



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA ELEKTROTECHNIKY
A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ**

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

**APLIKACE REAKTIVNÍCH NANOČÁSTIC DO SAC PÁJECÍ
PASTY**

REACTIVE NANOPARTICLES APPLICATION TO SAC 305 SOLDER PASTE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Jan Matras

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jiří Starý, Ph.D.

BRNO 2018

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Elektrotechnická výroba a materiálové inženýrství**

Ústav elektrotechnologie

Student: Bc. Jan Matras

ID: 162173

Ročník: 2

Akademický rok: 2017/18

NÁZEV TÉMATU:

Aplikace reaktivních nanočástic do SAC pájecí pasty

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Prostudujte odbornou literaturu zabývající se vlivem nanočástic na vlastnosti SAC pájecích past. Rešeršním způsobem vyhodnoťte vliv reaktivních nanočástic na smáčecí charakteristiky, pevnost pájeného spoje a formování intermetalické sloučeniny.

Prověřte dostupnost Ni, Co a Ge reaktivních nanočástic.

Navrhněte a zpracujte metodiku přípravy a zkoušení vybraných vlastností pájecích past s nanočásticemi.

Podle norem proveďte základní testy s komerčně dostupnými pájecími pastami SAC 305, SAC s příměsí Ni a Ge a s pájecí pastou SAC s nanočásticemi. Porovnejte tyto vlastnosti.

Pájecí pasty natiskněte na zkušební DPS, osadte rezistory a zapájejte doporučeným teplotním profilem. Proměřte pevnostní a elektrické charakteristiky pájených spojů s rezistory na zkušební DPS.

Vyhodnoťte dosažené výsledky.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

Termín zadání: 5.2.2018

Termín odevzdání: 22.5.2018

Vedoucí práce: Ing. Jiří Starý, Ph.D.

Konzultant:

doc. Ing. Petr Bača, Ph.D.
předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové 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

Tato práce se zabývá tématem reaktivních nanočástic a jejich přimíchávání do pájecí pasty, které také blíže popisuje. Podrobněji popisuje vlastnosti jednotlivých pájecích slitin. Vysvětluje vznik intermetalických vrstev při procesu pájení a zkoumá jejich strukturu. Dále se zaměřuje na vyhodnocování a metodiku zkoušek vlastností pájecích past. V praktické části se provádí jednotlivé testy s PF606 a PF610 pájecí pastou.

KLÍČOVÁ SLOVA

Pájecí pasta, nanočástice, SAC305, PF606, PF610, slump test, prvková analýza

ABSTRACT

This work is a research on the topic of reactive nanoparticles and their agitation into the solder paste, which it also describes. It describes in detail the properties of each solder alloys. It explains the creation of intermetallic layers in the soldering process and examines their structure. It also focuses on the evaluation and methodology of testing the properties of solder pastes. In the practical part, individual tests are performed with PF606 and PF610 solder paste.

KEYWORDS

Solder paste, nanoparticles, SAC305, PF606, PF610, slump test, elemental analysis

MATRAS, J. *Aplikace reaktivních nanočástic do SAC pájecí pasty*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2018. 69 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Jiří Starý, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma Aplikace reaktivních nanočástic do SAC pájecí pasty jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové 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 diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové 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 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.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Jiřímu Starému, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé diplomové práce. Dále děkuji Ing. Pavlu Čudkovi, Ph.D. za využití elektronového mikroskopu a firmě NeVo za poskytnutí vzorků pájecích past.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

OBSAH

Úvod	8
1 Pájecí pasta	9
2 Bezolovnaté pájecí slitiny	12
2.1 Pájecí slitina SAC	12
2.2 Pájecí slitina SN100C	14
2.3 Pájecí slitina SnBi	15
3 Intermetalické vrstvy	16
4 Nanočástice	18
4.1 Nanočástice niklu	18
4.2 Nanočástice germania	20
4.3 Nanočástice kobaltu	20
4.4 Manipulace s nanočásticemi	21
5 Výsledky rešerše	22
6 Metodika zkoušek	23
6.1 Zkouška smáčivosti (Wetting test)	23
6.2 Zkouška sedavosti (Slump test)	23
6.3 Solder ball test	25
6.4 Prvková analýza	26
7 Praktická část	28
7.1 Příprava vzorků	28
7.2 Solder ball test	30
7.2.1 PF606	31
7.2.2 PF606 + Co	32
7.2.3 PF606 + Ni	33
7.2.4 PF606 + Ni + Co	34

7.2.5	PF610	35
7.3	Cold slump test	36
7.4	Hot slump test	41
7.5	Wetting test	43
7.6	Mikrovýbrus a prvková analýza	49
7.6.1	PF606	51
7.6.2	PF606 + Co	52
7.6.3	PF606 + Ni	53
7.6.4	PF606 + Ni + Co	54
7.6.5	PF610	56
7.7	Elektrické zkoušky	57
7.8	Zkouška stříhem	59
8	Dosažené výsledky	60
	Závěr	62
	Literatura	64
	Seznam symbolů, veličin a zkratk	66
	Seznam obrázků	67
	Seznam tabulek	69

ÚVOD

Z důvodu toxicity olova v pájkách se postupně začalo od olovnatých pájek upouštět a bylo zapotřebí vyvinout takové pájky, které by měly nejlépe stejné nebo podobné vlastnosti jako pájky olovnaté. Bezolovnaté pájky se většinou skládají ze dvou až čtyř slitin prvků, které ovlivňují jednotlivé vlastnosti pájky. Tyto pájky jsou víceméně založeny na cínu. Každý prvek má své výhody a nevýhody např. stříbro, které kladně ovlivňuje smáčivost, ale na druhou stranu způsobuje zrnitost a důlky na povrchu spoje. Avšak tyto sloučeniny nedosahují vlastností srovnatelnými s pájecími slitinami založenými na olovu. Proto se průmysl snaží tyto pájecí slitiny neustále zlepšovat.

Jedním a vcelku novým způsobem zlepšováním pájecích slitin je přimíchávání nanočástic do pájecích past. Tyto nanočástice ve správném množství ovlivňují chování pájky před, během a po přetavení. Vlastnosti těchto nanočástic jsou shrnuty v teoretické části této práce. Praktická část se zaměřuje na testování vlastností pájecích past, které se mění po přimíchávání nanočástic.

1 PÁJECÍ PASTA

Pájecí pasta se používá pro strojní vysokoobjemové pájení. Používá se pro pájení přetavením, což je ve své podstatě alternativa pro pájení vlnou. Pájecí pasta se používá pro zapájení SMD součástek a lze ji i využít pro pájení vývodových součástek. Jelikož se stále více vyvíjejí čím dál hustěji osazené desky, využívá se pájení přetavením. Pro nanesení pasty na DPS se používají buď síta, nebo šablony. Při tisku pasty je důležité dodržovat správné parametry tisku, aby se na plošky DPS nanaslo dostatečné množství pasty potřebné pro osazení a zapájení součástek. Po natisknutí pasty se na plošky usadí SMD součástky. Pasta je dostatečně lepivá a má takové povrchové napětí, že součástky samy drží na svých místech a poté se osazená DPS umístí do přetavovací pece na přetavení. Samotný teplotní profil pece závisí na složení pájecí pasty. Pasta je složena ze zrn práškovité pájky, tavidla (tvoří asi 10 - 12% hmotnosti celé pasty), rozpouštědla, aktivátorů a reologických modifikátorů.

Práškovitá pájka může být s obsahem nebo bez obsahu olova. Kvůli toxicitě olova v pájkách se postupně začalo od olovnatých pájek upouštět a bylo zapotřebí vyvinout takové pájky, které by měly nejlépe stejné nebo podobné vlastnosti jako pájky olovnaté. Bezolovnaté pájky se většinou skládají ze dvou až čtyř slitin prvků, které ovlivňují jednotlivé vlastnosti pájky. Každý prvek má své výhody a nevýhody, např. stříbro, které kladně ovlivňuje smáčivost, ale na druhou stranu způsobuje zrnitost a důlky na povrchu spoje. Nejčastěji se v bezolovnatých pájkách vyskytuje cín, který je ve slitině přítomen více jak 70%, dále se používá stříbro, měď, nikl a další vzácné kovy. Velikou nevýhodou bezolovnatých pájek oproti pájkám obsahujícím olovo je teplota tavení. Nárůst teploty tavení je tak razantní, že při procesu pájení dochází k deformaci desky a k poškození součástek. Proto se musel upravit pájecí proces o další krok předehřevu, aby nedocházelo k teplotnímu šoku.

Samotná zrna pájky mohou nabývat různých velikostí. Jednotlivé velikosti zrn jsou uvedeny v Tab. 1.1 Velikosti zrn pájky v pájecí pastě [1] Tab. 1.1. Zrna jsou rozdělena na 6 typů. V současnosti se typ 1 a 2 téměř nepoužívá, jelikož zrna jsou příliš velká pro síta, která se používají při tisku pasty na DPS. Nejčastěji se používají zrna o velikosti typu 3 a 4. Trendem v této oblasti je používání stále menších druhů zrn, z důvodu stále hustšího osazení DPS a menších apertur.

Výroba těchto zrn pájky probíhá způsobem zvaným atomizace pájecí slitiny. Existuje několik možných způsobů jak atomizovat pájecí slitinu, avšak základem je vždy roztavená pájka v zásobníku, která pomalu odkapává přes trysku do komory, kde je rozprášena na kuličky pájky. Jednou z komerčně používaných metod je atomizace pomocí plynu. Pájka, která odkapává ze zásobníku, je bombardována proudem inertního

plynu a je rozprášena do okolí. Kulíčky pájky vychladnou a ztuhnou ještě před dopadem na stěnu komory. Poté jsou vysáty extraktorem pryč z komory a putují na síta, která je roztřídí podle požadované velikosti. Další nekomerční metodou je, že pájka odkapává na disk rotující vysokou rychlostí a při dopadu je pájka rozmetána do okolí, kdy za letu kapičky tuhnou a utvářejí kulíčky pájky. Velikost částic závisí na rychlosti otáčení disku a rychlosti odkapávání pájky. Ovšem nachází se zde jeden velký problém. Čím menší zrna pájky, tím mají větší povrch v závislosti k jednotkovému objemu a tudíž jsou náchylnější k oxidaci.

Kategorie	Žádné větší než	Méně než 1% větší než	Minimálně 80% mezi	Maximálně 10% menší než
Typ 1	160 μ	150 μ	150 - 75 μ	20 μ
Typ 2	80 μ	75 μ	75 - 45 μ	20 μ
Typ 3	50 μ	45 μ	45 - 25 μ	20 μ
Typ 4	40 μ	38 μ	38 - 20 μ	20 μ
Typ 5	30 μ	25 μ	25 - 15 μ	15 μ
Typ 6	20 μ	15 μ	15 - 5 μ	5 μ

Tab. 1.1 Velikosti zrn pájky v pájecí pastě [1]

Pro zajištění pájitelnosti, spolehlivosti a kvality spoje se používají různé druhy tavidel. Tyto látky se začaly v průmyslu používat, protože znatelně zlepšují smáčivost pájeného spoje vzhledem k tomu, že očišťují povrch pájecí plošky od nečistot, jako jsou oxidy, mastnota a další nečistoty. Tyto nečistoty by měly vliv na nedokonalé roztečení roztavené pájky. Tavidlo při zahřátí zvyšuje povrchové napětí pájeného povrchu a tím zvyšuje smáčivost povrchu. Tavidla se vyrábějí jak v tuhém a kapalném skupenství, tak i v plynném.

Funkce tavidla:

- fyzikální: Zlepšuje přenos tepla a odstraňuje nečistoty a reakční produkty z povrchu pájených ploch a zlepšuje roztékavost pájky,
- chemická: Odstraňuje oxidy, mastnotu a brání reoxidaci povrchu pájené plochy.

Tavidlo se skládá ze čtyř hlavních komponent: nosiče, rozpouštědla, aditiva a aktivátoru. Tavidlový nosič se dělí na tři druhy podle složení a to na přírodní pryskyřici, syntetickou pryskyřici a organickou kyselinu. Rozpouštědla v tavidle mohou být založena na organické bázi s obsahem alkoholu a tavidlo se poté označuje VOC (Volatile Organic Compounds) nebo na anorganické bázi bez alkoholu s označením VOC FREE. V tavidlech se používají různé druhy aditiv pro specifické operace, například pro pájení

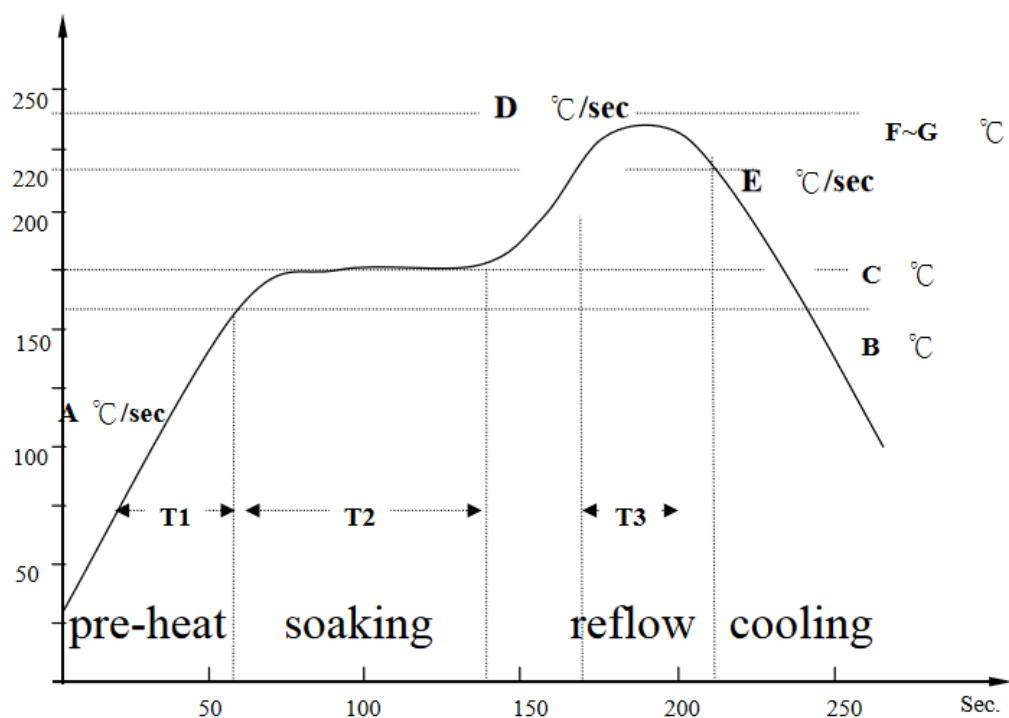
vlnou se používají stabilizátory pěny a antishlukovací činidla. Pomocí aktivátorů, které se skládají z různých druhů kyselin, dosahujeme dobrých pájecích výsledků. Tavidlo jako takové se zejména v pastě podílí na chování pasty během tisku a po jejím natisknutí.

Reologické modifikátory jsou látky, které v pájecí pastě ovlivňují, jak se pasta chová při tisku. Určují vlastnosti pasty v tečení, v deformaci pod tlakem při tisku a v lepivosti, to znamená, jak dokáže pasta držet součástku na určeném místě po dobu celého přetavovacího procesu. [1] [2]

2 BEZOLOVNATÉ PÁJECÍ SLITINY

2.1 Pájecí slitina SAC

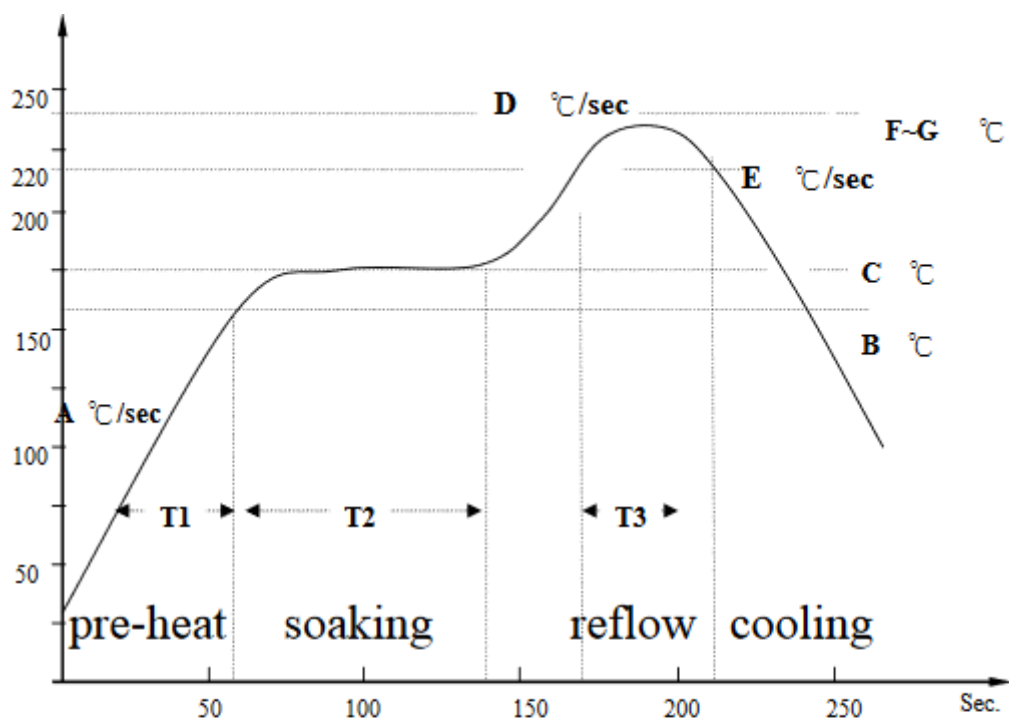
Jedním z hlavních reprezentantů bezolovnatých pájek je SAC pájka, která se skládá z cínu, stříbra a mědi. Tyto tři prvky se kombinují v různých poměrech, avšak nejčastějším je pájka s označením SAC 305, která obsahuje 96,5 % Sn, 3 % Ag a 0,5 % Cu nebo také SAC 405 s 95,5 % Sn, 4 % Ag a 0,5 % Cu. Je to pájka eutektická, to znamená, že má pevný bod přechodu z pevného skupenství do kapalného. Její teplota tavení je 217 °C, což je o 34 °C víc než u olovnaté pájky, a je spíše vhodná pro pájení přetavení. SAC pájka se svými vlastnostmi nejvíce blíží pájce olovnaté. Výhoda této pájky je, že má nižší teplotu tavení než pájka SN100C a to hlavně díky stříbru. Dále se dá pájet i bez ochranné atmosféry a méně kontaminuje pájecí pece. Na Obr. 2.1 je znázorněn pájecí profil typické pájky SAC305. [3]



A: ramp up rate during preheat:	1.0~3.0 °C/sec
B~ C : soaking temperature:	155~185 °C
D: ramp up rate during reflow:	1.2~2.3 °C/sec
E: ramp down rate during cooling:	1.0~6.0 °C/sec
F~G : peak temperature:	230~250 °C
T1: preheat time:	50~80 sec
T2 : dwell time during soaking:	60~120 sec
T3 : time above 220 °C :	30~100 sec

Obr. 2.1 Přetavovací profil typické SAC pájky[4]

V této práci se budeme také zabývat pájecí slitinou, která má velmi blízko ke klasické pájce SAC305. Nazývá se PF610 a její složení je téměř totožné s tím, které má již zmiňovaná pájka SAC305, jen jsou navíc přítomny příměsi niklu 0,06 % a germania 0,005 %. Její pájecí profil včetně teplot a časů je znázorněn na Obr. 2.2.



A: ramp up rate during preheat:	1.0~3.0 °C/sec
B~ C : soaking temperature:	155~185 °C
D: ramp up rate during reflow:	1.2~2.3 °C/sec
E: ramp down rate during cooling:	1.0~6.0 °C/sec
F~G : peak temperature:	230~250 °C
T1: preheat time:	50~80 sec
T2 : dwell time during soaking:	60~120 sec
T3 : time above 220 °C :	30~100 sec

Obr. 2.2 Přetavovací profil PF610 [5]

2.2 Pájecí slitina SN100C

Pájecí slitina SN100C je druhou nejpoužívanější bezolovnatou slitinou. Nejčastější složení pájky SN100C je Sn 99,3 % a Cu 0,7 %. Oproti se SAC305 se v pájce nevyskytuje stříbro, což znamená, že je pájka levnější, avšak má vyšší bod tavení, a to 227 °C. To je o 44 °C více než u pájky olovnaté. Další výhodou je, že je pájka tvrdší, méně koroduje a má lepší smáčecí charakteristiky.

2.3 Pájecí slitina SnBi

Dalším zástupcem bezolovnatých pájecích slitin je bizmutová pájka. Jedná se o pájku s velice nízkou teplotou tavení. Tato pájecí slitina eutektivkého složení 37 % Sn a 63 % Bi přechází do liquidu při 139 °C. Pájka je určena zejména pro spotřební elektroniku. Vyznačuje se hlavně svou pevností a křehkostí. Pájka se nejčastěji skládá ze 37 % Sn a 63 % Bi. U těchto pájek při pájení vznikají velmi tenké intermetalické vrstvy. Proto jsou extrémně náchylné na mechanické poškození, například na vibrace. Tato pájecí slitina se zejména používá při aplikacích, které by nevydržely pájení při vyšších teplotách.

