

Teilprojekt A6

Titel

Elektronenmikroskopische Analyse von Schmelzprozessen und Erstarrungsgefügen

Projektleitung/-bearbeitung

Prof. Dr. Joachim Mayer; Dr. Riza Iskander

Aufgabenstellung

/1/ Bestimmung der Benetzungseigenschaft von Lotmaterialien mittels zeitaufgelöster *in-situ* Untersuchungen im Großkammer-Rasterelektronenmikroskop (GK-REM).

/2/ Analyse der hierbei entstehenden Gefüge und Grenzschichten mittels analytischer Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).

Vorgehensweise

/1/ Durch Reihenuntersuchungen im GK-REM wurde der bislang nur unzulänglich verstandene Einfluss von Kupfer bei der Benetzung von Aluminiumlegierungen mit Kupfer-Zinn-Loten untersucht. Zur Abschätzung der prozessrelevanten Kupfergehalte gegenüber dem kupferfreien Lötprozess wurden folgende Lotzusammensetzungen verwendet: Cu50Sn, Cu5Sn, Lot bestehend aus elementares Zinn als Referenz. Diese Lote wurden im GK-REM mit den Aluminiumlegierungen EN AC-42100, EN AW-3003 und EN AW-4343 in Kontakt gebracht und unter Beobachtung mittels einer Heizplatte bis zur Reaktion erhitzt (Versuchsmatrix siehe Abbildung 1).

Basis \ Lot	Cu50Sn	Sn	Cu5Sn
EN AC - 42100 <i>Al + Si, Mg, Ti</i>	420 °C, 440 °C, 450 °C, 460 °C, 550 °C	550 °C	550 °C
EN AW - 3003 <i>Al</i>	440 °C, 460 °C, 480 °C, 500 °C, 550 °C	550 °C	530 °C, 550 °C
EN AW - 4343 <i>Al + Si</i>	440 °C	400 °C, 550 °C	440 °C, 450 °C, 530 °C

Abb. 1: Versuchsmatrix der durchgeführten *in-situ* Experimente im GK-REM.

Die hierbei verwendeten oberen Grenz- bzw. Haltetemperaturen orientierten sich weitgehend an den in TP A5 durchgeführten realen Prozessabläufen. Insgesamt wurden so mehr als 50 *in-situ* Experimente unter verschiedenen Bedingungen mit variierenden Werkstoffkombinationen im GK-REM durchgeführt. Nach Abschluss jedes *in-situ* Experimentes wurden die erhaltenen Lötmuster im REM mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) im Prozesszustand als auch im Querschnitt charakterisiert. Von den hierbei als prozessrelevant eingestuften Probenbereichen wurden nachfolgend elektronentransparente Lamellen mittels fokussierter Ionenstrahlen (FIB) für die Detailanalyse im analytischen Transmissionselektronenmikroskop (TEM) angefertigt.

/2/ Die Detailcharakterisierung der o.a. FIB-Lamellen erfolgte hauptsächlich durch TEM-Rasterabbildung (STEM) unter Zuhilfenahme von lokalen EDX-Messungen und Feinbereichs-elektronenbeugung (SAED) zur Identifizierung der im *in-situ* Experiment gebildeten Phasen.

