

การศึกษาการบัดกรีระหว่างโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วกับแผ่นรองทองแดง  
ที่ผ่านการอบอ่อน

A STUDY ON SOLDERING BETWEEN LEAD-FREE SOLDER AND ANNEALED  
COPPER SUBSTRATE



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ.2563

KMITL-2020-EN-D-218-007

การศึกษาการบัดกรีระหว่างโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วกับแผ่นรองทองแดง  
ที่ผ่านการอบอ่อน

A STUDY ON SOLDERING BETWEEN LEAD-FREE SOLDER AND ANNEALED  
COPPER SUBSTRATE



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ.2563

KMITL-2020-EN-D-218-007

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

A STUDY ON SOLDERING BETWEEN LEAD-FREE SOLDER AND ANNEALED  
COPPER SUBSTRATE



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF  
DOCTOR OF ENGINEERING IN INDUSTRIAL ENGINEERING  
FACULTY OF ENGINEERING  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
2020  
KMITL-2020-EN-D-218-007

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2020

FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาการบัดกรีระหว่างโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วกับแผ่นรองทองแดงที่ผ่านการอบอ่อน
นักศึกษา	นายนิวัฒน์ ภูเก็ม
รหัสนักศึกษา	56601392
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมอุตสาหการ
พ.ศ.	2563
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รศ.ดร.กรรณชัย กัลยาศิริ

### บทคัดย่อ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ศึกษาการบัดกรีระหว่างโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วในกลุ่ม Sn-Cu กับแผ่นรองทองแดง เพื่อตรวจสอบการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallic compound: IMC) ตลอดจนความสามารถในการเปียก และศึกษาสมบัติของแผ่นรองทองแดงที่มีต่อความสามารถในการเปียก การเกิดขึ้นของ IMC และการเจริญเติบโตของ IMC โดยได้ศึกษาสมบัติของแผ่นรองทองแดงในรูปแบบของขนาดเกรน การจัดเรียงตัว และความเครียดตกค้าง โลหะบัดกรีที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ Sn-0.7Cu, Sn-1.0Cu และ Sn-3.0Cu โดยทำการบัดกรีด้วยวิธีรีโฟลว์ ผลการวิจัยพบว่าสารประกอบเชิงโลหะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เป็น IMC ชนิดแรกที่เกิดขึ้นหลังจากการบัดกรี และเมื่อบัดกรีด้วยระยะเวลาที่นานขึ้นจะพบ IMC ชนิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นตามมา โดยการใช้โลหะบัดกรี Sn-3.0Cu ทำให้เกิดขึ้น IMC หนาที่สุดเมื่อทำการบัดกรีภายใต้เงื่อนไขเดียวกัน ทำให้สามารถสังเกตการเกิดปฏิกิริยาได้ง่าย จึงได้นำโลหะบัดกรีชนิดนี้ไปศึกษาต่อในเรื่องความสามารถในการเปียกบนแผ่นรองทองแดง ซึ่งพบว่าความสามารถในการเปียกจะเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาการบัดกรี นอกจากนี้เมื่อศึกษาผลของการอบอ่อนแผ่นรองทองแดงที่มีต่อความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu และการเจริญเติบโตของ IMC โดยนำแผ่นรองทองแดงไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 300, 600 และ 900 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าการอบอ่อนทำให้แผ่นรองมีขนาดเกรน การจัดเรียงตัวของเกรน และความเครียดตกค้างที่แตกต่างกัน และจากการใช้เทคนิค Electron backscatter diffraction พบว่าแผ่นรองที่อบอ่อนที่ 300 °C มีการจัดเรียงตัวของเกรนไม่เป็นระเบียบมากที่สุดและมีความเครียดตกค้างสูงสุด ในขณะที่แผ่นรองที่อบอ่อนที่ 900 °C มีการจัดเรียงตัวของเกรนเป็นระเบียบมากที่สุด และมีความเครียดตกค้างต่ำสุด จากการบัดกรีโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu กับแผ่นรองที่อบอ่อนและไม่อบอ่อนพบว่า ขนาดเกรน การจัดเรียงตัวของเกรน และความเครียดตกค้างไม่มีอิทธิพลอย่างมีนัยสำคัญต่อความสามารถในการเปียก ความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ไม่ขึ้นกับขนาดเกรนของแผ่นรอง แต่จะเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มของ Misorientation angle และความเครียดตกค้างในแผ่นรอง หลังจากนั้นได้นำชิ้นงานที่ผ่านการบัดกรีไปบ่มด้วยความร้อนเพื่อจำลองการเจริญเติบโตของ IMC พบว่า  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ปรากฏขึ้นระหว่าง  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และแผ่นรองเมื่อบ่มที่ 75 °C เป็นเวลา 1,000 ชั่วโมง อย่างไรก็ตามการบ่มที่อุณหภูมิ 100 และ 125 °C ทำให้เกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เร็วขึ้น และการเจริญเติบโตของ IMC ได้รับอิทธิพลมาจากปฏิกิริยาทางเคมีและกระบวนการควบคุมด้วยการแพร่ โดยแผ่นรองแบบที่ไม่ผ่านการอบอ่อนเป็นแผ่นรองที่ให้อัตราการเจริญเติบโตของ IMC ที่ต่ำที่สุด

<b>Thesis Title</b>	A Study on Soldering between Lead - Free Solder and Annealed Copper Substrate
<b>Student</b>	Mr.Niwat Mookam
<b>Student ID.</b>	56601392
<b>Degree</b>	Doctor of Engineering
<b>Program</b>	Industrial Engineering
<b>Year</b>	2020
<b>Thesis Advisor</b>	Assoc.Prof.Dr.Kannachai Kanlayasiri

## ABSTRACT

This thesis was aimed to investigate the soldering between Sn-Cu lead-free solders and copper substrate. The investigation was focused on the wettability, formation and growth of intermetallic phase in the soldered joint. Effects of grain size, grain orientation and residual strain of the substrate on the wettability, formation and growth of intermetallic phase were studied in this research. The Sn-Cu solders used in this thesis included Sn-0.7Cu, Sn-1.0Cu and Sn-3.0Cu. Reflow soldering was utilized in the investigation. The results showed that  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> intermetallic phase was the first phase formed at the interface and  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn was formed when soldered with a longer time. Among the three solders, Sn-3.0Cu provided the thickest intermetallic layer when soldered under the same condition and it was consequently easy to observe. Sn-3.0Cu was therefore selected to study on the wettability on copper substrate. The wettability of the solder was increased with the increase of soldering time. When annealed at different annealing temperatures of 300, 600 and 900 °C for 1 hr, the copper substrate had different grain size, grain orientation and residual strain. By using electron backscatter diffraction technique, the substrate annealed at 300 °C possessed the highest misorientation angle and residual strain while the 900 °C annealed substrate had the lowest values. The grain size, grain orientation and residual strain of the substrate had no significant effect on the wettability. However, the thickness of intermetallic layer was proportional to misorientation angle and residual strain of the substrate. After thermal aging,  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn appeared between  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> layer and the copper substrate when thermally aged at 75 °C for 1,000 hr. The formation of  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn was shorter when thermally aged at 100 and 125 °C. The growth of the intermetallic compounds was chemical reaction and diffusion controlled. The copper substrate without annealing provided the lowest growth rate of the intermetallic compounds.

