

Teilprojekt A6

Titel

Elektronenmikroskopische Analyse von Schmelzprozessen und Erstarrungsgefügen

Projektleitung/-bearbeitung

Projektleitung: Mayer, Joachim, Univ.-Prof. Dr. rer. nat

Projektbearbeitung: Iskandar, Riza, Dr.-Ing

Aretz, Anke, Dr. rer. nat.

Weirich, Thomas E, apl. Prof. Dr.

Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie
der RWTH Aachen

Aufgabenstellung

Die Aktivitäten im laufenden Jahr konzentrieren sich auf hochauflösende elektronenmikroskopische Verfahren zur Gefügecharakterisierung.

Die Umwandlungsmechanismen wurden direkt im Großkammer-REM (GK-REM) beobachtet und bei ausgewählten Proben im TEM untersucht.

Vorgehensweise

In Zusammenarbeit mit TP A5 wurden Lötbander unterschiedlicher Zusammensetzung hinsichtlich ihres Schmelz- und Erstarrungsverhaltens durch Heizversuche im GK-REM charakterisiert. Die optimale Heiztemperatur und das Temperaturintervall für den Lötprozess wurde für jedes einzelne Lötbandensystem bestimmt. Alle Proben wurden *post-mortem* im GK-REM mittels EDX von oben sowie im Querschliff untersucht. Die vertiefende TEM-Untersuchung im Anschluss liefert unter anderem orts aufgelöste Angaben zu den resultierenden Gefügemodifikationen. Für diese TEM-Untersuchungen wurden Lamellen von verschiedenen ausgewählten Bereichen mittels einer *Focused Ion Beam* (FIB) präpariert.

Ergebnisse

In situ Untersuchungen im GK-REM

In 2018 wurde eine Variation von Al-Knetlegierungen mit einer Variation von Sn-Loten mit unterschiedlichen Bestandteilen weiterer Legierungselemente bezüglich ihres Benetzungsverhaltens im Heizmodul des GK-REM untersucht. Tabelle 1 gibt eine Übersicht des Versuchsprogramms.

Versuch	Basis	Lot	T-Basis	T oberhalb Lot	Kommentar
1.1.1	EN AC-42100	Cu50Sn	420°C 440°C	210°C 225°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
1.1.2	EN AC-42100	Cu50Sn	440°C	320°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
1.1.3	EN AC-42100	Cu50Sn	440°C 450°C 460°C	223°C 228°C 231°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff; TEM
1.1.4	EN AC-42100	Cu50Sn	440°C 460°C 550°C	225°C 233°C 320°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
1.1.5	EN AC-42100	Cu50Sn	550°C	310°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
2.1.1	EN AW-3003	Cu50Sn	440°C 460°C 480°C 500°C	260°C 254°C 260°C 292°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
2.1.2	EN AW-3003	Cu50Sn	440°C 460°C 480°C	225°C 241°C 268°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
2.1.3	EN AW-3003	Cu50Sn	550°C	373°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
3.1.1	EN AW-4343	Cu50Sn	440°C	270°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
3.1.2	EN AW-4343	Cu50Sn	440°C	304°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
3.1.3	EN AW-4343	Cu50Sn	440°C	324°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
1.2.1	EN AC-42100	Sn	550°C	418°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
2.2.1	EN AW-3003	Sn	550°C	360°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
3.2.1	EN AW-4343	Sn	550°C	411°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
3.2.2	EN AW-4343	Sn	400°C	321°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
Probe1	EN AC-42100	Al46Ge10Sn	450°C		EDX (Heizversuch im IOT)
Probe2	EN AC-42100	Al46Ge10Sn	460°C		EDX (Heizversuch im IOT)
Probe3	EN AC-42100	Al46Ge10Sn	500°C		EDX (Heizversuch im IOT)
1.3.1	EN AC-42100	Cu5Sn95	550°C	377°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
2.3.1	EN AW-3003	Cu5Sn95	530°C	373°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
2.3.2	EN AW-3003	Cu5Sn95	550°C	400°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff
3.3.1	EN AW-4343	Cu5Sn95	530°C	392°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff; TEM
1.4.0	EN AC-42100	Cu20Sn75Ge5	390°C		Heizversuch
1.4.1	EN AC-42100	Cu20Sn75Ge5	470°C		Heizversuch
1.4.2	EN AC-42100	Cu20Sn75Ge5	450°C		Heizversuch
1.4.4	EN AC-42100	Cu20Sn75Ge5	450°C	333°C	Heizversuch + EDX +EDX Querschliff