Ergebnisse

/1/ Die Matrix in Abbildung 2 fasst die beobachteten charakteristischen Effekte der systematischen *in-situ* Untersuchungen im GK-REM zusammen. Hiernach zeigen lediglich Lote mit sehr geringen Kupfergehalten das gewünschte Verhalten, da zu große Anteile an Kupfer offensichtlich die Tropfenbildung blockieren und – wie im Fall von EN AW-4343 – zu aggressiver Reaktion mit dem Basismaterial neigen. Bei hohen Temperaturen wurde zudem in Einzelproben auch Rissbildung im Basismaterial beobachtet, was auf die Bildung spröder intermetallischer Phasen entlang der Korngrenzen hindeutet. Die signifikante Bedeutung von geringen Kupferanteilen für den Lötprozess wird besonders an der Referenzuntersuchung mit reinem Zinn deutlich. Hier findet weder eine Benetzung noch eine Kontaktbildung mit dem Basismaterial statt. Wie oben bereits erwähnt, führt die Präsenz von geringen Kupferanteilen im Lot zu dem angestrebten Ergebnis, d.h. das Lotmaterial bildet im Zuge der Erwärmung zunächst eine tropfenförmige Schmelze, das Lot ist in der Lage die Oberfläche des Basismaterials großflächig zu benetzen und das zurückbleibende Lotauge haftet belastbar an der Oberfläche des Grundwerkstoffes. Zur Illustration dieses Verhaltens ist in Abbildung 3 das Ergebnis eines *in-situ* Heizversuches von Cu5Sn mit der Aluminiumlegierung EN AW – 4343 gezeigt.

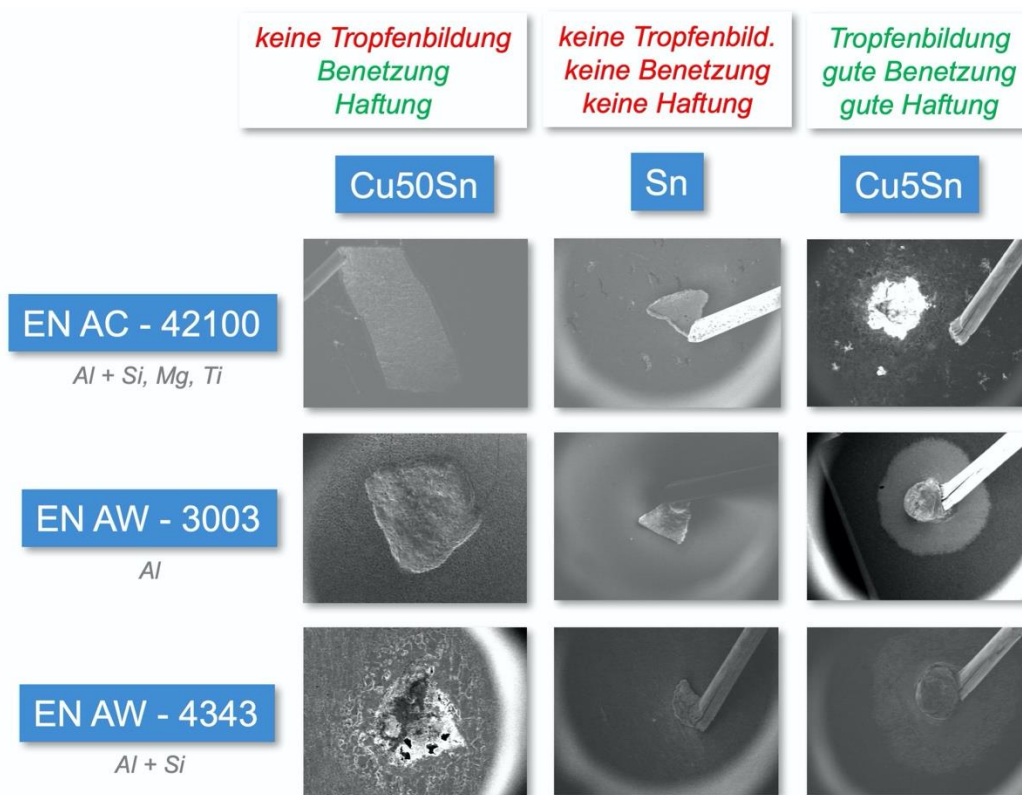


Abb. 2: Überblick über die charakteristischen Effekte, die bei *in-situ* Experimenten im GK-REM für verschiedene Aluminiumlegierungen mit variierender Lotzusammensetzung erhalten wurden.

