

Teilprojekt/Arbeitskreisgruppe A06

Titel

Elektronenmikroskopische (TEM) Analyse von
Schmelzprozessen und Erstarrungsgefügen

Projektleitung/-bearbeitung

Mayer, Joachim, Univ.-Prof. Dr. rer. nat.; geb. 12. 6. 1959,
deutsch
Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie der RWTH
Aachen
Ahornstr. 55, 52074 Aachen
und
Ernst Ruska-Centrum für Mikroskopie und Spektroskopie mit
Elektronen, Forschungszentrum Jülich, 52425 Jülich
Telefon: (0241) 80-24350
Telefax: (0241) 80-22313
E-Mail: mayer@gfe.rwth-aachen.de

Teil I: In situ-Untersuchungen im GK-REM

Aufgabenstellung

Im GK-REM sollen in-situ-Untersuchungen durchgeführt werden, für die
zunächst neue Versuchsaufbauten entwickelt werden müssen

Vorgehensweise

Im Rahmen einer Masterarbeit wurde ein Versuchsstand konstruiert und
aufgebaut (siehe Abb.1), der verschiedene Verwendungsmöglichkeiten
zulässt.

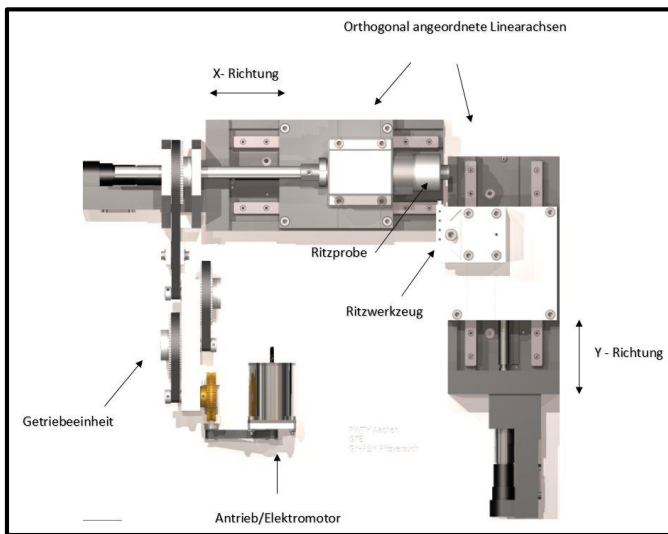


Abb.: 1 In-situ Versuchsstand für das GK-REM

Mit diesem Versuchsstand ist es zum einen möglich, eine bewegte Probe (hier Ritzprobe genannt) unter Laserbestrahlung in-situ den Aufschmelz- sowie Erstarrungsvorgang zu beobachten. Zum anderen kann durch Einsatz eines Werkzeuges (hier Ritzwerkzeug) eine Materialbearbeitung unter elektronenmikroskopischer Beobachtung abgebildet werden.

Ergebnisse

Der Versuchsstand wurde nach seiner Implementierung ins GK-REM hinsichtlich seiner Funktionalität erfolgreich getestet. Ein Ritzvorgang konnte in einem Video dokumentiert werden. Abbildung 2 zeigt ein Einzelbild dieses Ritzvorgangs.