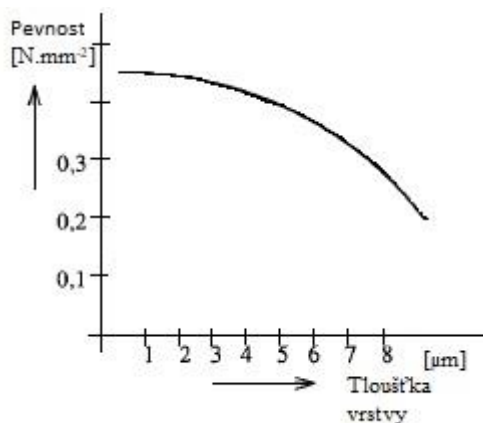
3 INTERMETALICKÉ VRSTVY

Intermetalické vrstvy vznikají na rozhraní mezi substrátem a pájecí slitinou a ovlivňují spolehlivost pájeného spoje. Při procesu pájení je ploška vystavena roztavené pájce. Na rozhraní mezi liquidem a solidem vznikají intermetalické sloučeniny (IMC) dvou nebo více kovů a dochází ke změně chemického složení a vytvoření chemických vazeb. Roztavená pájka je pro většinu kovů agresivním rozpouštědlem. Proto je dobré co nejvíce zkrátit dobu samotného pájecího procesu, aby nedocházelo k vytváření příliš silných intermetalických vrstev, které mají jiné vlastnosti než použité kovy při pájení. U samotného utváření pájeného spoje a intermetalických vrstev je také důležitý způsob ochlazování. Při samotném ochlazování probíhá totiž proces krystalizace. Intermetalické vrstvy se nevytvářejí pouze při pájení, ale i v průběhu života celého pájeného spoje. Za pokojové teploty totiž probíhá difúze jednotlivých atomů kovů. Tyto intermetalické vrstvy v podstatě potvrzují, že došlo k vytvoření pájeného spoje. Ovšem když se podíváme na pájený spoj jako takový, tak jsou intermetalické vrstvy tím nejkřehčím místem celého spoje. Proto při mechanickém poškození vzniká nejčastěji prasklina právě v místech, kde se tyto kovy mísí.

Difúze pájky do tuhého kovu pájecí plošky závisí na nepravidelnostech v krystalové mřížce jednotlivých kovů. Čím větší je hustota poruch v krystalové mřížce, tím větší je difúze. Zejména u vícesložkových pájek se určuje hloubka difúzní vrstvy, od které se poté odvíjí samotná rychlost difúze. Dále difúze závisí na teplotě, protože čím větší je teplota, tím víc jednotlivé atomy v krystalové mřížce kmitají a tím pádem se rychleji přesouvají z jedné mřížky do druhé.

Vlastnosti jednotlivých sloučenin se od svých základních prvků, ze kterých vycházejí, můžou velice lišit.

- krystaly těchto sloučenin jsou téměř vždy křehké,
- vodivost IMC je horší než konduktivita kovů, ze kterých vycházejí,
- struktura IMC je odlišná od svých složek.



Obr. 3.1 Graf pevnosti spoje v závislosti na tloušťce IMC

Protože se tato práce bude zabírat hlavně pájením bezolovnatých pájek, je důležité zmínit, že u bezolovnatých pájek vzniká silnější IMC oproti olovnatým pájkám. Je to zejména proto, že se v pájce vyskytuje více cínu, vyšší teplotou pájení a také i dobrou pájením. Tato změna procesu pájení navýšila tloušťku IMC vrstvy o 20 % - 100 %, to znamená z 1,4 μm na 1,7 μm – 2,9 μm. Ovšem v některých případech může být pevnost ve střihu vyšší u bezolovnatých pájek než u olovnatých. Hlavními sloučeninami, které se ve spoji objevují, jsou Cu_3Sn a Cu_6Sn_5 . [6] [7]

4 NANOČÁSTICE

Pro zlepšení vlastností jednotlivých pájecích slitin se začínají do pájecích slitin přidávat aditiva, která upravují pevnost, smáčivost, roztékavost a další atributy pájek. V poslední době se do pájecích past přidávají nanočástice. Tyto nanočástice můžeme rozdělit na reaktivní, inertní a kombinované. Reaktivní nanočástice se skládají zejména z čistých kovů, jako je měď, zinek, stříbro, nikl, kobalt a další, které se aktivně podílejí na procesu pájení a zasahují do tvorby intermetalické vrstvy. Inertní nanočástice se skládají většinou z oxidů a karbidů a nepodílejí se na tvorbě pájeného spoje. Slouží spíše jako výztuž, která zvyšuje odolnost a pevnost spoje. Kombinované nanočástice jsou nejčastěji složeny z uhlíkového “jádra“, což je například uhlíková nanotrubička a jsou potaženy reaktivním povlakem, případně i naopak, kdy reaktivní nanočástice je potažena uhlíkem, aby se zabránilo její oxidaci.

Samotné nanočástice se vyrábějí mnoha způsoby, např. metodou mletí nebo budováním celé nanočástice po atomech metodou sol-gel.

Nanočásticí se rozumí částice o velikostí od 1 nm do 100 nm. V této práci se zejména budeme zabírat nanočásticemi niklu, germania a kobaltu dodávané firmou Sigma Aldrich s.r.o. [9]

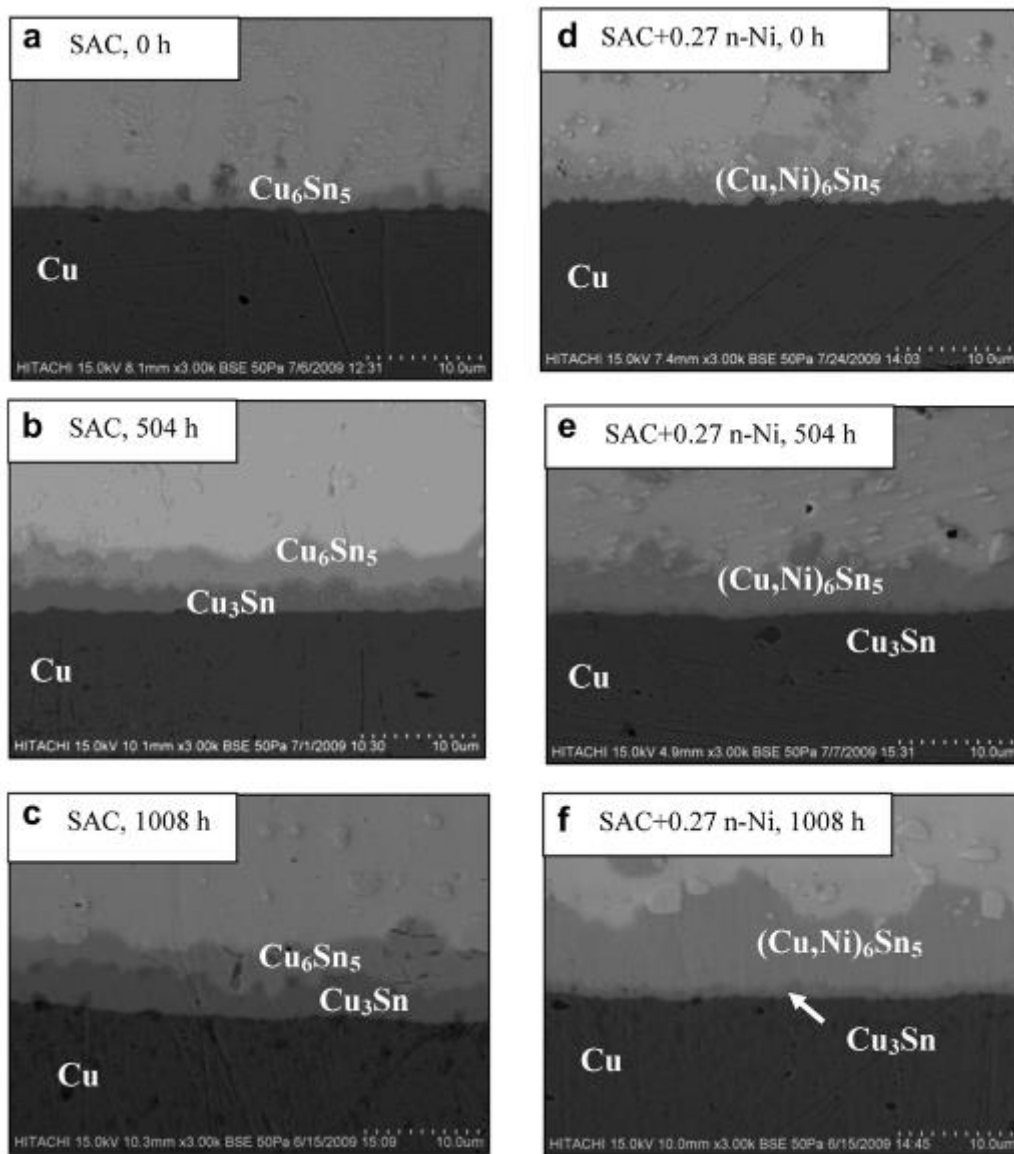
4.1 Nanočástice niklu

Nanočástice niklu se začaly přidávat do pájecí pasty teprve nedávno a bylo prokázáno, že zlepšují vlastnosti bezolovnatých pájek. Zde jsou jednotlivé vlastnosti niklu, které se projevují při pájení:

- Žádná rozpustnost v tuhé fázi
- Tvoří intermetalické sloučeniny
- Předchází cínovým whiskerům
- Zabraňuje přimíchávání starších částí pájky
- Redukuje Cu leaching (vyučování mědi do pájky)

Jelikož se jedná o reaktivní nanočástice, tak se tyto částice přímo podílejí na tvorbě intermetalické vrstvy a to tím způsobem, že vytváří sloučeniny s cínem a mědí. Intermetalická vrstva je poté pevnější až o 80 % oproti pájce bez nanočástic (konkrétně

se bavíme o pájce SAC305 s a bez nanočástic). Je to hlavně způsobeno tím, že je celá oblast intermetalických sloučenin tenčí. Menší tloušťka je způsobena tím, že je potlačena tvorba Cu_3Sn vrstvy. Dalším pozitivem nanočástic niklu je, že se utlumuje nárůst intermetalických vrstev v průběhu času. Na Obr. 4.1 lze vidět jednotlivé rozdíly v růstu intermetalických vrstev SAC pájky po přetavení, po 504 hodinách a 1008 hodinách.



Obr. 4.1 Rozdíly růstu IMC u SAC pájky s a bez nanočástic niklu [12]

Ovšem nanočástice niklu přimíchané do pájecí pasty zhoršují roztékavost pasty a samotný smáčecí úhel a mírně, téměř zanedbatelně, zvyšují teplotu přetavení pasty. Dalším rizikem je, že se nanočástice můžou shlukovat a tím způsobovat nehomogenitu pájecí pasty a při přetavení můžou způsobovat voidy ve výsledném pájeném spoji.

Aby měly tyto částice potřebný účinek, je třeba jich vmíchat do pájecí pasty správné

množství. Toto množství ovšem nebude příliš velké, protože i malá koncentrace nanočástic dokáže razantně ovlivnit vlastnosti pájky. Pro dosažení co nejlepších výsledků se do pasty přimíchává 0,4 hm. % - 2 hm. %. Příliš velké množství by totiž velmi ovlivňovalo roztékání pasty a smáčecí úhel. [8] [10] [11] [12]

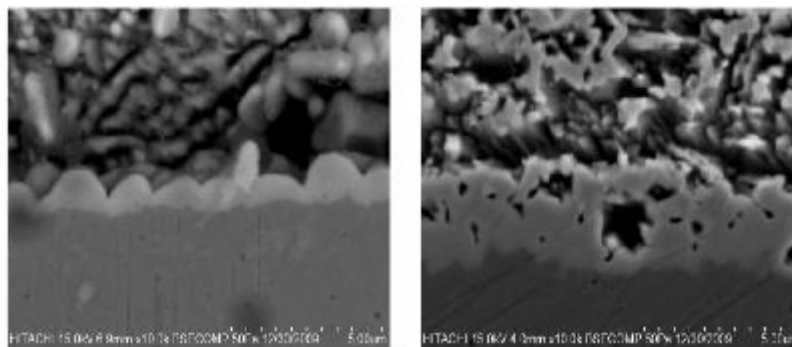
4.2 Nanočástice germania

Germanium ve formě nanočástic se v pájení příliš nepoužívá. Je to dáno hlavně komplikovanou výrobou a její cenou. Nanočástice germania se využívají hlavně při výrobě tranzistorů. Dále se germanium hojně využívá ve zdravotnictví. Avšak je známo, že samo germanium má pozitivní vlastnosti na pájecí slitinu: [8]

- snižuje povrchové napětí pájky,
- snižuje tvorbu odpadní strusky,
- vykazuje méně povrchové oxidace,
- zvyšuje pevnost v tahu,
- podporuje formování metalické struktury,
- snižuje vývoj mikrotrhlin.

4.3 Nanočástice kobaltu

Nanočástice kobaltu se v pájecí pastě projevují tak, že nepatrně zvyšují teplotu přetavení, zvětšují tloušťku intermetalických vrstev a výrazně zhoršují smáčecí úhel a roztékavost pasty. Naopak se jednoduše vmíchávají do struktury pasty a po přetavení jich zůstane více jak třetina zakomponována v přetavené pájce. Zbytek zůstává obsažen v tavidlových zbytcích. Nanočástice kobaltu zvyšují pevnost pájeného spoje. Množství přimíchaných nanočástic do pájecí pasty se pohybuje od 0,5 hm. % do 2 hm. %. Na Obr. 4.2 vlevo lze vidět intermetalické sloučeniny SAC pájky bez nanočástic kobaltu a vpravo s nanočásticemi. [8] [13]



Obr. 4.2 Pohled na IMC SAC pájky s a bez nanočástic kobaltu [13]

4.4 Manipulace s nanočásticemi

Manipulace s nanočásticemi ve formě prášku může být vysoce nebezpečná. Největší je riziko vdechnutí prášku, kdy se nanočástice dostanou do plic a mohou způsobit astma, rakovinu nebo chronickou obstrukční plicní nemoc (CHOPN). Vzhledem k tomu, že jsou nanočástice tak malé, tak se dokáží dostat k orgánům, které nejsou za normálních podmínek vystaveny vnějším vlivům. Nanočástice tak dokáží narušovat buněčné vazby, dostanou se skrz plíce do krevního oběhu a poté k dalším orgánům. Dokonce se mohou dostat do těla člověka i přes kůži. Proto je nutné zabezpečit prostředí, kde se bude člověk s tímto materiálem setkávat vhodným vzduchovým odsáváním, například digestoří. Operátor by měl být vybaven rukavicemi typu PPE kategorie 3. Doporučuje se, mít na ruku dvě vrstvy těchto rukavic, aby nedošlo k vniku nanočástic do těla skrz kůži. [14]

5 VÝSLEDKY REŠERŠE

Dle článků je zřejmé, že nejdůležitější je pastu s nanočásticemi dobře promíchat, aby vznikla homogenní směs, protože hrozí riziko, že se v pastě budou vyskytovat shluky nanočástic, které by mohly vytvářet vady v pájeném spoji. Nebo by dokonce mohla vzniknout situace, že se nanočástice v natisknuté pastě nebudou vůbec vyskytovat a pasta by neměla požadované vlastnosti.

Dalším důležitým parametrem je volba velikosti a množství samotných nanočástic. Příliš vysoké množství nanočástic může ovlivňovat smáčecí charakteristiky pájecí pasty. U nanočástic niklu se budeme pohybovat do 2 hm. % částic v pastě. U germaniových a kobaltových nanočástic bude toto množství ještě menší. Nejvyšší koncentrace těchto nanočástic by měla dosahovat 1 hm. %.

V praktické části budou tedy zkoušeny vzorky s různými koncentracemi nanočástic s tím, že se vynasnažíme dosáhnout stejných, či lepších charakteristik než u pasty, která už má v sobě pájecí slitinu s příměsemi germania a niklu.

6 METODIKA ZKOUŠEK

Metodika zkoušek pájecích past se řídí normou IPC – TM – 650. Každá zkouška v této normě má jasně stanovený postup, materiál, který má být použit, popřípadě i vzory výsledků, které určují, zda jsou měřené vzorky přípustné, či nikoliv.

Práce se hlavně zabývá zkouškou smáčivosti (wetting test), zkouškou sedavosti (slump test) a zkouškou tvorby kuliček pájky (solder ball test). Tyto testy byly prováděny pomocí profesionálního testovacího kitu, který byl zapůjčen firmou NeVo pro provádění testů pájecích past. Dále budou samotné intermetalické vrstvy zkoumány pod elektronovým mikroskopem a budou podrobeny prvkové analýze.

6.1 Zkouška smáčivosti (Wetting test)

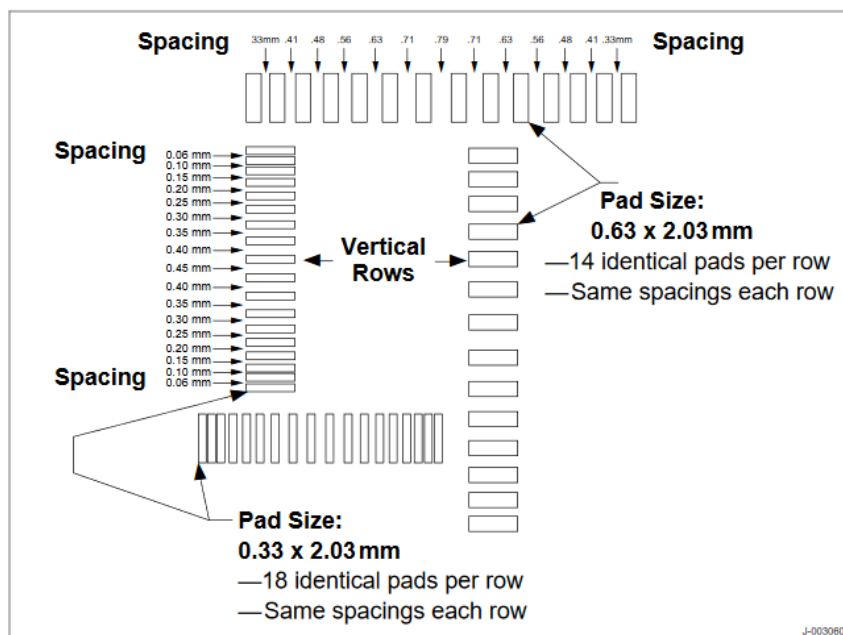
Test smáčivosti má v normě IPC – TM – 650 označení 2. 4. 45. V podstatě se jedná o test, kdy je na čistou měděnou podložku natisknuta pasta pomocí šablony a poté je přetavena buď v peci, nebo na hot-platu. Poté se zkoumá pod mikroskopem, zda byl povrch rovnoměrně smáčen a nedocházelo k odsmáčení, či dokonce nesmáčení povrchu. Dále se kontroluje, jestli kolem natisknuté pasty nevznikly „satelity“, což je v podstatě rozstříknutá pájka do okolí. K testu je potřeba tento materiál [15]:

- DPS s nalamínovanou měděnou folií o velikosti 76 mm x 25 mm,
- šablona o velikosti 76 mm x 25 mm x 0,2 mm s alespoň třemi kruhovými otvory,
- pájecí pasta,
- těrka,
- hot-plate nebo přetavovací pec,
- přípravek na očištění DPS ,
- mikroskop.

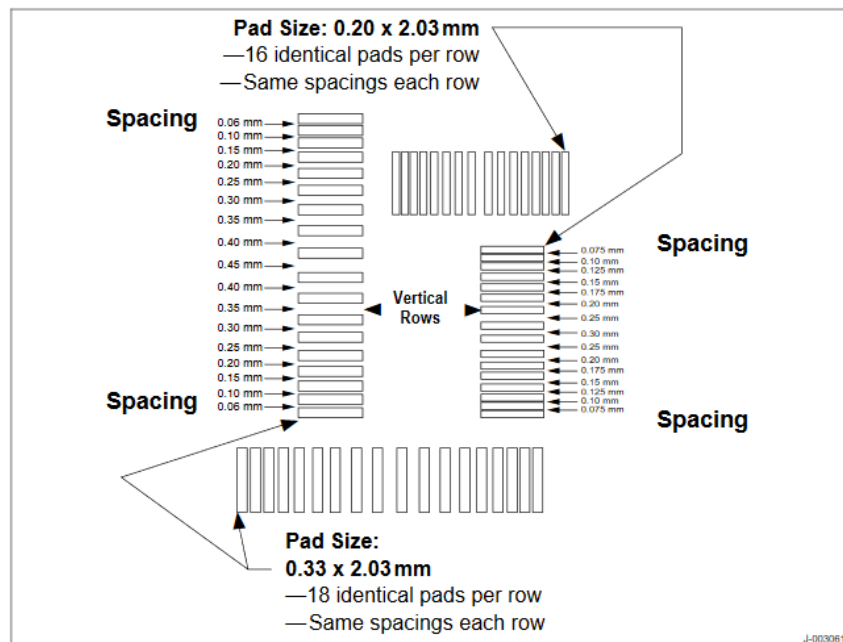
6.2 Zkouška sedavosti (Slump test)

Tento test je označen číslem IPC – TM – 650 2. 4. 35. Jedná se o test, kde se na měděnou plochu natiskne pájecí pasta pomocí šablony, která má speciální vzor pro tento test. V šabloně jsou otvory simulující pájecí plošky a tyto otvory jsou od sebe vzdáleny

v různých vzdálenostech, jak horizontálně, tak vertikálně. Na test potřebujeme dvě šablony o různých tloušťkách a to 0,1 mm a 0,2 mm. Šablona je zobrazena na obrázku Obr. 6.1 a Obr. 6.2.



