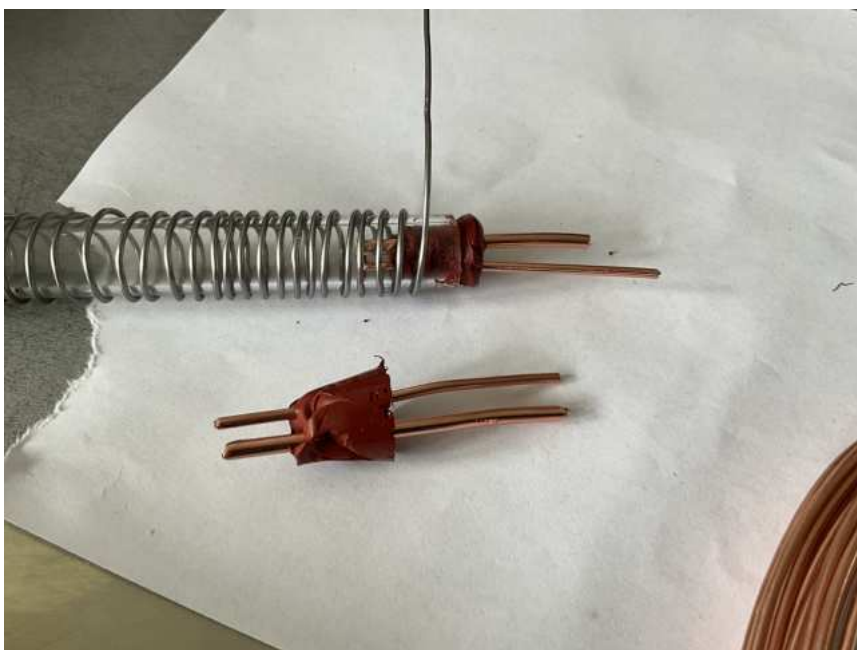
Samotná tvorba zátek byla náročná z pohledu vyjmutí zátek z forem. Tmelící materiál bez emulze nešlo jednoduše vyjmout. Po vyjmutí pomocí pinzet a skalpelu se zátka poškodila a neplnila potřebné požadavky. Na základě tohoto zjištění bylo nutno zkoušet různé emulze, jako jsou různé oleje, mastíci emulze, vyplnit formu kaptonovou páskou, ale v konečném důsledku nejlépe vyšla varianta emulze jaru s kombinací kaptonové pásky, ke které se tmel nelepil a bylo možno tak jednoduše vzorky zátek vyjmout z forem bez porušení. Na obrázku 2.7 je znázorněna zátka po vyjmutí z formy.



Obr. 2.7: Těsnící zátka s kaptonovou páskou

2.4 Elektrody

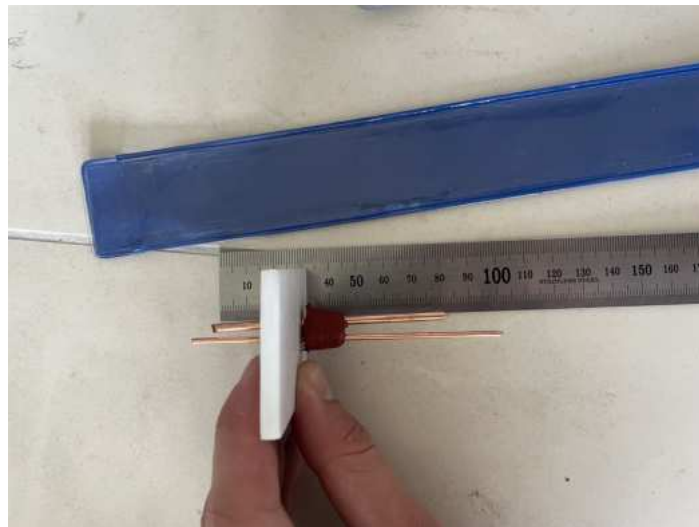
Na elektrody měl být zprvu použit titanový materiál, který by se vlivem vysoké teploty nerozpustil do roztavené pájky, díky vysoké teplotě tání titanu $1668\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nedošlo by tak k příměsím dalšího prvku do zkoumaného vzorku. Avšak titan není dostatečně smáčivý pro experimentální účely v pájecí slitině SAC305, takže by docházelo k jiskření a nebyl by experiment dobře proveditelný. Více smáčivý by mohl být pouze s dočasnou povrchovou úpravou, ale tyto prostředky nebyly k dispozici. Proto na studii byly použity elektrody z mědi, na které působily deformační jevy. Bylo zjištěno, že nastal vznik difúzní vrstvy na rozhraní pájky a jev elektromigrace, o které je psáno v kapitole 1.5.1. Elektrody musely být dostatečně dlouhé, aby čtyřbodová metoda měření byla správně provedena. Délka elektrod je na obrázku 2.9. Průměrná hmotnost všech čtyř elektrod byla 16,3g. Na obrázku 2.8 je viditelné usazení zátky v trubici i s elektrodami.



Obr. 2.8: Ukázka elektrod vložených skrz těsnící zátky

2.4.1 Čtyřbodová metoda

Na provedení čtyřbodové metody bylo použito čtyř elektrod - dvě kratší proudové elektrody s průměrem měděného drátu 3mm a dvě delší napěťové elektrody s průměrem měděného drátu 2mm. Na konce elektrod, které vedou skrz těsnící zátky, byly připojeny krokosvorkami zdroje proudu a napětí. Elektrody byly změřeny a zváženy, aby v každém vzorku byla alespoň přibližně stejná velikost příměsi mědi do vzorku a mohlo se dále posuzovat a srovnávat vzorky s příměsemi mezi sebou. Ilustrační délka elektrod v trubici je na obrázku 2.10. V trubici byly proudové(kratší) elektrody naproti sobě a napěťové(delší) proti sobě.



Obr. 2.9: Elektrody upevněné v teflonu



Obr. 2.10: Ilustrace délky elektrod v trubici

2.5 Aparatura

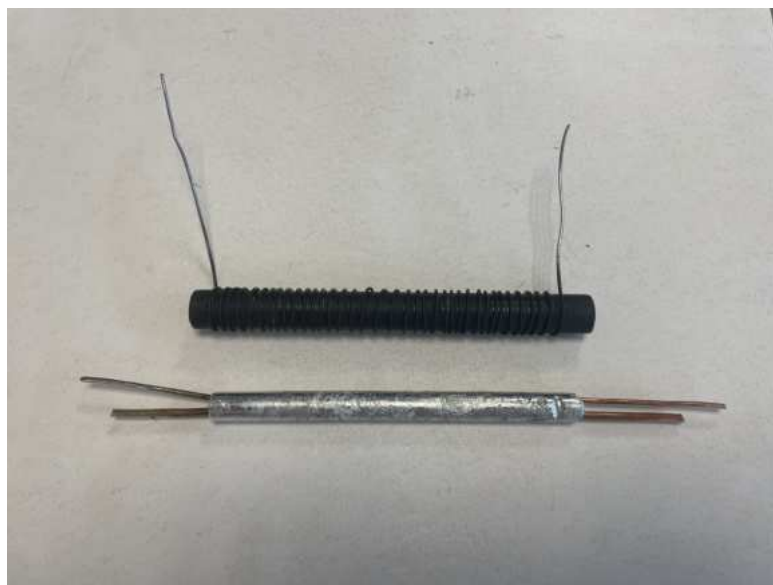
Při kompletaci aparatury byl použit laboratorní stojan s dvěma závitovými kleštěmi. Kleště byly vylepeny korkem a kaptonovou páskou, aby byl v největší míře eliminován odvod tepla do kleští a nenarušil by se tak pokus. Při vytváření ingotu pájky bylo nutné stabilně upevnit elektrody, aby se při tavení pájky nehýbaly. Pro nehybnost byl použit plát teflonu, který má dobré pružné vlastnosti a vydrží případné tepelné namáhání od elektrod. Po přípravě a opracování teflonových desek, jak je vidět na obrázku 2.9, byly do každé z nich, stolní vrtačkou vyvrtány dvě díry o průměrech 2mm a 3mm. Spodní deska byla uchycena do spodních kleští aparatury, tak aby nedošlo k vypadnutí. Kompletní realizace je na obrázku 2.11. Vrchní deska s elektrodami a těsnící zátkou byla vložena do trubice až po naplnění trubice a při plném roztavení pájecí slitiny uvnitř trubice.



Obr. 2.11: Kompletní aparatura s trubicí

2.6 Ingoty

Výslednými vzorky na kterých byla pozorována struktura a tvorba krystalů v materiálu jsou ingoty pájky. Na obrázku 2.12 je příklad hotového ingotu po vytažení z trubice. Ingoty jsou z materiálu SAC305. Původní forma pájecí slitiny byla ve formě pájecí tyče. Z této formy bylo třeba materiál nastříhat na malé kusy, aby bylo možné je vkládat do připravené trubice. Pájecí tyč byla nastříhána na stolní pákové stříhačce. Tyč pájky byla stříhána v čistém prostředí, aby bylo dbáno na čistotu materiálu a nedošlo k příměsi dalších materiálů a nečistot. Pro dosažení čistoty materiálu byla stříhačka před použitím očištěna a nastříhané kousky padaly do připravené čisté nádoby. Nastříhané kousky pájky byly připraveny na skleněném laboratorním tácku, aby bylo snadné odebírání kusů pájecí slitiny při tvorbě ingotu pomocí pinzety. Hmotnost hotových ingotů i s elektrodami se pohybovala u každého vzorku okolo 100g. Tudiž po odečtení váhy elektrod, bylo použito na jeden ingot přibližně 84g pájecí slitiny SAC305. Celkem bylo vytvořeno sedm vzorků při různých podmínkách. Vzorky byly podle podmínek vzniku rozděleny do tří skupin. První skupina jsou tři ingoty bez průchodu proudu, druhá skupina jsou dva ingoty s průchodem proudu 25A a do třetí skupiny patří dva ingoty s průchodem proudu 30A po dobu 5 minut a poté 25A do ztuhnutí.