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยคำแนะนำและคำปรึกษาจาก รศ.ดร.กรรณชัย กัลยาศิริ ซึ่งเป็นอาจารย์ควบคุมวิทยานิพนธ์ ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงในความอนุเคราะห์จากท่านอาจารย์

ขอกราบขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกๆ ท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาและให้คำปรึกษากับข้าพเจ้า

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ อาจารย์ประจำสาขาวิชาเทคโนโลยีวิศวกรรมอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตวังไกลกังวล ทุกคนที่ให้การช่วยเหลือและคอยให้กำลังใจเสมอมา

ขอขอบคุณบัณฑิตศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์ ที่ให้ความช่วยเหลือในเรื่องต่างๆ สุดท้ายนี้ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัวของข้าพเจ้าที่เป็นกำลังใจและให้การสนับสนุนในทุกเรื่องๆ ทำให้ข้าพเจ้าสามารถทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี คุณค่าและประโยชน์อันพึงมาจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอมอบแต่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

นิวัฒน์ มูแก้ม

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VIII
สารบัญรูป.....	X
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 ความมุ่งหมายและวัตถุประสงค์ของการศึกษา.....	2
1.3 สมมติฐานของการศึกษา.....	3
1.4 ขอบเขตการศึกษา.....	3
1.5 ขั้นตอนของการศึกษา.....	3
บทที่ 2 งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1.1 ผลของปริมาณทองแดงที่มีผลต่อการบัดกรี.....	4
2.1.2 ผลของแผ่นรองที่มีผลต่อความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรี.....	5
2.1.3 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาที่มีผลต่อการเจริญเติบโตของ IMC.....	6
2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	8
2.2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการบัดกรี.....	8
2.2.1.1 โลหะบัดกรี.....	8
2.2.1.2 แผ่นรอง.....	9
2.2.1.3 ฟลักซ์สำหรับการบัดกรี.....	14
2.2.1.4 วิธีการบัดกรี.....	14
2.2.1.5 การเปียกและการกระจายตัวของโลหะบัดกรี.....	15
2.2.1.6 การเกิดขึ้นสารประกอบเชิงโลหะ.....	18
2.2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับเกรนและการอบอ่อน.....	20
2.2.2.1 การเกิดโครงสร้างของเกรน.....	20
2.2.2.2 ประเภทของขอบเกรน.....	21
2.2.2.3 การอบอ่อน.....	22
2.2.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการการแพร่.....	25
2.2.3.1 กลไกการแพร่.....	27

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.2.3.2 การแพร่ในสภาวะคงตัว .....	29
2.2.3.3 การแพร่ในสภาวะไม่คงตัว .....	30
2.2.3.4 ปัจจัยที่มีผลต่อการแพร่ .....	33
2.2.3.5 การแพร่เส้นทางการแพร่อื่น .....	36
2.2.4 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับเครื่องมือตรวจสอบและการวิเคราะห์ .....	36
2.2.4.1 การวัดขนาดเกรน .....	36
2.2.4.2 กล้องจุลทรรศน์แบบคอนโฟคอลชนิดที่ใช้เลเซอร์ในการสแกน .....	44
2.2.4.3 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด .....	45
2.2.4.4 EDS .....	47
2.2.4.5 EBSD .....	49
2.2.4.6 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ .....	54
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย .....	65
3.1 ผลของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีที่มีต่อ IMC ระหว่างรอยต่อ .....	65
3.1.1 วัสดุและวิธีการทดลอง .....	65
3.1.2 การตรวจสอบและวิเคราะห์ผล .....	66
3.2 อิทธิพลของเวลาบัดกรีที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ระหว่างโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu และแผ่นรอง .....	68
3.2.1 วัสดุและวิธีการทดลอง .....	68
3.2.2 การตรวจสอบและวิเคราะห์ผล .....	68
3.3 ผลของแผ่นรองที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu .....	69
3.3.1 วัสดุและวิธีการทดลอง .....	69
3.3.2 การตรวจสอบและวิเคราะห์ผล .....	70
3.3.2.1 การตรวจสอบแผ่นรองทองแดง .....	70
3.3.2.2 การตรวจสอบหลังการบัดกรี .....	71
3.4 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อนที่มีต่อการเจริญเติบโตของ IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu .....	72
3.4.1 วัสดุและวิธีการทดลอง .....	72
3.4.2 การตรวจสอบและวิเคราะห์ผล .....	72
บทที่ 4 ผลการทดลอง .....	73
4.1 ผลของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีที่มีต่อเฟส IMC ระหว่างรอยต่อ .....	73

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.1.1 การเกิดเฟสสารประกอบเชิงโลหะระหว่างการบัดกรี.....	73
4.1.2 ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ.....	78
4.1.3 กลไกการเจริญเติบโตและสัมประสิทธิ์การแพร่.....	81
4.2 อิทธิพลของเวลาบัดกรีที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ระหว่างโลหะ บัดกรี Sn-3.0Cu และแผ่นรอง.....	91
4.2.1 ความสามารถในการเปียกและมุมสัมผัสของโลหะบัดกรี.....	91
4.2.2 เฟสสารประกอบเชิงโลหะ.....	93
4.3 ผลของแผ่นรองที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu.....	99
4.3.1 โครงสร้างจุลภาคและการจัดเรียงตัวของเกรนในแผ่นรองทองแดง.....	99
4.3.2 ความสามารถในการกระจายตัวและมุมสัมผัส.....	106
4.3.3 โครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึกของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ.....	109
4.3.4 การเจริญเติบโตและความหนาชั้นสารประกอบเชิงโลหะหลังการบัดกรี.....	111
4.4 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อนที่มีต่อการเจริญเติบโตของ IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu.....	115
4.4.1 การเจริญเติบโตของ IMC เนื่องจากการบ่มด้วยความร้อน.....	115
4.4.2 ความหนาของ IMC หลังการบ่มด้วยความร้อน.....	132
4.4.3 สัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC จากการบ่มด้วยความร้อน.....	145
4.4.4 พลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ IMC จากการบ่มด้วยความร้อน.....	152
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	162
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	162
5.1.1 ผลของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีที่มีต่อเฟส IMC ระหว่างรอยต่อ.....	162
5.1.2 อิทธิพลของเวลาบัดกรีที่มีต่อความสามารถในการเปียกและเฟส IMC ระหว่าง โลหะบัดกรี Sn-3.0Cu และแผ่นรอง.....	162
5.1.3 ผลของแผ่นรองที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ในระบบ ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu.....	163
5.1.4 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อนที่มีต่อการเจริญเติบโตของ IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu.....	163
5.2 ข้อเสนอแนะและแนวทางการศึกษาในอนาคต.....	163
เอกสารอ้างอิง.....	164

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก.....	178
ภาคผนวก ก. บทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์ .....	179
ภาคผนวก ข. โครงสร้างจุลภาคและ Line scan ที่กำลังขยาย 2500 เท่า.....	209
ภาคผนวก ค. การวัดเลขเชิงขนาดเกรนของแผ่นรองที่กำลังขยาย 200 เท่า.....	212
ภาคผนวก ง. ผลการสแกนโลหะบัดกรีกับแผ่นรองหลังการบัดกรี .....	214
ภาคผนวก จ. ผลการวัดค่าความหยาบผิวเฉลี่ยเชิงตัวเลขของแผ่นรองทองแดง.....	217
ภาคผนวก ฉ. การทดสอบ ANOVA ความหยาบผิวของแผ่นรองทองแดง.....	221
ภาคผนวก ช. ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ IMC กับเวลาการบ่ม.....	223
ภาคผนวก ซ. ข้อมูล XRD ของ Cu, Sn, $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> และ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn.....	227
ประวัติผู้เขียน.....	232