Obr. 6.1 Šablona na slump test o tloušťce 0,2 mm [16]

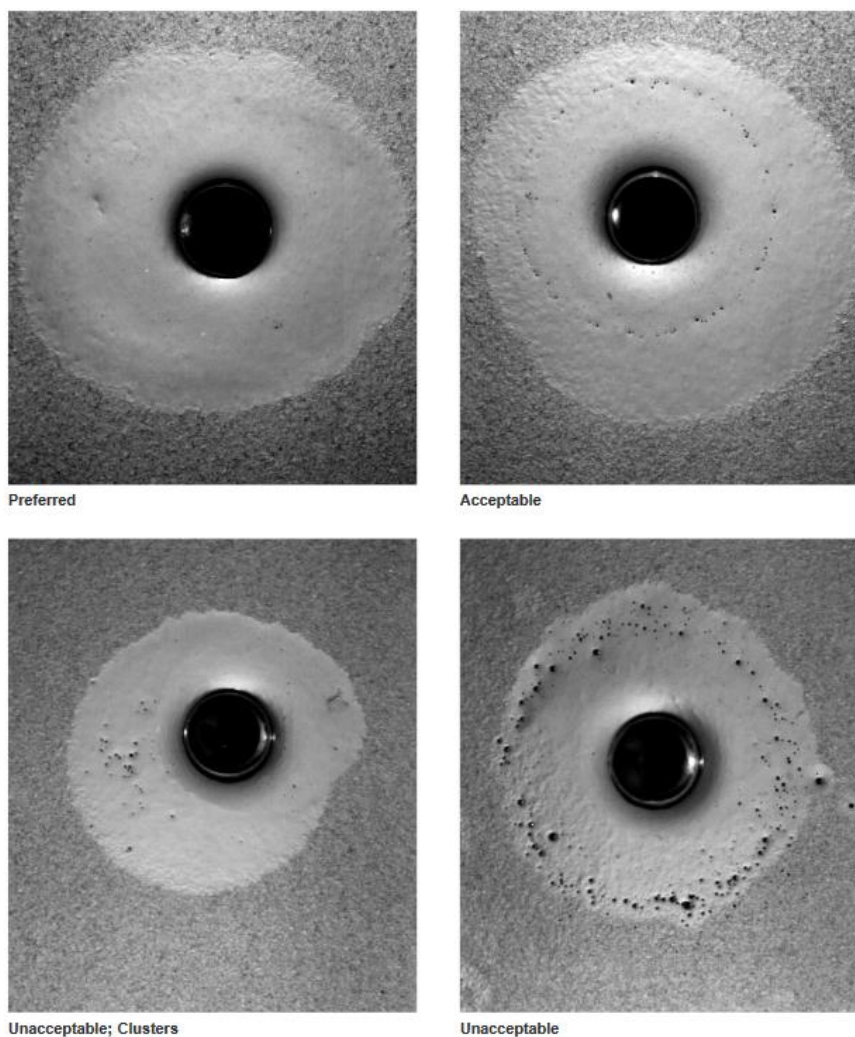


Obr. 6.2 Šablona na slump test o tloušťce 0,1 mm [16]

Test má dvě fáze. První fáze probíhá při teplotě $25 \pm 5^\circ\text{C}$ a druhá fáze při teplotě $150 \pm 10^\circ\text{C}$. Po natisknutí se vzorky nechají odležet při stanovené teplotě po dobu deseti až patnácti minut. Poté se pod mikroskopem zkoumá, zda nedošlo k vytvoření můstku mezi ploškami. Výsledky jsou zapisovány do tabulek. [16]

6.3 Solder ball test

Tento test se označuje číslem IPC – TM – 650 2. 4. 43. Při testu je pasta natisknuta na keramiku skrz šablonu, ve které jsou minimálně 3 otvory. Tloušťka šablony se může lišit podle použité pájecí pasty. Pro typ 1 - 4 se používá šablona o tloušťce 0,2 mm s otvory o průměru 6,5 mm a pro typ 5 – 6 o tloušťce 0,1 mm s otvory o průměru 1,5 mm. Po tisku se pasta nechá uležet 15 minut a pak se nechá přetavit v peci. Během přetavení se z pasty stanou kuličky, které se poté zkoumají pod mikroskopem. Na Obr. 6.3 jsou ukázky vzorků, které jsou akceptovatelné a které nikoliv. [17]



Obr. 6.3 Možné výsledky solder ball testu [17]

6.4 Prvková analýza

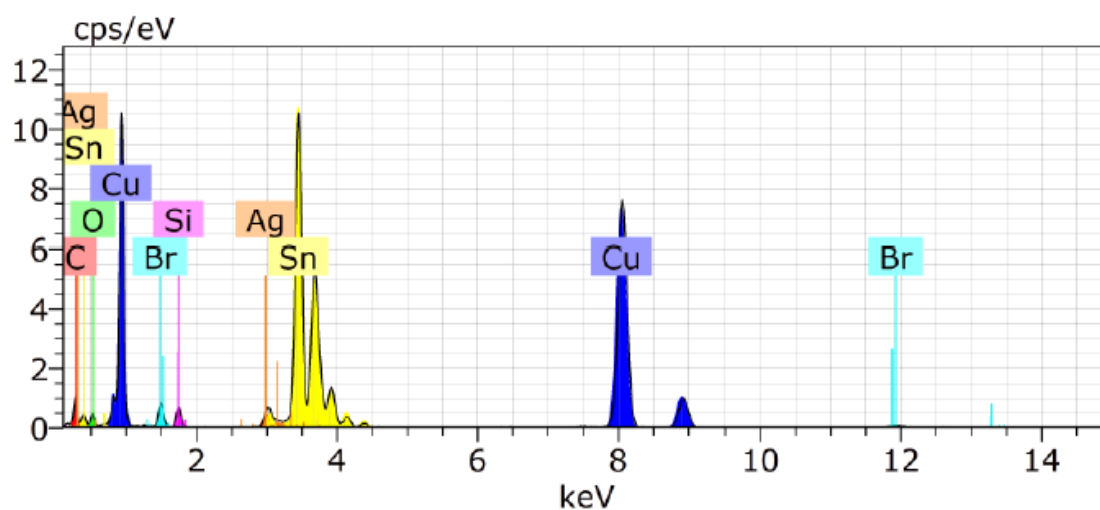
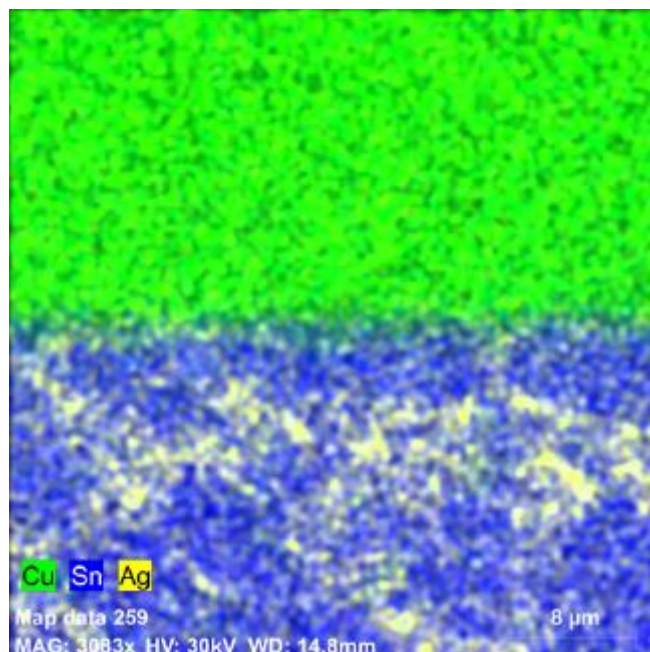
Prvková analýza bude probíhat pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Nejdříve se připraví vzorek tak, že se udělá mikrovýbrus pájeného spoje. Vzorek se pak vloží do mikroskopu. Pro tvorbu obrazu v elektronovém mikroskopu je klíčová interakce urychlených primárních elektronů (PE) s prvky vzorku. Při dopadu urychleného elektronového svazku na vzorek dochází pod povrchem vzorku k náhodnému a velmi chaotickému pohybu primárních elektronů. Je to dáno pružnými a nepružnými srážkami s atomy vzorku. Na své chaotické dráze generují PE další signály.

Zpětně odražené elektrony (BSE) jsou v podstatě primární elektrony, které se vrací po interakci s jádrem atomu s malou ztrátou energie. Vystupují z větší hloubky než SE a mají energii od 50 eV až po energii primárního svazku. Poskytují informaci o materiálovém kontrastu vzorku.

Sekundární elektrony (SE) vznikají v důsledku nepružného rozptylu, jsou vyraženy z vnější elektronové slupky atomů vzorku, mají energii do 50 eV a vystupují z menší hloubky než BSE (řádově desítek nm). Přenášejí informaci o topografii zkoumaného povrchu.

Charakteristické rentgenové záření vzniká přechodem atomu z vyššího do nižšího energetického stavu. Pokud v důsledku nepružné srážky primárního elektronu s atomovým obalem vzorku dojde k vyrazení sekundárního elektronu z některé z nižších vrstev, ocitne se atom v nestabilním stavu. Elektron z nějaké z vyšších vrstev přechází na tuto nižší vrstvu a nahradí vyražený elektron. Rozdíl energií je následně vyzářen v podobě kvanta charakteristického RTG.

Prvková analýza slouží k identifikaci jednotlivých chemických prvků, nacházejících se ve zkoumaném vzorku, na základě získaného rentgenového spektra. Kromě prvkové analýzy, která poskytuje informaci o tom, jaké prvky daný vzorek tvoří, je velmi důležité znát i koncentraci daných prvků. K tomu slouží kvantitativní analýza. Výstup prvkové analýzy je znázorněn na Obr. 6.4.



Spectrum: vz 147

Element	AN	Series	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (3 Sigma) [wt.%]
Carbon	6	K-series	15,74	50,53	6,89
Oxygen	8	K-series	5,15	12,41	2,54
Copper	29	K-series	33,90	20,56	2,49
Bromine	35	K-series	1,31	0,63	0,20
Silicon	14	K-series	1,50	2,06	0,28
Tin	50	L-series	41,02	13,32	3,60
Silver	47	L-series	1,38	0,49	0,21
Total:			100,00	100,00	

Obr. 6.4 Výstup prvkové analýzy u vzorku PF610

7 PRAKTICKÁ ČÁST

7.1 Příprava vzorků

Pájecí pasty byly dodány firmou NeVo. Jedná se o dva typy past, PF610 a PF606 (což je klasická SAC305). Bylo dodáno 250 gramů pasty PF610 a pasty PF606 500 gramů, které byly rozděleny do pěti balení po 100 gramech.

Pájecí pasta PF610 je složena z 88,8 hmotnostních procent částčkami pájky o velikosti 20-38 μm (jedná se o typ 4) a o složení $\text{Sn}/\text{Ag}3.0/\text{Cu}0.5/\text{Ni}0.06/\text{Ge}0.01$. Zbylých 11,2 % tvoří tavidlo typu ROL0. To stejné tavidlo bylo použito i pro pastu PF606.

Po dodání past od výrobce, se pasty přenesly z bezpečnostních důvodů do dry boxu, kde se přimíchávali nanočástice niklu a kobaltu od firmy Sigma Aldrich. Během transportu nebyly pasty otevřeny. V dry boxu byl místo vzduchu přítomen argon, aby se zamezilo jakékoliv kontaminaci pasty nebo oxidaci nanočástic. Bohužel nanočástice germania nebyly u výrobce Sigma Aldrich dostupné. K dispozici byly pouze mikročástice, a proto se použily jen nanočástice niklu a kobaltu.

Nanočástice niklu dodané firmou Sigma Aldrich o velikosti $<100\text{ nm}$ byly ve formě nanoprášku. Jednalo se o nanoprášek dodaný v celkovém balení o váze 5 g. Čistota těchto částic se pohybovala nad 99 % a jejich rezistivita se pohybovala okolo $6,97\ \mu\Omega\text{-cm}$ při $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Nanočástice kobaltu o velikosti pod 50 nm byly dodány v balení o 500 mg také ve formě nanoprášku. Rezistivita při $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ se pohybovala okolo $6,24\ \mu\Omega\text{-cm}$ při $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tyto nanočástice jsou pokryty vrstvou uhlíku, aby se zamezilo oxidaci kobaltu.

Z balení pasty PF606 vzniklo 5 vzorků. Bylo rozhodnuto, že se do vzorků přimíchá stejné množství nanočástic jako je množství příměsí v pastě PF610 a to tedy 0,06 hm. % niklu a 0,001 hm. % germania, které bylo nahrazeno kobaltem. První vzorek zůstal čistý, bez nanočástic. Do druhého vzorku bylo přimícháno v dry boxu 53,2 mg nanočástic niklu. Do třetího 8,88 mg kobaltu. Do čtvrtého a pátého vzorku byl přimíchán nikl i kobalt o stejných hmotnostech jako u předešlých vzorků.



Obr. 7.1 Přimíchávání nanočástic v dry boxu

Po přidání nanočástic se pasty zavřely a převezly zpátky do firmy NeVo, kde se pasty umístily do centrifugy a nechaly se promíchat, aby byla pasta s nanočásticemi homogenně rozmíchána a nevyskytovaly se v ní shluky nanočástic. Pasty se míchaly po dvou (působily na sebe jako protizávaží) na 3 cykly po třech minutách.



Obr. 7.2 Centrifuga na míchání past

Před každým použitím pasty se nechala pasta temperovat alespoň 4 hodiny, aby se zabránilo znehodnocení pasty z důvodu kondenzace vody. Po otevření pasty byla pasta vždy důkladně promíchána. Po použití se pasta ihned uzavřela, aby se zabránilo kontaminaci, či vyvzlínání aktivačních látek z tavidla.

7.2 Solder ball test

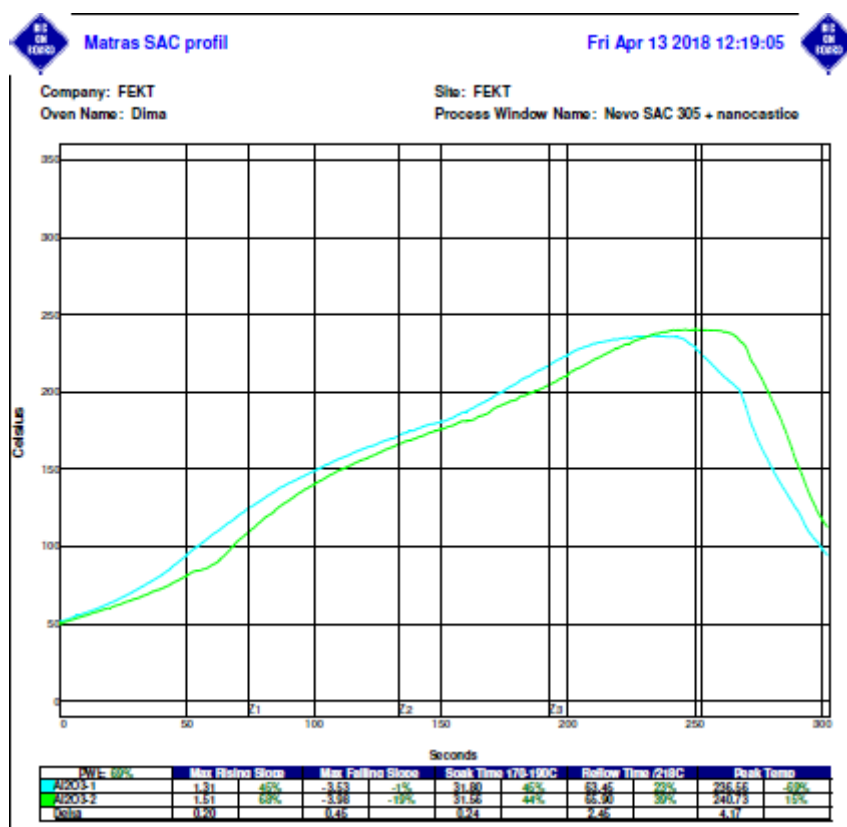
Solder ball test proběhl na keramické podložce. Na tři očištěné keramiky byla natisknuta pájecí pasta přes šablonu o tloušťce 200 μm se čtyřmi otvory. Po natisknutí byla keramická destička umístěna do přetavovací pece, kde se nechala pasta přetavit, aby utvořila kuličku. Pájecí profil pece je zobrazen na obrázku níže. Nastavení pájecího profilu bylo takové:

Předeheřev: 300 °C

Spodní topné těleso: 300 °C

Vrchní topné těleso: 380 °C

Rychlost posuvu: 8



Obr. 7.3 Teplotní profil na solderball test

Tento pájecí profil byl proměřen tak, že se na keramickou desku a do natisknuté pájecí pasty umístily termočlánky a deska se nechala projet pecí. Jednalo se o pájecí pec DIMA. Nastavovala se rychlost posunu desky v peci, předehřev, teplota spodního a vrchního topného tělesa. Když nastavení pece vyhovovalo pájecímu profilu uložené pájky v počítači, nechaly se přetavit vzorky.

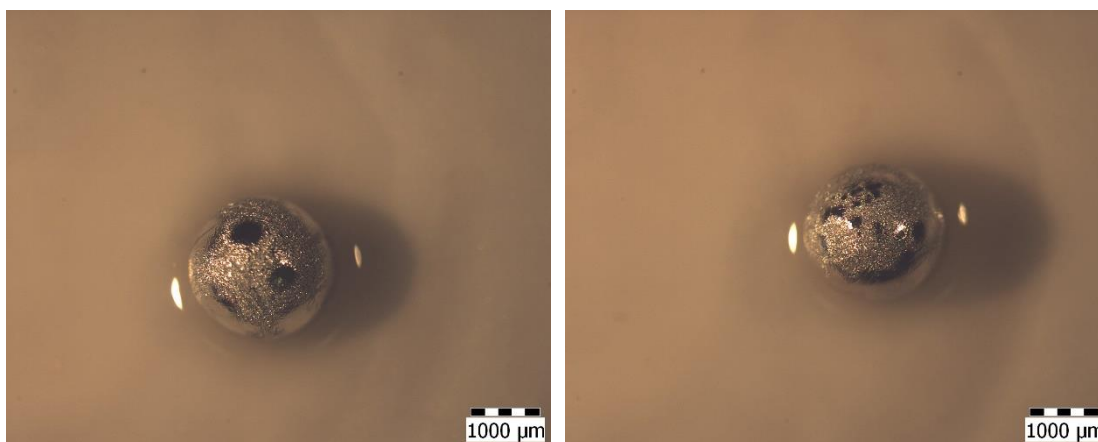


Obr. 7.4 Pájecí pec DIMA

Pro každý vzorek pasty se natisklo 12 vzorků kuliček, tzn. celkově 72 kuliček.

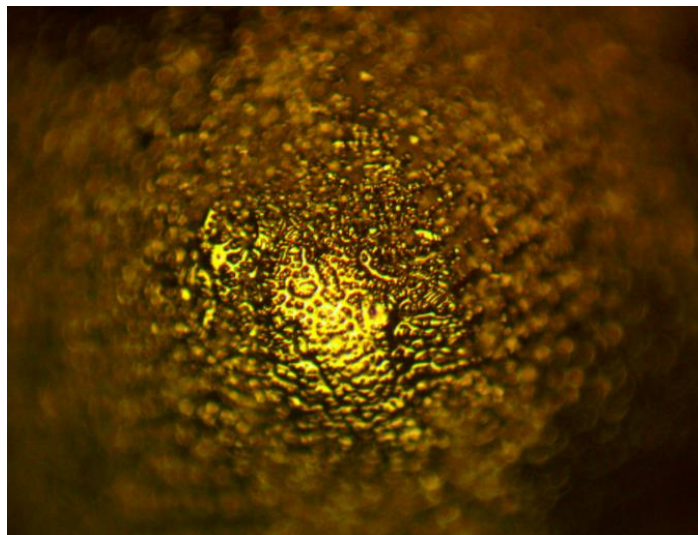
7.2.1 PF606

Jako první se testovala čistá pasta PF606 bez nanočástic. Testované vzorky splňovaly normu a nejevily známky „satelitů“, vznikla jedna celistvá kulička.