Obr. 2.12: Hotový ingot po ztuhnutí a vyjmutí z trubice

2.6.1 Postup při tvorbě ingotů

Na tvorbu ingotů bylo připraveno dostatečně velké pracoviště na stole s dlaždicovým povrchem, aby při případném vytékání roztavené pájky nedošlo k poškození povrchu stolu. Celé pracoviště je na obrázku 2.13. Byly připraveny zdroje, u kterých bylo měněno nastavení podle předem stanovených podmínek. Ke zdrojům byly připojeny dostatečně dlouhé vodiče s krokosvorkami, které byly zajištěny do kleští stojanu a připevněny pomocí kaptonové pásky k aparatuře. Do aparatury byla upevněna trubice s navinutým odporovým drátem a byla zkompletována i se spodními elektrodami. Na elektrody a odporový drát byly připojeny krokosvorkami zdroje. Po spuštění zdroje pro odporový drát začal zahřívat a teplota trubice rostla. Při dostatečné teplotě, zjištěné použitím termokamery, se začaly nastříhané kousky vkládat do rozžhavené trubice. Kousky pájky se postupně tavily rychleji se zvyšující se hladinou taveniny v trubici. S dostatečně vysokou hladinou taveniny a roztavením všech vložených kousků byl přiložen vrchní špunt s elektrodami. Poté byl zapnut zdroj napětí a proudu, aby bylo docíleno průchodu proudu roztavenou pájkou. Následně byl vypnut zdroj pro odporový drát. Tím nastal proces tuhnutí pájecí slitiny při průchodu elektrickým proudem. Po ztuhnutí pájky byla trubice vyjmuta z aparatury a ingot byl opatrně vysunut z trubice. Výsledný ingot je na obrázku 2.12.



Obr. 2.13: Připravené pracoviště pro tvorbu ingotů

2.7 Použité zařízení při tvorbě ingotů pájky

V této části jsou popsány zařízení a procesy s nimi spojenými. Následující zařízení byly použity při tvorbě ingotů.

2.7.1 Zdroje proudu a napětí

Na provedení pokusu průchodu proudu skrz roztavenou pájecí slitinu byly použity dva napájecí zdroje, které jsou na obrázku 2.14. Nejdůležitější z nich byl použit na ohřev odporového drátu, aby bylo dosaženo roztavení pájecí tyče nastříhané na malé kusy. Tento zdroj byl nastavený na 13,4V a 5,3A a po 5 minutách na 16V a 6A při tvorbě všech vzorků. Další zdroj byl zdroj proudu, který byl spojen do paralelního zapojení s multimetrem. Při tvorbě vzorků s průchodem proudu byly využity již všechny tyto zdroje.



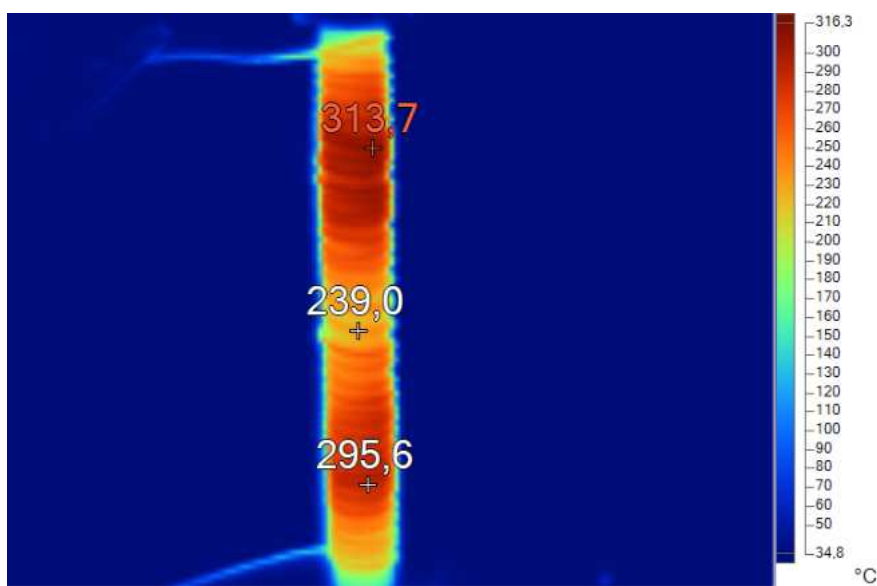
Obr. 2.14: Zdroje napětí a proudu a multimetr

2.7.2 Termokamera

Termokamerou Fluke bylo po celou dobu tvorby ingotů sledován vývoj zvyšujících se teplot na odporovém drátu, teplota trubice i teplota taveného vzorku uvnitř trubice. V průběhu tvorby ingotů byly touto kamerou pořízeny snímky, na kterých bylo možné sledovat teploty i zpětně, pro pozdější a detailnější zkoumání, jak se teplota vyvíjela. Snímky z kamery byly doplněny důležitými teplotními body v programu SmartView, který je s kamerou Fluke kompatibilní.

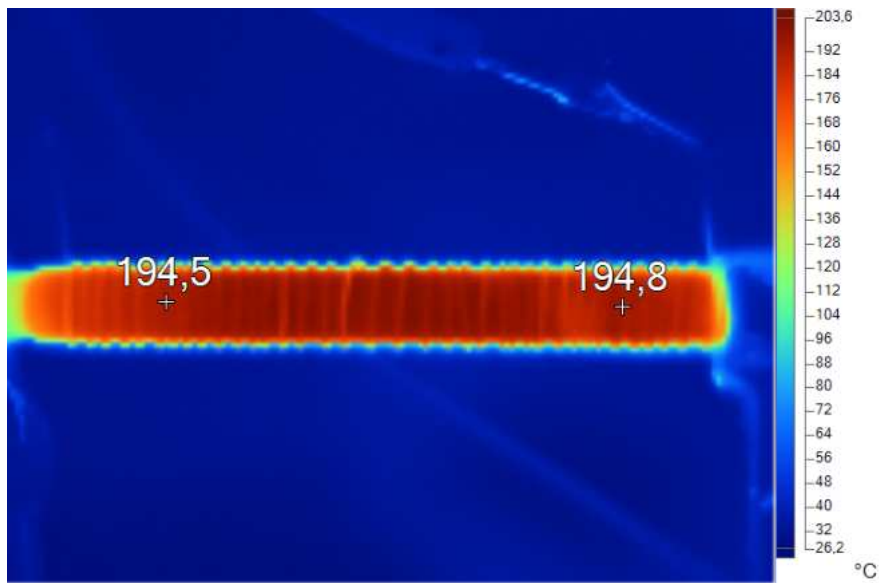
2.7.3 Termosnímky při tvorbě ingotů

Zde na snímku 2.15 je již rozežřátá trubice připravená na vkládání našťípaných kousků pájky. Je zde vidět nerovnoměrné rozežřátí, avšak s postupným tavením pájky uvnitř trubice se rovnoměrnost rozežřátí zlepšuje. Maximální teplota vyobrazená červeně na snímku 2.15 má teplotu 313,7° C, avšak tato teplota není teplota trubice ale teplota Kanthalu. Teplota SAC305 se pohybovala okolo 250° C, tak jak je na obrázku 2.17.



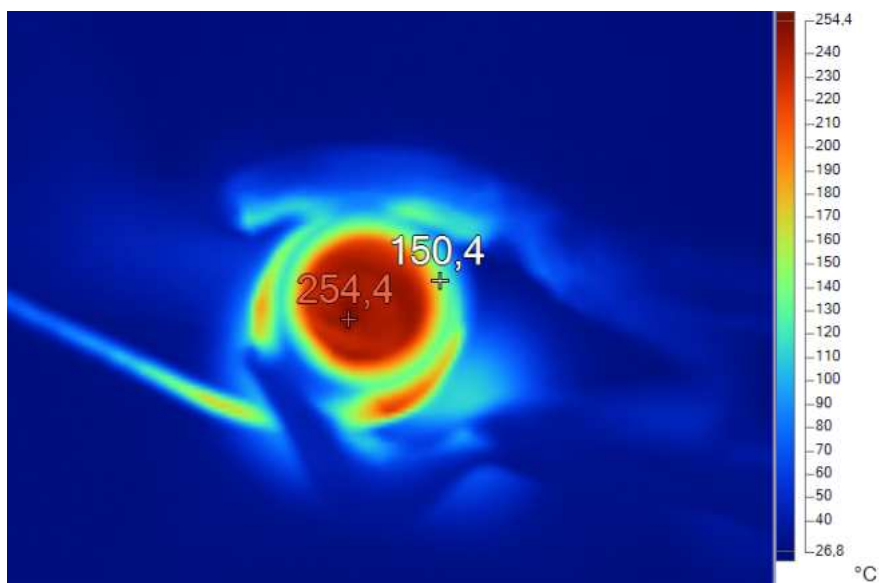
Obr. 2.15: Termosnímek na počátku tvorby ingotu

Na termosnímku 2.16 je vidět již téměř dokonalé rozežřátí trubice s pomalu tuhnoucí pájecí slitinou uvnitř. Teplota na povrchu trubice se pohybuje okolo 195° C po celém povrchu, což je již pod bodem tavení pájky SAC305.