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 อุณหภูมิเส้นโค้งของเหลว เส้นโค้งของแข็งและความหนาแน่นของโลหะบัดกรี .....	9
2.2 เกรตของทองแดง การนำไฟฟ้าและความต้านทานแรงดึง.....	9
2.3 สมบัติทางกายภาพของทองแดง .....	11
2.4 สมบัติทางกายภาพของทองแดงแต่ละเกรต .....	12
2.5 แผ่นรองและชั้นสารประกอบเชิงโลหะ .....	19
2.6 สมบัติทางกลและทางกายภาพของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ .....	19
2.7 ค่าของเออร์เรอร์ฟังก์ชัน .....	32
2.8 ข้อมูลเกี่ยวกับการแพร่ .....	33
2.9 ความสัมพันธ์ของเลขเชิงขนาดเกรนและพื้นที่เกรน .....	41
2.10 ความสัมพันธ์ของเลขเชิงขนาดเกรนและการคำนวณขนาดเกรน .....	42
2.11 ประมาณพื้นที่ X-ray ของธาตุหลัก.....	49
2.12 ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (หน่วย Å) ของเป้าโลหะต่างชนิด .....	56
2.13 ความสัมพันธ์ระหว่างระนาบการเลี้ยวเบน ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและค่าคงที่แลตทิซ ....	59
3.1 ข้อมูลความหยาบผิวของแผ่นรองทองแดง .....	70
4.1 ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ.....	78
4.2 ค่า n ของเฟสสารประกอบเชิงโลหะ.....	85
4.3 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ.....	90
4.4 มุมสัมผัสของโลหะบัดกรีที่เวลาการบัดกรีต่างๆ .....	92
4.5 องค์ประกอบทางเคมีของเฟสสารประกอบเชิงโลหะ .....	96
4.6 สัดส่วนเฟสสารประกอบเชิงโลหะ .....	97
4.7 ค่าเฉลี่ยของเลขเชิงขนาดเกรน .....	99
4.8 ข้อมูลมุมสัมผัสจากแผ่นรองและเวลาการบัดกรีแตกต่างกัน.....	106
4.9 มุมสัมผัสของโลหะบัดกรีที่ขนาดเกรนแผ่นรองแตกต่างกัน .....	108
4.10 ค่า N ที่สภาวะต่างๆ จากการทดลอง.....	127
4.11 ความหนาเฉลี่ยของ IMC ที่อุณหภูมิ 50 °C .....	132
4.12 ความหนาเฉลี่ยของ IMC ที่อุณหภูมิ 75 °C .....	133
4.13 ความหนาเฉลี่ยของ IMC ที่อุณหภูมิ 100 °C .....	134
4.14 ความหนาเฉลี่ยของ IMC ที่อุณหภูมิ 125 °C .....	135
4.15 รูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC รวม.....	143
4.16 รูปแบบการเจริญเติบโตของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> .....	144
4.17 รูปแบบการเจริญเติบโตของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn .....	145

## สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.18 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC รวม.....	146
4.19 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> .....	147
4.20 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn.....	148
4.21 พลังงานกระตุ้นของ IMC และแผ่นรอง.....	159
4.22 พลังงานกระตุ้นจากงานวิจัยที่ผ่านมา .....	160



## สารบัญญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	12
2.2	13
2.3	14
2.4	15
2.5	15
2.6	16
2.7	16
2.8	18
2.9	18
2.10	19
2.11	20
2.12	21
2.13	21
2.14	23
2.15	24
2.16	25
2.17	26
2.18	27
2.19	28
2.20	29
2.21	31
2.22	32
2.23	35
2.24	35
2.25	37
2.26	38
2.27	39
2.28	40
2.29	41
2.30	44
2.31	44

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.32 การเปรียบเทียบการตรวจสอบด้วยสายตาและกล้องจุลทรรศน์ .....	45
2.33 สัญญาณต่างๆที่เกิดขึ้น .....	46
2.34 ส่วนประกอบของ SEM.....	46
2.35 การทำงานของ Si(Li) detector สำหรับ EDS.....	47
2.36 X-ray spectrum ของชิ้นงานตัวอย่างเหล็กกล้าไร้สนิม.....	48
2.37 พลังงาน X-ray ปฐมภูมิที่เกิดขึ้นในตัวอย่าง.....	48
2.38 ตัวอย่างทองแดงจากการจำลองของ Monte Carlo .....	48
2.39 องค์ประกอบและการทำงานของ EBSD.....	50
2.40 แถบคิกูชิและการวางตัวของแต่ละระนาบผลึก.....	50
2.41 EBSD map ของเกรน .....	51
2.42 ขอบเกรนแบบต่างๆ .....	51
2.43 การฉายภาพทิศทางผลึกตัวอย่างที่ผ่านการรีด .....	52
2.44 PF ของทองเหลืองผสมตะกั่ว.....	52
2.45 โครงสร้างของทองเหลืองผสมตะกั่ว (a) Phase map (b) IPF-Z map และ (C) IPF-Z map ของ เฟส $\beta$ .....	53
2.46 GOS ในโครงสร้างอลูมิเนียม.....	53
2.47 KAM ของนิกเกิลกับความเครียดของแรงดึงและแรงอัดที่เกิดขึ้น.....	54
2.48 การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ .....	54
2.49 การเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนตามกฎการคัดเลือก.....	55
2.50 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์โดยผลึก .....	58
2.51 การกำหนดด้านของหน่วยเซลล์และมุมระหว่างด้านแต่ละด้าน.....	60
2.52 การเลี้ยวเบน (a) ความกว้างของพีคจริง (b) ความกว้างของพีคอุดมคติ .....	61
2.53 เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แบบแบรกก์-เบรนาทาโน ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ .....	63
3.1 เบ้าเหล็กกล้าไร้สนิม .....	65
3.2 โลหะบัดกรีแบบแท่งทรงกระบอก.....	65
3.3 แผนภาพการบัดกรีแบบรีโฟลว์.....	66
3.4 ชิ้นงานตัวอย่างหล่อในเรซิน.....	66
3.5 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด .....	67
3.6 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	67
3.7 ตัวอย่างการวัดความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ .....	68
3.8 แผนภาพรอยต่อบัดกรี (a) 2D และ (b) 3D.....	69

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.9 รูปแบบจากการสแกนของชิ้นงานหลังการบัดกรี (a) 2D และ (b) 3D (หน่วย mm).....	71
3.10 การตัดแบ่งชิ้นงาน .....	72
4.1 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะในสภาวะการบัดกรีที่แตกต่างกันของโลหะบัดกรี Sn-0.7Cu .....	73
4.2 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะในสภาวะการบัดกรีที่แตกต่างกันของโลหะบัดกรี Sn-1.0Cu .....	74
4.3 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะในสภาวะการบัดกรีที่แตกต่างกันของโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu .....	75
4.4 สเปกตรัม EDS สำหรับ Sn-3.0Cu; (a) $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> และ (b) $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn.....	75
4.5 รูปแบบ XRD ของตัวอย่างบัดกรีที่ 480 s ของ Sn-3.0Cu .....	76
4.6 ตัวอย่าง Gibbs free energy ของเฟสในระบบทองแดงและดีบุก .....	77
4.7 ความหนาของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> จากเวลาการบัดกรีและโลหะบัดกรีต่างกัน.....	79
4.8 ความหนาของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn จากเวลาการบัดกรีและโลหะบัดกรีต่างกัน.....	80
4.9 ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะรวมจากเวลาการบัดกรีและโลหะบัดกรีต่างกัน .....	80
4.10 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\log Y$ กับ $\log t$ ของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> สำหรับโลหะบัดกรี Sn-0.7Cu.....	81
4.11 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\log Y$ กับ $\log t$ ของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> สำหรับโลหะบัดกรี Sn-1.0Cu.....	82
4.12 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\log Y$ กับ $\log t$ ของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> สำหรับโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu.....	83
4.13 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\log Y$ กับ $\log t$ ของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn สำหรับโลหะบัดกรี Sn-0.7Cu.....	84
4.14 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\log Y$ กับ $\log t$ ของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn สำหรับโลหะบัดกรี Sn-1.0Cu.....	84
4.15 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\log Y$ กับ $\log t$ ของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn สำหรับโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu.....	85
4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> กับเวลาการบัดกรีของ Sn-0.7Cu .....	87
4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> กับเวลาการบัดกรีของ Sn-1.0Cu .....	88
4.18 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> กับเวลาการบัดกรีของ Sn-3.0Cu .....	88
4.19 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn กับเวลาการบัดกรีของ Sn-0.7Cu .....	89
4.20 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn กับเวลาการบัดกรีของ Sn-1.0Cu .....	89
4.21 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn กับเวลาการบัดกรีของ Sn-3.0Cu .....	90
4.22 การเกิดการเกิดนิวเคลียสของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> (a) Cu/Sn และ (b) Cu/Sn0.7Cu.....	91
4.23 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดง (a) ด้านบน และ (b) ด้านข้าง .....	91
4.24 มุมสัมผัสของโลหะบัดกรีที่เวลาการบัดกรีแตกต่างกัน.....	93
4.25 เปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคก่อนและหลังการบัดกรี .....	94
4.26 โครงสร้างจุลภาค SEM กับเวลาการบัดกรี.....	95
4.27 ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะกับเวลาการบัดกรี.....	96
4.28 สัดส่วนเฟส $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> กับเวลาการบัดกรี .....	97
4.29 องค์ประกอบทางเคมีของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> และเมตริกซ์ของโลหะบัดกรี .....	98