Obr. 7.5 PF606 solderball test

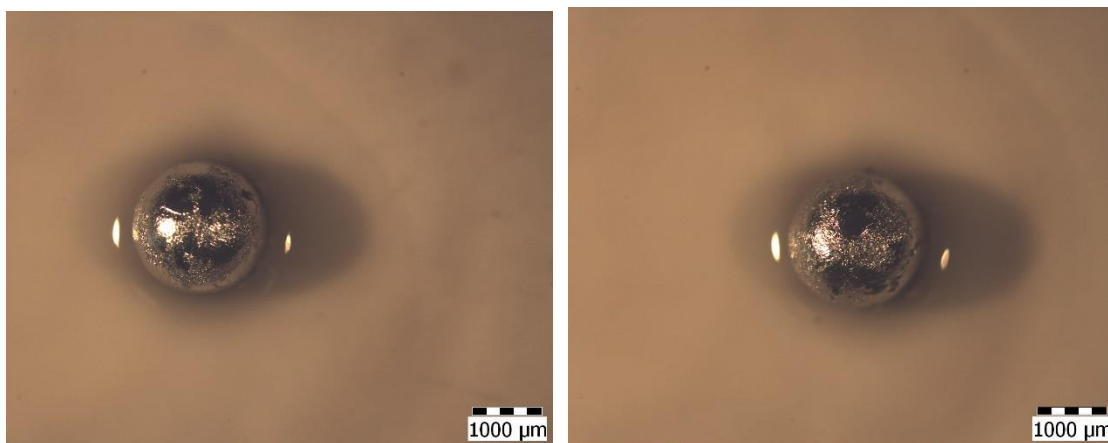
U žádné kuličky pájky, která vznikla přetavením pájecí pasty, nebyly pozorovány „satelity“, tudíž byl test pro tuto pájecí pastu úspěšný. Na Obr. 7.6 níže jde vidět zrnitý povrch jedné z kuliček. Jelikož se jedná o kuličku, tak s klasickým mikroskopem je obtížné zaostřit na celý její povrch.



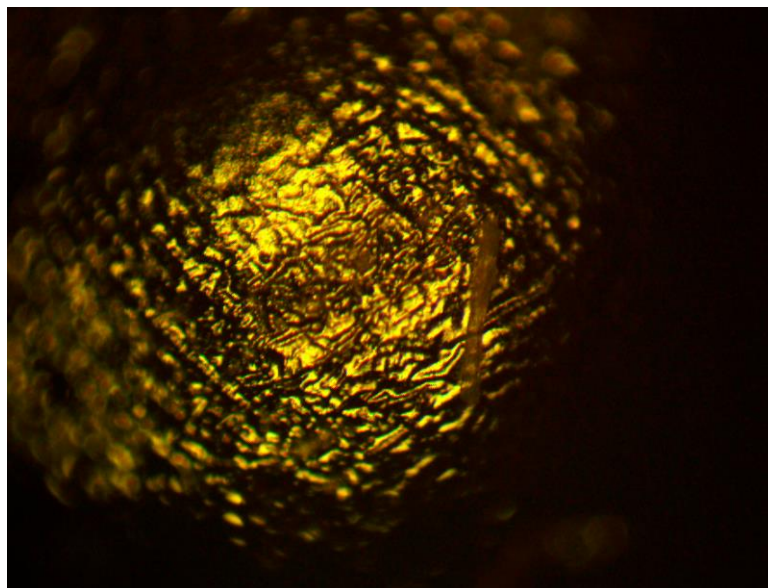
Obr. 7.6 Detail na kuličku pájky PF606

7.2.2 PF606 + Co

Vzorky s přimíchaným kobaltem nejevily značné rozdíly od vzorků klasické SAC pájky. Všechny vzorky vyhověly normě. Ovšem jde vidět, že kulička má jinou zrnitost.



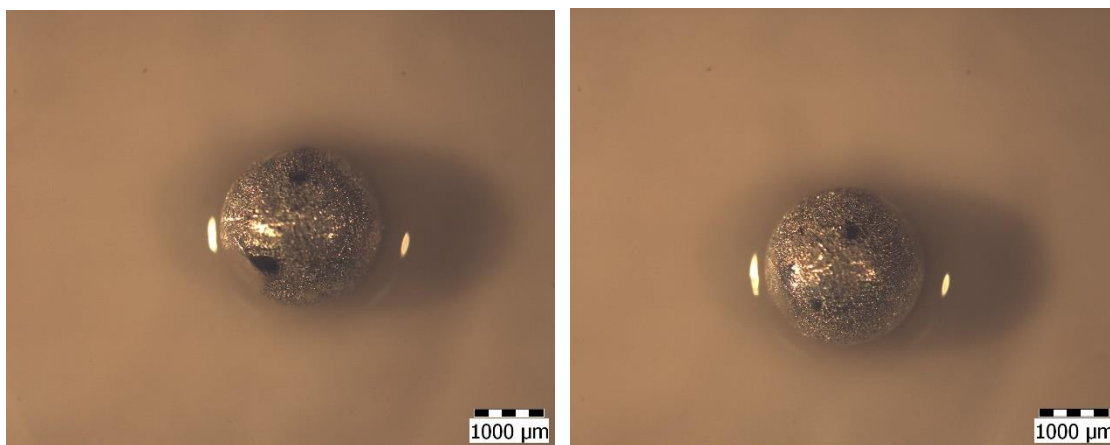
Obr. 7.7 PF606 + Co solderball test



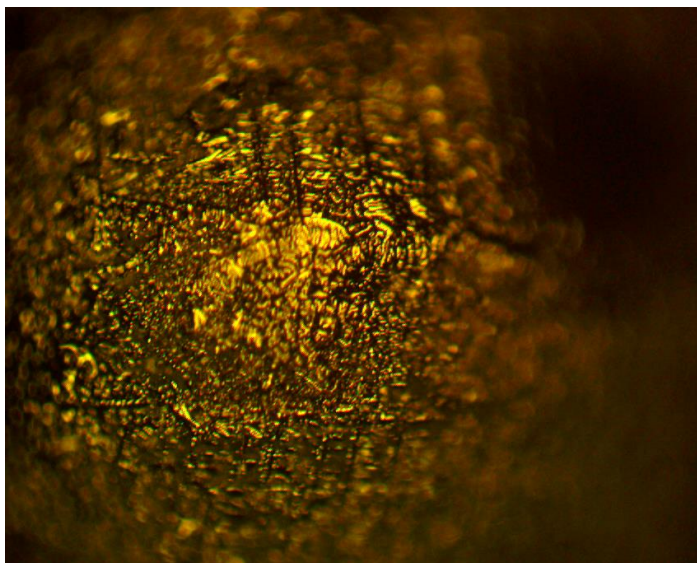
Obr. 7.8 Detail na povrch kuličky PF606 + Co

7.2.3 PF606 + Ni

U vzorků s niklem také nevznikly žádné větší odchylky a všechny vzorky prošly testem. Ovšem je vidět, že vzorky mají odlišnou zrnitost než ostatní.



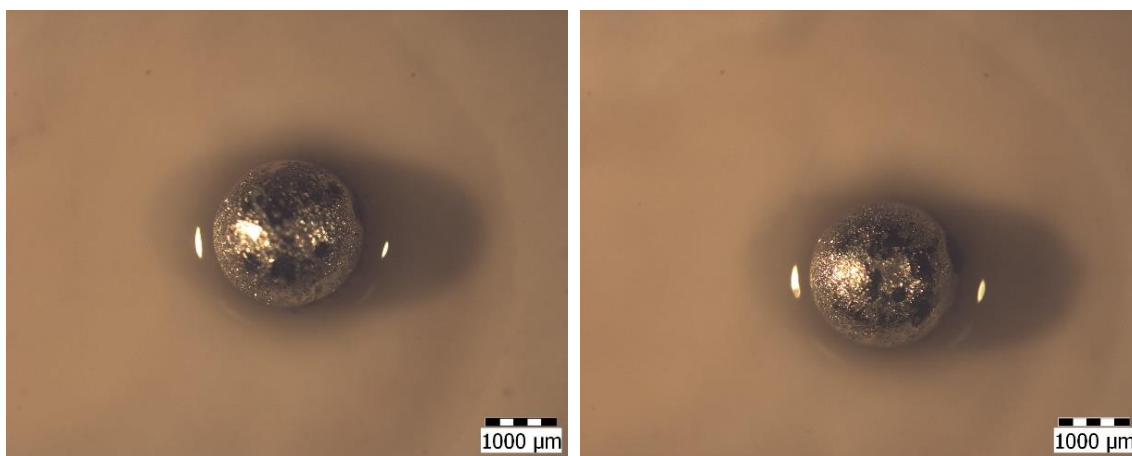
Obr. 7.9 PF606 + Ni solderball test



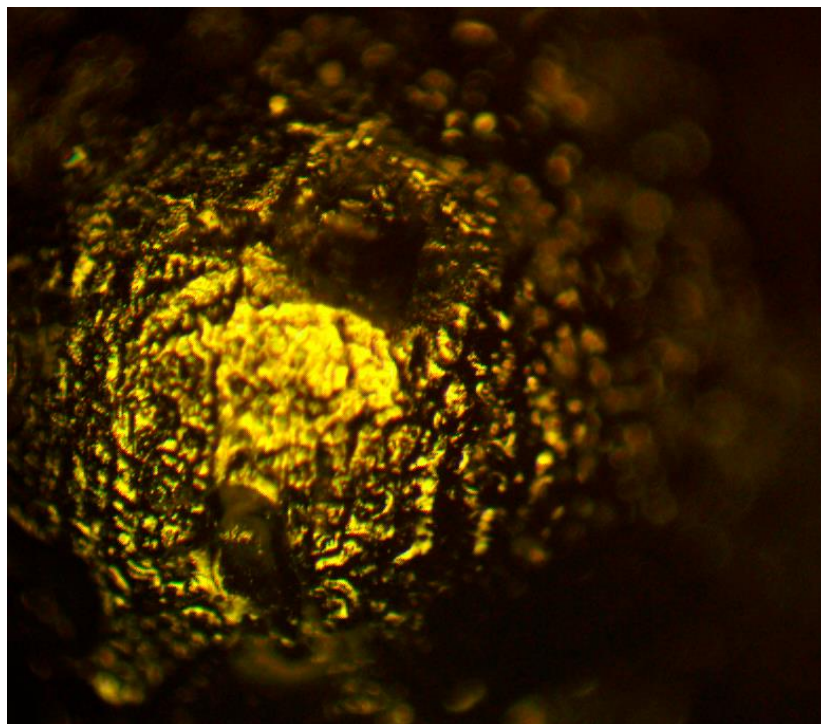
Obr. 7.10 Detail na povrch kuličky pájky PF606 + Ni

7.2.4 PF606 + Ni + Co

Ani u těchto vzorků nebyly pozorovány satelity a všechny vzorky prošly testem. Níže jsou uvedeny snímky jednotlivých kuliček na keramické podložce.



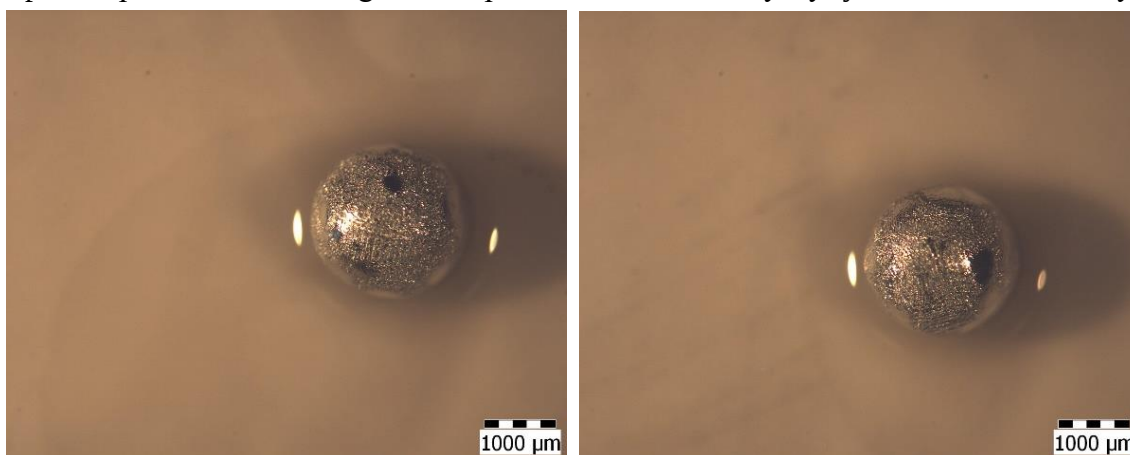
Obr. 7.11 PF606 + Ni + Co



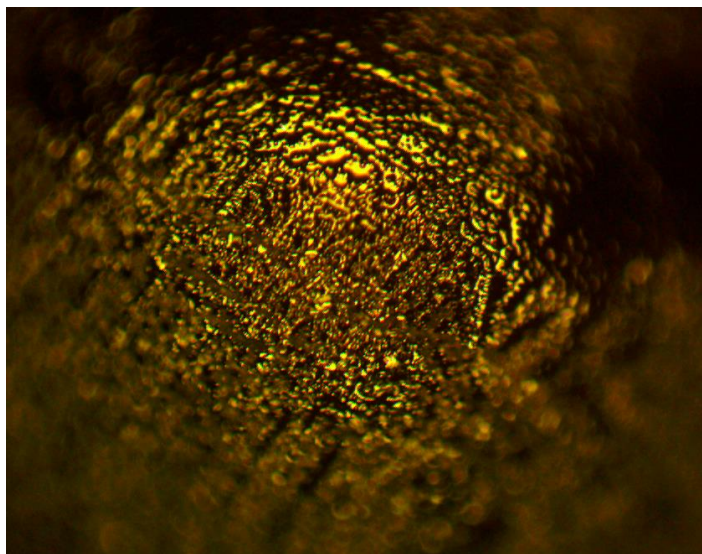
Obr. 7.12 Detail na povrch kuličky pájky PF606 + Ni +Co

7.2.5 PF610

I pasta s příměsemi niklu a germania prošla zkouškou. Nevyskytly se u ní žádné satelity.



Obr. 7.13 PF610 solderball test



Obr. 7.14 Detail na povrch kuličky pájky PF610

7.3 Cold slump test

Tento test probíhal tak, že se na desku FR4 s nalamínovanou mědí nanasla přes šablonu pájecí pasta, poté se vzorek nechal při 25 °C odležet 15 minut a pak byl vyhodnocen. Pasta se nanášela přes speciální šablony, které jsou právě k tomuto testu určeny. Byla použita nerezová těrka. Přesnost tohoto testu závisí čistě na zručnosti operátora. Operátor by měl mít při tisku zcela čistou šablonu i vzorek. Tisk by měl probíhat tak, že operátor drží těrku přibližně v 45° a roztírá pájecí pastu konstantním tlakem a rychlostí.

Pro každou pastu se natiskly 3 vzorky přes šablonu tlustou 0,2 mm a 3 vzorky přes šablonu 0,1 mm. Po vyhodnocení výsledků pod mikroskopem se udělal průměr mezi kterými otvory se vyskytovaly můstky. Výsledky jsou ovšem ovlivněny chybou operátora při tisku. Nejkritičtější moment testu byl během sundávání šablony ze vzorku, při kterém mohly lehce vzniknout chyby, obzvláště mezi otvory s nejmenší vzdáleností. Pokud zahrneme tuto chybu měření do výsledků, tak lze říci, že všechny pasty v tomto testu obstály.

Příklady výsledků vyhodnocování jsou zapsány v tabulkách níže. „H“ v tabulce značí horizontálně a „V“ vertikálně. Příklad můstku je zobrazen na Obr. 7.16.

PF606 vzorek 2						PF606 vzorek 2					
Velikost padů dle IPC-A-21 (0,2mm)						Velikost padů dle IPC-A-21 (0,1mm)					
Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	HI	V
0,79	✓	✓	0,45	✓	✓	0,79	✓	✓	0,45	✓	✓
0,71	✓	✓	0,4	✓	✓	0,71	✓	✓	0,4	✓	✓
0,63	✓	✓	0,35	✓	✓	0,63	✓	✓	0,35	✓	✓
0,56	✓	✓	0,3	✓	✓	0,56	✓	✓	0,3	✓	✓
0,48	✓	✓	0,25	✓	✓	0,48	✓	✓	0,25	✓	✓
0,41	✓	✓	0,2	✓	✓	0,41	✓	✓	0,2	✓	✓
0,33	✓	✓	0,15	✓	✓	0,33	✓	✓	0,15	✓	✓
			0,1	x	x				0,1	x	x
			0,06	x	x				0,06	x	x

Tab. 7.1 Slump test pasty PF606 na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm

Co vzorek 2						Co vzorek 2					
Velikost padů dle IPC-A-21 (0,2mm)						Velikost padů dle IPC-A-21 (0,1mm)					
Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V
0,79	✓	✓	0,45	✓	✓	0,79	✓	✓	0,45	✓	✓
0,71	✓	✓	0,4	✓	✓	0,71	✓	✓	0,4	✓	✓
0,63	✓	✓	0,35	✓	✓	0,63	✓	✓	0,35	✓	✓
0,56	✓	✓	0,3	✓	✓	0,56	✓	✓	0,3	✓	✓
0,48	✓	✓	0,25	✓	✓	0,48	✓	✓	0,25	✓	✓
0,41	✓	✓	0,2	✓	✓	0,41	✓	✓	0,2	✓	✓
0,33	✓	✓	0,15	✓	✓	0,33	✓	✓	0,15	✓	✓
			0,1	✓	✓				0,1	x	x
			0,06	x	x				0,06	x	x

Tab. 7.2 Slump test pasty PF606 s kobaltem na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm

Ni vzorek 2						Ni vzorek 2					
Velikost padů dle IPC-A-21 (0,2mm)						Velikost padů dle IPC-A-21 (0,1mm)					
Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V
0,79	✓	✓	0,45	✓	✓	0,79	✓	✓	0,45	✓	✓
0,71	✓	✓	0,4	✓	✓	0,71	✓	✓	0,4	✓	✓
0,63	✓	✓	0,35	✓	✓	0,63	✓	✓	0,35	✓	✓
0,56	✓	✓	0,3	✓	✓	0,56	✓	✓	0,3	✓	✓
0,48	✓	✓	0,25	✓	✓	0,48	✓	✓	0,25	✓	✓
0,41	✓	✓	0,2	✓	✓	0,41	✓	✓	0,2	x	✓
0,33	✓	✓	0,15	✓	✓	0,33	✓	✓	0,15	x	x
			0,1	x	x				0,1	x	x
			0,06	x	x				0,06	x	x

Tab. 7.3 Slump test pasty PF606 s niklem na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm

NiCo1 vzorek 2						NiCo1 vzorek 2					
Velikost padů dle IPC-A-21 (0,2mm)						Velikost padů dle IPC-A-21 (0,1mm)					
Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V
0,79	✓	✓	0,45	✓	✓	0,79	✓	✓	0,45	✓	✓
0,71	✓	✓	0,4	✓	✓	0,71	✓	✓	0,4	✓	✓
0,63	✓	✓	0,35	✓	✓	0,63	✓	✓	0,35	✓	✓
0,56	✓	✓	0,3	✓	✓	0,56	✓	✓	0,3	✓	✓
0,48	✓	✓	0,25	✓	✓	0,48	✓	✓	0,25	✓	✓
0,41	✓	✓	0,2	✓	✓	0,41	✓	✓	0,2	x	✓
0,33	✓	✓	0,15	✓	✓	0,33	✓	✓	0,15	x	x
			0,1	x	x				0,1	x	x
			0,06	x	x				0,06	x	x

Tab. 7.4 Slump test pasty PF606 s niklem a kobaltem na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm

NiCo2 vzorek 2						NiCo2 vzorek 2					
Velikost padů dle IPC-A-21 (0,2mm)						Velikost padů dle IPC-A-21 (0,1mm)					
Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V
0,79	√	√	0,45	√	√	0,79	√	√	0,45	√	√
0,71	√	√	0,4	√	√	0,71	√	√	0,4	√	√
0,63	√	√	0,35	√	√	0,63	√	√	0,35	√	√
0,56	√	√	0,3	√	√	0,56	√	√	0,3	√	√
0,48	√	√	0,25	√	√	0,48	√	√	0,25	√	√
0,41	√	√	0,2	√	√	0,41	√	√	0,2	√	√
0,33	√	√	0,15	√	√	0,33	√	√	0,15	x	√
			0,1	√	√				0,1	x	x
			0,06	x	x				0,06	x	x

Tab. 7.5 Slump test pasty PF606 s niklem a kobaltem na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm

PF610 vzorek 2						PF610 vzorek 2					
Velikost padů dle IPC-A-21 (0,2mm)						Velikost padů dle IPC-A-21 (0,1mm)					
Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V	Rozteč mm	H	V
0,79	√	√	0,45	√	√	0,79	√	√	0,45	√	√
0,71	√	√	0,4	√	√	0,71	√	√	0,4	√	√
0,63	√	√	0,35	√	√	0,63	√	√	0,35	√	√
0,56	√	√	0,3	√	√	0,56	√	√	0,3	√	√
0,48	√	√	0,25	√	√	0,48	√	√	0,25	√	√
0,41	√	√	0,2	√	√	0,41	√	√	0,2	√	√
0,33	√	√	0,15	√	√	0,33	√	√	0,15	x	x
			0,1	x	x				0,1	x	x
			0,06	x	x				0,06	x	x

Tab. 7.6 Slump test pasty PF610 na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm

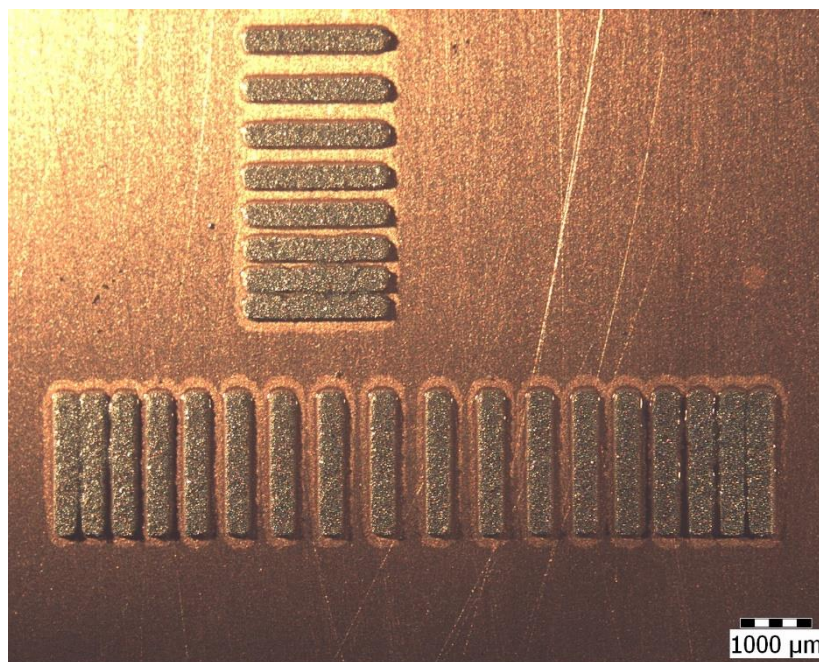
Počet můstků						
Velikost padů dle IPC-A-21 (0,2mm)						
	PF606	Co	Ni	NiCo1	NiCo2	PF610
Vzorek 1	2	4	3	6	5	4
Vzorek 2	4	2	4	4	2	4
Vzorek 3	4	4	4	4	4	4
Průměr	3,3	3,3	3,7	4,7	3,7	4,0

Tab. 7.7 Průměrný počet můstků pro šablonu o tloušťce 0,2 mm

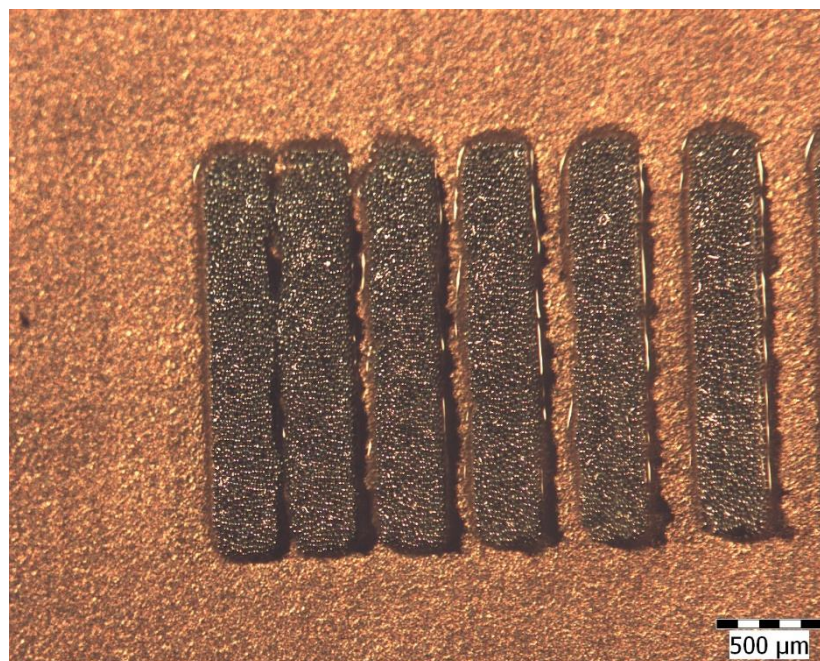
Počet můstků						
Velikost padů dle IPC-A-21 (0,1mm)						
	PF606	Co	Ni	NiCo1	NiCo2	PF610
Vzorek 1	4	2	4	2	5	5
Vzorek 2	5	4	5	7	5	6
Vzorek 3	4	2	5	5	5	4
Průměr	4,3	2,7	4,7	4,7	5,0	5,0

Tab. 7.8 Průměrný počet můstků pro šablonu o tloušťce 0,1 mm

Jednotlivé můstky byly sečteny a zprůměrovány. Nejméně můstků vycházelo u pasty s kobaltem. U ostatních past byly výsledky téměř totožné. Tudíž je možné říci, že i přes chyby operátora, byla roztékavost pasty s kobaltem nižší, než u ostatních past a všechny pasty testem prošly.



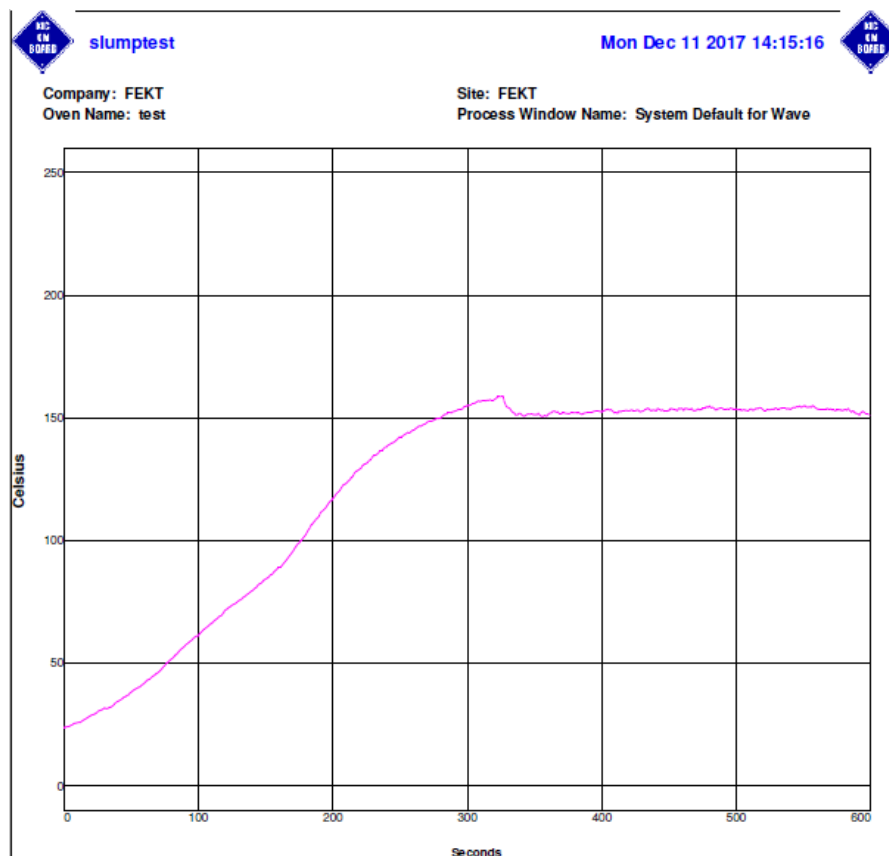
Obr. 7.15 Cold slump test



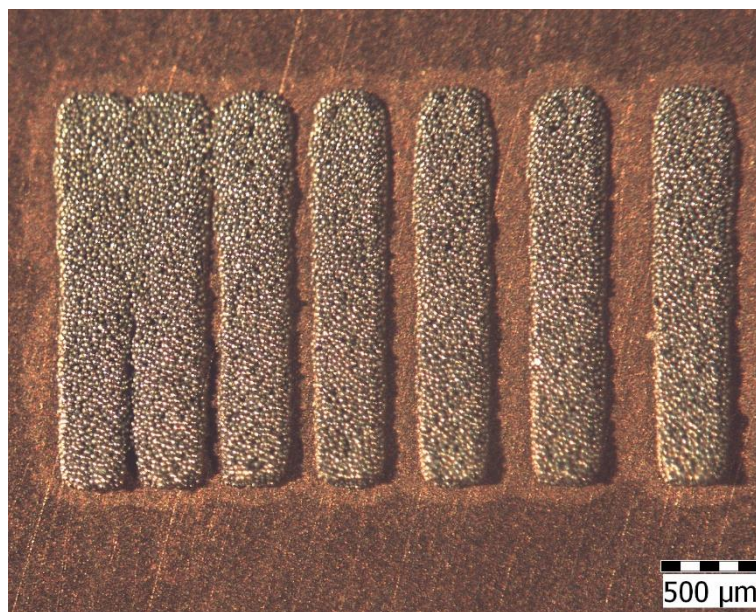
Obr. 7.16 Detail na můstek při cold slump testu

7.4 Hot slump test

Pracovní postup u hot slump testu byl naprosto stejný, avšak vzorky se umístily na 15 minut do přetavovací pece, která byla předehřátá na 150 °C a jejíž teplotní profil je znázorněn na Obr. 7.17. Na peci se nastavil předehřev na 130 °C, spodní topné těleso na 260 °C a vrchní topné těleso na 130 °C. Tímto nastavením se zajistila konstantní teplota 150 °C. Poté byly vzorky opět vyhodnoceny pod mikroskopem. Při 150 °C se aktivovalo tavidlo v pastě, ale samotná pasta se úplně nepřetavila. U výsledků se neočekávalo, že se budou příliš lišit od výsledků cold slump testu, proto byl pro každou pastu natisknut pouze jeden vzorek. Výsledky byly totožné pro všechny druhy past. Na každém vzorku vznikly můstky mezi prvními dvěma pady.



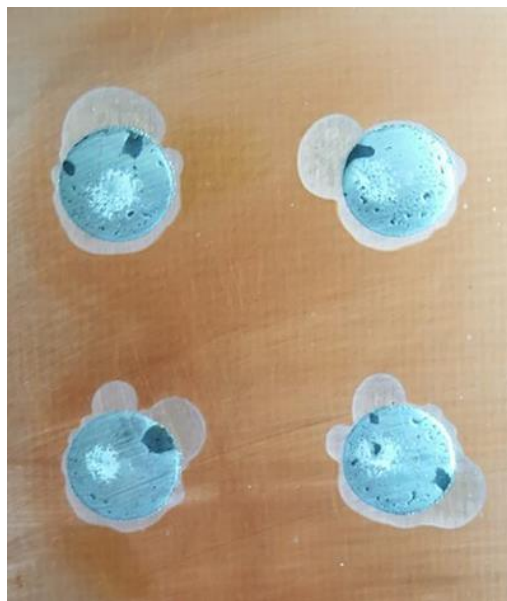
Obr. 7.17 Nastavený teplotní profil na hot slump test



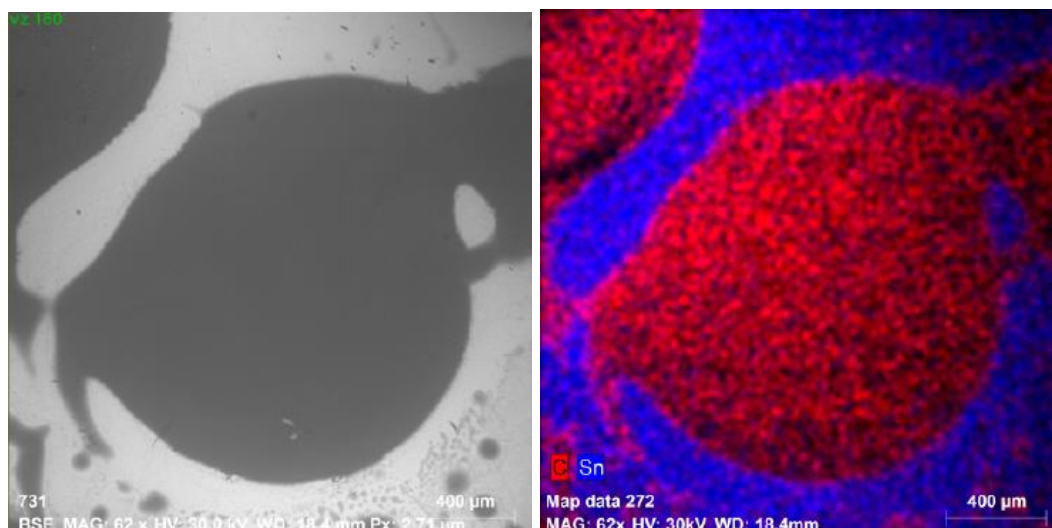
Obr. 7.18 Můstek při hot slump testu

7.5 Wetting test

Wetting test probíhal tak, že se nejdříve na desce FR4 okartáčovala měď a poté se omyla pod vodou a okamžitě očistila izopropylalkoholem, aby se deska zbavila oxidů a byla perfektně vyčištěna. Poté se na desku natiskla pájecí pasta přes stejnou šablonu, která byla použita u solder ball testu, tzn. šablona o tloušťce 200 μm se čtyřmi otvory o velikosti 0,64 cm. Pak se deska s natisknutou pastou umístila do přetavovací pece na přetavení. Na peci byl nastaven speciální pájecí profil, kvůli vysoké tepelné kapacitě desky FR4 s nalamínovanou mědí. Profil se nastavoval tak, že se do natisknuté pasty umístily dva termočlánky a jeden termočlánek se umístil na desku, který měřil teplotu vzduchu v peci. Předehřev byl nastaven na 300 °C, spodní topné těleso na 300 °C, vrchní topné těleso na 400 °C a rychlost posunu pásu byla nastavena na rychlost 6. Po správném nastavení pájecího profilu se nechaly zapájet vzorky testovaných past. Po projetí pecí se vzorky umístily pod mikroskop, kde se pomocí programu změřil jejich průměr, obvod a plocha. Z těchto údajů se později vypočítával smáčecí úhel. U pájecí pasty PF610 docházelo k viditelnému odsmaččení.

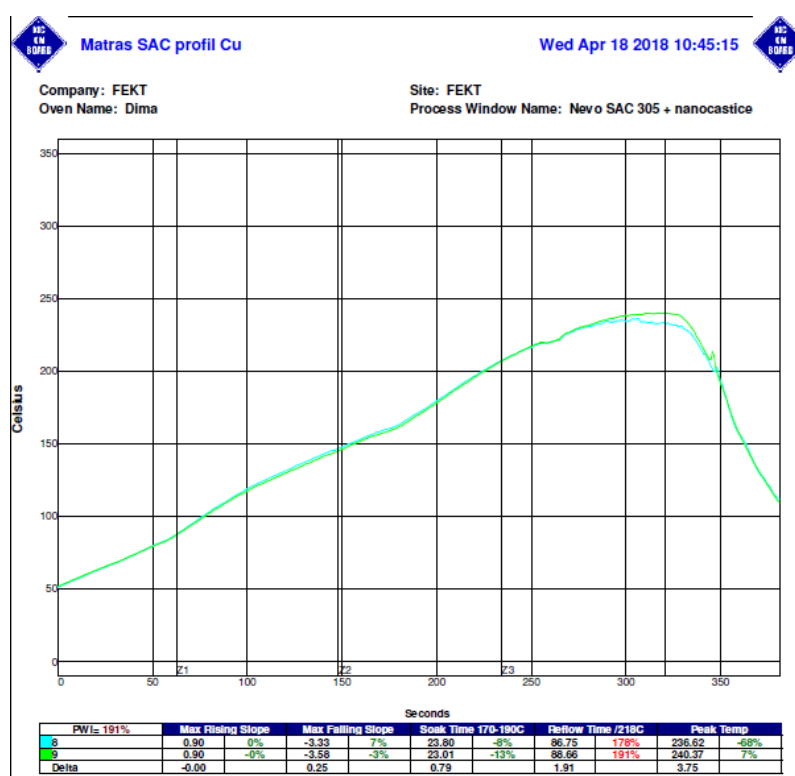


Obr. 7.19 Uhlík na povrchu pájky

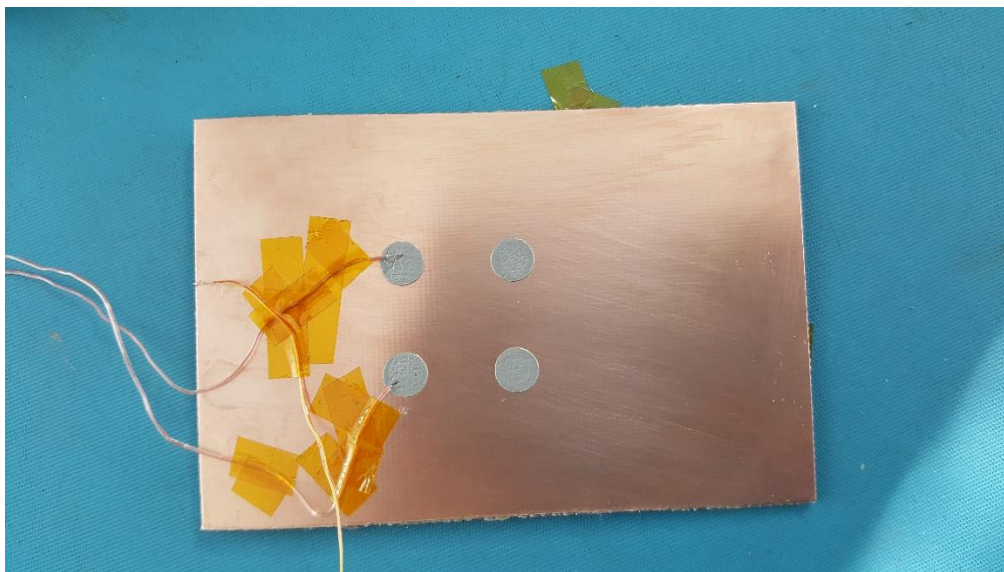


Obr. 7.20 Snímek z elektronového mikroskopu na vzorek s kobaltem

Na vzorcích s kobaltem se objevily na povrchu pájky tmavě šedé až černé shluky částic. Tyto vzorky byly umístěny do elektronového mikroskopu, aby se zjistilo, z čeho jsou tyto skvrny složeny. V elektronovém mikroskopu se skvrna zvětšila 62 krát. Po zaostření byla provedena prvková analýza, která prokázala, že se jedná o uhlík, který byl na nanočástice kobaltu nanesen při výrobě.



Obr. 7.21 Nastavený pájecí profil pro wetting test



Obr. 7.22 Testovací vzorek s termočlánky

K teoretickému výpočtu smáčecího úhlu je potřeba znát průměr rozteklé pájky, průměr otvoru v šabloně, přes který byla natisknuta pasta a tloušťku šablony. Přes tyto dva údaje se vypočítá objem natisknuté pasty. Dále následuje řada rovnic, přes které se dá dopočítat k hodnotě smáčecího úhlu.

Pro výpočet smáčecího úhlu je důležité znát objem a průměr rozteklé pájky.

$$V_{páj} = \frac{\pi v}{6} (3\rho^2 + v^2) \quad [m^3] \quad (1)$$

$V_{páj}$ je objem rozteklé pájky, ρ je poloměr rozteklé pájky a v je výška rozteklé pájky. Dále je důležité spočítat objem natisknuté pasty přes šablonu. Jelikož je pasta natisknuta ve formě válce, je vzorec tento:

$$V = \pi r^2 v \quad [m^3] \quad (2)$$

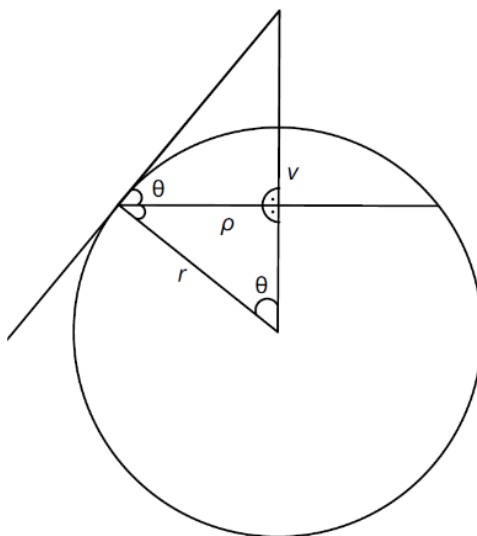
V ve vzorci značí objem natisknuté pasty, r je poloměr otvoru v šabloně a v je tloušťka šablony. Poté se vyjádří vztah mezi V a $V_{páj}$. Jelikož se v našem případě jedná o modifikace SAC pájecí pasty s obsahem částec kovů okolo 88 až 89 hmotnostními % je konstanta 0,469.

$$V_{páj} = 0,469 * V \quad [m^3] \quad (3)$$

Po úpravách rovnice (1) dostáváme rovnici kubickou pro výpočet výšky v přetavené pasty.

$$v^3 + 3\rho^2 - \frac{6V_{páj}}{\pi} = 0 \quad (4)$$

Mezi výsledky kubické rovnice vznikne jeden výsledek, který je kladný a zároveň reálný. Tento výsledek udává výšku rozteklé pájecí pasty.