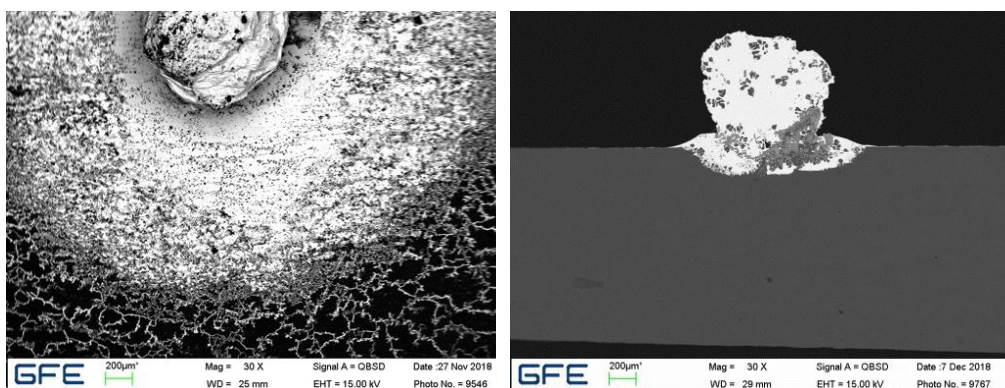


Abb.3: Ergebnis eines *in-situ* Heizexperiments im GK-REM für die Reaktion Cu5Sn mit der Aluminiumlegierung EN AW – 4343 (Probe 3.3.1). Links ist die SE-REM Aufnahme direkt nach Beendigung des Versuchs gezeigt. Die rechte SE-REM Aufnahme zeigt den gleichen Bereich nach Querschliffpräparation. Die rechte Aufnahme belegt anschaulich, dass eine Reaktion des Lotmaterials mit dem Aluminiumgrundwerkstoff stattgefunden hat.

Zur Klärung des unterschiedlichen Benetzungsverhaltens und der Grenzschichtbildung zwischen Lot und Grundmaterial wurde damit begonnen, ausgewählte Proben mittels analytischer TEM im Detail zu charakterisieren.

/2/ Die TEM-Charakterisierung der Probe aus dem *in-situ* Heizversuch von Cu5Sn mit der Aluminiumlegierung EN AW – 4343 hat erste Hinweise auf die mögliche Reaktionsabläufe während des Lötprozesses geliefert.