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.30 เฟอร์เซ็นต์ของเฟส $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> ในเมตริกซ์ของโลหะบัดกรี.....	98
4.31 การกำหนดเลขเชิงขนาดเกรนโดยใช้ ASTM E112-10 Intercept technique.....	99
4.32 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค; (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C.....	100
4.33 Pole figures; (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C.....	101
4.34 จำนวนของเกรนที่สัมพันธ์กับ GOS; (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C.....	103
4.35 ขอบเกรนของแผ่นรอง (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C.....	104
4.36 Kernel average misorientation (KAM); (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C.....	105
4.37 มุมสัมผัสภายใต้ตัวแปรเวลาการบัดกรีกับเลขเชิงขนาดเกรน 8.63, 7.28, 5.56 และ สำหรับแผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน, อบอ่อนที่ 300 °C, อบอ่อนที่ 600 °C และอบอ่อนที่ 900 °C.....	107
4.38 รูปแบบ EDS ของชิ้นงานที่ผ่านการบัดกรีที่เวลา 10 s (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C.....	109
4.39 ภาพถ่ายด้านบนของเฟส Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> .....	110
4.40 รูปแบบ XRD ของชิ้นงานที่ผ่านการบัดกรีที่เวลา 10 s (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C.....	111
4.41 ภาพถ่าย SEM ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ (Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> ) สำหรับเวลาการบัดกรีที่ 10, 20, 40, 60 และ 120 s กับ G เท่ากับ 8.63, 7.28, 5.56 และ ELG.....	112
4.42 การเติบโตของ IMC (ความหนา) ภายใต้สภาวะตัวแปรเวลาบัดกรีและขนาดเกรน.....	113
4.43 ความสัมพันธ์ระหว่าง log Y กับ log t สำหรับแผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน.....	114
4.44 ความสัมพันธ์ระหว่าง log Y กับ log t สำหรับแผ่นรองอบอ่อนที่ 300 °C.....	114
4.45 ความสัมพันธ์ระหว่าง log Y กับ log t สำหรับแผ่นรองอบอ่อนที่ 600 °C.....	115
4.46 ความสัมพันธ์ระหว่าง log Y กับ log t สำหรับแผ่นรองอบอ่อนที่ 900 °C.....	115
4.47 เกรนของแผ่นรองจาก EBSD.....	116
4.48 ช่องว่างขนาดเล็กในแผ่นรองทองแดง.....	117
4.49 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดงหลังการบ่มที่อุณหภูมิ 50 °C.....	119
4.50 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดงหลังการบ่มที่อุณหภูมิ 75 °C.....	119
4.51 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดงหลังการบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C.....	120

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.52 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดงหลังการบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C .....	120
4.53 ขนาดเกรนของแผ่นรองหลังการบ่มที่ 50 °C .....	121
4.44 ขนาดเกรนของแผ่นรองหลังการบ่มที่ 75 °C .....	122
4.55 ขนาดเกรนของแผ่นรองหลังการบ่มที่ 100 °C .....	122
4.56 ขนาดเกรนของแผ่นรองหลังการบ่มที่ 125 °C .....	123
4.57 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรน เวลาการบ่มของแผ่นรอง A .....	123
4.58 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรน เวลาการบ่มของแผ่นรอง B .....	124
4.59 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรน เวลาการบ่มของแผ่นรอง C .....	124
4.60 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรน เวลาการบ่มของแผ่นรอง D .....	125
4.61 ตัวอย่างการหาค่า N ของแผ่นรอง A ที่ 50 °C .....	126
4.62 ภาพถ่าย SEM ของตัวอย่างก่อนการบ่ม .....	128
4.63 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการบ่มที่อุณหภูมิ 50 °C .....	129
4.64 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการบ่มที่อุณหภูมิ 75 °C .....	129
4.65 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C .....	130
4.66 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C .....	130
4.67 ผลการตรวจสอบ EDS ของ IMC ที่อุณหภูมิ 125 °C เวลา 1,000 hr .....	131
4.68 ผลการตรวจสอบ XRD ที่อุณหภูมิ 125 °C เวลา 1,000 hr .....	131
4.69 ความหนาแน่นจากการบ่มที่ 50 °C .....	136
4.70 ความหนาแน่นจากการบ่มที่ 75 °C .....	137
4.71 ผล IPF แสดงระนาบและการจัดเรียงตัวของผลึก .....	138
4.72 ความหนาแน่นจากการบ่มที่ 100 °C .....	139
4.73 ความหนาแน่นจากการบ่มที่ 125 °C .....	140
4.74 รูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC หลังการบัดกรี .....	140
4.75 รูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC หลังการการบ่ม .....	141
4.76 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ IMC รวมกับเวลาการบ่มของแต่ละแผ่นรองที่ 50 °C .....	146
4.77 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC รวม ( $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn} + \eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$ ) .....	149
4.78 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$ .....	149
4.79 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$ .....	150
4.80 ความสัมพันธ์ของ $\ln h$ และ $\ln t$ ที่อุณหภูมิการบ่ม 100 °C .....	151
4.81 ความสัมพันธ์ของ $\ln h$ และ $\ln t$ ที่อุณหภูมิการบ่ม 125 °C .....	151
4.82 พลังงานกระตุ้นของ IMC รวม ( $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn} + \eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$ ) สำหรับแผ่นรอง A .....	153

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.83 พลังงานกระตุ้นของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn+ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> ) สำหรับแผ่นรอง B .....	153
4.84 พลังงานกระตุ้นของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn+ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> ) สำหรับแผ่นรอง C .....	154
4.85 พลังงานกระตุ้นของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn+ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> ) สำหรับแผ่นรอง D .....	154
4.86 พลังงานกระตุ้นของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> สำหรับแผ่นรอง A .....	155
4.87 พลังงานกระตุ้นของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> สำหรับแผ่นรอง B .....	155
4.88 พลังงานกระตุ้นของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> สำหรับแผ่นรอง C .....	156
4.89 พลังงานกระตุ้นของ $\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> สำหรับแผ่นรอง D .....	156
4.90 พลังงานกระตุ้นของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn สำหรับแผ่นรอง A .....	157
4.91 พลังงานกระตุ้นของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn สำหรับแผ่นรอง B .....	157
4.92 พลังงานกระตุ้นของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn สำหรับแผ่นรอง C .....	158
4.93 พลังงานกระตุ้นของ $\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn สำหรับแผ่นรอง D .....	158

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ การบัดกรีเป็นกระบวนการที่สำคัญสำหรับการประกอบอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ [1–3] ท่ามกลางระบบโลหะบัดกรีที่มีดีบุกเป็นองค์ประกอบพื้นฐาน (Sn-based solders) โลหะบัดกรีไร้สารตะกั่ว Sn-Cu เป็นกลุ่มหนึ่งที่น่าสนใจใช้ทดแทนโลหะบัดกรีที่มีส่วนผสมของตะกั่วและดีบุก (Sn-Pb solders) เนื่องจากมีสมบัติทางกลที่ดีและมีราคาถูก [4–6] โดยโลหะบัดกรีในกลุ่มนี้สามารถนำมาใช้งานได้ทั้งที่อุณหภูมิต่ำเช่น Sn-0.7Cu และที่อุณหภูมิสูง เช่น Sn-1.0Cu และ Sn-3.0Cu สำหรับทองแดงได้รับความนิยมในการใช้เป็นวัสดุโลหะพื้นหรือแผ่นรองในยูบีเอ็ม (Under bump metallurgy: UBM) และเทคโนโลยีการผลิตไอซีแบบใช้ลูกบอลแทนขา (Ball grid array; BGA) [6, 7] เพราะทองแดงสามารถแพร่ไปยังโลหะบัดกรีเหลวได้ง่ายในระหว่างการบัดกรีทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างแผ่นรองและโลหะบัดกรีเกิดเป็นชั้นสารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallic compound; IMC) การเกิดขึ้นของชั้น IMC ที่มีรูปแบบที่ต่อเนื่องและสม่ำเสมอป้องกันการเชื่อมต่อทางโลหะวิทยาที่ดี อย่างไรก็ตามการเจริญเติบโตของชั้น IMC ที่มากเกินไปส่งผลต่อความเชื่อถือได้ของรอยต่อบัดกรี เนื่องจากทำให้ความเปราะและความต้านทานทางไฟฟ้าสูงขึ้น [7–9] โดยชั้น IMC ที่สามารถเกิดขึ้นได้ระหว่างทองแดงและดีบุก ได้แก่  $Cu_{17}Sn_3$  ( $\beta$ ),  $Cu_3Sn$  ( $\gamma$ ) และ  $Cu_{10}Sn_3$  ( $\xi$ ),  $Cu_{41}Sn_{11}$  ( $\delta$ ),  $Cu_3Sn$  ( $\epsilon$ ) และ  $Cu_6Sn_5$  ( $\eta$ ) [10] แต่ IMC ที่พบได้จากการบัดกรีทั่วไป คือ  $Cu_6Sn_5$  และ  $Cu_3Sn$  โดยการเจริญเติบโตของ  $Cu_6Sn_5$  และ  $Cu_3Sn$  นำไปสู่การเกิดขึ้นของความเค้นอัด [11] และเกิดช่องว่างขนาดเล็กในชั้น  $Cu_3Sn$  [12]