Obr. 7.23 Grafické zobrazení výpočtu smáčecího úhlu

Poté je potřeba spočítat poloměr kružnice. Ten se spočítá pomocí rovnice pro výpočet délky tětiny, kde r je poloměr kružnice, ρ poloměr tětiny a v je výška kruhové výseče. [18]

$$r = \frac{\rho^2 + v^2}{2v} \quad [m] \quad (5)$$

Po vypočtení průměru lze vypočíst samostatný smáčecí úhel dle rovnice:

$$\theta = \sin^{-1} \frac{\rho}{r} \quad [^\circ] \quad (6)$$

Při tloušťce šablony 0,2 mm a velikosti otvoru v šabloně 0,64 cm, vznikly tyto výsledky:

PF606	Změřený smáčecí úhel [°]	Teoretický smáčecí úhel [°]	Průměr přetavené pájky [mm]
Vzorek 1	8,3	6,6	6,4
Vzorek 2	6,1	6,3	6,5
Vzorek 3	-	6,5	6,5
Vzorek 4	-	6,4	6,5
Průměr	7,2	6,4	6,5

Tab. 7.9 PF606 smáčecí úhel

PF606+Co	Změřený smáčecí úhel [°]	Teoretický smáčecí úhel [°]	Průměr přetavené pájky [mm]
Vzorek 1	8,6	5,9	6,7
Vzorek 2	9,5	6,3	6,5
Vzorek 3	-	5,9	6,7
Vzorek 4	-	6,1	6,6
Průměr	9,1	6,0	6,6

Tab. 7.10 PF606 + Co smáčecí úhel

PF606+Ni	Změřený smáčecí úhel [°]	Teoretický smáčecí úhel [°]	Průměr přetavené pájky [mm]
Vzorek 1	6,3	5,9	6,7
Vzorek 2	6,9	5,9	6,7
Vzorek 3	-	5,8	6,7
Vzorek 4	-	5,9	6,7
Průměr	6,6	5,9	6,7

Tab. 7.11 PF606 + Ni smáčecí úhel

PF606+Ni+Co(1)	Změřený smáčecí úhel [°]	Teoretický smáčecí úhel [°]	Průměr přetavené pájky [mm]
Vzorek 1	8,8	6,4	6,5
Vzorek 2	6,3	6,7	6,4
Vzorek 3	-	6,3	6,5
Vzorek 4	-	6,6	6,4
Průměr	7,5	6,5	6,5

Tab. 7.12 PF606 + Ni + Co (1) smáčecí úhel

PF606+Ni+Co(2)	Změřený smáčecí úhel [°]	Teoretický smáčecí úhel [°]	Průměr přetavené pájky [mm]
Vzorek 1	6,4	6,5	6,5
Vzorek 2	5,1	6,5	6,5
Vzorek 3	-	6,2	6,6
Vzorek 4	-	6,4	6,5
Průměr	5,8	6,4	6,5

Tab. 7.13 PF606 + Ni + Co (2) smáčecí úhel

PF610	Změřený smáčecí úhel [°]	Teoretický smáčecí úhel [°]	Průměr přetavené pájky [mm]
Vzorek 1	6,6	6,4	6,5
Vzorek 2	7,0	6,4	6,5
Vzorek 3	-	6,2	6,6
Vzorek 4	-	6,4	6,5
Průměr	6,8	6,3	6,5

Tab. 7.14 PF610 smáčecí úhel

Příklad výpočtu:

$$V_{páj} = 6,43 \text{ mm}^3$$

$$\rho = \frac{6,43}{2} = 3,22 \text{ mm}$$

$$v^3 + 3 * 3,22^2 v - \frac{6 * 6,43}{\pi} = 0$$

$$v = 0,185 \text{ mm}$$

$$r = \frac{\rho^2 + v^2}{2v} = \frac{3,22^2 + 0,185^2}{2 * 0,185} = 28,11 \text{ mm}$$

$$\theta = \sin^{-1} \frac{\rho}{r} = \sin^{-1} \frac{3,22}{28,11} = 6,577^\circ \sim 6,6^\circ$$

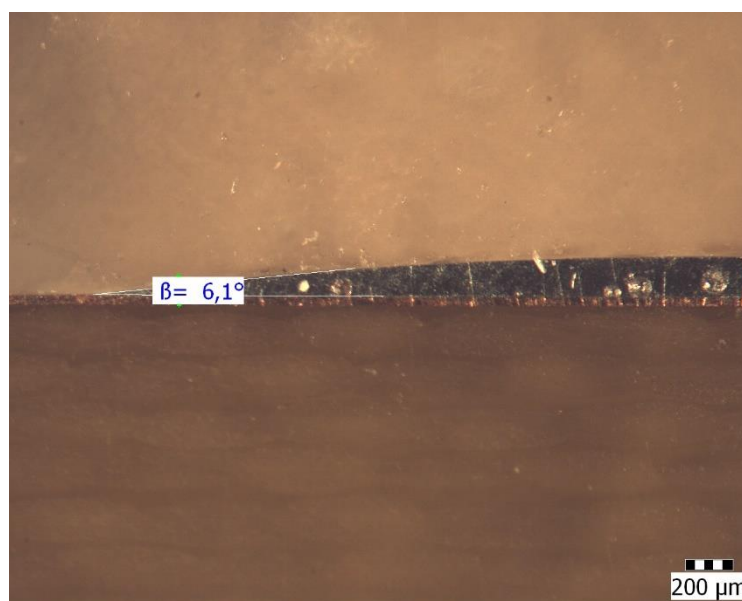
Lze si povšimnout, že čím větší je průměr rozteklé pájky, tím je smáčecí úhel menší. V tomto ohledu měly nejlepší výsledky vzorky s přimíchaným niklem. Druhé nejlepší výsledky měla pasta s přimíchaným kobaltem. Ostatní pasty měly víceméně stejné výsledky. Nutné je podotknout, že všechny vzorky měly smáčecí úhel pod 7 °, což lze zařadit mezi velmi dobré smáčecí úhly.

V tabulce je možno vidět hodnoty změřeného smáčecího úhlu. Tyto hodnoty jsou naměřeny pod mikroskopem na vzorcích z mikrovýbrusu, který bude podrobněji rozveden v další kapitole. U těchto výsledků lze vidět, že nejlépe si vedla jedna z past s niklem a kobaltem. Ovšem tato měření byla velmi ovlivněna chybami, jak už správným odečítáním úhlů, tak chybami ve vzorku. Mezi nejčastější chyby ve vzorku patřily voidy. Voidy vznikají při přetavování a to krátkou dobou v soaku. Příčinou voidů je, že samotné přetavení probíhalo v normální atmosféře. Voidy se vyskytovaly u všech testovaných vzorků. Další chybou, která ovlivnila odečítání smáčecího úhlu, bylo odsmačení v místě,

kde byl proveden mikrovýbrus.



Obr. 7.24 Měření průměru, obvodu a plochy rozteklé pájky



Obr. 7.25 Měření smáčecího úhlu mikrovýbrusu

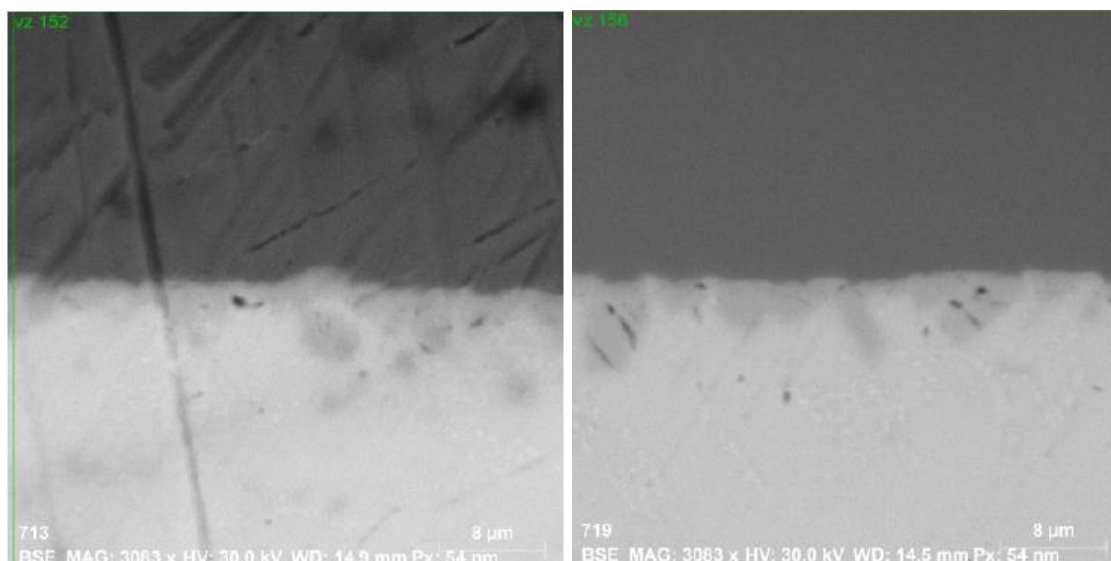
7.6 Mikrovýbrus a prvková analýza

Mikrovýbrus probíhal u vzorků použitých pro wetting test. Ze čtyř vzorků u každé pasty na DPS, byl jeden vzorek vystřižen a zbylé vzorky se nechaly projet třikrát přetavovací

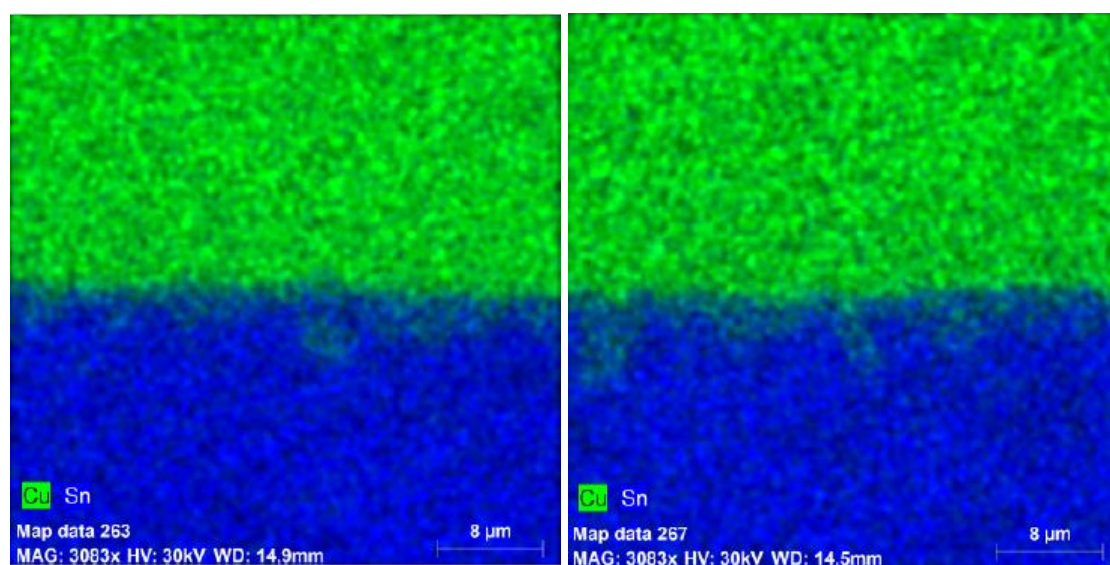
pecí, aby se simulovalo stárnutí pájeného spoje. Tímto stárnutím se mělo docílit růstu intermetalické vrstvy. Po projetí pecí byl stárnutý vzorek vystřižen z desky. Poté se vzorky přesněji přistříhly na fréze, co nejbližše roztavené pájce, aby bylo co nejmenší množství FR4 mezi koncem desky a pájkou. Vzorky se umístily do formiček, aby byly co nejvíce kolmo k povrchu. V digestoři se smíchala směs na výrobu technického dentacrylu. Jedná se o prášek a kapalinu, které se musí dobře promíchat po dobu nejméně 15 - ti minut. Poté se všech 12 vzorků zalilo a nechalo vytvrdnout po dobu 24 hodin při pokojové teplotě. Následující den se vzorky vyjmuly z formiček a nechaly se strojně brousit. Nejdříve na brusném papíru o hrubosti 200, abychom se dostali do žádané oblasti, pak se změnil brusný papír na hrubost 600 a nakonec na 1200, aby byl mikrovýbrus co nejhladší. Po broušení se mikrovýbrusy umístily do ultrazvukové čističky, aby se zbavily nečistot po broušení. Po vyčištění se nechaly vzorky strojně vyleštit. K leštění se použila emulze, která obsahovala brusné částičky o velikosti 1 μm . Po vyleštění se vzorky opláchly pod tekoucí vodou a nechaly se vysušit.

Pak se vzorky vložily do elektronového mikroskopu značky TESCAN. Vzorky se umísťovaly do mikroskopu po třech. Postupně se položily na karusel, zavřela se komora a začal se odčerpávat vzduch na tlak okolo 0 Pa. Po zaostření obrazu na místo přechodu mezi pájkou a mědí, se upravovalo zvětšení, ostrost a kontrast obrazu. Obraz byl zvětšen 3083 krát při urychlovacím napětí 30 kV. Nutno dodat, že v ani jednom vzorku, kde byly přimíchány nanočástice, nebyly tyto prvky nalezeny pod prvkovou analýzou. Je to dáno tím, že nanočástic bylo ve vzorcích tak malé množství, že to bylo za hranicemi rozlišitelnosti mikroskopu. V prvkové analýze se tedy zobrazoval cín, měď, stříbro, uhlík, kyslík, křemík a brom. Brom a křemík jsou prvky, které se vyskytují v desce FR4. Brom v desce funguje jako zhasědlo.

7.6.1 PF606



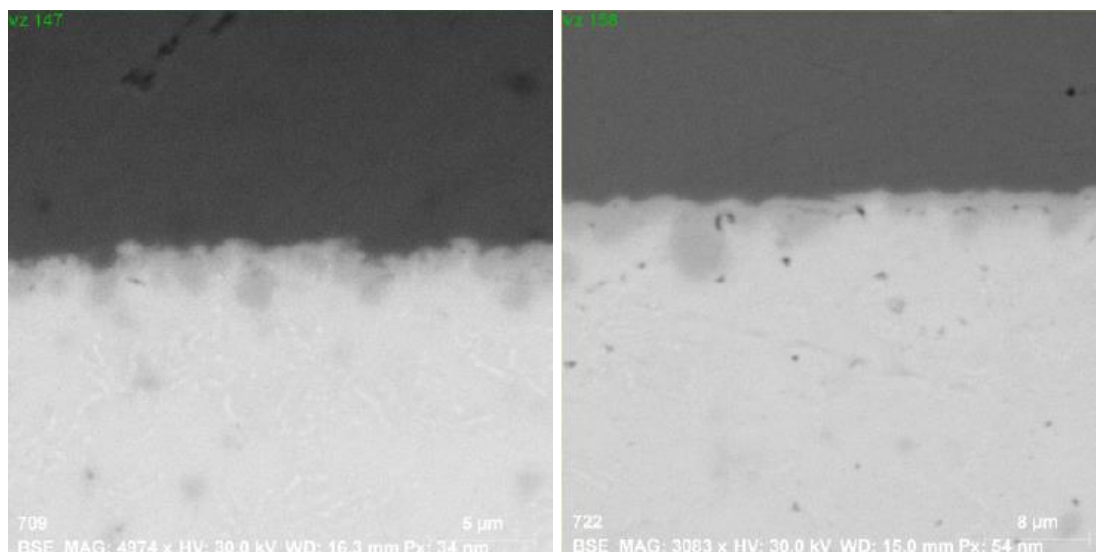
Obr. 7.26 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 (vlevo) a stárnutého vzorku PF606 (vpravo)



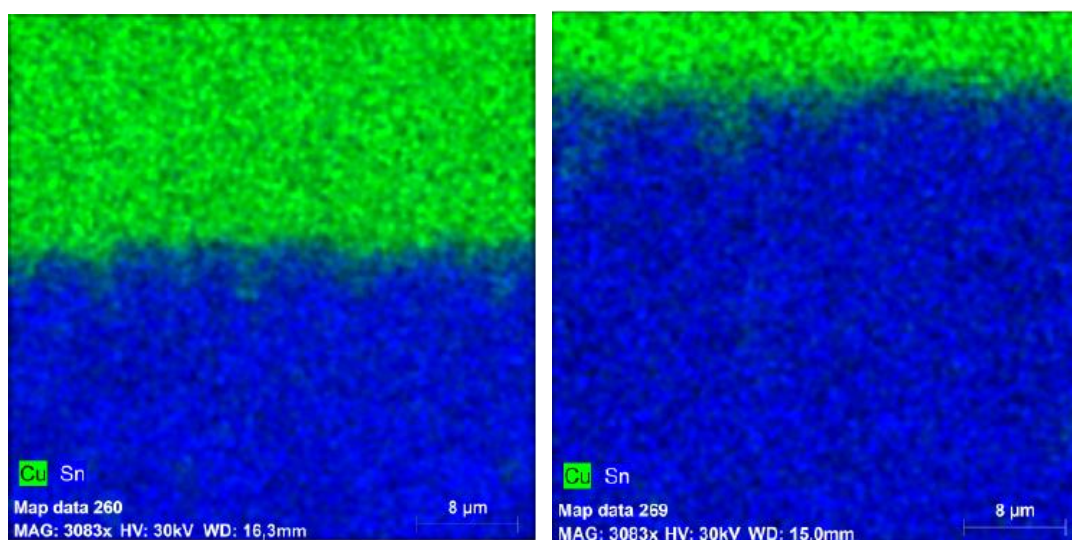
Obr. 7.27 Prvková analýza PF606, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek

U vzorků je vidět, že se měď více zakomponovala do cínu, avšak výrazný nárůst tloušťky intermetalické vrstvy není tak zřetelný.

7.6.2 PF606 + Co



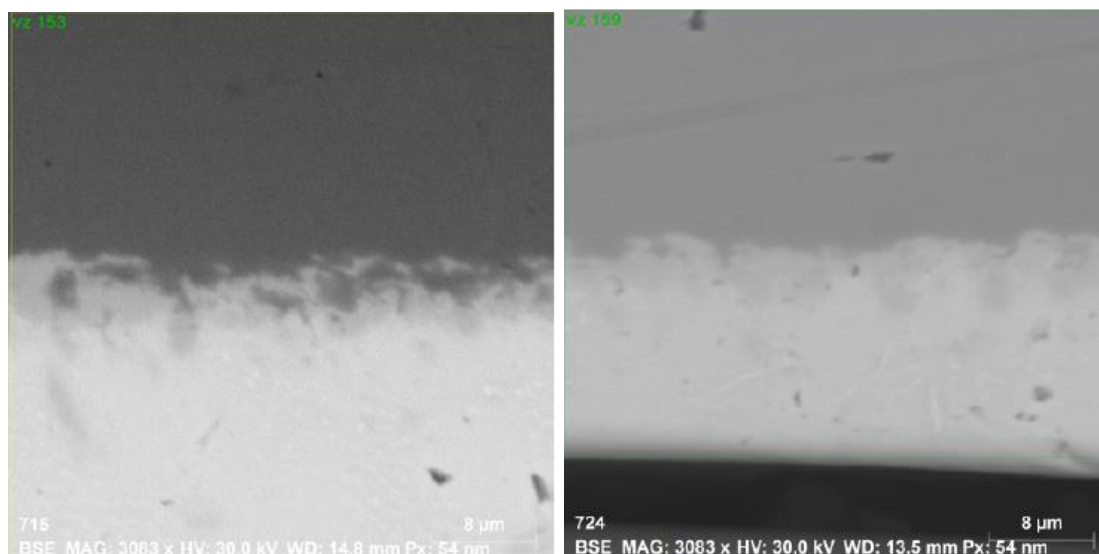
Obr. 7.28 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 + Co (vlevo) a stárnutého vzorku (vpravo)



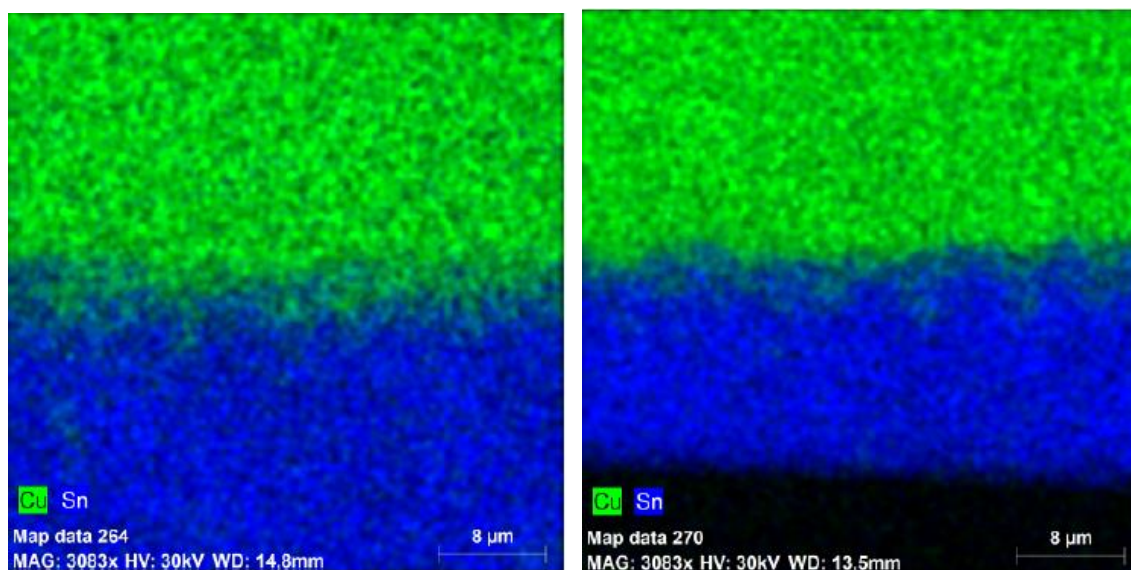
Obr. 7.29 Prvková analýza PF606 + Co, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek

Vzorky s kobaltem si vedly v nárůstu intermetalické vrstvy velmi dobře. Nebylo zaznamenáno velké prolínání mědi a cínu do sebe. Z tohoto lze říci, že pevnost spoje zůstala zachována i po stárnutí materiálu.