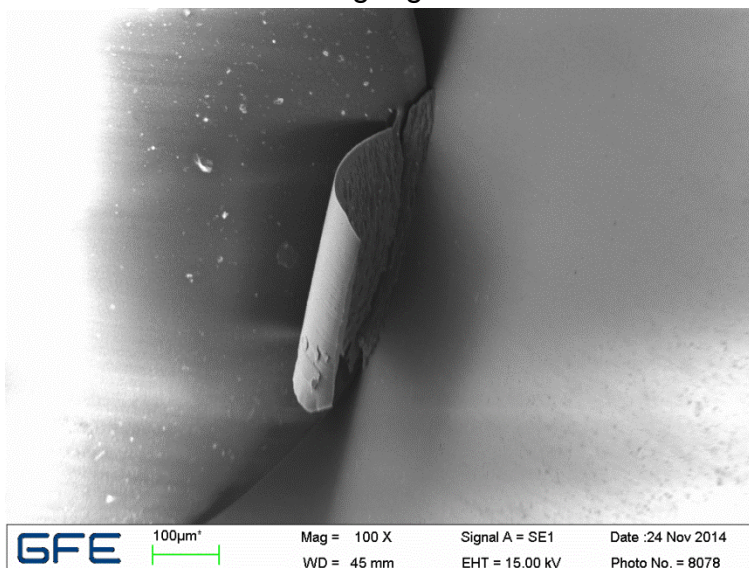


Abb.2: Spanbildung während eines Ritzvorgangs

Zusammenfassung und Ausblick

Im nächsten Schritt erfolgt der Einbau eines Lasers zur Probenheizung im GK-REM. Hierzu läuft zur Zeit in Kooperation mit dem LLT (TP A1) eine Bachelor-Arbeit, die nach bereits erfolgreicher Planung in den kommenden Monaten den Laser einbauen und testen wird.

Teil II: REM- und TEM-Untersuchungen

Aufgabenstellung

Konventionelle und analytischen TEM-Untersuchungen von Korn- und Phasen-grenzflächen, sowie von Defektstrukturen, und Ausscheidungen, die sich in der Wärmeeinflusszone vor der Erstarrungsfront gebildet haben. Diese Untersuchungsergebnisse führen zu einem besseren Verständnis von Kinetik und Thermodynamik von Erstarrungsprozessen.

Vorgehensweise

Folgende Prozesse und TEM-Untersuchungen wurden angewandt bzw. durchgeführt:

1. TEM-Probenpräparation mit einer Focused Ion Beam (FIB).
2. Konventioneller TEM- und STEM-Untersuchungen (Hell-Dunkelfeld-Abbildungen) sowie Elektronenbeugung zur Bestimmung der Mikrostruktur und Identifizierung der Phase.
3. Analytische TEM-Untersuchungen (Energiedispersive Röntgenspektroskopie), um mögliche Segregation von Legierungs- und Verunreinigungselementen in die rekristallisierten Zonen und die Korngrenzen zu identifizieren.

Ergebnisse

Zwei Sn-basierte Lötbander, Sn78Cu22 und Sn75Cu20Ge5, vom Institut für Oberflächentechnik (IOT) wurden untersucht. Diese Lotbänder wurden durch Rascherstarrung im Melt-Spinning-Verfahren hergestellt. Der Aluminiumgusswerkstoff AlSi7Mg0,3 wurde als Grundsubstanz für den TLP Bonding-Prozess verwendet.

Zunächst wurden EBSD-Analysen am Sn75Cu20Ge5-Lötband durchgeführt, um die Gefügeausbildung nach dem Erstarren zu bestimmen.

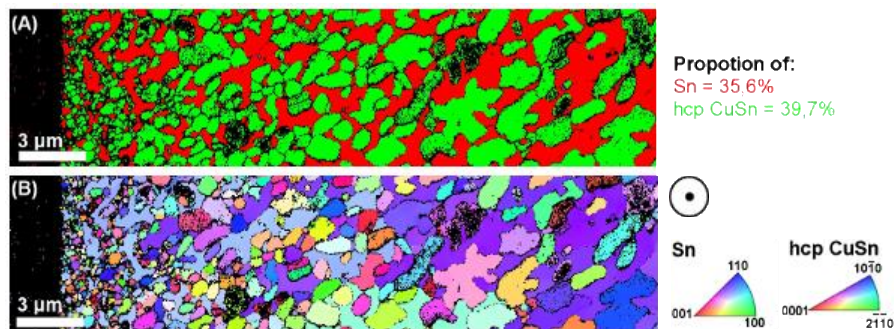


Abbildung. 1: EBSD-Analysen am Sn75Cu20Ge5-Lötband mit hexagonalen CuSn-Phasen in einer Sn-Matrix

Diese Analysen zeigten, dass das Band vor allem aus hexagonalen CuSn-Phasen in einer Sn-Matrix besteht (s. Abbildung 1). Des Weiteren ist die feinkörnige Ausprägung der rasch erstarrten Seite zu erkennen. Die Orientierung der Sn-Phasen erfolgte in zwei Vorzugsrichtungen, während sich die hexagonalen CuSn-Phasen in verschiedene Richtungen orientierten.