Obr. 2.16: Termosnímek s tuhoucím ingotem

Z tohoto pohledu je na snímku 2.17 vidět, že teplota pájky dosáhla teploty 253,9°C, což je dostatečná teplota pro roztavení pájecí slitiny SAC305. Dále je také viditelné, že vnitřní strana trubice obehnutá svorkami si při chladnutí udržuje teplotu 150,4°C.



Obr. 2.17: Horní pohled do trubice na roztavenou pájku při chladnutí

2.8 Broušení ingotu

Pro sledování struktury materiálu bylo nutné ze vzorků odebrat část materiálu, aby struktura byla viditelná a bylo tak možné jí dále zkoumat. Broušení bylo prováděno kombinací ručního broušení a využití elektrické kotoučové leštičky, která je na obrázku 2.18. Na kotouč byl připevněn vystřížený plát z brusného papíru kopírující kotouč. Před broušením na leštičce byl zprvu ingot broušen ručně a až poté opracováván na přístroji. Později při dalších vzorcích pro šetrnější práci byl zvolen postup pouze ručního broušení. Pro odebrání materiálu bylo třeba postupovat pomalu a zřetelně, aby zkoumaná struktura nebyla narušena. Začalo se od nejhrubšího brusného papíru s označením 80 a postupně byla drsnost papíru snižována na 240, 400, 600, 800 až na brusný papír s číselným označením 1000. Při procesu broušení se na vzorek nemohlo velmi tlačit, aby nedocházelo k velkému zahřívání při tření s brusným papírem, a i proto bylo třeba po celou dobu vzorek ochlazovat přivedeným vodním chlazením. Po každém jednotlivém broušení byly všechny vzorky opticky sledovány, jak se chová a vyvíjí povrch materiálu. Na obrázku 2.19 je příklad optické kontroly. Sledovány byly rýhy od brusného papíru, které s jemnějším brusným papírem postupně eliminovaly a povrch byl tak více hladký po každém broušení. V průběhu broušení se odhalil jev jako by se měděné elektrody začaly tavit do pájky. To bylo způsobeno následkem jevu elektromigrace a mohly tak vzniknout v oblasti elektrod příměsi, které mohou být dále zkoumány. Například jaké mají dopady na strukturu a vlastnosti pájky.

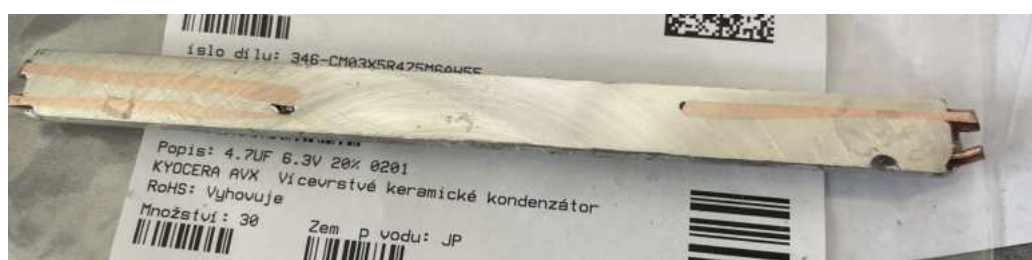


Obr. 2.18: Přístroj pro broušení



Obr. 2.19: Ingot po prvním broušení hrubým brusným papírem

Na obrázku 2.20 jsou viditelné voidy v prostoru mezi elektrodami a také větší skulina u kraje, kde se dotýkala pájka trubice. Tento jev mohl nastat mastným místem na trubici a nebo vzduchové bubliny nestihly vystoupat na povrch před ztuhnutím pájecí slitiny. Tomuto bylo napomáháno vibracemi do aparatury.



Obr. 2.20: Ingot po broušení brusným papírem

2.9 Leštění ingotů diamantovými pastami

Pro dosažení požadované drsnosti povrchu materiálu byly použity diamantové pasty. Pasty byly použity ve chvíli, kdy měl povrch materiálu po broušení dostatečně nízkou drsnost. Pokud by nebylo dosaženo nízké drsnosti, diamantové pasty by neměly téměř žádný účinek na hrubý povrch a pouze by leštily ostré hrany výstupků. Bylo zprvu použito pět past s různou zrností, které jsou na obrázku 2.21.



Obr. 2.21: Ukázka použitých diamantových past

Konkrétně byly použity pasty nejprve s největšími zrny 5 mikronů a dále s menšími zrny 3,5 mikronů, 1,5 mikronů, 1 mikron a na závěr 0,25 mikronů.

Pro práci s pastami bylo potřebné připevnit a napnout na rovné ploše plátno, na kterém se pasty roztíraly. Ke stolu bylo připevněno na krajích oboustrannou lepicí páskou. Pracoviště již po leštění ingotů prvními čtyřmi pastami je na obrázku 2.22.



Obr. 2.22: Pracoviště při leštění diamantovými pastami

V průběhu leštění prvního vzorku bylo zjištěno, že po leštění pastou 1 mikron se struktura naruší a vzniknout na povrchu rýhy. Pasta byla vyhodnocena jako vadná a na leštění dále nebyla použita. Proces leštění u prvního vzorku bylo nutné opakovat již bez jedné z past.

Leštění bylo prováděno třením ingotu na plátnu na kterém byla nanesena diamantová pasta 5 mikronů. Po leštění, kdy ingot nezanechával tmavé stopy na plátně, byl ingot čištěn pod vodou s jarem. Zbytková voda byla odstraněna tlakem z vysokotlaké pistole. Po každém vyčištění byla plocha pozorována na mikroskopu, aby bylo zaručeno, že na povrchu nezůstala pasta. Byla vždy vybrána a pozorována jedna rýha na leštěném povrchu ingotu, podle které se rozhodovalo, zda přejít k pastě s menšími zrny nebo se vrátit k předchozí či pokračovat se stávající pastou. Pokud bylo usouzeno, že se rýha zmenšuje, bylo pokročeno na další lešticí pastu 3,5 mikronu. Opět bylo třeno na plátně a poté čištěno vodou s jarem. Takto bylo postupováno s dalšími dvěma pastami. Výsledný povrch u vzorků je na obrázku 2.23. Na takto vyleštěném vzorku byla pozorována struktura pomocí mikroskopu. Tímto způsobem byly vyleštěny všechny vzorky ingotů.

Práce s pastami je velmi náročný proces. Pro dosažení dobrých výsledků leštění je třeba působit přítlakem na všechny části ingotu stejně. Toto je při ručním leštění prakticky nemožné z důvodu velikosti ingotů. Následkem toho faktu, byl proces leštění u všech ingotů opakovaný, aby bylo dosaženo velmi podobné drsnosti po celé délce ingotu, a mohlo tak být dále pokročeno v experimentu, a to konkrétně v úpravě pomocí leptání, díky kterému se pozorována struktura více ukáže.



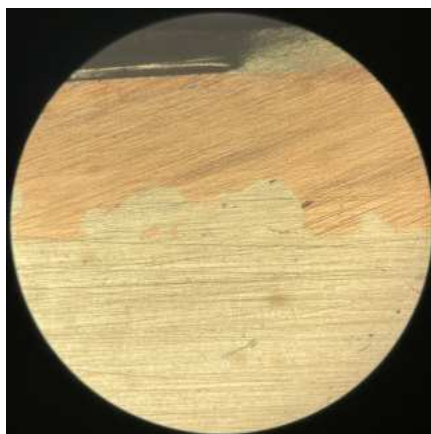
Obr. 2.23: Leštěný ingot všemi používanými pastami

2.10 Pozorování jevů v průběhu zpracování ingotů

V této kapitole jsou popsány jevy, které byly během experimentu objeveny. Tyto jevy byly pozorovány na optických laboratorních mikroskopech.

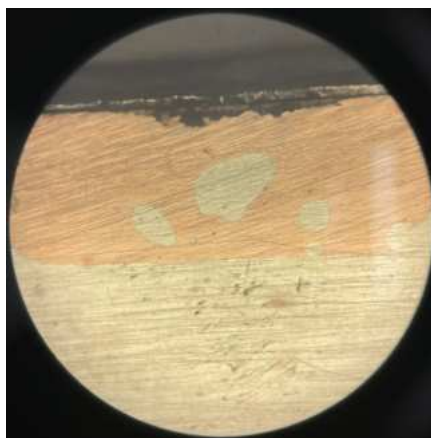
2.10.1 Elektromigrace

V průběhu úpravy vzorků byl zaznamenán mechanismus elektromigrace, který je vidět na obrázku 2.24. Zprvu nebylo zcela jasné, co konkrétně v oblasti elektrody nastalo. Později se však po dalším broušení mechanismus elektromigrace více ukázal.



