ФІЗИКА МАТЕРІАЛІВ

ORCID: 0000-0001-9227-2000
Ю. В. Ніколенко
аспірант кафедри фізики, ННІ ІНФОТЕХ,
Черкаський національний університет
імені Богдана Хмельницького, Черкаси, Україна,
nikolenkoyu960@gmail.com

ORCID: 0000-0002-4680-1466
В. В. Морозович
аспірант кафедри фізики, ННІ ІНФОТЕХ,
Черкаський національний університет
імені Богдана Хмельницького, Черкаси, Україна,
vladmorozua@gmail.com

ORCID: 0000-0002-4950-394X
А. Р. Гонда
аспірант, ННІ ІНФОТЕХ
Черкаський національний університет
імені Богдана Хмельницького, Черкаси, Україна,
andriy.gonda@vu.cdu.edu.ua

ORCID: 0000-0001-7015-1662
Ю. О. Ляшенко
доктор фіз.-мат. наук, професор, ННІ ІНФОТЕХ
Черкаський національний університет
імені Богдана Хмельницького, Черкаси, Україна,
lyashenko.yurij@gmail.com

DOI: 10.31651/2076-5851-2023-3-14 PACS 52.80.-c 02.60.-x, 02.70.-c, 05.70.Fh, 05.70.Ln

ДОСЛІДЖЕННЯ КОНТАКТНОЇ ЗОНИ ОТРИМАНОЇ МЕТОДОМ ЕЛЕКТРОІСКРОВОГО СПІКАННЯ МІДНИХ ПОРОШКІВ ПОКРИТИХ ОЛОВОМ

Дана стаття зосереджується на розробці та аналізі технології з'єднання мідних контактів за допомогою електроіскрового спікання між цими контактами прошарку мідних порошків, що покриті тонким прошарком олова. Проведено дослідження на растровому електронному мікроскопі РЕМ-200 контактної зони експериментальних зразків як після електроіскрового спікання, так і після термічного відпалу зразків. Встановлено, що контактна зона після електроіскрового спікання містить лише проміжну фазу Cu3Sn. Після електроіскрового спікання контактної зони проведено термічний відпал дослідних зразків протягом 15 годин за

температури 220 градусів Цельсія. Встановлено, що всередині контактної зони зростає частка пор на одиницю площі поверхні контактної зони зразків, хоча контактна зона між міддю і контактним прошарком має достатньо безпористу двохфазну структуру Cu/Cu3Sn.

Ключові слова: електроіскрове спікання, мідь, олово, растрова електронна мікроскопія, хімічне осадження.

1. Вступ

Порошкова металургія та спікання металевих порошків займають важливе місце у виробництві мідних контактних з’єднань. Вибір методу спікання значною мірою впливає на якість та надійність контактної зони. У контексті виробництва мідних контактів, особливо важливо розглянути переваги електроіскрового спікання у порівнянні з традиційними методами температурного спікання[1,3].

Традиційне температурне спікання мідних порошків часто супроводжується рядом технологічних труднощів, особливо при високих температурах. Під час цього процесу можуть виникати проблеми з окисленням поверхонь металів, що негативно впливає на електропровідність і механічну міцність мідних контактів[4]. Крім того, високі температури сприяють росту зерен у місцях з’єднань, що може призвести до утворення пустот та неоднорідності у структурі, знижуючи таким чином якість та довговічність з'єднань.

Натомість, електроіскрове спікання вирішує багато з цих проблем. Використання електричного розряду для спікання порошкових частинок міді дозволяє локалізувати область нагріву та зменшити час спікання, що є критично важливим для забезпечення однорідності та якості контактної зони. Такий підхід також мінімізує ризик окислення міді та дозволяє уникнути небажаного росту фаз, який є характерним для високотемпературного спікання[5,6].

Зважаючи на ці особливості, електроіскрове спікання стає більш технологічно привабливим вибором для виготовлення мідних контактів. Цей метод не лише підвищує механічну міцність з'єднань, але й забезпечує високу якість поверхні, що є важливим для контактів, які використовуються у високочутливих електричних та електронних пристроях[7].

Звичайне спікання суміші порошків міді та олова має свої складнощі, пов'язані з різними температурами плавлення цих металів. Це може призвести до нерівномірного спікання, утворення пустот у структурі з'єднання, зниження міцності та надійності. Неоднорідний розподіл порошків у суміші також може вплинути на електричні та механічні властивості з'єднань.