การเกิดและการเจริญเติบโตของชั้น IMC ที่บริเวณรอยต่อบัดกรีขึ้นอยู่กับหลายๆปัจจัย เช่น ปฏิกิริยาทางเคมี (Chemical reaction) การแพร่ที่ขอบเกรนและเนื้อเกรน (Grain boundary and volume diffusion) [13–15] โดยมีปัจจัยภายนอกเข้ามาเกี่ยวข้อง เช่น อุณหภูมิ เวลาและคุณสมบัติของแผ่นรอง [16–18] จากการทบทวนงานวิจัยที่ผ่านมาในงานวิจัยจำนวนหนึ่งแสดงให้เห็นปรากฏการณ์ต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับการเจริญเติบโตของ IMC ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดเกรนของแผ่นรอง เนื่องจากการแพร่เป็นฟังก์ชันของขนาดเกรนแผ่นรอง [19, 20] เช่น จากงานวิจัยของ Cao และคณะ และ Lee และคณะ [19, 21] พบว่าความหนาของ IMC เพิ่มขึ้นกับการใช้แผ่นรองที่มีเกรนละเอียด เนื่องจากการแพร่ของขอบเกรนช่วยเพิ่มการแพร่ของอะตอมและอัตราการเจริญเติบโตของ IMC จากการแพร่ของอะตอมผ่านขอบเกรนเกิดขึ้นได้มากกว่าการแพร่ผ่านแลตติส (Lattice) และมีรายงานไว้ว่าการเจริญเติบโตของ IMC ลดลงเมื่อแผ่นรองทองแดงมีเกรนขนาดใหญ่ เพราะการแพร่ผ่านขอบเกรนเกิดขึ้นได้น้อยลง [12, 22] ในทางกลับกัน Wang และคณะ [22] รายงานว่าความหนาของ IMC เพิ่มขึ้นกับการเพิ่มขนาดเกรน เพราะเกรนขนาดใหญ่ทำให้เกิดการรวมกันของปฏิกิริยาทางเคมีและกลไกการแพร่เมื่อขอบเกรนของแผ่นรองลดลง ดังนั้นการแพร่จึงเกิดขึ้นได้ช้าส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนกลไกจากการแพร่ไปสู่กลไกของปฏิกิริยาทางเคมี แผ่นรองที่มีเกรนใหญ่ทำให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีที่สูงขึ้นเนื่องจากการแพร่ของทองแดงจากแผ่นรอง

ไปยังโลหะบัดกรี ดังนั้นการเพิ่มขนาดเกรนจะเร่งปฏิกิริยาทางเคมีที่ระหว่างพื้นผิวทำให้ชั้น IMC หนาขึ้น [23]

นอกจากนี้ยังมีรายงานว่า การเปียกของแผ่นรองทองแดงที่มีเกรนในระดับไมโครเมตรเกิดขึ้นได้ดีกว่าแผ่นรองที่มีขนาดเกรนในระดับนาโนเมตร เนื่องจากการดูดซับสิ่งแปลกปลอมได้มากของเกรนขนาดเล็กส่งผลให้พลังงานอิสระพื้นผิวลดลง [24] แต่อย่างไรก็ตามการเปียกของแผ่นรองทองแดงมีความซับซ้อนจากการเกิดขึ้นของ IMC ที่ระหว่างพื้นผิว [25] ดังนั้นการเปียกจึงไม่ได้ถูกกำหนดโดยคุณสมบัติของพื้นผิวเพียงเท่านั้นแต่ยังเกี่ยวกับการแพร่ของอะตอมที่เกิดขึ้นด้วยเช่นกัน [26] โดยการแพร่ของอะตอมของเกรนในระดับนาโนเมตรมีมากกว่าในระดับไมโครเมตร [27] ดังนั้นผลการแพร่ของอะตอมจึงสามารถทำให้เกิด IMC ที่มีความหนา และการเจริญเติบโตของ IMC ทำให้เกิดการเปียกที่เสถียรชั่วคราว และลดลงอีกครั้งเมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีของ IMC ที่ระหว่างพื้นผิว [28] อย่างไรก็ตามพบว่าการเพิ่มความหนาของชั้น IMC และการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีที่ระหว่างพื้นผิวส่งผลให้มีมุมสัมผัสเพิ่มขึ้นซึ่งมีผลตรงกันข้ามกับงานวิจัยที่ผ่านมา แต่ยังไม่สามารถอธิบายความสัมพันธ์ระหว่างการเกิด IMC และความสามารถในการเปียกได้อย่างชัดเจนในกรณีนี้ [29] อย่างไรก็ตามการเปียกที่สมบูรณ์สามารถเกิดขึ้นได้หลังการเกิดขึ้นของชั้น IMC ที่ต่อเนื่อง นอกจากนี้การเปลี่ยนแปลงการเปียกสามารถเกิดขึ้นได้ระหว่างการเพิ่มอุณหภูมิและมุมของขอบเกรน (Misorientation angle) [30, 31] ดังนั้นความสามารถในการเปียกและความหนาของ IMC อาจมีความสัมพันธ์กันจึงควรพิจารณาไปพร้อมๆกัน เนื่องจากทั้งสองมีผลอย่างมีนัยสำคัญกับคุณภาพของการบัดกรี [28]

ในงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาการบัดกรีระหว่างโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วในกลุ่ม Sn-Cu กับแผ่นรองทองแดง เพื่อตรวจสอบการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ IMC ตลอดจนการเปียก และผลของแผ่นรองทองแดงที่มีผลต่อความสามารถในการเปียกและการเกิดขึ้นของ IMC ได้ศึกษาสมบัติของแผ่นรองทองแดงในรูปแบบของขนาดเกรน การจัดเรียงตัวและความเครียดตกค้าง ที่มีต่อความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีและการเจริญเติบโตของ IMC

## 1.2 ความมุ่งหมายและวัตถุประสงค์ของการศึกษา

1. เพื่อศึกษาผลของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรี Sn-Cu ที่มีต่อการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ IMC
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของเวลาในการบัดกรีที่มีผลต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ระหว่างโลหะบัดกรี Sn-Cu และแผ่นรองทองแดง
3. เพื่อศึกษาผลของแผ่นรองทองแดงที่มีต่อความสามารถในการเปียก การเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ IMC ในระบบโลหะบัดกรี Sn-Cu และแผ่นรองทองแดง
4. เพื่อศึกษาอิทธิพลของแผ่นรองทองแดง อุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อน (Thermal aging) ที่มีต่อการเจริญเติบโตของ IMC

### 1.3 สมมติฐานของการศึกษา

จากการศึกษาค้นคว้าข้อมูลที่เกี่ยวข้องและในงานวิจัยต่างๆสามารถตั้งสมมติฐานเพื่อกำหนดขอบเขตของการศึกษาได้ดังนี้

1. ปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีมีผลต่อการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ IMC ระหว่างการบัดกรี
2. เวลาในการบัดกรีมีผลต่อความสามารถในการเปียกและการเกิดเฟส IMC
3. คุณสมบัติของแผ่นรองส่งผลต่อกลไกการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ IMC
4. อุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อนมีผลต่อการเจริญเติบโตของ IMC

### 1.4 ขอบเขตการศึกษา

ศึกษาโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วในกลุ่ม Sn-Cu กับแผ่นรองทองแดงบริสุทธิ์ ด้วยวิธีรีโฟลว์ที่อุณหภูมิ 350 °C ที่เวลาแตกต่างกัน โดยบัดกรีตามมาตรฐานการทดสอบผลิตภัณฑ์สำหรับพัฒนาข้อมูลโลหะบัดกรีของ NIST [32] และศึกษาอิทธิพลของแผ่นรองทองแดง อุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อน (Thermal aging) ที่มีต่อการเจริญเติบโตของ IMC โดยใช้อุณหภูมิบ่มที่ 50, 75, 100 และ 125 °C และเวลาบ่มที่ 1, 10, 100 และ 1,000 hr

### 1.5 ขั้นตอนของการศึกษา

1. ศึกษาและรวบรวมข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับการศึกษา
2. ศึกษาวิธีการ ขั้นตอนและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง
3. ออกแบบการทดลอง เตรียมอุปกรณ์ต่างๆ เตรียมแผ่นรองและโลหะบัดกรี
4. ทดลองและเก็บผลตามแผนการทดลองได้แก่ การบัดกรี การเก็บผลการทดลองในแง่มุมต่างๆ
5. วิเคราะห์ผลการจากการทดลองด้าน ปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรี โครงสร้างจุลภาค พฤติกรรมการเปียกของโลหะบัดกรี การเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ IMC
6. สรุปผลการทดลองพร้อมข้อเสนอแนะที่ได้จากการทดลอง

## บทที่ 2

# งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1.1 ผลของปริมาณทองแดงที่มีผลต่อการบัดกรี

ในงานวิจัยของ Chang และคณะ [33] ได้ศึกษาเกี่ยวกับผลของปริมาณโลหะบัดกรีและความเข้มข้นของทองแดง (Cu concentration) ที่มีต่ออัตราการละลาย (Consumption rate) ของแผ่นทองแดงระหว่างการบัดกรีแบบรีโฟลว์ (Reflow soldering) ตัวแปรที่ใช้ศึกษา คือ (1) ความเข้มข้นเริ่มต้นของทองแดงไปยังโลหะบัดกรี (2) เวลาการบัดกรีและ (3) ขนาดโลหะบัดกรีแบบลูกบอล (Solder ball size) จากการใช้โลหะบัดกรีชนิด Sn-3.0Ag ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 400, 500, 760 และ 960  $\mu\text{m}$  และเพิ่มทองแดงในโลหะบัดกรีในปริมาณ 0.3, 0.5 และ 0.7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (wt.%) นำมาบัดกรีที่อุณหภูมิ 235  $^{\circ}\text{C}$  โดยใช้เวลา 90 s หลังการบัดกรีพบชั้น IMC ชนิด  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  สำหรับการละลายของแผ่นรองหรือโลหะพื้นทองแดงจะมีปริมาณเพิ่มมากขึ้นกับการลดความเข้มข้นของทองแดงในโลหะบัดกรีและปริมาณโลหะบัดกรีที่เพิ่มขึ้น และความหนาของชั้น IMC จะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของทองแดงในโลหะบัดกรีและปริมาตรของโลหะบัดกรี

สำหรับการผสมทองแดงปริมาณ 1.5, 4.5 และ 6.0 wt.% ลงในโลหะบัดกรี Sn9Zn-1Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ทำให้ความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีดีขึ้น รวมทั้งเพิ่มความต้านทานแรงเฉือนของรอยต่อหลังการบัดกรีบนแผ่นอลูมิเนียมเกรด 6061 ที่อุณหภูมิ 220  $^{\circ}\text{C}$  เวลา 5 min โดยการเพิ่มทองแดงช่วยเร่งให้เกิดชั้น IMC ที่ระหว่างพื้นผิวรอยต่อและลดพลังงานระหว่างพื้นผิวระหว่างแผ่นรองและโลหะบัดกรีทำให้เกิดการเปียกที่ดีมีมุมสัมผัสของโลหะบัดกรีน้อย [34]

กรณีเติมอนุภาคทองแดงในระดับนาโนเมตรปริมาณ 1 และ 2 wt.% ลงในฟลักซ์ก่อนบัดกรีกับดีบุกบนแผ่นทองแดงด้วยวิธีการบัดกรีแบบรีโฟลว์ในเตาอบที่อุณหภูมิ 250  $^{\circ}\text{C}$  เวลา 10-120 s ความสามารถในการเปียกของของเหลวจะถูกเร่งด้วยอนุภาคทองแดงที่เติมลงไป โดยการเร่งปฏิกิริยาระหว่างพื้นผิวให้เกิดได้เร็วขึ้นหรือเร่งการทำปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างของเหลวและโลหะพื้น ขณะที่เฟส IMC ที่ระหว่างพื้นผิวมีความหนาเพิ่มมากขึ้นกับการเพิ่มปริมาณของอนุภาคทองแดงและเวลาในการบัดกรี [35] นอกจากนี้ยังมีการศึกษาการยับยั้งการก่อตัวของช่องว่างขนาดเล็กในชั้น IMC โดยการเพิ่มปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรี Sn-xCu ซึ่งมีปริมาณทองแดงแตกต่างกัน ( $x = 0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.25, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7$  and  $0.8$  wt.%) หลังการบัดกรีแบบรีโฟลว์ที่อุณหภูมิ 235  $^{\circ}\text{C}$  เวลา 90 s พบเฉพาะ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่ระหว่างโลหะบัดกรีและทองแดง ความหนาของ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของทองแดงในโลหะบัดกรี นอกจากนั้นการเพิ่มปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรียังช่วยยับยั้งการเกิดขึ้นและลดการโตของช่องว่างขนาดเล็กในชั้น IMC ได้ โดยเฉพาะในชั้น  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  เนื่องจากความเข้มข้นของทองแดงในโลหะบัดกรีสามารถยับยั้งการแพร่ออกไปของอะตอมจากแผ่นรองทองแดงไปยังโลหะบัดกรีหรือเป็นการลดความไม่สมดุลของการแพร่ของอะตอมทองแดงและดีบุกที่ระหว่างพื้นผิวซึ่งนำไปสู่การลดการเกิดช่องว่างขนาดเล็ก [36]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในงานวิจัยของ Liu และคณะ [37] นำ Sn-3.0Cu มาบัดกรีด้วยเลเซอร์แบบรีโฟลว์ (Laser reflow soldering) กับแผ่นฟอยล์ทองคำ (Au) หลังการบัดกรีพบชั้น  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  หนาประมาณ 5  $\mu\text{m}$  และเมื่อเปรียบเทียบกับชั้น IMC หนามากกว่าการใช้โลหะบัดกรี Sn-0.7Cu และ Sn-1.5Cu เนื่องจากปริมาณทองแดงที่มีอยู่มากในโลหะบัดกรี เช่นเดียวกับงานวิจัยของ Sebo และคณะ [38] พบ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  โตขึ้นกับการเพิ่มปริมาณทองแดงจากการใช้ Sn-3.0Cu, Sn-5.0Cu และ Sn-10.0Cu บัดกรีบนแผ่นทองแดงขนาด 15 mm x 1.5 mm บัดกรีที่อุณหภูมิ 300, 350 และ 400 °C นอกจากนั้นยังพบว่า การเปียกดีขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการบัดกรี ดังนั้นจากงานวิจัยที่ผ่านมาแสดงให้เห็นแนวโน้มที่เกี่ยวข้องกับผลของปริมาณทองแดงที่มีผลต่อการบัดกรีในแง่ของความสามารถในการบัดกรีและการเจริญเติบโตของ IMC ขณะที่ผลของแผ่นรองที่มีผลต่อความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีจะกล่าวไว้ในหัวข้อต่อไป