Obr. 2.24: Elektromigrace na rozhraní pájky a měděných elektrod u ingotu s průchodem proudu 30A

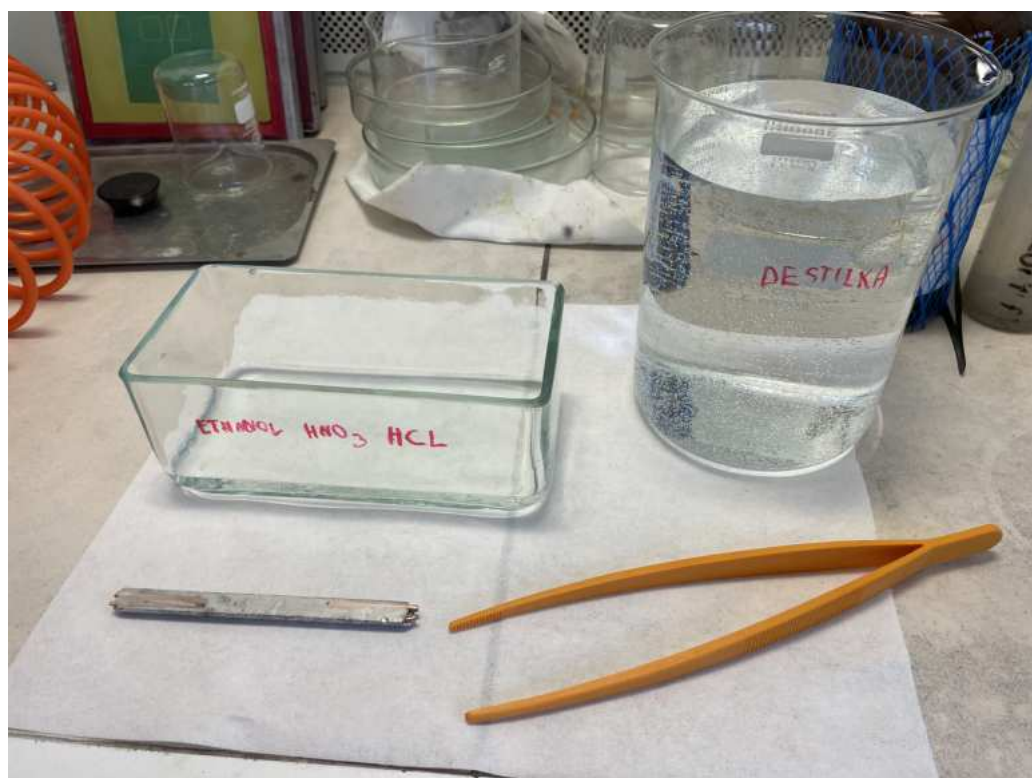
Na obrázku 2.25 jsou vidět oblasti, které mechanismem elektromigrace pronikly do měděných elektrod.



Obr. 2.25: Elektromigrace vniknutím SAC305 do měděné elektrody u ingotu s průchodem proudu 30A

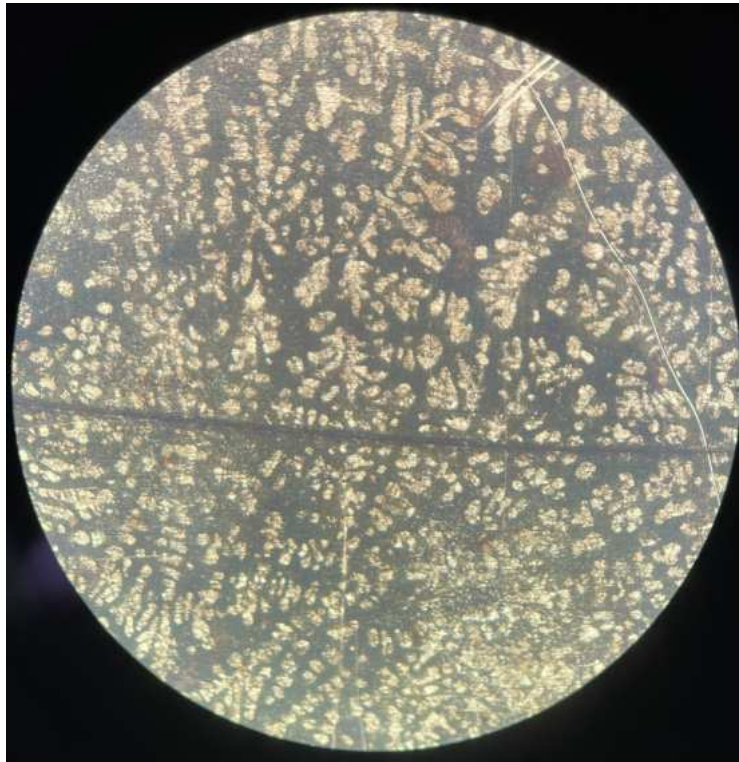
2.11 Leptání

K lepšímu zobrazení krystalické struktury bylo nutné vzorky vyleptat. První bylo namícháno leptadlo se složením *Ethanol* + HNO_3 + *HCl*, které je s celým pracovištěm na obrázku 2.26. Vzorek byl ponořen do kádinky s leptadlem po dobu 10 minut, poté byl vyjmut a ponořen do destilované vody, aby se kyselina zředila a byla tak vyplavena kyselina ze všech skulin vzorku. Po vyjmutí z destilované vody, byl vzorek vysušen tlakem z vysokotlaké pistole. Tento roztok ukázal určité výsledky na obrázku 2.27, ale pro studii tyto výsledky nebyly vhodné. Bylo vyhodnoceno, že první leptadlo pro vzorky této velikosti není vhodné z důvodu závislosti na povrchovou úpravu vzorku z pohledu broušení, leštění a dalších povrchových úprav včetně citlivosti povrchu. Na ploše byla oblast jedna vyleptaná málo, oblast dvě vyleptána ideálně a oblast tři již přepleptaná a tudíž byla nepoužitelná pro pozorování. Toto tvrzení je zřetelné z obrázku 2.28, kde je ve středu obrázku viditelná struktura a na okrajích je část povrchu již přepleptaná. Ve stejnou chvíli tudíž nebylo možné strukturu sledovat jako celek a dále jí tedy ani nebylo možné pozorovat. Po tomto zjištění bylo nutné vzorky znovu přebrousit a přešetřit.