Liste 1: Übersicht Versuchsprogramm 2018

Im Folgenden werden die Experimente 1.1.3 und 3.3.1 ausführlich dargestellt, weil hier neben Heizexperiment und Analytik im

GK-REM auch weiterführende Untersuchungen im TEM erfolgten.

Experiment 1.1.3

Die Al-Knetlegierung EN AC-42100 wurde mit dem Lot Cu50Sn auf 460°C erhitzt und für ca. 30 Minuten auf dieser Temperatur gehalten. Das Lot zog sich nicht zu einer Kugelform zusammen, sondern behielt seine ursprüngliche Gestalt während der gesamten Heizperiode. Oberhalb von 440°C begann das Lot sich zu entmischen. Nach Versuchsende wurde festgestellt, dass das ehemalige Lotteilchen fest mit der Oberfläche verbacken war.

Abbildung 1 zeigt die EDX-Analytik nach Abschluss des Heizversuches.

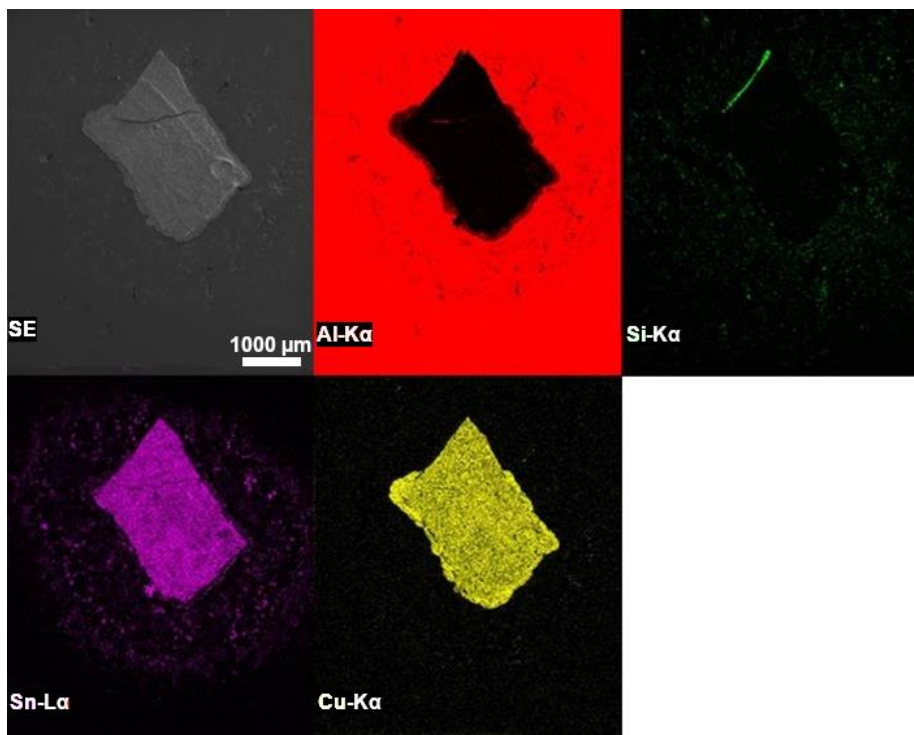


Abb.1: EDX Elementanalyse Versuch 1.1.3.

Nur zu einem geringen Anteil hat sich Cu aus der Lotlegierung auf dem Basismaterial ausgebreitet. Viel stärker ist dies für Sn der Fall, welches kreisförmig um das Lot verteilt nachgewiesen werden kann.

Die Probe aus Versuch 1.1.3 wurde im nächsten Schritt quer geschliffen und ebenfalls mittels EDX im GK-REM untersucht (Abbildung 2).