7.6.3 PF606 + Ni



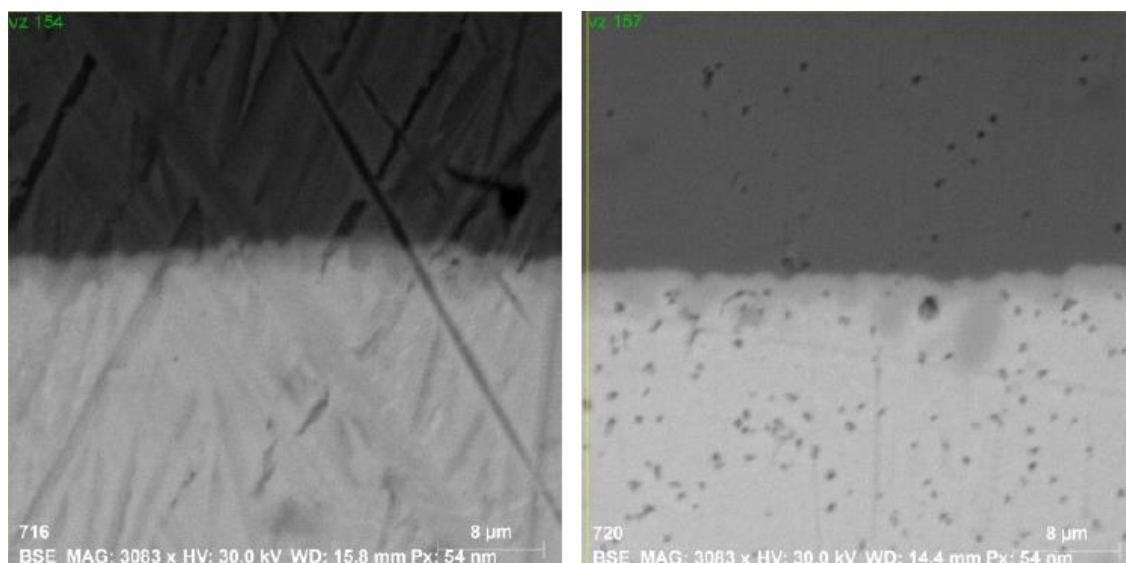
Obr. 7.30 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 + Ni (vlevo) a stárnutého vzorku (vpravo)



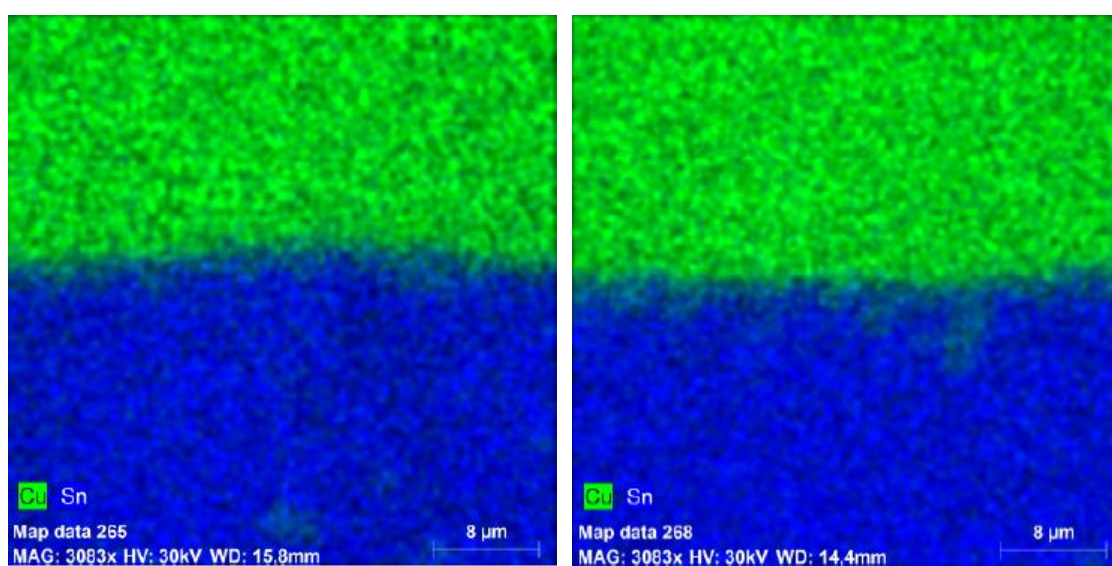
Obr. 7.31 Prvková analýza PF606 + Ni, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek

U vzorků s přimíchanými nanočásticemi niklu lze jasně vidět odlišný tvar intermetalické vrstvy. Je vidět silnější prolínání mědi a cínu. Avšak to, co nelze přes prvkovou analýzu zjistit jsou sloučeniny. Proto je možné, že se v přechodu mezi cínem a mědí vyskytuje pouze jedna sloučenina, nikoliv dvě, jak je u SAC pájek zvykem. Tudíž pevnost spoje může být tímto pozitivně ovlivněna.

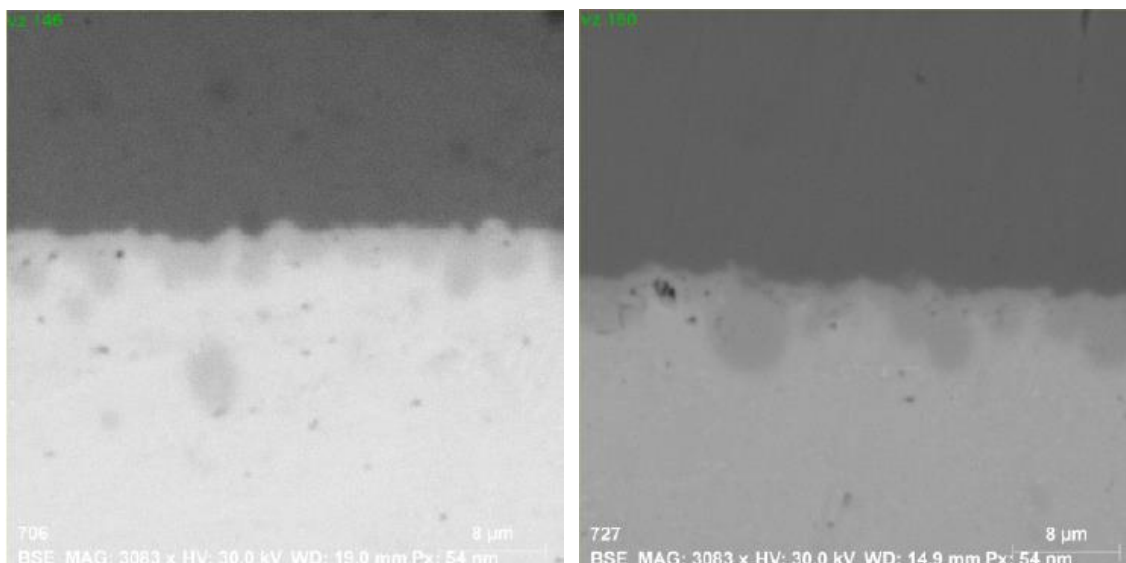
7.6.4 PF606 + Ni + Co



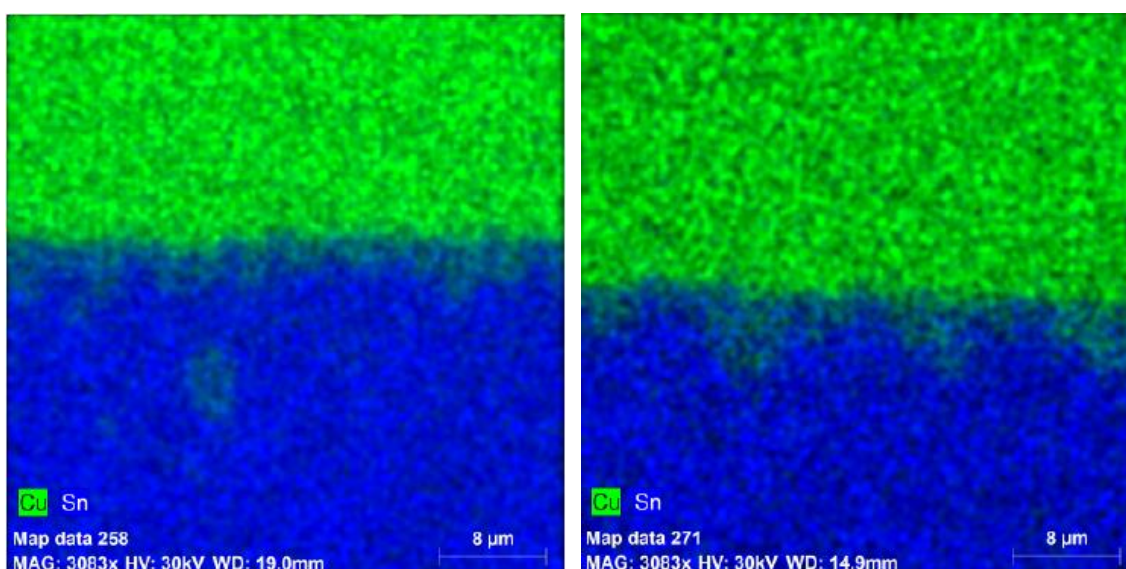
Obr. 7.32 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 + Ni + Co (vlevo) a stárnutého vzorku (vpravo)



Obr. 7.33 Prvková analýza PF606 + Ni + Co (1), zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek



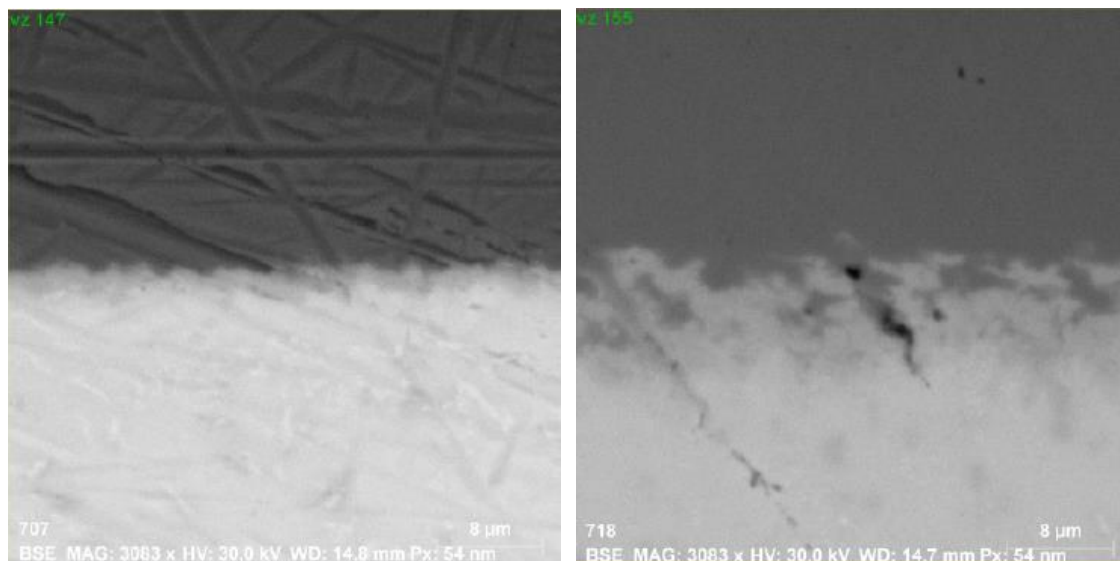
Obr. 7.34 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 + Ni + Co (vlevo) a stárnutého vzorku (vpravo)



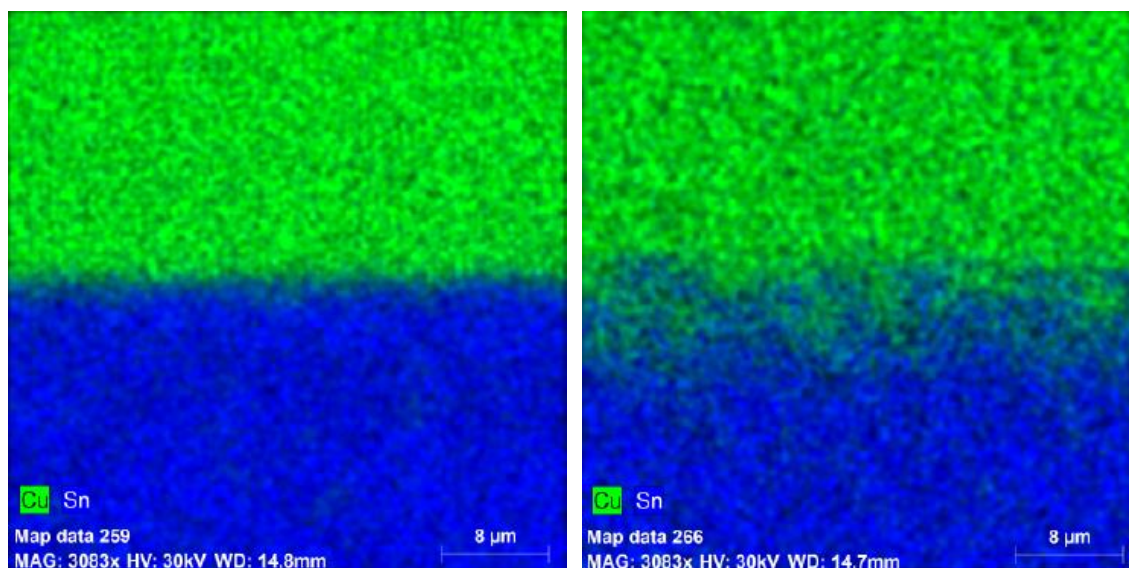
Obr. 7.35 Prvková analýza PF606 + Ni + Co, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek

U vzorků s přimíchaným kobaltem a niklem se vzorky spíše podobají vzorkům, kde byl pouze přimíchaný kobalt. Lze tedy říci, že ve tvorbě intermetalické vrstvy nebyl nikl tak dominantní. Po stárnutí lze vidět mírný nárůst intermetalické vrstvy.

7.6.5 PF610



Obr. 7.36 Pohled na intermetalickou vrstvu PF610 (vlevo) a stárnutého vzorku PF610 (vpravo)

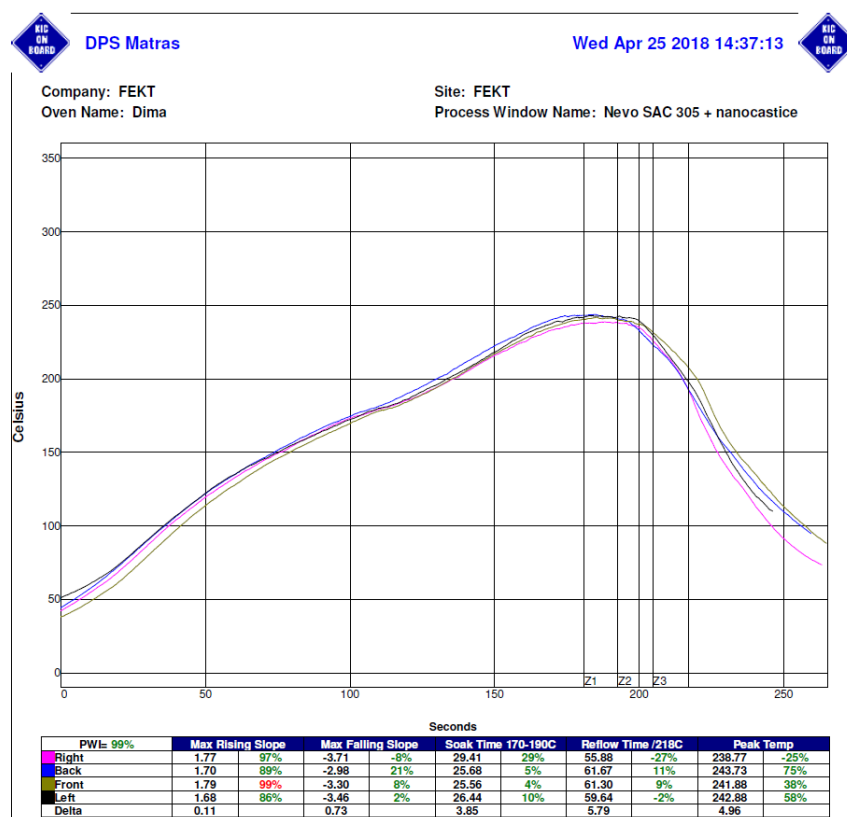


Obr. 7.37 Prvková analýza PF610, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek

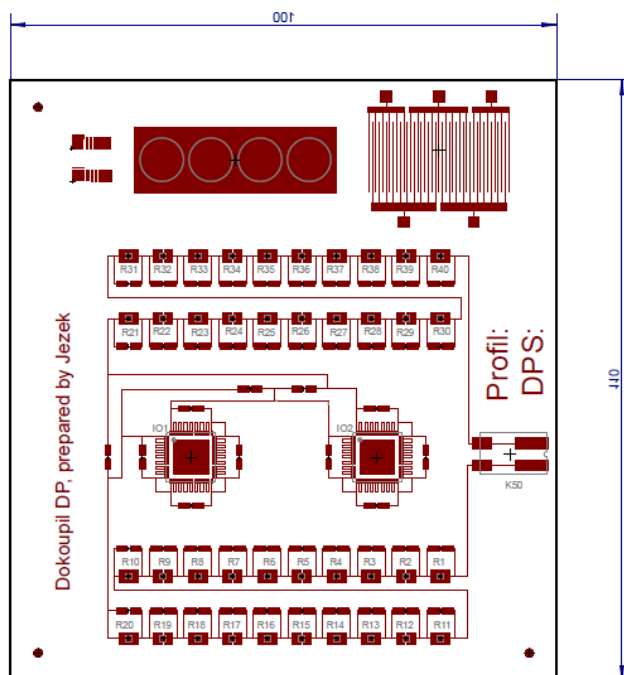
U vzorků s pastou PF610 jde vidět, že intermetalická vrstva je opravdu tenká oproti ostatním vzorkům, tudíž lze říci, že pevnost spoje je vyšší. Ale po stárnutí jde vidět drastický nárůst intermetalické vrstvy, silné prolínání mědi a cínu a tvorba prasklin ve spoji. Tudíž v čase vzorek svou výhodu výrazně ztratil a zařadil se mezi nejhorší vzorky. Podrobnější výsledky prvkové analýzy jsou na příloženém CD.

7.7 Elektrické zkoušky

Aby se mohly provést elektrické zkoušky, bylo potřeba osadit a zapájet součástky na DPS. Proto byla vytvořena deska firmou Gatema a.s.. Layout desky byl navrhnut panem Ježkem pro jeho diplomovou práci. Jedná se o desku, která byla přímo navržena pro elektrické zkoušky a pro mechanické zkoušky tahem. Desky byly očištěny isopropylalkoholem a poté na ně byla natisknuta pasta přes šablonu o tloušťce 100 μm . Deska byla osazena odpory o hodnotě 0 Ω . Po osazení se desky vložily do pece a byly zapájeny pájecím profilem nastaveným přímo pro tuto desku. Předehřev pece byl nastaven na 300 °C, spodní topné těleso na 300 °C, vrchní topné těleso na 360 °C a rychlost posuvu pásu na stupeň 11.



Obr. 7.38 Nastavený teplotní profil na peci DIMA



Obr. 7.39 Layout testovací DPS [19]

Po zapájení byly desky vloženy do klimatické komory, aby měly všechny stejnou teplotu. Do komory byly také vloženy vodiče pro měření odporu čtyřbodovou metou multimetrem MIT 21 od firmy Metra. Měření odporu probíhalo při 20 °C.

Elektrické testy	Měřený odpor [mΩ]
PF606	736
PF610	810
PF606 + Ni	803
PF606 + Co	930
PF606 + Ni + Co (1)	807
PF606 + Ni + Co (2)	824

Tab. 7.15 Měřený odpor testovaných DPS

Z naměřených výsledků je vidět, že nejmenší odpor obvodu měla deska s natisknutou pastou PF606. Přibližně o 100 mΩ více měly ostatní vzorky, avšak nejhůře si vedl vzorek s přidaným kobaltem. Ten měl o 200 mΩ více než DPS s pastou bez kobaltu. Tudíž lze říci, že přimíchání nanočástic do pasty, pouze zhoršilo elektrické vlastnosti.

7.8 Zkouška stříhem

Jedná se o destruktivní mechanickou zkoušku, která se provádí dle normy ČSN EN 62137 – 1 – 2, kdy hlavice tlačí minimálně do tří čtvrtin výšky součástky. Princip zkoušky je založen na předpokladu, že trhliny v pájeném spoji, budou mít vliv na pevnost pájeného spoje. Zkouška probíhá při pokojové teplotě, ale může se provádět i při vyšších teplotách. Dalším důležitým parametrem je výška hlavice. Je důležité, aby stříhová hlava tlačila na součástku co největší plochou, dle normy alespoň do $\frac{3}{4}$ výšky, a zároveň se nedotýkala desky. Dalším parametrem je rychlost posuvu stříhové hlavy. [20]

Měření probíhalo na přístroji DAGE PC 2400. Posun hlavy byl nastaven na 17 $\mu\text{m/s}$. Výška hlavice od plochy DPS byla nastavena na 100 μm a celkově hlava mohla vyvinout sílu 100 N. Nastavení hlavy na místo se provádělo elektronicky pomocí joysticku. Pod mikroskopem se přesně nastavila hlava na součástku a pak se spustil test. Pod mikroskopem se dal pozorovat celý proces trhání a praskání pájeného spoje.