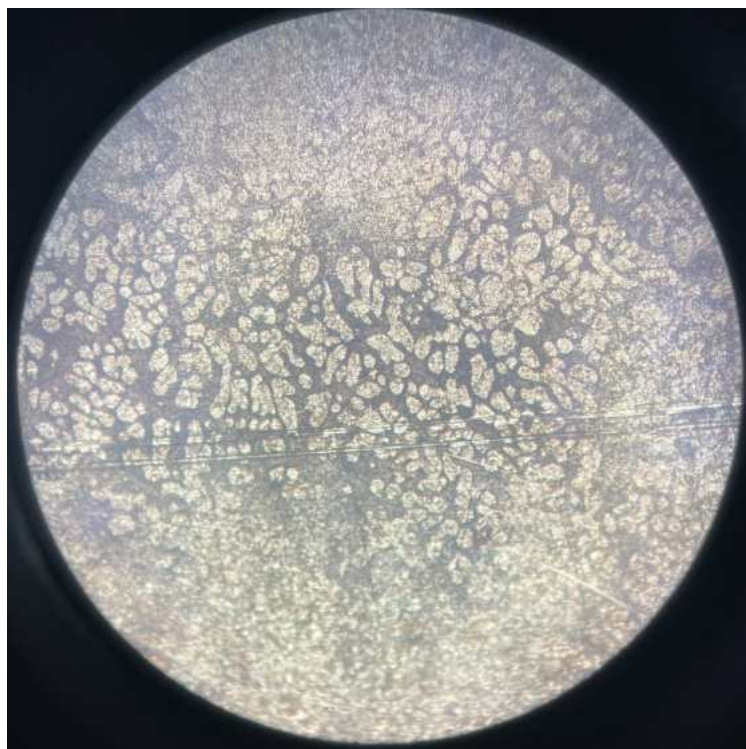


Obr. 2.26: Pracoviště pro leptání vzorků

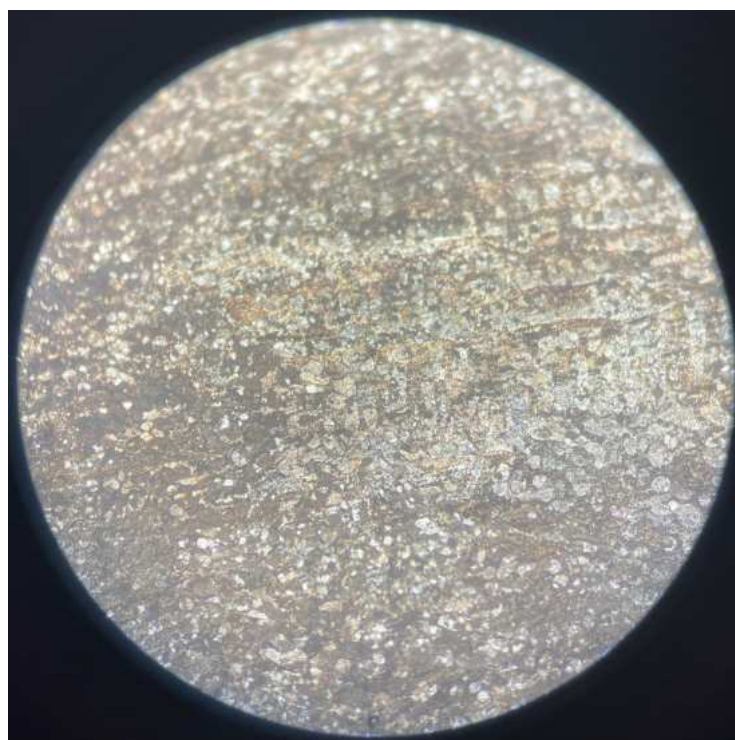
Jako další experimentální variantou bylo leptadlo nazývané Nital s obsahem 95% ethanolu a 5% kyseliny dusičné. Jedná se o leptadlo z publikace [20]. Toto leptadlo přineslo téměř stejné neuspokojivé výsledky jako předchozí leptadlo. S leptadlem Nital byl testován i postup s leptáním v ultrazvukové čističce, který by měl urychlit proces leptání a odvod leptaného materiálu na povrchu. Tento experimentální postup byl vyhodnocen také jako nevhodný pro účely experimentu z důvodu totožného neúspěšného výsledku, který je na obrázku 2.29. Bylo proto nutné testovat upravené složení Nitalu. Aby nebylo narušeno více vzorků, byl jeden z ingotů bez průchodu proudem rozřezán na menší části. Tento vzorek byl vytvořen speciálně pro účely testování leptadel.



Obr. 2.27: Výsledek leptání ingotu s průchodem proudem 25A leptadlem *Ethanol + HNO₃ + HCl*



Obr. 2.28: Výsledek leptání ingotu bez průchodu proudy leptadlem *Ethanol* + *HNO₃* + *HCl*



Obr. 2.29: Výsledek leptání ingotu bez průchodu proudy leptadlem Nital v ultrazvukové čističce

Rozřezaný testovací vzorek byl testován různými koncentracemi Nitalu neúspěšně. Bylo tedy přistoupeno k testování původní varianty leptadla *Ethanol* + *HNO₃* + *HCl* s odlišnou dobou leptání. Toto testování již dopadlo úspěšně. Byly spatřeny zrna a oblasti struktury o kterých se dále píše v kapitole 2.12.2. Nejlépe dopadla varianta s dobou leptání 40 vteřin až maximálně 1 minuta. Výsledek leptání je na obrázku 2.30. Pro srovnání povrchu struktur je na obrázku 2.31 ingot leptaný opětovně v leptadle *Ethanol* + *HNO₃* + *HCl* po dobu v součtu téměř jedné hodiny.



Obr. 2.30: Povrch ingotu bez průchodu proudu po leptání *Ethanol* + *HNO₃* + *HCl* 40 vteřin



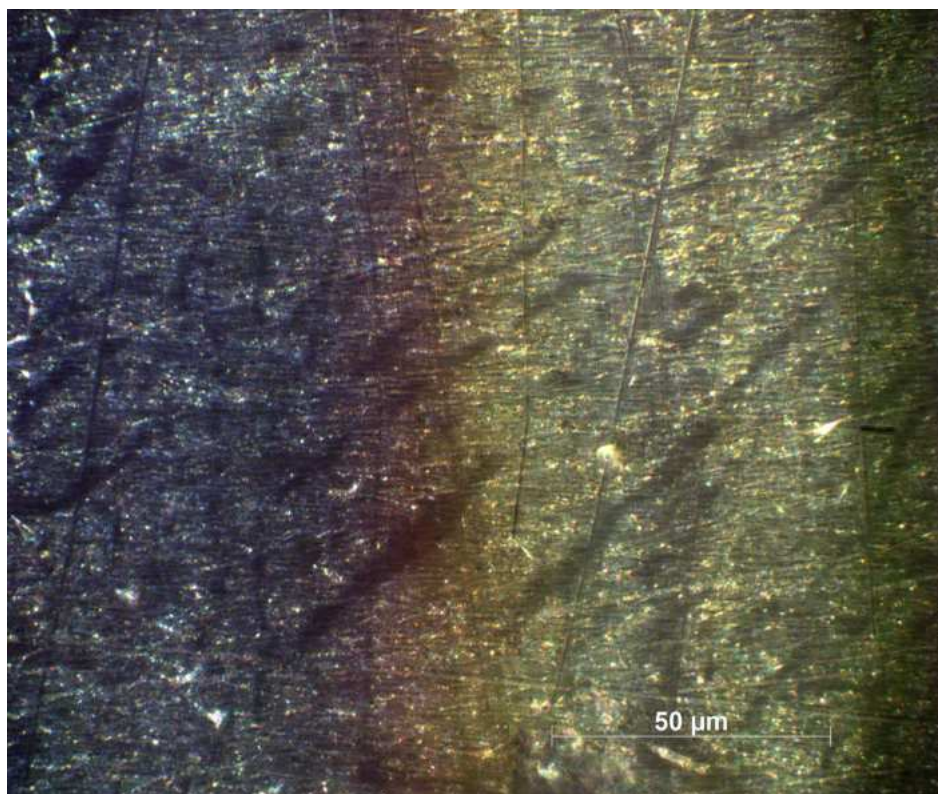
Obr. 2.31: Spálený ingot bez průchodu proudu leptadlem *Ethanol* + *HNO₃* + *HCl*

2.12 Sledování ingotů

V této závěrečné kapitole je popsáno pozorování sledovaných struktur ingotů pájecí slitiny SAC305 a intermetalů na vyleptaných vzorcích ingotů.

2.12.1 Struktura ingotů před leptání

Před tím, než byl povrch ingotů vyleptán, byl povrch sledován na optickém mikroskopu. Pro lepší viditelnost struktury a kontrast byl použit polarizační filtr. Výsledný pohled je na obrázku 2.32. Jehličkovitou strukturou mohou být intermetalaly Ag_3Sn .



Obr. 2.32: Struktura před leptáním pod mikroskopem s polarizačním filtrem

2.12.2 Struktura ingotů po leptání

Po konečném a úspěšném vyleptání leptadlem $Ethanol + HNO_3 + HCl$ byla struktura pozorována opticky a pomocí optického mikroskopu. Byla porovnávána zrna vytvořená krystalizací pájky v průběhu tuhnutí za podmínek s průchodem proudu a bez průchodu proudu. Na tvorbu těchto zrn mělo vliv i magnetické pole, které vzniklo při tvorbě ingotů pomocí topné aparatury, které nebylo záměrné. Podle tvrzení z článku [21] je možné, že působení magnetického pole má pozitivní vliv na tvorbu jemnější struktury zrn. Z dalšího článku [22] bylo zjištěno, že působením magnetického pole má pájka lepší smáčivost a může docházet i ke snížení bodu tání pájecí slitiny působením magnetického pole, což bylo v obou případech jen ku prospěchu při experimentu.

Po optickém porovnání ingotů jsou znatelné rozdíly mezi ingotem bez proudu a s průchodem proudu 25A. Porovnání je na obrázku 2.33. Je znatelný rozdíl v rozložení oblastí zrn. V případě bez proudu je vidět více různých oblastí zrn oproti variantě s proudem 25A. Mohou nastat změny vlastností, například větší tažnost a tudíž menší křehkost, kterou způsobují intermetalické oblasti. Sled oblastí zrn se potvrdil i při dalším ingotu s proudem 25A na obrázku 2.34.



Obr. 2.33: Porovnání ingotu(1) bez průchodu proudu(vlevo) s ingotem(2) s průchodem proudu 25A(vpravo)