В той же час, застосування порошинок міді, що покриті тонким прошарком олова, визначає ряд переваг, вирішуючи більшість з цих проблем. Покриття мідних частинок тонким прошарком олова забезпечує однорідне покриття, що допомагає уникнути проблем, які можуть виникати під час спікання чисто мідних порошків або суміші мідних та олов’яних порошків. Олово, що діє як зв'язуючий агент, сприяє рівномірному розподілу тепла і мінімізує ризик утворення пустот, покращуючи міцність і надійність з'єднання[8].

Під час процесу спікання мідних порошинок, що покриті оловом, утворюється більш однорідний металевий сплав. Це забезпечує кращу адгезію між частинками та покращує електропровідні властивості матеріалу. Також важливо, що покриття оловом знижує ризик окислення міді під час спікання, зберігаючи її чистоту та провідні властивості[9,10].

Таким чином, використання мідних порошинок, що покриті оловом, для електроіскрового спікання відкриває нові можливості для підвищення якості та надійності мідних контактів. Цей метод не лише забезпечує ефективніше управління процесом спікання, але й гарантує вищу якість кінцевого продукту порівняно з традиційними методами спікання суміші порошків.

Ця стаття зосереджується на розробці та аналізі технології з’єднання мідних контактів за допомогою електроіскрового спікання мідних порошків, з особливим акцентом на використанні поршків міді, що покриті тонким прошарком олова, для досягнення оптимальних характеристик міжконтактного з’єднання[11].

2. Опис експерименту та методів дослідження

Для проведення експерименту по електроіскровому з'єднанню мідних контактів за допомогою модифікованого оловом порошку міді, були попередньо підготовлені мідні пластини розміром 5*5 мм та 3*3 мм відповідно. Процес шліфування і полірування мідних пластинок проходив в декілька етапів. Було використано шліфувальні круги Р180-Р2400. Після кожного етапу полірування зразки піддавались очищенню в ультразвуковій ванні. Для виготовлення покритого оловом мідного порошку, було використано мідний порошок розміром 50 мкм та розчин для хімічного осадження олова. Модифікований оловом мідний порошок був отриманий методом, що описаний в [12].

Для отримання мідних контактних з’єднань за допомогою електроіскрового спікання мідних порошків використовувалась установка для контактно–точкового зварювання ТКС-1300. В процесі електроіскрового спікання номінальні значення напруги і сили струму були наступні: I= 1300А, U= 2В. Дослідні сендвічподібні зразки були сформовані наступним чином: нижня пластина була розміром 5*5 мм, непровідний ізолятор-маска з товщиною 250 мкм та отвором з діаметром 2 мм, верхня мідна пластина розміром 3*3 мм. Між пластинами в отворі ізолятора методом рівномірного заповнення розміщувався прошарок мідного порошоку, що покритий оловом товщиною до 2 мкм. Ізолятор-маска був використаний для того, щоб струм проходив саме через мідні пластинки і модифікований порошок у визначеній зоні спікання (див. Рис.1).