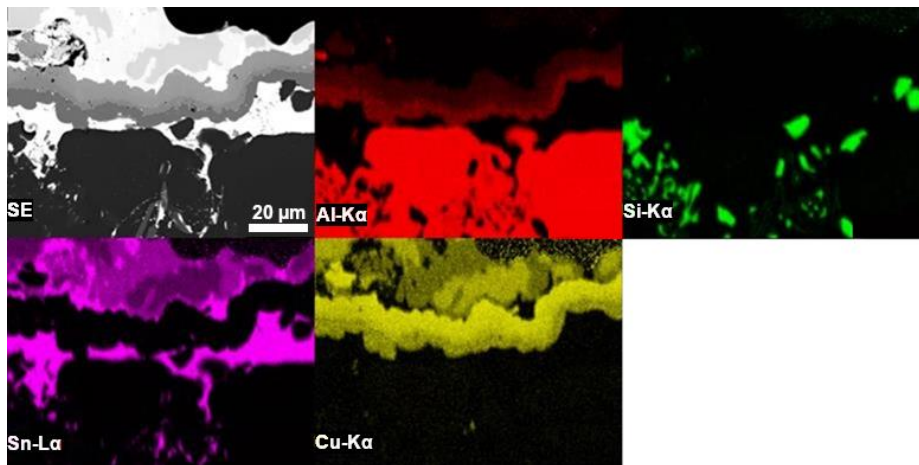


Abb.2: EDX Elementanalyse Versuch 1.1.3 im Querschliff; 1000x

Im Querschliff lässt sich deutlich erkennen, dass Sn ins Basismaterial eingewandert ist, während Cu meistens auf der Oberfläche detektiert wird, und in Verbindung mit Al eine Schicht gebildet hat. Nur geringe Anteile an Cu sind im Basismaterial zu erkennen. Sn scheint entlang der mit Si belegten Al-Korngrenzen ins Basismaterial eingewandert zu sein.

Experiment 3.3.1

Die Al-Knetlegierung EN AW-4343 wurde mit dem Lot Cu5Sn95 auf 530°C erhitzt und ca. 30 Minuten auf dieser Temperatur gehalten. Das Lot zog sich zu einer kugeligen Gestalt zusammen und begann sich oberhalb von 500°C zu entmischen. Die ehemalige Hülle der Kugel blieb bis zum Versuchsende erhalten. Abbildung 3 zeigt die post mortem durchgeführte EDX-Analytik im GK-REM.

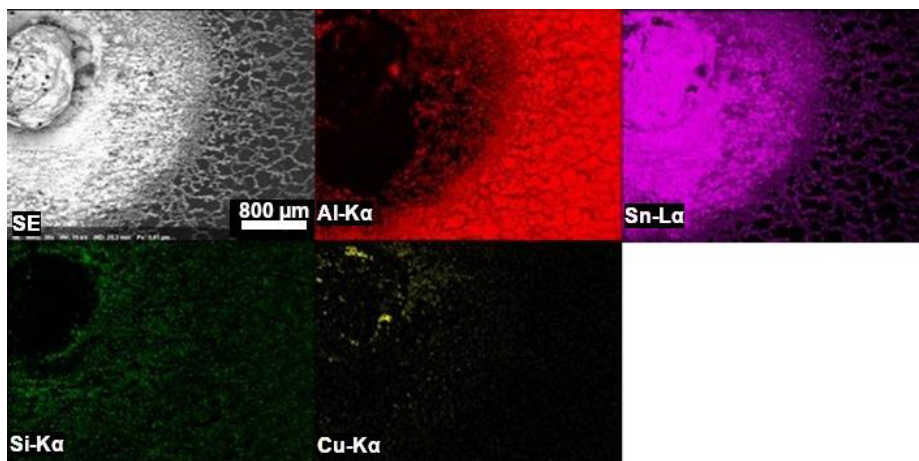


Abb.3: EDX Elementanalyse Versuch 3.3.1

Im oberen linken Quadranten zu erkennen ist die Hülle der ehemaligen Lotkugel. Um diese Hülle herum hat sich das Lot ausgebreitet und ist ringförmig um die Lotstelle herum zerflossen. Die Menge an geflossenen Material nimmt von der Lotstelle weg nach außen zum Bild ab. Während des Versuches konnte man die Bildung von Heißrissen und das Ausheilen der Risse sehen. Für Sn kann man in den Außenbereichen der Ausbreitung sehen, dass es sich über die mit Si bedeckten Al-Korngrenzen ausgebreitet hat.