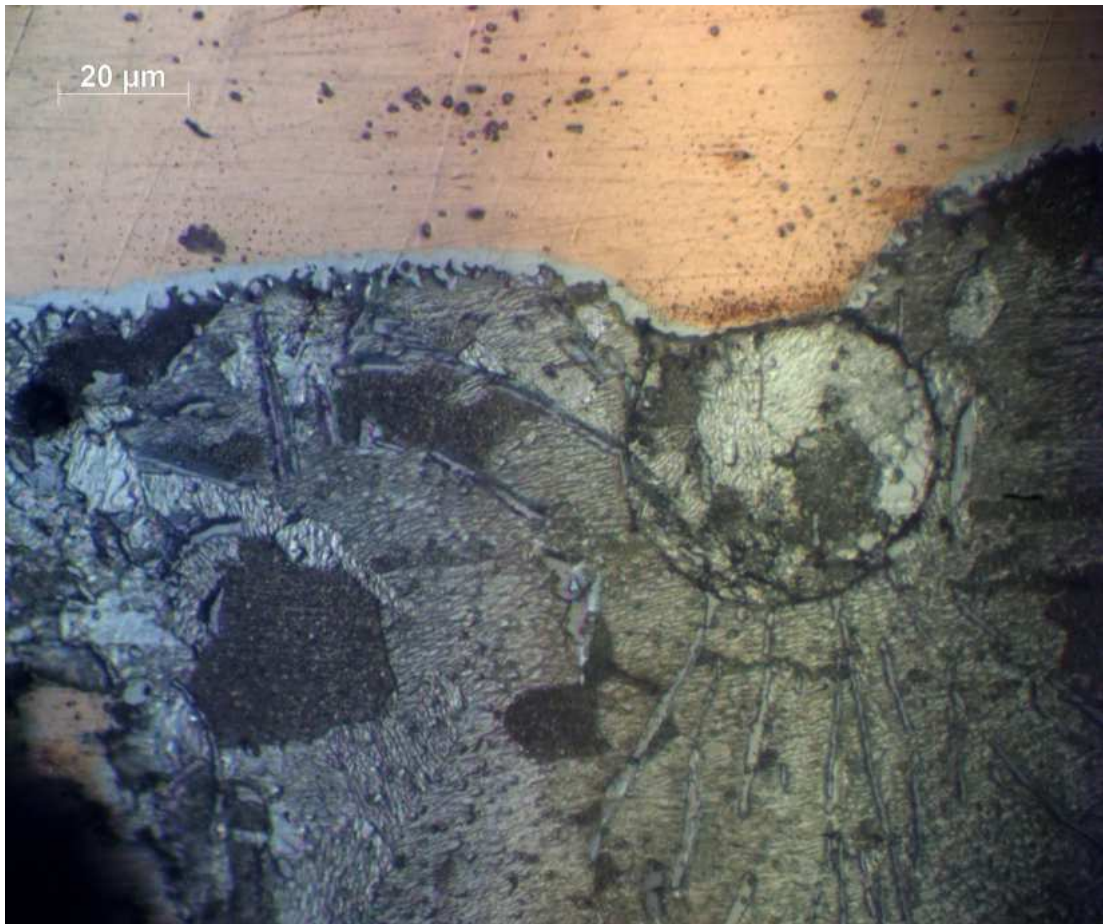
Obr. 2.34: Porovnání v oblasti proudových elektrod ingotu(1) bez průchodu proudu(vlevo) s ingotem(5) s průchodem proudu 25A(vpravo)

V oblasti kolem kladných proudových elektrod(+I) byla zaznamenána větší koncentrace krystalizačního procesu. Názorný příklad je na obrázku 2.35.



Obr. 2.35: Kladná elektroda(+I) ingotu(5) s průchodem proudu 25A

Na obrázku 2.36 je pohled z mikroskopu na povrch struktury ingotu s průchodem proudu 25A u proudové elektrody. Zajímavou oblastí na snímku je vzniklá kulička navazující na elektrodu. Tyto oblasti se vyskytovaly s větší četností u ingotů s průchodem proudu a jedná se nejspíš o voidy ve struktuře.



Obr. 2.36: Struktura ingotu(2) s průchodem proudu 25A pod mikroskopem

V porovnání ingotu bez proudu a s průchodem proudu 30A je separace oblastí zrn ještě více viditelná ve větší velikosti těchto oblastí. Porovnání je na obrázku 2.37. Opět zde mohou nastat pozitivní vlivy na vlastnosti materiálu díky upravenému formování struktury tuhnutí při průchodu elektrickým proudem.



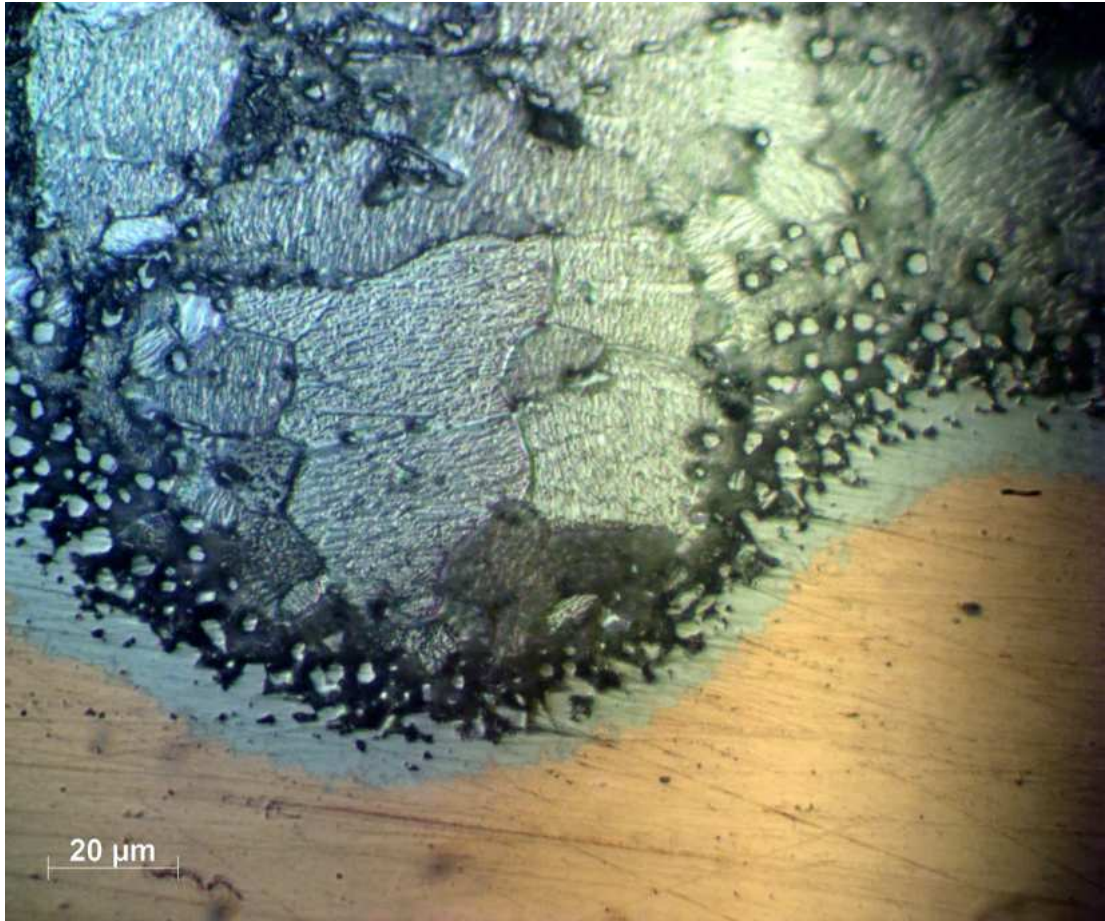
Obr. 2.37: Porovnání ingotu(1) bez průchodu proudu(vlevo) s ingotem(3) s průchodem proudu 30A(vpravo)

I v případě ingotů s průchodem proudu 30A byla zaznamenána vyšší koncentrace krystalizace v oblasti kladné elektrody(+I). Důkaz tvrzení je na obrázku 2.38.



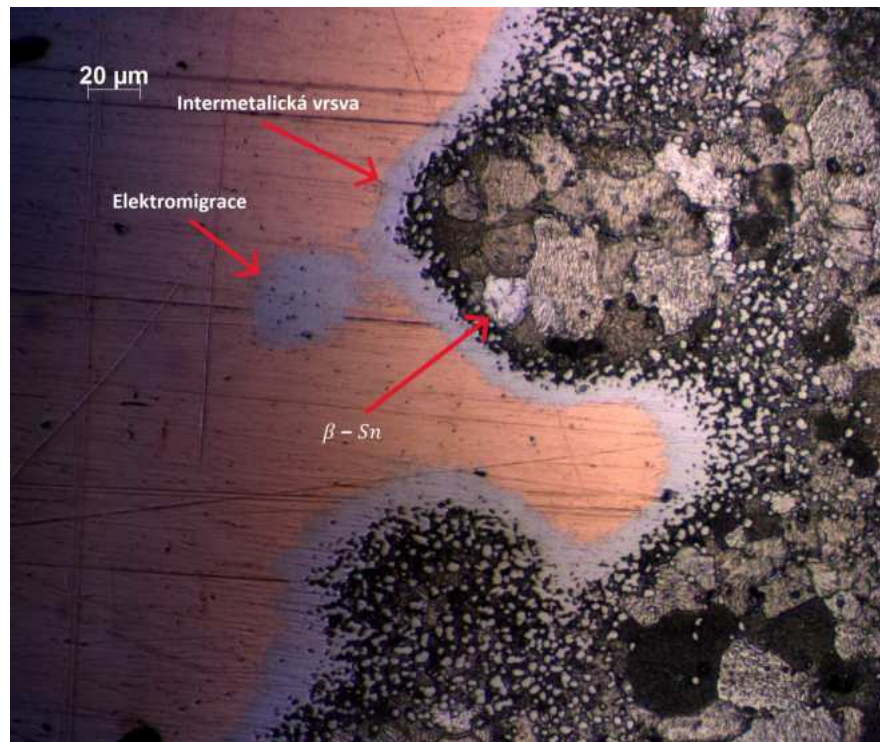
Obr. 2.38: Kladná proudová elektroda(+I) ingotu(6) s průchodem proudu 30A

Na obrázku 2.39 je znázorněn přiblížený povrch ingotu s průchodem proudu 30A, na kterém je vidět krystalická struktura v oblasti proudové elektrody.