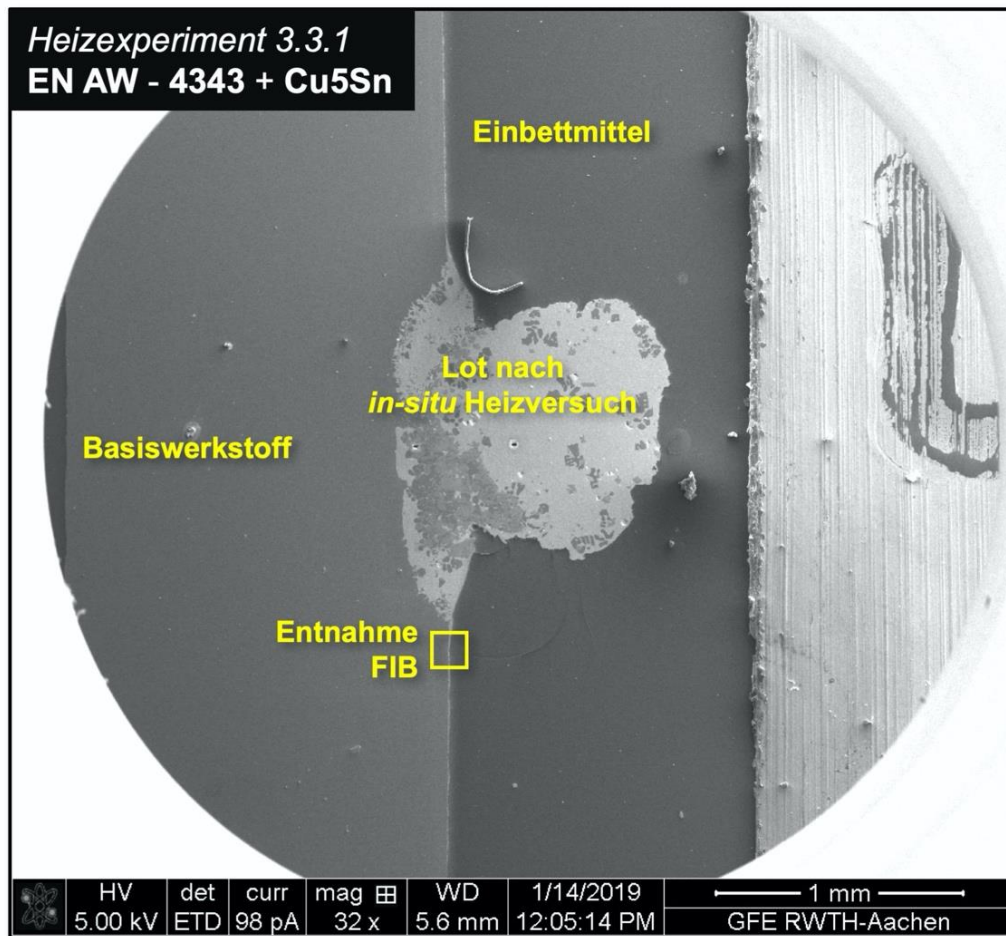


Abb. 4: Sekundärelektronenbeugungsaufnahme des Querschliffs aus dem *in-situ* Heizversuch von Cu5Sn mit der Aluminiumlegierung EN AW – 4343. Der Bereich, aus dem die FIB-Lamelle für die TEM-Untersuchung entnommen wurde, ist durch den gelben Rahmen markiert.

Wie oben bereits erwähnt, erfolgte die kontrollierte Entnahme eines dünnen Probenbereichs für die TEM-Untersuchung mittels fokussierter Ionenstrahltechnik (*focused ion beam machining*, FIB). Der betreffende Bereich ist in der REM-Abbildung des Querschliffs (Abb. 4) markiert. Wie in der Legende von Abbildung 5 näher beschrieben, konnte hier eine durchgehende oxidhaltige Grenzschicht nachgewiesen werden. Zum Zeitpunkt der Berichtserstellung steht die genaue Analyse dieser Schicht hinsichtlich chemischer Zusammensetzung und Grad der Kristallinität noch aus. Hier ist die Vermutung, dass die Ausbildung von Oxidgrenzschichten eine mögliche Erklärung für das deutlich

unterschiedliche Verhalten von kupferhaltigen Loten gegenüber dem reinem Zinnlot liefern kann.