Dle dohody se testovaly pouze 3 vzorky past, PF606, PF610 a PF606 s nanočásticemi niklu a kobaltu. Z testů vyplynulo, že největší pevnost měly spoje pasty PF610. Pasta PF606 byla nejkřehčí, avšak jde vidět, že přimícháním nanočástic do této pasty, mělo za výsledek to, že se zvýšila její pevnost, která téměř dosahovala pevnosti pasty PF610.

Trhací síla [N]			
Vzorek	PF606	PF610	PF606 + Ni + Co
1	51,37	64,69	55,05
2	47,12	61,12	62,59
3	42,48	60,74	64,83
4	50,87	66,12	53,7
5	59,64	54,35	56,16
6	50,21	69,06	63,74
7	48,34	52,36	48,42
8	63,15	47,17	47,8
9	44,92	47,43	54,55
10	43,7	52,23	48,79
Průměr	50,18	57,53	55,56

Tab. 7.16 Naměřené výsledky při zkoušce stříhem

8 DOSAŽENÉ VÝSLEDKY

První testem, který se prováděl, byl solderball test. Tento test se prováděl na keramickou podložku a všechny vzorky past normě vyhověly a nevytvářely žádné satelity či nečistoty okolo utvořené kuličky pájky. Pro tento test se nastavil odpovídající teplotní profil pece.

Dalším testem byl slump test. Tento test se dělil na dvě fáze a to cold a hot. Cold slump test se prováděl za teploty 25 °C a hot slump test za teploty 150 °C. V testu také všechny vzorky obstály. Nejlépe si v tomto testu vedly vzorky s přimíchaným kobaltem a čistá pasta PF606 (SAC305). Pasta s kobaltem měla při měření konstantní výsledky a lze tedy říci, že kobalt zlepšil vlastnosti pasty při testu roztékavosti. Tento test byl ovšem ovlivněn chybou operátora, protože při sundávání šablony ze vzorku mohly nechtěně vzniknout můstky mezi jednotlivými pady natisknuté pasty. Proto by bylo lepší, kdyby se pasta tiskla strojně, tudíž by se zabránilo vzniklým můstkům.

Po slump testu se prováděl wetting test. Ve wetting testu se kontrolovalo, zda nedojde k odsmáčení pasty z natisknuté oblasti. Jelikož se test prováděl na desce FR4 s nalamínovanou mědí, tak deska měla velkou tepelnou kapacitu a musel se přímo pro tento test nastavit nový teplotní profil. Všechny vzorky prošly testem, avšak u pasty PF610 bylo vidět mírné odsmáčení. Po přetavení byly vzorky umístěny pod mikroskop a byl přeměřen průměr rozteklé pájky. Po proměření průměru byl vypočítán teoretický smáčecí úhel. Nejmenšího teoretického smáčecího úhlu dosahovaly vzorky s přimíchaným niklem. Avšak rozdíl od ostatních měřených vzorků nebyl tak velký. Všechny vzorky dosahovaly velmi dobrých smáčecích úhlů. U vzorků, kde byl přimíchán kobalt, se na povrchu objevily šedé až černé skvrny. Prvková analýza prokázala, že tyto černé skvrny jsou složeny z uhlíku. Jedná se o uhlík, který byl nanesen na kobalt. Toto prokázalo, že kobalt se přetavil a uhlík vyplaval na povrch pájky.

Po proměření průměru byl u každé pasty ze série 4 vzorků jeden vystřižen a byl u něho udělán mikrovýbrus. Tyto vzorky se poté vložily pod mikroskop a byl změřen reálný smáčecí úhel. Ostatní vzorky se nechaly ještě dvakrát projet pecí. Poté byl u těchto vzorků taky proveden mikrovýbrus. Mikrovýbrusy byly poté vloženy do elektronového mikroskopu, kde se pozorovala intermetalická vrstva. Během pozorování byla provedena prvková analýza. Bohužel ve vzorcích nebyly nalezeny žádné stopy po nanočásticích, avšak bylo znát, že tyto nanočástice reagovaly při přetavení pasty a měly určitý vliv na tvorbu intermetalické sloučeniny. Nejlépe toto šlo pozorovat u vzorků s niklem.

Následně bylo na šest testovacích DPS natisknuty různé vzorky pasty a desky byly osazeny rezistory s nulovým odporem. Po zapájení byly desky vloženy do klimatické komory, aby byla teplota desek vyrovnána, jelikož teplota má vliv na odpor a byl změřen jejich elektrický odpor. Nejmenší odpor měla deska s použitou pastou PF606. Ostatní pasty měly o 100 mΩ větší odpor, avšak pasta s přimíchaným kobaltem měla odpor větší

o 200 m Ω . Tudíž znova je zřejmé, že nanočástice měly vliv na vlastnosti pasty. Bohužel testování bylo provedeno jen jednou pro každou pastu. Aby se eliminovala chyba měření, bylo by potřeba provést více testů.

Nakonec byly tři ze šesti osazených DPS vybrány pro mechanické testy. Jednalo se o desky, na kterých byla použita pasta PF606, PF610 a pasta s příměsemi niklu a kobaltu. Zkouška stříhem byla provedena za pokojové teploty. Nejkrhčí spoje byly u pasty PF606 a nejpevnější u PF610. Spoje zapájeny pastou s nanočásticemi se blížily odolnosti pasty PF610 a tímto prokázali, že nanočástice zvětšily pevnost spojů.

ZÁVĚR

Úkolem této práce bylo provést rešerši na téma přimíchávání reaktivních nanočástic do pájecí pasty PF606 (SAC305) a odzkoušet jednotlivé testy, které zjišťují vlastnosti pájecích past.

V první části práce jsou popsány informace o výrobě a vlastnostech pájecích past a reaktivních nanočástic. Dále je popsán vznik intermetalických sloučenin, které vznikají při procesu pájení a které hrají důležitou roli v pevnosti a spolehlivosti pájeného spoje. Zejména na tyto sloučeniny mají reaktivní nanočástice vliv, protože se aktivně podílejí na utváření pájeného spoje. Posledním bodem rešerše je metodika zkoušek pájecích past. Jedná se v podstatě o základní testy pájecích past, které mají za úkol zjistit, jak se pasta po tisku roztéká a jaké má smáčecí vlastnosti. Tyto vlastnosti se s množstvím přimíchaných nanočástic mění. Poslední metodou testování je prvková analýza pájeného spoje. Díky této analýze lze zjistit, kde se nanočástice v pájeném spoji vyskytují.

Firmy, které by chtěly přimíchávání nanočástic implementovat do výroby pájecích past, musí investovat do adekvátních zařízení, aby zajistily bezpečné pracovní podmínky pro operátory ve výrobě. V prvé řadě se jedná o dry box, díky kterému se zamezí kontaktu člověka s nanočásticemi. Dále je dry box výhodný v tom, že se v něm dá vytvořit ochranná atmosféra. Dalším zařízením je centrifuga, neboli tzv. kondicionér. Po přisypání nanočástic je potřeba pastu dostatečně promíchat, aby vznikla homogenní směs bez shluků nanočástic. V této práci, byla použita jednoosá centrifuga, která plně vyhovovala potřebám a pastu dostatečně promíchala. Ruční míchání se nedoporučuje z důvodů vysoké prašnosti částic, u kterého hrozí vdechnutí.

V praktické části se vyzvedly pasty z firmy NeVo, které byly namíchány přímo pro testování. Byly namíchány z částic o velikosti typ 4 a tavidla typu ROL0. Toto tavidlo bylo použito ve všech vzorcích, aby měly všechny vzorky stejné vlastnosti a viskozitu. Pasty se po namíchání přesunuly se do dry boxu společně s objednanými nanočásticemi niklu a kobaltu, kde se smíchaly v ochranné atmosféře argonu. Poté byly pasty znova promíchány centrifugou ve firmě NeVo. Byly dodrženy veškeré bezpečnostní a výrobní postupy pro přimíchávání nanočástic.

Porovnáme-li jednotlivé výsledky pasty PF606 a past, ve kterých byly přimíchány nanočástice, jde vidět, že tyto nanočástice zasahovaly do vlastností pasty. Oproti čisté pastě se pasta s kobaltem jevila méně roztékavější, avšak měla po přetavení větší odpor. Zatímco nanočástice niklu pozitivně ovlivňovaly smáčivost a zřejmě i tvorbu intermetalických sloučenin. V pastách, kde se tyto nanočástice kombinovaly, se tyto vlastnosti spíše blížily výsledkům pasty PF610. Ta excelovala v pevnosti a v tloušťce intermetalické vrstvy. U stárnutého vzorku této pasty byl vidět velký nárůst

intermetalické vrstvy, a tudíž lze předpokládat, že pevnost této pasty v čase bude výrazně klesat.

Bylo tedy prokázáno, že nanočástice ovlivňují vlastnosti pasty PF606. V některých oblastech si vedly o dost lépe. Avšak je potřeba zdůraznit, že bylo provedeno málo testů, aby se tyto vlastnosti potvrdily. Testy měly pouze prokázat, že nanočástice zlepšují vlastnosti pájek ve všech směrech a že stále existuje způsob, jak tyto pájecí pasty zlepšovat.

Pokud by se dalšími testy stárnutí prokázalo, že pevnost PF610 klesá rychleji než pastě s nanočásticemi, lze říci, že použití speciálních kovů mimo slitinu pájky ve formě nanočástic je výhodnější. Dále by stálo za prozkoumání, jak různé druhy nanočástic v pájce mezi sebou reagují.

LITERATURA

- [1] LEE, Ning-Cheng. *Reflow Soldering Processes and Troubleshooting: SMT, BGA, CSP and Flip Chip Technologies* [online]. NEWNES, 2002 [cit. 2017-12-14]. Dostupné z: [ftp://jttechonline.com/bonus%20books/lee,%20n.-c.%20\(2001\)%20%20reflow%20soldering%20processes%20and%20troubleshootin.pdf](ftp://jttechonline.com/bonus%20books/lee,%20n.-c.%20(2001)%20%20reflow%20soldering%20processes%20and%20troubleshootin.pdf)
- [2] ŠIMEČEK, Ondřej. *PROBLEMATIKA ŠABLONOVÉHO TISKU PÁJECÍ PASTY PRO SOUČÁSTKY S MALOU ROZTEČÍ VÝVODŮ*. Brno, 2011. DIPLOMOVÁ PRÁCE. VUT Brno FEKT. Vedoucí práce Ing. Jiří Starý, Ph.D.
- [3] MATRAS, Jan. *Vliv povrchových úprav DPS na pájitelnost při pájení v parách* [online]. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016 [cit. 2017-12-14]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11012/61734>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Ústav mikroelektroniky. Vedoucí práce Josef Šandera.
- [4] FORMOSA No Clean Solder Paste Model: PF610-P: Product Data Sheet. *SHENMAO SOLDER* [online]. [cit. 2018-05-17]. Dostupné z: www.shenmao.com
- [5] FORMOSA No Clean Solder Paste Model: PF610-P: Product Data Sheet [online]. *SHENMAO SOLDER* [cit. 2017-12-14]. Dostupné z: www.shenmao.com
- [6] MELIŠ, Josef. *Mechanické vlastnosti pájeného spoje*. Brno, 2010. Bakalářská práce. VUT Brno FEKT. Vedoucí práce Petr Stejskal.
- [7] SUJAN, G.K., A.S.M.A. HASEEB a A.B.M. Afifi. *Effects of metallic nanoparticle doped flux on the interfacial intermetallic compounds between lead-free solder ball and copper substrate*. Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, University of Malaya, 50603 Kuala Lumpur, Malaysia, 2014.
- [8] DOSEDLA, Milan. *TRENDY V OBLASTI PÁJECÍCH PAST A VLIV NANOČÁSTIC*. Brno, 2016. DIPLOMOVÁ PRÁCE. VUT Brno FEKT. Vedoucí práce Ing. Jiří Starý, Ph.D.
- [9] BAUMLI, PÉTER. *SOLDER MATERIALS WITH MICRO AND NANOPARTICLES : A REVIEW*. Miskolc - Egyetemváros 3515, Hungary. University of Miskolc, Metalforming and Nanotechnology.
- [10] RYCHLÝ, Ivo. *Trendy v oblasti pájecích past a vliv reaktivních nanočástic*. Brno, 2016. Semestrální práce. VUT FEKT. Vedoucí práce Ing. Jiří Starý, Ph.D.
- [11] PEŠINA, Zbyněk. *APLIKACE NANOMATERIÁLŮ PRO VÝVOJ PÁJEK B EZ OLOVA*. Brno, 2012. Disertační práce. VUT Brno FSI.

- [12] TAY, S.L., A.S.M.A HASEEB, Mohd Rafie JOHAN, P.R. MUNROE a M.Z. QUADIR. *In fl uence of Ni nanoparticle on the morphology and growth of interfacial intermetallic compounds between Sn e 3.8Ag e 0.7Cu lead-free solder and copper substrate*. Department of Mechanical Engineering, University of Malaya, Lembah Pantai, 50603 Kuala Lumpur, Malaysia, 2012.
- [13] TAY, S.L., A.S.M.A. HASEEB a Mohd RAFIE JOHAN. *Addition of cobalt nanoparticles into Sn-3.8Ag-0.7Cu lead-free solder by paste mixing*. Department of Mechanical Engineering, University of Malaya, Kuala Lumpur, Malaysia, 2010.
- [14] *Guidance and safety requirements for the creation and manipulation of engineered nanomaterials* [online]. 2012: The University of Nottingham [cit. 2017-12-14]. Dostupné z: <https://www.nottingham.ac.uk/safety/documents/nanomaterials.pdf>
- [15] 2.4.45. *IPC-TM-650 TEST METHODS MANUAL: Solder Paste—Wetting Test*. The Institute for Interconnecting and Packaging Electronic Circuits. 2215 Sanders Road • Northbrook, IL 60062-6135, 1995.
- [16] 2.4.35. *IPC-TM-650 TEST METHODS MANUAL: Solder Paste—Slump Test*. The Institute for Interconnecting and Packaging Electronic Circuits. 2215 Sanders Road • Northbrook, IL 60062-6135, 1995.
- [17] 2.4.43. *IPC-TM-650 TEST METHODS MANUAL: Solder Paste—Solder Ball Test*. The Institute for Interconnecting and Packaging Electronic Circuits. 2215 Sanders Road • Northbrook, IL 60062-6135, 1995.
- [18] VÍDEŇSKÝ, Ondřej. *Smáčivost povrchových úprav DPS a porovnání metod*. Brno, 2017. Bakalářská práce. FEKT VUT. Vedoucí práce Ing. Jiří Starý, Ph.D.
- [19] JEŽEK, Vladimír. *Vliv integrálu teploty a času pájení na kvalitu pájeného spoje*. Brno, 2015. Diplomová práce. VUT FEKT. Vedoucí práce Ing. Jiří Starý, Ph.D.
- [20] LOMBERSKÝ, Filip. *Spolehlivost pájených spojů*. Plzeň, 2013. Bakalářská práce. Západočeská Univerzita v Plzni.

SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

SMD	Surface Mount Device	Součástka pro povrchovou montáž
VOC	Volatile Organic Compounds	Těkavé organické sloučeniny
IMC	InterMetallic Compounds	Intermetalické sloučeniny
BSE	BackScattered Electrons	Zpětně odražené elektrony
SE	Secondary Electrons	Sekundární elektrony
FR	Flame Retardant	Samozhášivé provedení
SAC	Sn Ag Cu	
DPS	Deska Plošných Spojů	
CHOPN	Chronická Obstrukční Plicní Nemoc	
RTG	Rentgen	
ν	Výška přetavené pájky	
Θ	Smáčecí úhel	
ρ	Poloměr rozteklé pájky	
$V_{páj}$	Objem pájky	

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 2.1 Přetavovací profil typické SAC pájky[4]	13
Obr. 2.2 Přetavovací profil PF610 [5]	14
Obr. 3.1 Graf pevnosti spoje v závislosti na tloušťce IMC	17
Obr. 4.1 Rozdíly růstu IMC u SAC pájky s a bez nanočástic niklu [12].....	19
Obr. 4.2 Pohled na IMC SAC pájky s a bez nanočástic kobaltu [13].....	21
Obr. 6.1 Šablona na slump test o tloušťce 0,2 mm [16]	24
Obr. 6.2 Šablona na slump test o tloušťce 0,1 mm [16]	24
Obr. 6.3 Možné výsledky solder ball testu [17].....	25
Obr. 6.4 Výstup prvkové analýzy u vzorku PF610.....	27
Obr. 7.1 Přimíchávání nanočástic v dry boxu.....	29
Obr. 7.2 Centrifuga na míchání past	29
Obr. 7.3 Teplotní profil na solderball test.....	30
Obr. 7.4 Pájecí pec DIMA	31
Obr. 7.5 PF606 solderball test	31
Obr. 7.6 Detail na kuličku pájky PF606	32
Obr. 7.7 PF606 + Co solderball test	32
Obr. 7.8 Detail na povrch kuličky PF606 + Co	33
Obr. 7.9 PF606 + Ni solderball test	33
Obr. 7.10 Detail na povrch kuličky pájky PF606 + Ni	34
Obr. 7.11 PF606 + Ni + Co.....	34
Obr. 7.12 Detail na povrch kuličky pájky PF606 + Ni +Co	35
Obr. 7.13 PF610 solderball test	35
Obr. 7.14 Detail na povrch kuličky pájky PF610	36
Obr. 7.15 Cold slump test	40
Obr. 7.16 Detail na můstek při cold slump testu	41
Obr. 7.17 Nastavený teplotní profil na hot slump test	42
Obr. 7.18 Můstek při hot slump testu	42

Obr. 7.19 Uhlík na povrchu pájky	43
Obr. 7.20 Snímek z elektronového mikroskopu na vzorek s kobaltem	44
Obr. 7.21 Nastavený pájecí profil pro wetting test	44
Obr. 7.22 Testovací vzorek s termočlánky	45
Obr. 7.23 Grafické zobrazení výpočtu smáčecího úhlu.....	46
Obr. 7.24 Měření průměru, obvodu a plochy rozteklé pájky.....	49
Obr. 7.25 Měření smáčecího úhlu mikrovýbrusu	49
Obr. 7.26 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 (vlevo) a stárnutého vzorku PF606 (vpravo).....	51
Obr. 7.27 Prvková analýza PF606, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek	51
Obr. 7.28 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 + Co (vlevo) a stárnutého vzorku (vpravo).....	52
Obr. 7.29 Prvková analýza PF606 + Co, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek	52
Obr. 7.30 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 + Ni (vlevo) a stárnutého vzorku (vpravo).....	53
Obr. 7.31 Prvková analýza PF606 + Ni, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek	53
Obr. 7.32 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 + Ni + Co (vlevo) a stárnutého vzorku (vpravo).....	54
Obr. 7.33 Prvková analýza PF606 + Ni + Co (1), zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek.....	54
Obr. 7.34 Pohled na intermetalickou vrstvu PF606 + Ni + Co (vlevo) a stárnutého vzorku (vpravo).....	55
Obr. 7.35 Prvková analýza PF606 + Ni + Co, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek.....	55
Obr. 7.36 Pohled na intermetalickou vrstvu PF610 (vlevo) a stárnutého vzorku PF610 (vpravo).....	56
Obr. 7.37 Prvková analýza PF610, zobrazení mědi a cínu, vpravo stárnutý vzorek	56
Obr. 7.38 Nastavený teplotní profil na peci DIMA	57
Obr. 7.39 Layout testovací DPS [19].....	58

SEZNAM TABULEK

Tab. 1.1 Velikosti zrn pájky v pájecí pastě [1]	10
Tab. 7.1 Slump test pasty PF606 na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm.....	37
Tab. 7.2 Slump test pasty PF606 s kobaltem na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm	37
Tab. 7.3 Slump test pasty PF606 s niklem na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm	38
Tab. 7.4 Slump test pasty PF606 s niklem a kobaltem na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm.....	38
Tab. 7.5 Slump test pasty PF606 s niklem a kobaltem na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm	39
Tab. 7.6 Slump test pasty PF610 na dvou šablonách tloušťky 0,2 mm a 0,1 mm.....	39
Tab. 7.7 Průměrný počet mřížek pro šablonu o tloušťce 0,2 mm	39
Tab. 7.8 Průměrný počet mřížek pro šablonu o tloušťce 0,1 mm.....	40
Tab. 7.9 PF606 smáčecí úhel	46
Tab. 7.10 PF606 + Co smáčecí úhel	47
Tab. 7.11 PF606 + Ni smáčecí úhel.....	47
Tab. 7.12 PF606 + Ni + Co (1) smáčecí úhel	47
Tab. 7.13 PF606 + Ni + Co (2) smáčecí úhel	47
Tab. 7.14 PF610 smáčecí úhel	48
Tab. 7.15 Měřený odpor testovaných DPS	58
Tab. 7.16 Naměřené výsledky při zkoušce stříhem	59