Weitere Untersuchungen (s. Abbildung 2) der beiden Lotbänder bei höhere Vergrößerung wurden mittels Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM) durchgeführt. STEM- und EDS-Analysen zeigten, dass die CuSn-Phasen in einer Sn-Matrix vorliegen. Zusätzliche, amorphe-Ge Phasen bildeten sich auf den Korngrenzen.

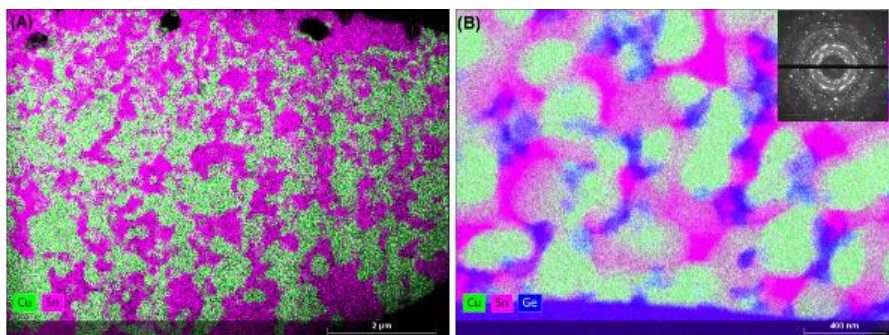


Abbildung. 2: TEM- und EDS-Analysen der (a) Sn78Cu22 und (b) Sn75Cu20Ge5-Lamelle mit Element-verteillungsmaps von Sn, Cu und Ge.

Die Löt Nähte der gelöteten Verbunde aus dem Aluminiumgusswerkstoff und den beiden Lotbändern wurden im Querschliff mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und EDS analysiert (s. Abbildung. 3). In beiden Löt Nähten konnten unterschiedliche Phasen detektiert werden. Die Sn-Matrix wurde sowohl in der ersten, als auch in der zweiten Naht gefunden. In dieser Sn-Matrix fanden sich Ausscheidungen von Al-Cu-Phasen (Al_2Cu und AlCu). Zusätzlich, fanden sich in der Sn75Cu20Ge5-Löt Naht verschiedene weitere Phasen. Zum einen, eine Ge-Al-Phase und zum anderen eine Cu-Al-Phase ($\text{Al} + \text{Al}_2\text{Cu}$). Des Weiteren konnte eine Mg-Ge-Phase detektiert werden.

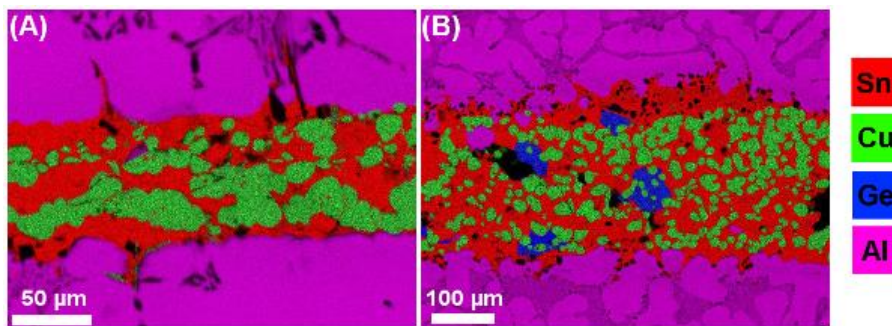


Abbildung. 3: REM- und EDS-Analysen der (a) Sn78Cu22- und (b) Sn75Cu20Ge5-Löt Naht

Mittels STEM wurden zwei Lamellen aus der Übergangszone von Lötband und zur Wärmeeinflusszone (WEZ) von jeder Löt Naht untersucht. Dünnere Oxidschichten konnten in beiden Lamellen detektiert werden (s. Abbildung. 4 und 5.). EDS-Analysen zeigten auch, dass Cu in die WEZ diffundiert ist. In der Übergangszone der Sn78Cu22-Lamelle zeigten sich mehreren Mg reich-Phasen.