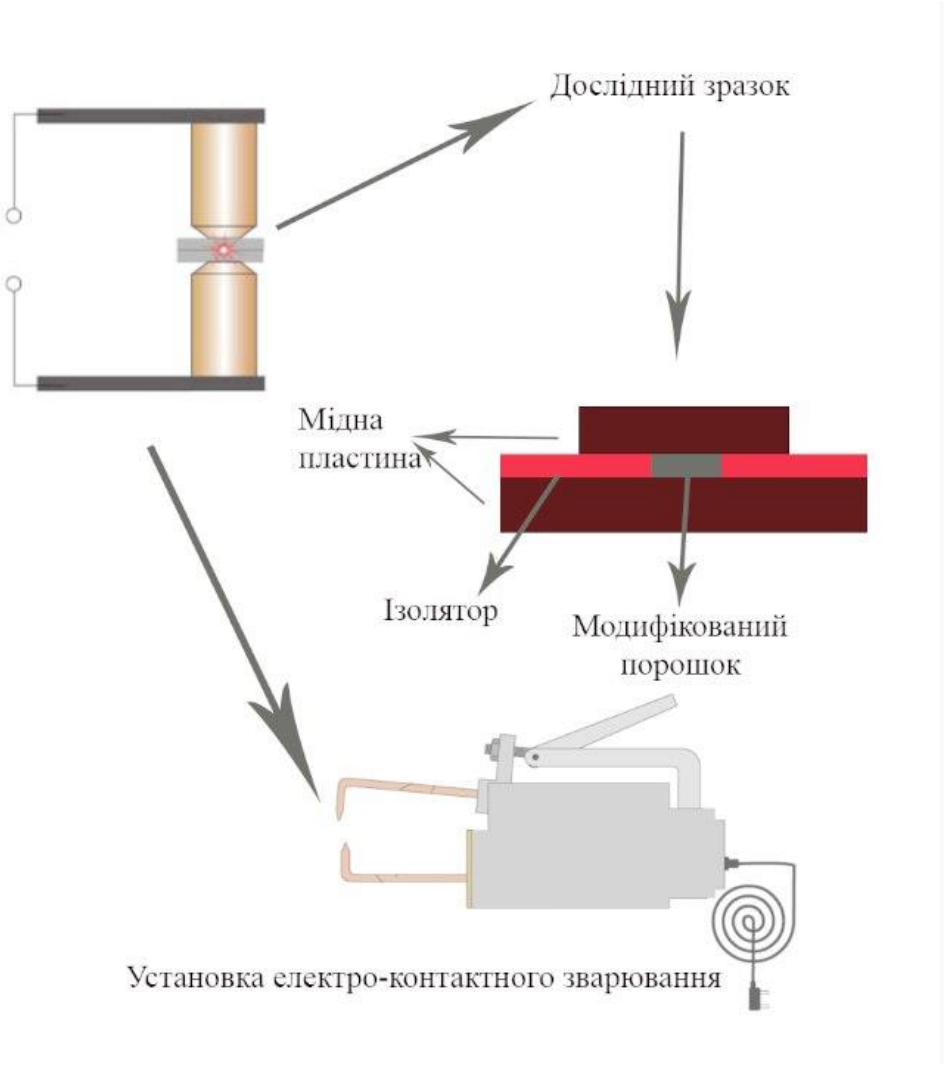


Рис. 1. Схематичне зображення електроіскрового спікання

Fig. 1. Schematic representation of electric spark sintering

Процес електроіскрового спікання мідних контактів відбувався за наступним алгоритмом: зразки були затиснуті з незначним зусиллям між провідними електродами після чого здійснювалось 5 короткочасних електроіскрових імпульсів із номіналами значень, що вказані вище. Після електроіскрового спікання отримано достатньо механічно міцні контактні зони між мідними пластинками.

Після електроіскрового спікання проводилось термічний відпал дослідних зразків протягом 15 годин за температури 220 ^{0}C в атмосфері аргону.

Дослідження контактних зон експериментальних зразків після електроіскрового спікання та після термічного відпалу проводилося на растровому електронному мікроскопі РЕМ-200 та засобами рентгенівської дифрактометрії з застосуванням дифрактометра ДРОН 2.0. Аналіз структури контактної зони, визначення положення меж прошарків та пор виконувалось на основі розробленого програмного забезпечення.

3. Результати дослідження виготовлених зразків

Експериментальне дослідження контактних зон після електроіскрового спікання зразків проводилося на растровому електронному мікроскопі РЕМ-200. Знімки робилися за різного збільшення: за збільшення в 40 разів (Рис. 2-3) та за збільшення в 400 разів (Рис. 4).