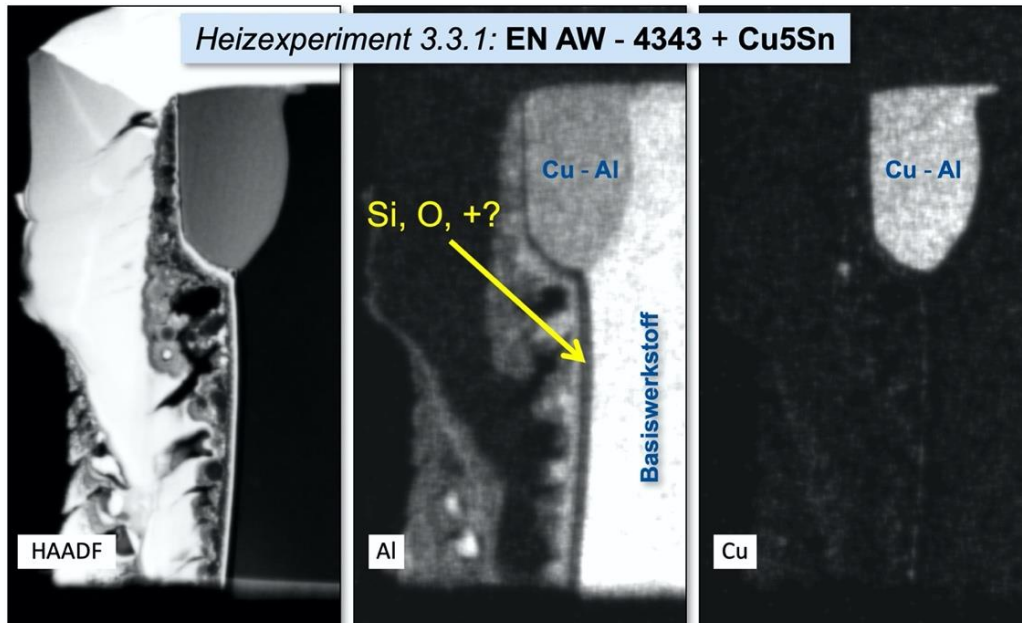


Abb. 5: Detailaufnahmen der FIB-Lamelle im Raster-TEM (STEM). Die linke Aufnahme wurde mittels des ordnungszahlsensitiven Hochwinkel-Dunkelfeld-Detektors (HAADF) aufgenommen. Bereits in dieser Aufnahme ist der komplexe Aufbau an der Grenze zwischen Lotreaktionszone und Grundwerkstoff erkennbar. Die beiden auf der rechten Seite gezeigten Ausschnitte aus den EDX-Elementverteilungskarten für Al und Cu zeigen sowohl die Bildung von Cu-Al Phasen, als auch einer durchgehenden Grenzschicht zwischen Basiswerkstoff und der Reaktionszone. Die genauere Analyse dieser Grenzschicht steht im Fokus der aktuell andauernden Charakterisierungsmaßnahmen. Die bisher vorliegenden Ergebnisse legen nahe, dass die Elemente Si und O eine maßgebliche Rolle bei der Ausbildung dieser Grenzschichten spielen.

Zusammenfassung und Ausblick

Durch systematische Heizversuche im GK-REM konnte das grundsätzlich unterschiedliche Benetzungsverhalten von kupferhaltigen Zinnloten gegenüber elementarem Zinn als Lotmaterial auf Aluminium gezeigt werden. Während große Kupferanteile im Lot zu einem aggressiven Angriff des Basismaterials führen, führen geringe Anteile zu dem gewünschten Verhalten mit Ausbildung eines tropfenförmigen Schmelzkörpers, einer guten Benetzung des Basismaterials und guter Haftung des erhaltenen Lötages. Im Rahmen der Charakterisierung der erhaltenen Proben konnte neben der Bildung von intermetallischen Phasen auch die Bildung einer oxidischen Grenzschicht zwischen Lot und Basismaterial nachgewiesen werden. Die vorliegenden Ergebnisse lassen vermuten, dass die Ausbildung bzw. nicht Ausbildung derartiger Grenzschichten maßgeblich das charakteristische Verhalten der untersuchten Lotmaterialien bestimmt. Entsprechend fokussieren sich die derzeit noch andauernden Untersuchungen auf die Verifizierung und genaue Analyse dieser Grenzschichten in allen hier untersuchten

Materialsystemen. Von den Ergebnissen erhoffen wir uns die Rolle des Kupfers beim Lötprozess von Aluminiumlegierungen aufzuklären und somit zur verbesserten Kontrolle des industriell genutzten Fügeprozesses beizutragen.

Veröffentlichungen

[1] R. Iskandar, A. Schwedt, J. Mayer, T. E. Weirich, Structure of a novel phase in the Al-Cu-Ge-Mg system, *Manuskript in Erstellung*

[2] A. Aretz, A. Schwedt, J. Mayer, T. E. Weirich, Characterisation of interface layers formed during *in-situ* heating experiments of Cu-Sn on aluminium, *in Vorbereitung*