Im nächsten Schritt wurde die Probe quer geschliffen und mittels EDX im GK-REM untersucht (Abbildung 4).

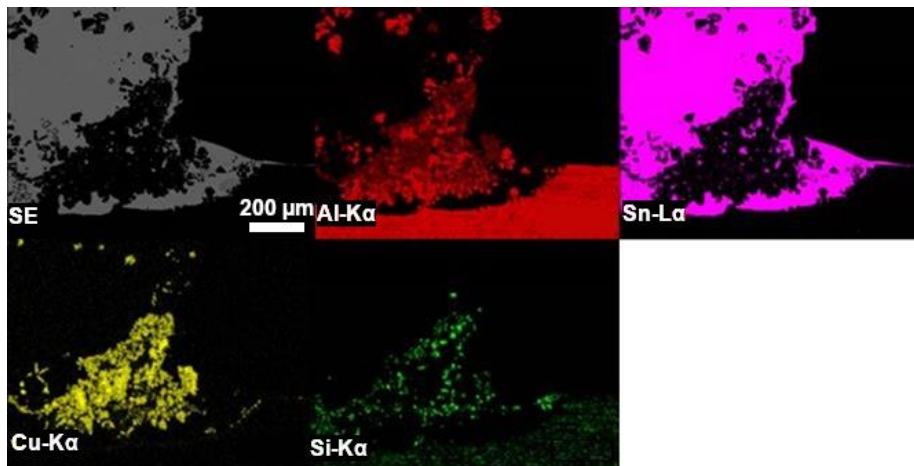


Abb.4: EDX Elementanalyse Versuch 3.3.1 im Querschliff; 100x

Gut zu erkennen ist die kugelige Struktur des ehemaligen Lottropfens. An der Verbindungsstelle Lottropfen zu Basismaterial erkennt man eine Durchmischung von Basis mit Lot. Al und Si sind in den Lottropfen eingewandert. Die Durchmischung erfolgt bis in knapp 200 μm Tiefe des Basismaterials hinein. Hier können die Lotbestandteile Sn und Cu nachgewiesen werden.

Detailliertere Informationen zu den hier aufgeführten Proben geben die Untersuchungen im TEM.

TEM Untersuchungen

Von jeder Probe aus den Experimenten 1.1.3 und 3.3.1 wurden mittels FIB an unterschiedlichen Stellen 3 Lamellen herauspräpariert (Abbildung 5).

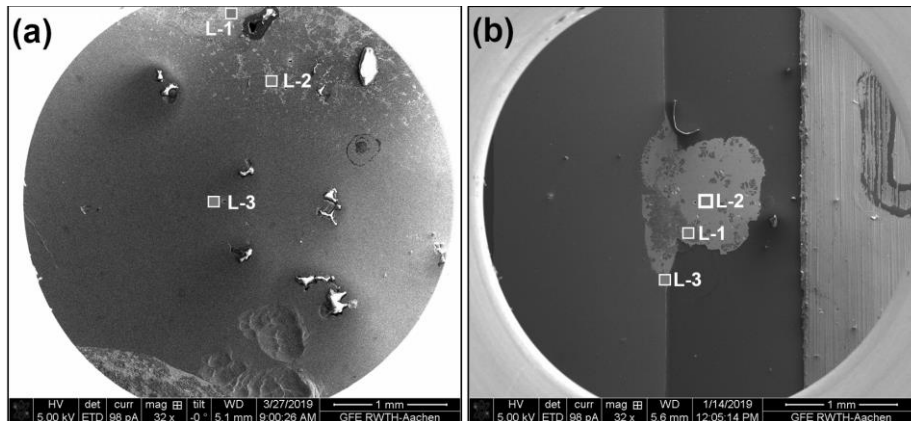


Abb. 5: Die Entnahmestelle der FIB-Lamellen von (a) Probe 1.1.3 und (b) 3.3.1.