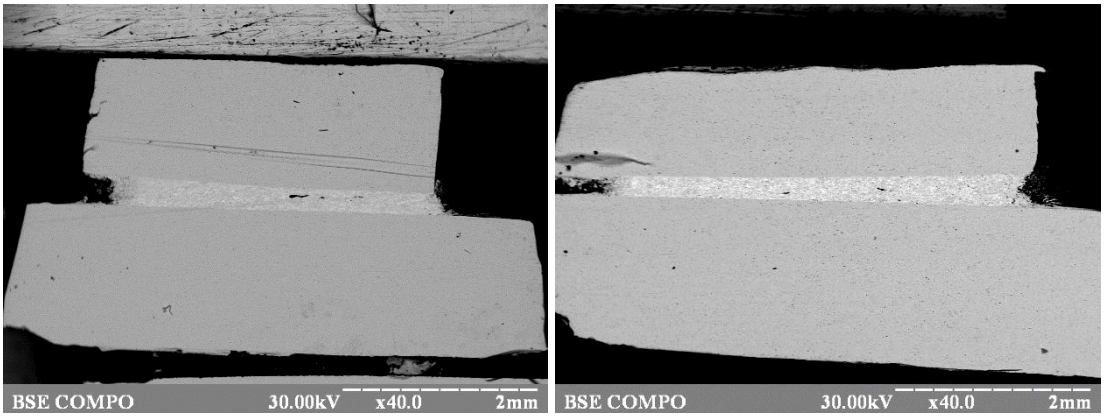


Рис. 2. СЕМ-зображення дослідних зразків після електроіскрового спікання.
Fig. 2. SEM-image of experimental samples after electric spark sintering.

Додатково, щоб дослідити процес фазоутворення в контактній зоні, зразки було зістарено в атмосфері аргону протягом 15 годин за температури 220 ^{0}C.

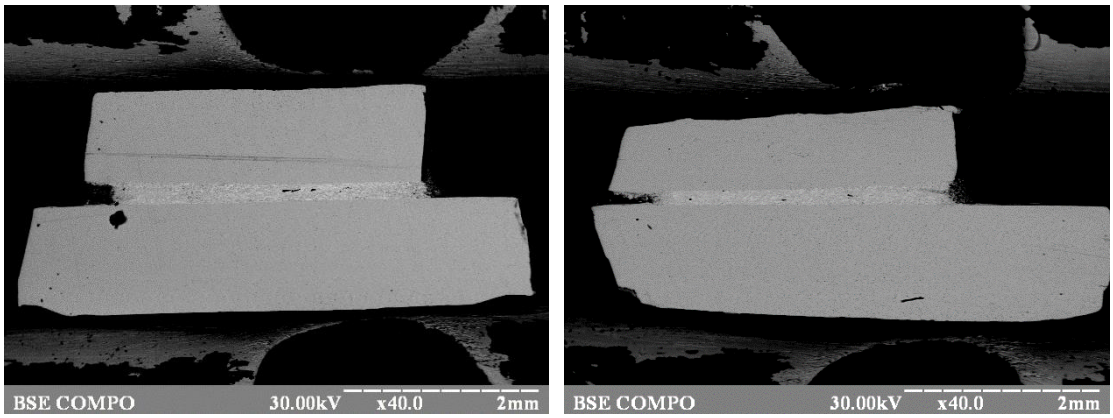
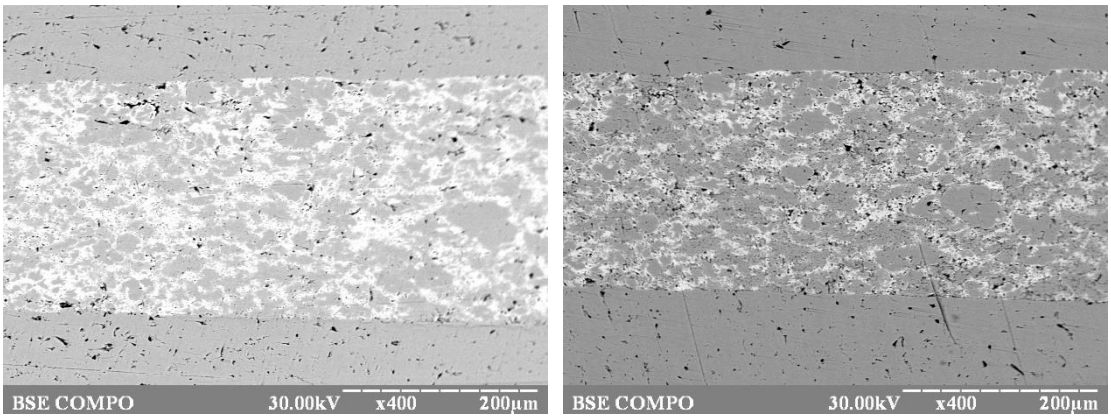


Рис. 3. СЕМ-зображення дослідних зразків після термічного відпалу протягом 15 годин за температури 220 ^{0}C.
Fig. 3. SEM-image of the experimental samples after thermal annealing for 15 hours at 220 0C.