### 2.1.2 ผลของแผ่นรองที่มีผลต่อความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรี

ในงานวิจัยของ Zang และคณะ [39] ศึกษากระบวนการเปียก (Wetting process) และการกระจายตัวของโลหะบัดกรี Sn-3.0Ag-0.5Cu บนแผ่นรองทองแดง นิกเกิล เหล็กกล้าไร้สนิม (SUS 304) และ  $\text{SiO}_2$  ภายใต้บรรยากาศ Ar (99.999%),  $\text{H}_2$  (99.999%) ในช่วงอุณหภูมิบัดกรีที่ 503 ถึง 673 K หลังการบัดกรีมุมสัมผัส (Contact angles) ระหว่างโลหะบัดกรีเหลวและแผ่นรองในสถานะของแข็งมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการบัดกรี โดยมุมที่ลดลงทำให้โลหะบัดกรียึดเกาะแผ่นรองได้ดีเนื่องจากความตึงผิว (Surface tension) ลดลงเมื่ออุณหภูมิการบัดกรีสูงขึ้น สำหรับพลังงานระหว่างพื้นผิว (Interface energy) ในกรณีของทองแดงและนิกเกิลลดลงอย่างชัดเจนเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ ยกเว้นแผ่นรองเหล็กกล้าไร้สนิมและ  $\text{SiO}_2$  ถึงแม้จะมีการเพิ่มอุณหภูมิการบัดกรีสูงขึ้นถึง 673 K แต่พลังงานระหว่างพื้นผิวเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเนื่องจากโลหะพื้นผิวมีจุดหลอมเหลวสูงและ  $\text{SiO}_2$  จะมีพลังงานระหว่างพื้นผิวสูงกว่าเหล็กกล้าไร้สนิม ดังนั้นจึงทำให้ผลการยึดเกาะของโลหะบัดกรีชนิดนี้บนแผ่นรองทองแดงเกิดขึ้นได้ดีที่สุดรองลงมาคือ นิกเกิล  $\text{SiO}_2$  และเหล็กกล้าไร้สนิม

จากงานวิจัยของ Zhao และคณะ [40] ได้ใช้ลำเลเซอร์ปรับปรุงพื้นผิว (Surface treatment) โลหะพื้นเพื่อปรับปรุงความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีบนทองแดง โดยใช้พลังงานเลเซอร์ที่ 2000 และ 4000 W ความถี่ที่ 16 Hz และเวลากระตุ้น (Pulse duration) ที่ 8 ms ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอนเพื่อป้องกันออกซิเดชัน การปรับปรุงพื้นผิวที่ 2000 W ทำให้ทองแดงที่ผ่านการฉายเลเซอร์มีผลึกแบบ Columnar เนื่องจากความร้อน เมื่อเพิ่มเป็น 4000 W เกิดบ่อหลอมละลายลึกมากขึ้นและเปลี่ยนผลึกแบบ Columnar ให้มีขนาดโตขึ้น หลังบัดกรีโดยใช้โลหะบัดกรี Sn-3.5Ag แบบลูกบอลขนาด 0.76 mm ที่อุณหภูมิ 265 °C เวลา 60 s เพื่อทดสอบสถานะการเปียก การปรับปรุงผิวทองแดงด้วยเลเซอร์ทำให้พลังงานพื้นผิวเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับทองแดงที่ผ่านการรีด จึงทำให้ลดมุมสัมผัสของโลหะบัดกรีกับทองแดงลงจาก 42° เหลือ 31° และ 32° เมื่อใช้พลังงานเลเซอร์ที่ 2000 และ 4000 W ตามลำดับ

อย่างไรก็ตามจากการใช้แผ่นรองที่มีขนาดเกรนในระดับไมโครเมตรพบว่า มีความสามารถในการเปียกที่ดีกว่าการใช้แผ่นรองที่มีขนาดเกรนในระดับนาโนเมตร เนื่องจากขอบเกรนสามารถเกิดข้อบกพร่องหรือเกิดการสะสมความชื้นไว้ อีกทั้งเกรนในระดับไมโครเมตรยังทำให้เกิด IMC ที่มีขนาดต่อเนื่องและมีความหนาแน่นมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเกรนในระดับนาโนเมตร [26] จึงมีความเป็นไปได้ในกรณีเกรน

ที่มีขนาดใหญ่ผนวกกับมีขอบเกรนมุมสูงช่วยเพิ่มพลังงานขอบเกรนทำให้มีความสามารถในการเปียกได้ดีกว่าขอบเกรนแบบมุมต่ำ [30, 41, 42]

อย่างไรก็ตามการแพร่ของทองแดงหลายผลึกสามารถเกิดขึ้นได้ทั้งในเกรนและแพร่ผ่านขอบเกรน จากผลการทดลองเตรียมพื้นผิว Wafer Level Chip Scale Packaging (WLCSP) ด้วยความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน คือ 0.5 ASD, 1.0 ASD, 1.5 ASD, 2.0 ASD, 2.5 ASD และ 3.0 ASD และนำมาบัดกรีแบบรีโฟลว์ที่อุณหภูมิ 255 °C และบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 48, 96 และ 200 hr ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ 0.5 ASD ทำให้ได้ทองแดงมีขนาดเกรนประมาณ 200-300 nm และขนาดเกรนเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า โดยที่ 3.0 ASD ทองแดงมีขนาดเกรนประมาณ 1-2  $\mu\text{m}$  หลังการบัดกรีเกิดขึ้น  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และหลังการบ่มพบ  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  เกิดเพิ่มที่ระหว่าง  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  โดยแผ่นรองที่มีเกรนโตมีพลังงานความเครียดภายในและพลังงานอะตอมน้อย ขนาดเกรนจึงมีผลทำให้พฤติกรรมการเจริญเติบโตของ IMC เพิ่มขึ้นกับขนาดเกรนที่เล็กลง [19] ดังนั้นประเด็นแผ่นรองและพลังงานภายในขอบเกรนจึงเป็นผลเชิงลึกในโครงสร้างจุลภาคที่สำคัญสำหรับการแพร่ของอะตอมและการเจริญเติบโตของ IMC ในระบบการบัดกรี

### 2.1.3 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาที่มีผลต่อการเจริญเติบโตของ IMC

ในงานวิจัยของ Sharif และคณะ [43] ได้ศึกษาผลกระทบของปริมาณในปฏิกิริยาระหว่างพื้นผิวระหว่างโลหะบัดกรีชนิด Sn-Pb และ Cu metallization ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ โดยใช้โลหะบัดกรีชนิดลูกบอล (Solder ball) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 760 และ 500  $\mu\text{m}$  นำมาบัดกรีที่อุณหภูมิ 190, 200 และ 210 °C ที่เวลา 1, 5, 10 และ 20 min ผลจากการบัดกรี พบ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ระหว่างทองแดงและโลหะบัดกรีเกิดขึ้นที่ทุกเวลาการบัดกรีและผลการบัดกรีที่เวลา 20 min พบชั้น  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ที่ระหว่างทองแดง โดยความหนาแน่นของชั้น IMC จะมีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเวลาการบัดกรี การละลายของทองแดงจะเพิ่มขึ้นกับการเพิ่มปริมาณโลหะบัดกรีและโลหะบัดกรีที่มีปริมาณน้อยทำให้ความหนาแน่นของชั้น IMC มีขนาดโตมากกว่าการใช้โลหะบัดกรีที่มีปริมาณมากซึ่งเกิดขึ้นเหมือนกันที่ทุกอุณหภูมิการบัดกรี โดยอัตราการเปลี่ยนแปลงของ IMC จะขึ้นอยู่กับปริมาณโลหะบัดกรี เช่น ขนาดความหนาแน่นของชั้น IMC จะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณของโลหะบัดกรี แต่กรณีที่ใช้โลหะบัดกรีที่มีปริมาณน้อยโลหะบัดกรีจะอึดตัวกับปริมาณทองแดงจากแผ่นรองอย่างรวดเร็วและทองแดงที่ออกมาจากแผ่นรองจะทำให้ชั้น IMC โตขึ้น