Abbildung 6 zeigt die ADF-STEM Aufnahme und die zugehörigen EDX Elementverteilungskarten eines FIB-Schnitts aus der Mitte des Lottropfens (siehe L-1 im Abbildung 5(a)). Die EDX Elementverteilungskarten zeigen eine Anreicherung des Sn bis ca. 500 nm Tiefe. Außerdem wurden in diesem Bereich Poren, die wahrscheinlich aus Al_2O_3 bestehen, detektiert.

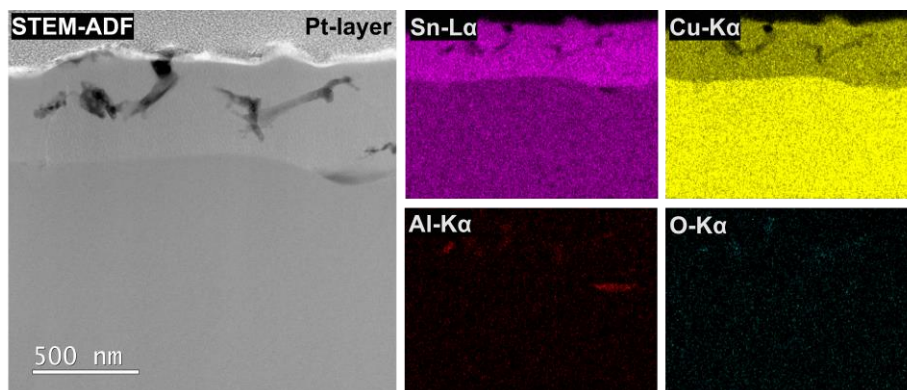


Abb.6: ADF-STEM Abbildung und dazugehörige EDX Elementverteilungskarten eine FIB-Lamelle aus der Mitte des Lottropfens von Probe 1.1.3.

Im Gegensatz hierzu kann in der Mitte des Lottropfens von Probe 3.3.1. (L-2 im Abbildung 5(b)) kein Kupfer im oberen Bereich detektiert werden (siehe Abbildung 7). Im oberen Bereich der Probe sind ebenfalls Poren vorhanden. In der Mitte des Lottropfens von Probe 3.3.1 kann kein Anteil an Kupfer im oberen Bereich detektiert werden (siehe Abbildung 7). Die

Poren im oberen Bereich, die ebenfalls einen geringen Gehalt von Al und O aufweisen, sind hier auch festzustellen.

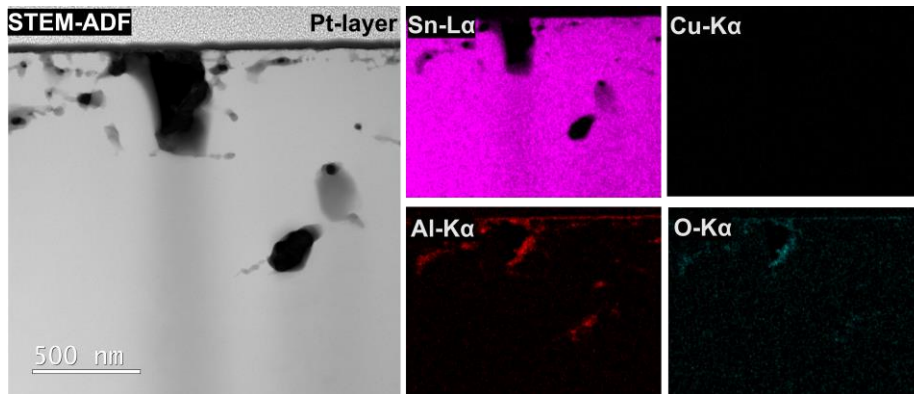


Abb.7: ADF-STEM Abbildung und dazugehörige EDX Elementverteilungskarten einer FIB-Lamelle aus der Mitte des Lottropfens von Probe 3.3.1.

Abbildung 8 zeigt die ADF-STEM Abbildung der FIB-Lamelle aus dem Außenbereich des Lottropfens von Probe 1.1.3 (L-2 im Abbildung 5(a)). Die EDX Elementverteilungskarten für Sn zeigen eine Anreicherung, welche sich nur an der Oberfläche befindet. Cu kann in diesem Bereich nicht detektiert werden. Das Mapping für Al und O zeigt für beide Elemente eine Anreicherung nur in kleineren Bereichen und nicht entlang der Oberfläche.