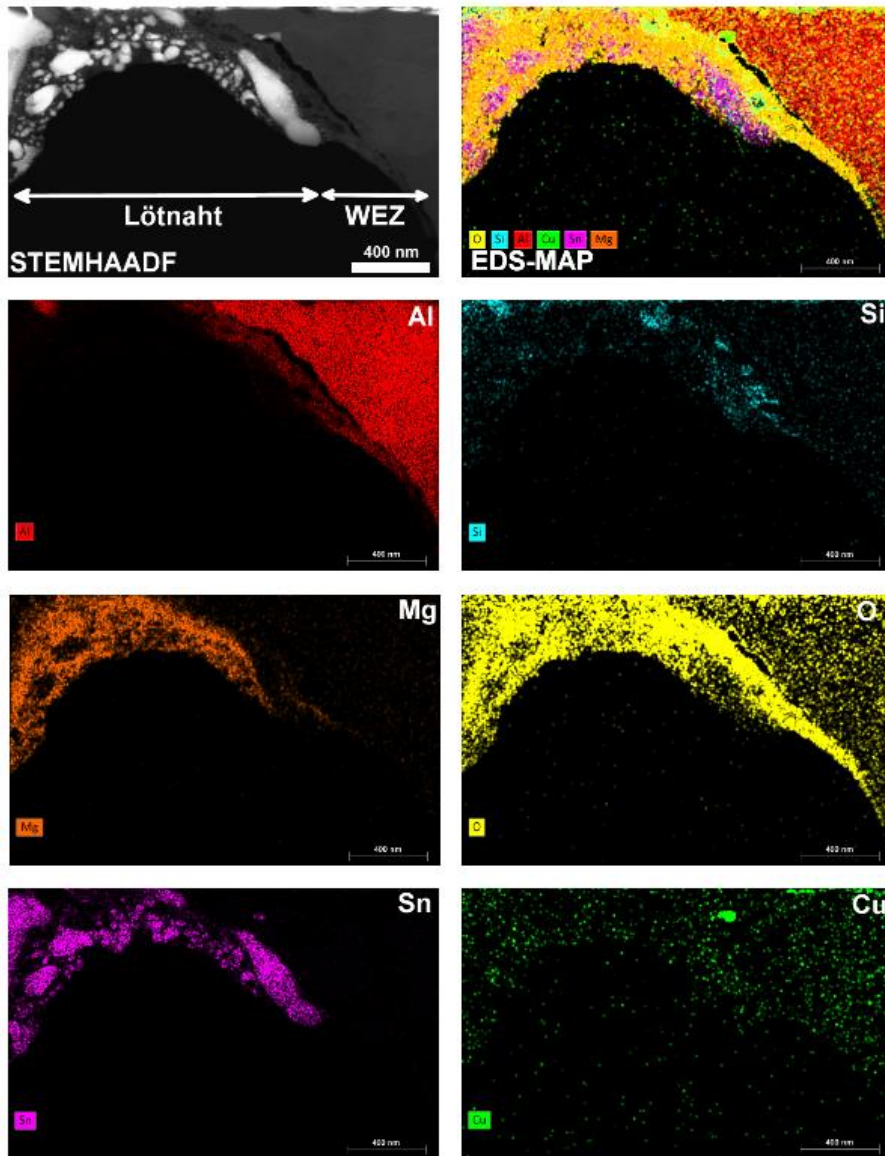


Abbildung. 4: STEM-HAADF-Abbildung und EDS-Elementverteilungen der aus der Lötnaht geschnittenen Sn78Cu22-Lamelle.