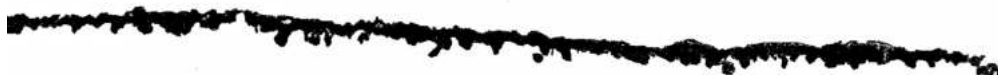
Obr. 2.39: Struktura ingotu(6) s průchodem proudu 30A pod mikroskopem

Sledování struktury bylo dále zaměřeno na zkoumání intermetalické vrstvy u proudových elektrod. Byla pozorována četnost, tloušťka a drsnost této vrstvy z vnitřních i z vnějších stran proudových elektrod. Snímky z mikroskopu byly upravovány v programu ImageJ. Příklad jednoho ze snímků z mikroskopu před úpravou na obrázku 2.40, který perfektně reprezentuje v jednom pohledu strukturu zrn $\beta - Sn$, elektromigraci na rozhraní pájky s elektrodou a intermetalickou vrstvu na okrajích proudové elektrody.



Obr. 2.40: Ingotu(6) s průchodem proudu 30A - rozhraní proudové elektrody a SAC305

Po kalibraci měřítka, úpravě saturací barev a stínováním v programu ImageJ byla intermetalická vrstva zvýrazněna do černa a vyříznuta. Výsledný výřez je na obrázku 2.41.



Obr. 2.41: Ukázka výřezu intermetalické vrstvy ingotu(1) bez průchodu proudu na horní proudové elektrodě z vnější strany

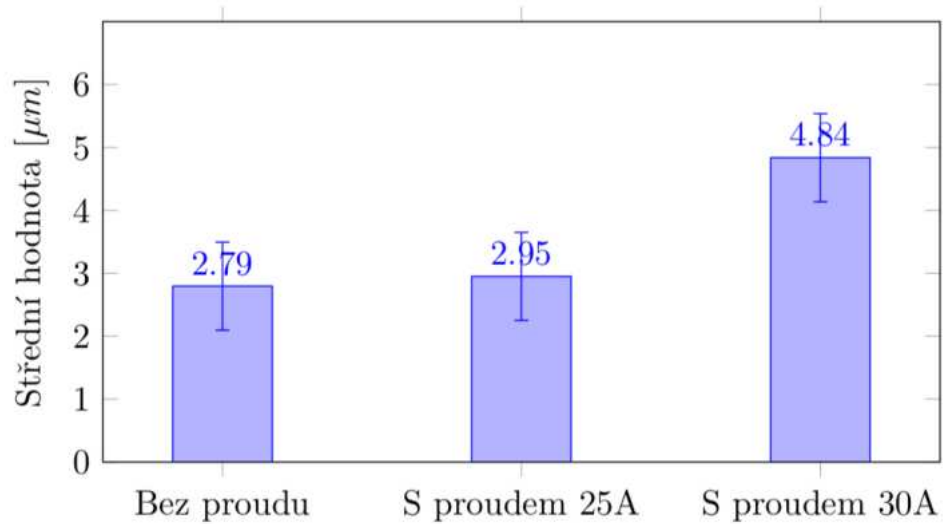
U intermetalické vrstvy byla měřena délka a plocha vrstvy. Z těchto údajů byla dle vzorce 2.1 stanovena střední hodnota tloušťky intermetalické vrstvy MSL. O znění vzorce bylo dočteno v publikaci [23]. Vypočtené střední hodnoty tloušťky intermetalických vrstev byly rozděleny do tří skupin podle proudů a poté vyneseny do grafu 2.42.

$$MSL = \frac{A}{L} \quad (2.1)$$

MSL - průměrná tloušťka intermetalické vrstvy [μm]

A - plocha intermetalické vrstvy [μm^2]

L - délka intermetalické vrstvy [μm]



Obr. 2.42: Graf střední hodnoty tloušťky intermetalické vrstvy s chybovými úsečkami

Z grafu 2.42 je čitelné, že tloušťka intermetalické vrstvy na elektrodách rostla s rostoucím proudem. Bylo však dále zaznamenáno, že četnost výskytu intermetalických vrstev bylo v menší míře v případech průchodem proudu, však s větší tloušťkou těchto vrstev. Toto může potvrzovat předchozí tvrzení o větším shluku oblastí zrn ve struktuře.

Následným postupem bylo měření drsností intermetalických vrstev. K tomuto měření bylo provedeno zarovnání z horní strany od elektrody viz. obrázek 2.43 a až poté měření nejvyšších špiček pomocí programu ImageJ a dopočítání efektivní drsnosti povrchu intermetalických vrstev dle vzorce 2.2, o kterém bylo také zmíněno v publikaci [23]. Vypočtené hodnoty byly vyneseny do grafu 2.44.

$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Z_i^2} \quad (2.2)$$

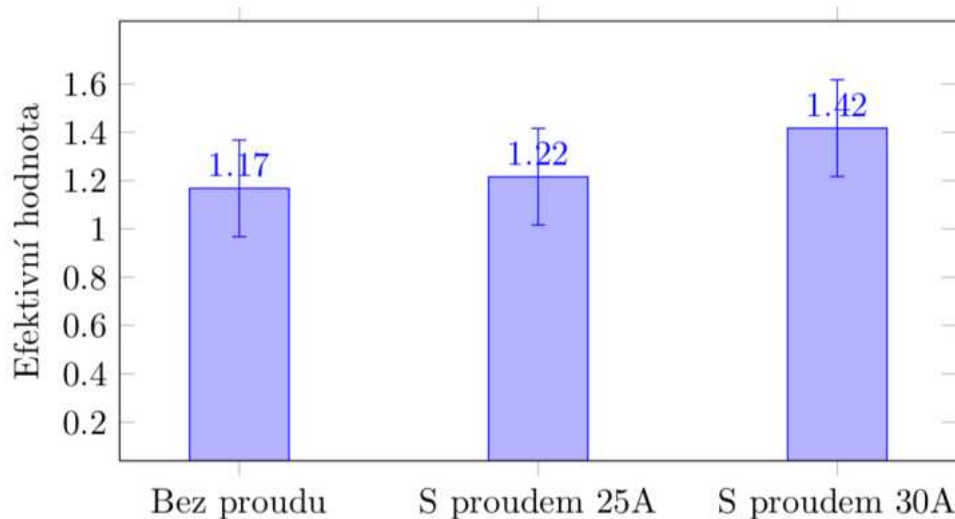
R_{rms} - efektivní drsnost povrchu intermetalické vrstvy

N - celkový počet měřených hodnot

Z - tloušťka intermetalické nerovnosti měřená od MSL



Obr. 2.43: Ukázka zarovnané intermetalické vrstvy ingotu(1) bez průchodu proudu na horní proudové elektrodě z vnější strany



Obr. 2.44: Graf efektivní hodnoty drsnosti intermetalické vrstvy s chybovými úsečkami

Z grafu efektivní hodnoty drsnosti 2.44 vyplývá, že drsnost roste se zvyšujícím se proudem. Z toho tedy plyne podobný závěr jako u tloušťky vrstev, však zde není tak radikální rozdíl, jako tomu bylo u grafu 2.42.

Závěr

V první části byla popsána základní teorie týkající se tématu pájecích slitin, jejich rozdělení a požadavky na pájecí slitiny a pájené spoje s primárním zaměřením na pájecí slitinu SAC305. Dále byl popsán proces tvorby krystalů a krystalizace, které probíhají v krystalických látkách a jsou v experimentu sledovány. Také byly shrnuty důležité materiály a významné jejich vlastnosti, které měly zásadní vliv na jejich výběr pro provedení experimentu. Dále byly teoreticky popsány metody, procesy a jevy, bez kterých by experiment nebyl dobře proveditelný.

Prvním cílem praktické části bakalářské práce bylo vytvoření vzorků ingotů pájecí slitiny SAC305 pro následné experimentální účely. Pro tvorbu vzorků byla vytvořena aparatura s topným tělesem pro roztavení materiálu. Pro aparaturu byly vybrány materiály, které vydržely nápor vysokých teplot a tím zajistily bezpečné provedení experimentu.

Při tvorbě vzorků bylo dbáno na stejné teplotní podmínky a čistotu materiálu i prostředí, aby nedošlo ke kontaminaci nežádoucích příměsí a nečistot a tím k znehodnocení dat. Byl také kladen důraz na stejnorodost vzorků tak, aby experiment měl vypovídající výsledky a daly se porovnávat jednotlivé vzorky mezi sebou. Proto byla v průběhu tvorby ingotů hlídána teplota a vlhkost v místnosti.

Po vytvoření ingotů byly vzorky váženy a váhy ingotů i elektrod zaznamenávány. Váha jednoho ingotu (pouze SAC305) se pohybovala od 80g do 84g. Váha elektrod byla u všech ingotů nastavena na 17g. Bylo vytvořeno celkem 7 ingotů pájky, které byly vytvořeny při podmínce bez průchodu proudu, s průchodem proudu 25A a s průchodem proudu 30A. Vzorky ingotů bez průchodu proudu byly vytvořeny tři, z toho jeden pro účely testování leptadel. Ingoty s průchodem proudu 25A byly vytvořeny dva a s průchodem proudu 30A byly vytvořeny také dva ingoty.

Dalším experimentálním cílem bylo zpracování jednotlivých ingotů, aby bylo možné sledovat strukturu a další mechanismy jako jsou například intermetalické vrstvy a elektromigrace. Zpracování bylo obtížné z hlediska jejich velikosti 13cm. Bylo náročné odebírat materiál v každé části ingotu stejně a nenarušit strukturu ingotů. Proto bylo vyhodnoceno použití ruční metody, oproti broušení na stroji, jako nejlepší varianta. To samé bylo vyhodnoceno při použití diamantových past. U past bylo nutné provádět leštění povrchu v různých směrech, aby se zaleštily všechny ostré hrany a bylo možné vzorky dobře vyleptat. V průběhu broušení a leštění byly zaznamenány mechanismy elektromigrace a intermetalů, které se vyskytovaly ve větším měřítku u proudových elektrod ingotů s průchodem proudu, tak jak bylo předpovídáno díky protékajícímu proudu.