а б

Рис. 4. СЕМ-зображення контактної зони дослідних зразків після електроіскрового спікання (а) та після термічного відпалу (б)

Fig. 4. SEM images of the contact zone of the experimental samples after electric spark sintering (a) and after thermal annealing (б)

Проведено аналіз СЕМ зображень контактних зон між мідними контактами. Аналізувались зображення контактних зон після електроіскрового спікання та після термічного відпалу. СЕМ-зображення були попередньо оброблені таким чином, щоб містити лише елементи контактної зони. Статистичний аналіз включає підрахунок площі пор відносно загальної площі контактної зони, аналіз частки пор в контактній зоні. Для аналізу пористості була використана розроблена програма з використанням модуля комп'ютерного аналізу зображень OpenCV, а саме, обгортка цього модуля для мови програмування Python CV2. СЕМ-зображення контактної зони конвертувались в зображення з градаціями сірого з відповідною побудовою гістограми розподілу градацій сірого кольору для кожного СЕМ-зображення. З отриманої гістограми було визначено межі колірного діапазону, що відповідає елементам пустоти на зображеннях що досліджувались.

Використовуючи вбудований алгоритм пошуку контурів та фільтр Габора для текстурної сегментації зображень було виокремлено зони пористості на зображеннях за алгоритмом, що описаний в[13].

Вбудований метод пошуку контурів бібліотеки OpenCV [14] дозволяє знаходити контури та визначати їх площу. За кількістю контурів ненульової площі було визначено концентрацію пор в контактному інтерфейсі, а за сумарною площею – співвідношення площ пор до загальної площі пористої контактної зони.

В таблиці 1. містяться відомості про результати аналізу зображень до та після відпалу. Результати аналізу зображень показують, що до відпалу пустоти більш локалізовані та мають значно меншу концентрацію в контактній зоні порівняно з результатами після відпалу.

Таблиця 1. Результати аналізу пористості контактної зони після електроіскрового спікання та термічного відпалу.

Table. 1 Results of porosity analysis of the contact zone after electric spark sintering and thermal annealing.

	Відсоток площі пустот в об'ємі контактної зони зразків, %	Середня кількість пустот в об'ємі контактної зони зразків

Після електроіскрового спікання	0,48	150
Після відпалу	0,71	860

Також отримані зразки були досліджені на рентгенодифрактометрі ДРОН у монохроматичному FeKα-випромінюванні. Дифрактограми еталонів фази ε-Cu_3Sn брались з бази даних International Committee of Diffraction Database [15].

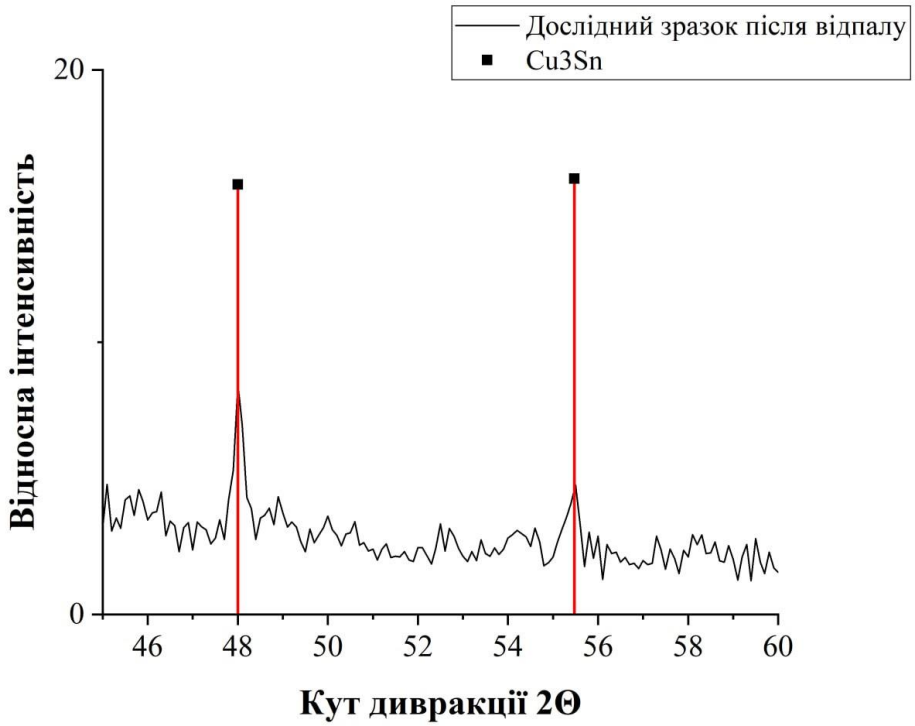


Рис. 5. Дифрактограма контактної зони дослідних зразків після відпалу.
Fig. 5. Diffractogram of the contact zone of the test samples after annealing.