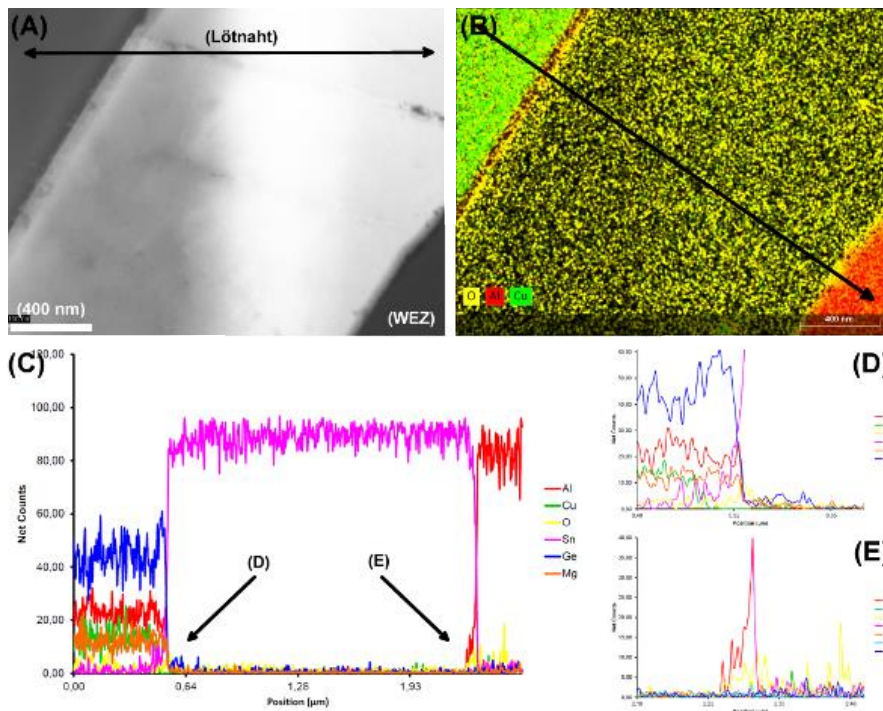


Abbildung. 5: (A) STEM-HAADF-Abbildung und (B) EDS Element-verteilungs MAP der aus der Sn75Cu20Ge5-Lötnaht geschnittenen Lamelle. (C) Linie-Profile durch Lötnaht und WEZ-Bereich mit (D) und (E) Vergrößerungen in der Übergangszone.

Zusammenfassung und Ausblick

Aus der elektronenmikroskopischen Analytik der Sn-basierten Lötbander und Lötnahten geht hervor, dass durch den Melt-Spinning-Prozess homogene Lotbänder hergestellt werden können.

Die EBSD-Analysen stellen eine Momentaufnahme der Erstarrung der kristallinen Phase dar. Die TEM- und EDX-Analysen bestätigen die EBSD-Ergebnisse, dass in beiden Lotbändern die CuSn-Phasen von einer Sn-Matrix umschlossen werden. Weiterhin wurde gezeigt, dass sich Ge-Phasen in den Korngrenzen bilden.

Die REM- und EDS-Analysen der beiden Lötnahte zeigten, dass sich unterschiedliche Phasen-bilden. STEM- und EDS-Analysen der Lötnaht-WEZ zeigen mehrere Ausscheidungen-

Phasen. Dünnere Aluminiumoxid-Schichten konnten detektiert werden.

Weitergehende Untersuchungen der Sn-basierten Lötbander und Löt Nähte wurden im TEM-Hochauflösung durchgeführt. Zwei Lotbändern, Ti- und Ni-basierte Lotbändern, wurden weiter hergestellt und für einen Lötprozess auch untersucht.

Teil III: Veröffentlichungen

1. Charakterisierung von Erstarrungsprozessen während des TLP-Bondings mit rasch erstarrten Lotbändern aus dem Melt-Spinning-Verfahren. K. Bobzin, M.Öte, S. Wiesner, L. Pongratz, J. Mayer, A. Aretz, R. Iskandar, A. Schwedt. Presented as oral presentation. 2016 WTK Chemnitz und IOP conference series.
2. Characterisation of Transient Liquid Phase Bonding solidification processes with Sn-based rapidly solidified brazing ribbons for joining of aluminium cast alloy, Kirsten Bobzin, Mehmet Öte, Stefanie Wiesner, Ludwig Pongratz , Joachim Mayer, Anke Aretz, Riza Iskandar, Alexander Schwedt. Accepted as poster presentation, 2016 LÖT Aachen.
3. Analytical Investigation of Rapidly Solidified Braze Ribbons for Transient Liquid Phase Bonding
Riza Iskandar, Ludwig Pongratz, Stefanie Wiesner, Memet Öte, Alexander Schwedt, Kirsten Bobzin, Joachim Mayer
Accepted as oral presentation, The 11th APMC, 23rd-27th May 2016, Phuket Thailand
4. Microstructure Analysis of Transient Liquid Phase Bonded Joints with Sn based Rapidly Solidified Braze Ribbons
R. Iskandar, L. Pongratz, S. Wiesner, M. Öte, A. Schwedt, K. Bobzin, J. Mayer
Submitted, EMC 2016, 29th August – 6th September 2016, Lyon France