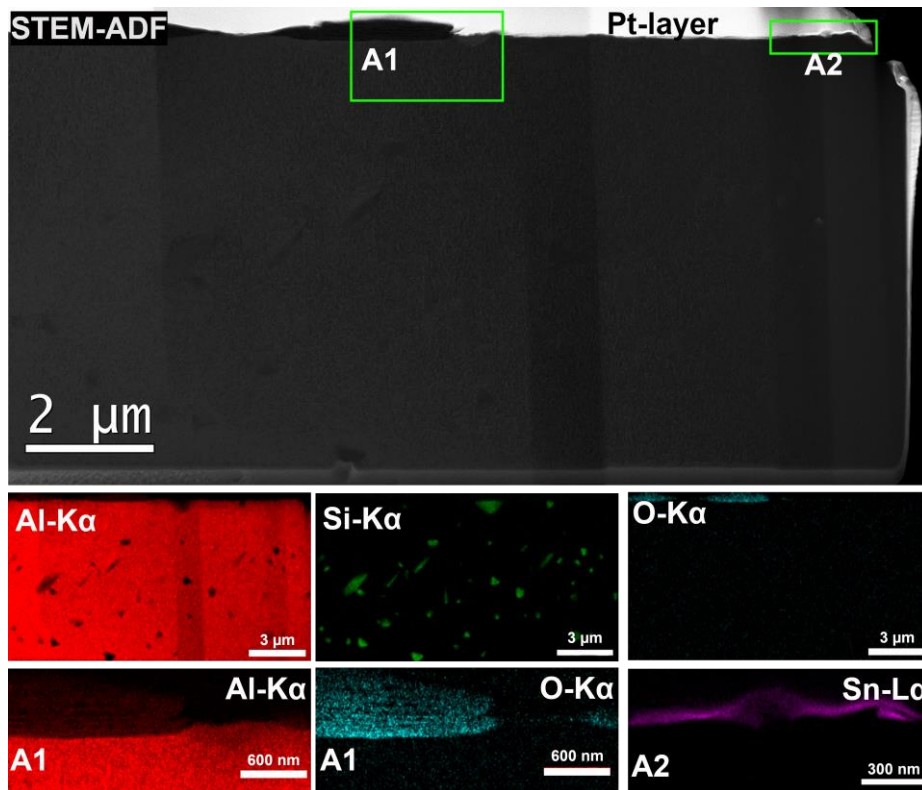


Abb.8: ADF-STEM Abbildung und dazugehörige EDX Elementverteilungskarten einer FIB-Lamelle im Außenbereich des Lottropfens von Probe 1.1.3.

Zusammenfassung und Ausblick

Als Zusammenfassung der bisherigen Ergebnisse sind:

1. Durch in situ-Aufheizexperimente mit dem Lotsystem Sn-Cu konnte das Benetzungsverhalten der Lote erfolgreich beobachtet werden.
2. Das Benetzungsverhalten des Lotes kann bis in den Außenbereich des Lottropfens detektiert werden (L-2 in Abb.5.b und Abb.8). Dabei kann die Anreicherung des Lotbestandteils Sn bis auf eine ca. 100 nm dicke Schicht nachgewiesen werden.
3. Die Benetzung erfolgte ohne Bildung der nativen Oxidschicht. Die native Oxidschicht, in diesem Fall Al_2O_3 , konnte nicht mittels ADF-STEM Aufnahmen und EDS Analyse detektiert werden. Daraus schließen wir, dass die Benetzung ohne Bildung einer Oxidhautschicht erfolgte.

Weitere Untersuchungen für die Detailcharakterisierung von Sekundärphasen werden folgen. Darüber hinaus ist geplant, in

Zusammenarbeit mit TP B6 eine Kooperation zur Messung und Simulation von Kontaktwinkeln durchzuführen.

Veröffentlichungen

Aretz, A.; Ehle, L.; Haeusler, A. et al.: In Situ investigation of production processes in a Large Chamber Scanning Electron Microscope, Ultramicroscopy. 193 (2018), S. 151–158. DOI: 10.1016/j.ultramic.2018.07.002