Якісний аналіз дифрактограм, зображення Рис. 5, дозволяє зробити висновок, що в зоні контакту після термічного відпалу присутня фаза ε-Cu_3Sn. На СЕМ-зображенях контактної зони дослідних зразків (Рис. 4.) із градації відтінків сірого видно, що в місці спайки існує прошарок двофазної зони Cu та Cu_3Sn з пористістю, що не відрізняється від об'ємної.

4. Висновки

В роботі для оптимізації технології з'єднання мідних контактів застосовано метод електроіскрового спікання між цими контактами прошарків мідних порошків, що покриті тонким прошарком олова.

Проведений аналіз СЕМ зображень контактних зон експериментальних зразків після електроіскрового спікання та після термічного відпалу зразків протягом 15 годин за температури 220 градусів Цельсія в атмосфері аргону. В результаті дифрактометричних досліджень дослідних зразків встановлено, що контактні зони після електроіскрового спікання містять лише проміжну фазу Cu3Sn. Встановлено також, що всередині контактної зони існує достатньо однорідний розподіл пор, частка яких зростає після дифузійного відпалу. Має місце також процес перерозподілу пор після дифузійного відпалу, великі конгломерати пор подрібнюються, однак просторово пори стають більш рівномірно розподіленими.

Список використаної літератури:

1. Rogeon P. Characterization of electrical contact conditions in spot welding assemblies / P. Rogeon, P. Carre, J. Costa, G. Sibilia, G. Saindrenan // Journal of Materials Processing Technology. – 2008. –Vol. 195, No. 1-3. – P. 117-124.– Режим доступу: https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.04.127
2. Walker I. R. Spot welder for making small electrical contacts / I. R. Walker, C. J. Moss // Review of scientific instruments. – 1998. – Vol. 69, No. 7. – P. 2747-2756.– Режим доступу: https://doi.org/10.1063/1.1149010
3. Babu S. S. Empirical model of effects of pressure and temperature on electrical contact resistance of metals. Science and technology of welding and joining / S. S. Babu, M. L. Santella, Z. Feng, B. W. Riemer, J. W. Cohron // Science and technology of welding and joining. – 2001. – Vol. 6, No. 3. – P. 126-132. – Режим доступу: http://dx.doi.org/10.1179/136217101101538631
4. Chang B. H. Comparative study of small scale and'large scale'resistance spot welding / B. H. Chang, M. V. Li, Y. Zhou // Science and technology of welding and joining. – 2001. – Vol. 6, No.5. – P. 273-280. – Режим доступу: https://www.researchgate.net/profile/Yixiang-Zhou-/publication/233709906_Comparative_study_of_small_scale_and_'large_scale'_resistance_spot_welding/links/5db2ffe84585155e270104a5/Comparative-study-of-small-scale-and-large-scale-resistance-spot-welding.pdf
5. Wei P. S. Electrical contact resistance effect on resistance spot welding / P. S. Wei, T. H. Wu // International journal of heat and mass transfer. – 2012. – Vol. 55, No. 11-12. – P. 3316-3324. – Режим доступу: https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2012.01.040
6. Walker I. R. Further considerations on the preparation of small electrical contacts by spot welding / I. R. Walker, C. J. Moss // Review of Scientific Instruments. – 2000. – Vol. 71, No. 5. –P. 2228-2232. – Режим доступу: https://doi.org/10.1063/1.1150611
7. Feulvarch E. Resistance spot welding simulation: a general finite element formulation of electrothermal contact conditions / E. Feulvarch, V. Robin, J. M. Bergheau // Journal of Materials Processing Technology. – 2004. – No. 153. –P. 436-441.– Режим доступу: https://doi.org/10.1063/1.1150611