K další úpravě vzorku bylo použito leptání, které je velmi závislé na povrchové úpravě materiálu. Proto byl po více neúspěšných pokusech leptání vytvořen vzorek, díky kterému bylo testováním vyhodnoceno nejvhodnější leptadlo $Ethanol + HNO_3 + HCl$ s dobou leptání 40 vteřin až 1 minuta.

Při závěrečném sledování struktury byl potvrzen vliv průchodu proudu na tvorbu krystalické struktury a uspořádání oblastí zrn. Oblasti zrn jsou v případě průchodu proudu výrazně větší a více odseparovány. Tento výsledek může mít vliv na menší křehkost materiálu a lepší vodivost, díky menšímu množství intermetalických vrstev ve struktuře materiálu. Dále byla v oblasti elektrod zaznamenána větší hustota krystalizace a zrn $\beta - Sn$.

Z výsledků sledování a měření intermetalických vrstev na proudových elektrodách bylo zjištěno, že u ingotů bez proudu má intermetalická vrstva největší četnost a je téměř po celé délce proudových elektrod, avšak její střední hodnota výšky intermetalické vrstvy je $2,79 \mu m$, což je menší hodnota oproti ingotům s proudem. Střední hodnota u ingotů s proudem 25A je $2,95 \mu m$ a u ingotů s proudem 30A je $4,84 \mu m$. Však u ingotů s proudem se intermetalická vrstva vyskytovala s menší četností.

Další výsledky z měření efektivní hodnoty drsnosti intermetalické vrstvy, u které nenastaly tak velké rozdíly mezi kategoriemi. Efektivní hodnota drsnosti bez proudu byla vypočítána na 1,17, u ingotů s proudem 25A na 1,22 a u ingotů s proudem 30A na 1,42.

Výsledky této práce rozšířily povědomí o nových možných úpravách pájecích slitin při procesu tuhnutí, zlepšení jejich materiálových vlastností a napomohla k následnému podrobnějšímu zkoumání tuhnutí pájecích slitin při průchodu elektrickým proudem.

Literatura

- [1] COPTTEL. *Pájecí slitiny; slitiny* — *coptel.cz* [<https://coptel.cz/mod/page/view.php?id=6670>]. 2019. [Accessed 16-11-2023].
- [2] ONEINDUSTRY. *Pájení - oneindustry – průmyslový portál, výroba a technologie* — *oneindustry.cz* [<https://www.oneindustry.cz/lexikon/pajeni/>]. 2021. [Accessed 28-11-2023].
- [3] ESHOP. *Tyčová pájka SAC 305 Bezolovo* — *esdshop.cz* [<https://www.esdshop.cz/catalog/product/67-Tycova-pajka-SAC-305-Bezolovo/>]. 2023. [Accessed 31-01-2024].
- [4] S.R.O., Abetec. *Pájený spoj | SMTcentrum* *smtcentrum.cz* [<https://www.smtcentrum.cz/pajeny-spoj-pajitelnost/pajeny-spoj/>]. 2017. [Accessed 05-05-2024].
- [5] LAČNÝ, Bc. Radek. *Elektrická vodivost pájeného spoje a vliv na spolehlivost* [https://www.vut.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=28822#page15]. 2010. [Accessed 05-05-2024].
- [6] VÁVRA V., LOSOS Z. *Mineralogy Database* — *webmineral.com* [<http://www.webmineral.com/>]. 2013. [Accessed 02-11-2023].
- [7] BIELER, Thomas Rector. *Correlation Between Sn Grain Orientation and Corrosion in Sn-Ag-Cu Solder Interconnects* [https://www.researchgate.net/figure/b-Sn-crystal-structure_fig1_225742204]. 2011. [Accessed 06-05-2024].
- [8] SLANÉM, Vlastivědné muzeum ve. *Krystaly – Království soli – Muzeum Slaný - muzeumslany.cz* [<https://www.muzeumslany.cz/objekty-a-expozice/expozice-soli/s7>]. 2024. [Accessed 05-05-2024].
- [9] CALLISTER, William D; RETHWISCH, David G. *Materials Science and Engineering*. 10. vyd. Nashville, TN: John Wiley & Sons, 2017.
- [10] QUARTZ. *The Quartz Page: Quartz Structure* — *quartzpage.de* [http://www.quartzpage.de/gen_struct.html]. [B.r.]. [Accessed 20-11-2023].
- [11] MERTLIK, B. *Kanthal* – *Wikipedie* — *cs.wikipedia.org* [<https://cs.wikipedia.org/wiki/Kanthal>]. 2023. [Accessed 20-11-2023].
- [12] OLLIVER. *Four-terminal sensing* - *Wikipedia* — *en.wikipedia.org* [https://en.wikipedia.org/wiki/Four-terminal_sensing]. 2023. [Accessed 20-11-2023].
- [13] E-SHOP, Můj. *Diamantové a karbidové nástroje | Dimapa.cz* — *dimapa.cz* [<https://www.dimapa.cz/>]. 2023. [Accessed 31-01-2024].

- [14] DIAMA. *Lapovací a leštící pasty* [<http://www.diama.cz/www1/index-17.html>]. 2009. [Accessed 31-01-2024].
- [15] MUSÁLEK, Tomáš. *Příprava nanostruktur pomocí mokrého chemického leptání* [https://www.vut.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=87043#page41]. 2014. [Accessed 11-02-2024].
- [16] ELUC. *Elektronická učebnice* [<https://eluc.ikap.cz/verejne/lekce/1415#>]. 2014. [Accessed 11-02-2024].
- [17] TĚŠÍK, Jan. *Příprava mikro- a nanostruktur pomocí rozdílných leptacích metod* [https://www.vut.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=105013]. 2015. [Accessed 05-05-2024].
- [18] JURÁK, Karel; NEJEZCHELBOVÁ, Zuzana. *ElektroMigrace v elektronice ; Terminologie — dps-az.cz* [<https://www.dps-az.cz/clanky/id:42463/elektromigrace-v-elektronice-terminologie>]. 2016. [Accessed 15-02-2024].
- [19] HRABÁK, Petr. *Vznik a růst intermetalických sloučenin u bezolovnatých pájených spojů* [https://otik.uk.zcu.cz/bitstream/11025/15300/1/BP_Hrabak.pdf]. 2014. [Accessed 06-05-2024].
- [20] SKÁCEL, Josef; OTÁHAL, Alexandr; SZENDIUCH, Ivan. Influence of Electric Current at Solidification of Solder. In: *2019 42nd International Spring Seminar on Electronics Technology (ISSE)*. 2019, s. 1–5. Dostupné z DOI: 10.1109/ISSE.2019.8810308.
- [21] EL-TAHER, AM. *Investigating the influence of rotating magnetic field (RMF) on intermetallic compound crystallization, thermal and mechanical properties in lead-free Sn-Ag-Cu solder alloys during solidification — sciencedirect.com* [<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2352492824009838>]. 2024. [Accessed 22-05-2024].
- [22] YU-QIN WU, Ze-an Tian. *Effect of magnetic field on microstructure and property of Ag-Sn solder alloys — sciencedirect.com* [<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0167577X2101212X>]. 2021. [Accessed 22-05-2024].
- [23] ALEXANDR OTÁHAL, Ivan Szendiuch. *Influence of heat flow direction on solder ball interfacial layer — sciendo.com* [<https://sciendo.com/article/10.2478/jee-2018-0043?tab=abstract>]. 2018. [Accessed 24-05-2024].
- [24] KANTHAL. *KanthalAE; — kanthal.de* [<https://www.kanthal.de/produkte-und-dienstleistungen/material-datasheets/wire/na/kanthal-apmt/>]. [B.r.]. [Accessed 20-11-2023].

- [25] ŘASA, Jaroslav. *Strojírenská technologie 3/2.díl*. 1. vyd. CZ: Scientia, 2005.
- [26] LIU, Yang; MEERWIJK, Joost; LIANGLIANG, Luo; ZHANG, Honglin; SUN, Fenglian; YUAN, Cadmus; ZHANG, G.Q. Formation and evolution of intermetallic layer structures at SAC305/Ag/Cu and SAC0705-Bi-Ni/Ag/Cu solder joint interfaces after reflow and aging. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 2014, roč. 25. Dostupné z DOI: 10.1007/s10854-014-2257-8.

3 Přílohy

Tato příloha obsahuje fotky všech vzorků ingotů po leptání.



Obr. 3.1: 1. ingot bez průchodu proudy



Obr. 3.2: 2. ingot s průchodem proudy 25A



Obr. 3.3: 3. ingot s průchodem proudy 30A a po 5 min. 25A



Obr. 3.4: 4. ingot bez průchodu proudu (zničeny leptáním)



Obr. 3.5: 5. ingot s průchodem proudu 25A



Obr. 3.6: 6. ingot s průchodem proudu 30A a po 5 min. 25A