8. Wang S. C. Modeling dynamic electrical resistance during resistance spot welding / S. C. Wang, P. S. Wei // J. Heat Transfer. – 2001. – Vol. 123, No. 3. –P. 576-585. – Режим доступу: https://doi.org/10.1115/1.1370502
9. Na S. J. A theoretical study on electrical and thermal response in resistance spot welding / S. J. Na, S. W. Park // Welding Journal-Including Welding Research Supplement. – 1996. – Vol. 75, No. 8. – P. 233-242. – Режим доступу: https://s3.us-east-1.amazonaws.com/WJ-www.aws.org/supplement/WJ_1996_08_s233.pdf
10. Zhang X. Effect of electrical load on contact welding failure of silver tin oxide material used in DC electromechanical relays / X. Zhang, W. Ren, Z. Zheng, S Wang // IEEE Access. – 2019. – No. 7. – P. 133079-133089. – Режим доступу: https://doi.org/10.1109/ACCESS.2019.2940966
11. Neuhaus A. R. Influence of electrical and mechanical parameters on contact welding in low power switches / A. R. Neuhaus, W. F. Rieder, M. Hammerschmidt // IEEE Transactions on components and packaging technologies. – 2004. – Vol. 27, No. 1. – P. 4-11. – Режим доступу: https://doi.org/10.1109/TCAPT.2004.825777
12. Ніколенко Ю. В. Вплив ультразвуку на процес хімічного осадження олова на мідний порошок / Ю. В. Ніколенко, В. В. Морозович, Ю. О. Ляшенко // Вісник Черкаського університету. Серія: «Фізико-математичні науки» – 2021. №1. – С. 90-99. Режим доступу: https://doi.org/10.31651/2076-5851-2021-90-99
13. Nurhadiyatna A. Gabor filtering for feature extraction in real time vehicle classification system / A. Nurhadiyatna, A. L. Latifah, D. Fryantoni // In 2015 9th International Symposium on Image and Signal Processing and Analysis (ISPA). – 2015. – P. 19-24. – Режим доступу: https://doi.org/10.1109/ISPA.2015.7306026
14. Xie G. Image edge detection based on opencv / G. Xie, W. Lu // International Journal of Electronics and Electrical Engineering. – 2013. – Vol. 1, No. 2. – P/ 104-106. – Режим доступу: https://www.ijeee.net/uploadfile/2013/0702/20130702104409134.pdf
15. International Centre for Diffraction Data (ICDD), 12 Campus Blvd., Newtown Square, PA 19073–3273 U.S.A., 2011.

References:

1. Rogeon, P., Carre, P., Costa, J., Sibilia, G., & Saindrenan, G. (2008). Characterization of electrical contact conditions in spot welding assemblies. Journal of Materials Processing Technology, 195(1-3), 117-124. Retrieved from https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.04.127
2. Walker, I. R., & Moss, C. J. (1998). Spot welder for making small electrical contacts. Review of scientific instruments, 69(7), 2747-2756. Retrieved from https://doi.org/10.1063/1.1149010
3. Babu, S. S., Santella, M. L., Feng, Z., Riemer, B. W., & Cohron, J. W. (2001). Empirical model of effects of pressure and temperature on electrical contact resistance

of metals. Science and technology of welding and joining, 6(3), 126-132. Retrieved from http://dx.doi.org/10.1179/136217101101538631

4. Chang, B. H., Li, M. V., & Zhou, Y. (2001). Comparative study of small scale and'large scale'resistance spot welding. Science and technology of welding and joining, 6(5), 273-280. Retrieved from https://www.researchgate.net/profile/Yixiang-Zhou-2/publication/233709906_Comparative_study_of_small_scale_and_'large_scale'_resistance_spot_welding/links/5db2ffe84585155e270104a5/Comparative-study-of-small-scale-and-large-scale-resistance-spot-welding.pdf
5. Wei, P. S., & Wu, T. H. (2012). Electrical contact resistance effect on resistance spot welding. International journal of heat and mass transfer, 55(11-12), 3316-3324. Retrieved from https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2012.01.040
6. Walker, I. R., & Moss, C. J. (2000). Further considerations on the preparation of small electrical contacts by spot welding. Review of Scientific Instruments, 71(5), 2228-2232. Retrieved from https://doi.org/10.1063/1.1150611
7. Feulvarch, E., Robin, V., & Bergheau, J. M. (2004). Resistance spot welding simulation: a general finite element formulation of electrothermal contact conditions. Journal of Materials Processing Technology, 153, 436-441. Retrieved from https://doi.org/10.1063/1.1150611
8. Wang, S. C., & Wei, P. S. (2001). Modeling dynamic electrical resistance during resistance spot welding. J. Heat Transfer, 123(3), 576-585. Retrieved from https://doi.org/10.1115/1.1370502
9. Na, S. J., & Park, S. W. (1996). A theoretical study on electrical and thermal response in resistance spot welding. Welding Journal-Including Welding Research Supplement, 75(8), 233-242. Retrieved from https://s3.us-east-1.amazonaws.com/WJ-www.aws.org/supplement/WJ_1996_08_s233.pdf
10. Zhang, X., Ren, W., Zheng, Z., & Wang, S. (2019). Effect of electrical load on contact welding failure of silver tin oxide material used in DC electromechanical relays. IEEE Access, 7, 133079-133089. Retrieved from https://doi.org/10.1109/ACCESS.2019.2940966
11. Neuhaus, A. R., Rieder, W. F., & Hammerschmidt, M. (2004). Influence of electrical and mechanical parameters on contact welding in low power switches. IEEE Transactions on components and packaging technologies, 27(1), 4-11. Retrieved from https://doi.org/10.1109/TCAPT.2004.825777
12. Nikolenko, Yu. V., Morozovych, V. V., Lyashenko Yu. O. (2021). Effect of ultrasound on the process of chemical deposition of tin on copper powder. *Visnyk Cherkaskoho Universytetu. Seriia «Fizyko-Matematychni Nauky»* (Bulletin of Cherkasy University. Series "Physics and Mathematics"), (1), 90-99. Retrieved from https://doi.org/10.31651/2076-5851-2021-90-99
13. Nurhadiyatna, A., Latifah, A. L., & Fryantoni, D. (2015, September). Gabor filtering for feature extraction in real time vehicle classification system. In 2015 9th International Symposium on Image and Signal Processing and Analysis (ISPA) (pp. 19-24). IEEE. Retrieved from https://doi.org/10.1109/ISPA.2015.7306026

14. Xie, G., & Lu, W. (2013). Image edge detection based on opencv. International Journal of Electronics and Electrical Engineering, 1(2), 104-106. Retrieved from https://www.ijeee.net/uploadfile/2013/0702/20130702104409134.pdf
15. International Centre for Diffraction Data (ICDD), 12 Campus Blvd., Newtown Square, PA 19073–3273 U.S.A., 2011.

Yu. V. Nikolenko
Post-graduate student of the Department of Physics,
The Bohdan Khmelnytsky National University of Cherkasy, Cherkasy, Ukraine,
nikolenkoyu960@gmail.com

V. V. Morozovych
Post-graduate student of the Department of Physics,
The Bohdan Khmelnytsky National University of Cherkasy, Cherkasy, Ukraine,
vladmorozua@gmail.com

A. R. Honda
PhD-student,
Educational-Scientific Institute of Informational and Eduational Technologies
The Bohdan Khmelnytsky National University of Cherkasy, Cherkasy, Ukraine
andriy.gonda@vu.cdu.edu.ua

Yu. O. Lyashenko
doctor of physical and mathematical sciences, professor,
Educational-Scientific Institute of Informational and Eduational Technologies
The Bohdan Khmelnytsky National University of Cherkasy, Cherkasy, Ukraine,
lyashenko.yurij@gmail.com

STUDY OF THE CONTACT ZONE OBTAINED BY ELECTROSPARK SINTERING OF COPPER POWDERS COATED WITH TIN

Powder metallurgy and the sintering of metal powders play an important role in the production of copper contacts. However, the choice of sintering method has a significant impact on the quality and reliability of the contact zone. In the context of copper contact production, it is particularly important to consider the advantages of electrospark sintering compared to traditional temperature sintering methods.

This article focuses on the development and analysis of a technology for joining copper contacts using electrospark sintering of copper powders coated with a thin tin layer to achieve optimal interconnect characteristics. In this article, the contact zone of the experimental samples after electric spark sintering and thermal annealing was studied using a scanning electron microscope REM-200.

From the results of the analysis of pore formation in the contact zone, it can be said that after thermal annealing, the concentration of voids per unit surface area of the contact zone of the sample increases significantly. There is a process of pore redistribution, large conglomerates of pores are crushed, but the pores are more evenly distributed spatially.

The analysis of diffractograms and SEM-images allows us to conclude that a two-phase zone of Cu and Cu3Sn is formed in the contact zone of the test samples.

Keywords: electric spark sintering, copper, tin, scanning electron microscopy, chemical deposition.

Одержано редакцією 18.07.2023
Прийнято до друку 23.09.2023