ในงานวิจัยของ Yang และคณะ [44] ได้ศึกษาการแพร่แบบแทนที่ (Interdiffusion) ที่ระหว่างพื้นผิวได้แก่ ดีบุกบริสุทธิ์ Sn-0.7Cu และ Sn-3.5Ag กับแผ่นรองทองแดงหลังการบัดกรีที่ 260 °C และบ่มที่ 150 °C เป็นเวลา 120, 240 และ 480 hr หลังการบ่มพบชั้น  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ระหว่าง  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และทองแดง โดยชั้นสารประกอบเชิงโลหะมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการบ่ม จากการศึกษาการแพร่แบบแทนที่ของทองแดงและดีบุกในชั้นสารประกอบเชิงโลหะพบว่า ที่เวลาการบ่มแตกต่างกันที่ระหว่างพื้นผิว Solder/ $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5/\text{Cu}_3\text{Sn}$  มีการเคลื่อนย้ายอะตอมไปยังโลหะบัดกรีซึ่งขึ้นอยู่กับเวลาการบ่มสำหรับระหว่างพื้นผิว  $\text{Cu}_3\text{Sn}/\text{Cu}$  จะเคลื่อนย้ายไปสู่แผ่นรองทองแดง โดยผลการคำนวณฟลักซ์การแพร่ (Diffusion flux) ของอะตอมทองแดงและดีบุกในชั้น IMC โดยทองแดงสามารถแพร่ได้เร็วกว่าดีบุกในชั้น  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  การแพร่ของธาตุทั้งสองจะถูกยับยั้งโดยชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่เติบโตขึ้นที่

ตำแหน่งระหว่างพื้นผิว  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5/\text{Cu}_3\text{Sn}$  พลั๊กซ์การแพร่ของอะตอมทองแดงและดีบุกจะลดลงเนื่องจากการเพิ่มธาตุเงินและทองแดงผสมในดีบุก

ในงานวิจัยของ Yu และ Wang [45] ได้ศึกษาวิวัฒนาการกลไกการเติบโตและความเรียบผิวของชั้น IMC ระหว่างพื้นผิวโลหะบัดกรีและทองแดงระหว่างปฏิกิริยาการบัดกรี โดยใช้โลหะบัดกรี Sn-3.5Ag, Sn-3.5Ag-0.7Cu, Sn-3.5Ag-1.7Cu และ Sn-0.5Ag-4Cu แบบแผ่นหนา 1 mm ยาว 5 mm (ปริมาตรประมาณ  $0.02 \text{ cm}^3$ ) และทองแดงหนา 1 mm กว้าง 20 mm บัดกรีที่อุณหภูมิ  $250^\circ\text{C}$  เวลา 10, 30, 60, 180 และ 600 s และเย็นตัวในอากาศ หลังการบัดกรีพบ  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  ในโลหะบัดกรี และชั้น  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่ระหว่างพื้นผิวและมีความหนาเพิ่มขึ้นกับการเพิ่มเวลาการบัดกรี ปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีที่เพิ่มเนื่องการลดการละลายของแผ่นรอง ความหนาผิวของชั้น IMC ที่ระหว่างรอยต่อเพิ่มขึ้นกับการเพิ่มเวลาการบัดกรี โดยความหนาผิวของ Sn-3.5Ag-0.7Cu และ Sn-3.5Ag-1.7Cu จะมากกว่า Sn-3.5Ag และ Sn-0.5Ag-4Cu สำหรับค่าความหนาผิวมีค่าน้อยเนื่องจากพลังงานระหว่างพื้นผิวโลหะบัดกรีเหลวและชั้น IMC จึงทำให้การเจริญเติบโตของ IMC เกิดขึ้นได้น้อย

สำหรับปฏิกิริยาระหว่างพื้นผิวของ Sn-3.5Ag และดีบุกบริสุทธิ์เมื่อนำมาบัดกรีกับทองแดงหลายผลึก (Polycrystalline Copper) ด้วยสมรรถที่อุณหภูมิ  $240$  และ  $280 \pm 2^\circ\text{C}$  เวลา 2 ถึง 600 min พบชั้น  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  เมื่อวัดขนาดเกรนของ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ซึ่งอยู่ด้านบนชั้น  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  พบว่า ขนาดเกรนจากการใช้ Sn-3.5Ag และดีบุกบริสุทธิ์บัดกรี ขนาดเกรนของชั้น  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีขนาดลดลงเมื่อเพิ่มเวลาการบัดกรี แต่ขนาดเกรนจะโตขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการบัดกรี จากการใช้ดีบุกบริสุทธิ์ทำให้  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีขนาดโตกว่าโลหะบัดกรี Sn-3.5Ag เมื่อเปรียบเทียบที่สภาวะเดียวกัน ระหว่าง  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  เติบโตเงินจะลดพลังงานระหว่างพื้นผิวโลหะบัดกรีและชั้นสารประกอบเชิงโลหะได้มากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับดีบุกบริสุทธิ์ในสภาวะเดียวกัน สำหรับกลไกการเติบโตของเกรน  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ควบคุมโดยการแพร่ที่ขอบเกรน (Grain boundary diffusion) เมื่อใช้เวลาบัดกรีมากกว่า 30 min กลไกการเติบโตจะควบคุมโดยการแพร่ของเนื้อเกรน (Volume diffusion) เช่นเดียวกับกลไกการเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  แต่สำหรับชั้น  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ระหว่าง  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และทองแดง กลไกการเติบโตจะควบคุมโดยการแพร่ของเนื้อเกรน [46]

ในงานวิจัยของ Abdelhadi และ Ladani [13] ได้แสดงให้เห็นกลไกการเจริญเติบโตของชั้น IMC ในระบบโลหะผสม Sn-3.5Ag กับทองแดงที่เกิดขึ้นจากการรวมกันของปฏิกิริยาทางเคมีและกลไกการแพร่ โดยการบัดกรีที่อุณหภูมิ 260, 310 และ  $360^\circ\text{C}$  เวลาตั้งแต่ 1-240 min พบ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ระหว่างโลหะบัดกรีและทองแดงโดยชั้นสารประกอบเชิงโลหะมีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเวลาบัดกรี จากโมเดล Dybkov แสดงให้เห็นการโตของชั้น IMC เกิดจากการแพร่และบางส่วนมาจากปฏิกิริยาทางเคมี การควบคุมการเติบโตของชั้น IMC ในสภาวะปฏิกิริยาทางเคมีมีความสัมพันธ์แบบเส้นตรง (Linear relations) และมีความสัมพันธ์แบบเส้นโค้ง (Parabolic relations) ในสภาวะการควบคุมโดยการแพร่ สำหรับการเพิ่มอุณหภูมิในการบัดกรีจะเร่งให้ปฏิกิริยาทางเคมีและอัตราการแพร่เพิ่มขึ้นโดยกลไกการเติบโตทั้งสองขั้นตอนเริ่มด้วยปฏิกิริยาทางเคมีและการเติบโตจะถูกควบคุมด้วยการแพร่ที่สภาวะสุดท้าย โดยค่าพลังงานกระตุ้นสำหรับสภาวะควบคุมการเติบโตของ  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ด้วยปฏิกิริยาทางเคมี เท่ากับ

20.59 kJ/mol สำหรับสภาวะการควบคุมโดยการแพร่  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  เท่ากับ 41.98 และ 50.10 kJ/mol ตามลำดับ

ในกรณีพฤติกรรมการเจริญเติบโตของเกรน  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่ระหว่างพื้นผิว Sn-3.5Ag และทองแดง ระหว่างการบัดกรีด้วยลมร้อนที่อุณหภูมิ 240 °C และ 280 °C ด้วยเวลา 2, 30 และ 600 min เปรียบเทียบกับการเย็นตัวในอากาศหลังการบัดกรีและการเป่าโลหะบัดกรีออกด้วยลมก่อนการเย็นตัว ในสภาวะการเย็นตัวในอากาศที่อุณหภูมิ 240 °C ทุกเวลาการบัดกรี  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีรูปร่างแบบกลมมนและเกรนมีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการบัดกรี สำหรับการเพิ่มอุณหภูมิที่ 280 °C เกรนจะมีทรงเหลี่ยมยาว (Prismatic) เกิดเฉพาะที่เวลา 2 และ 30 min เมื่อเพิ่มเวลาถึง 600 min จะมีรูปแบบกลมมนขนาดโตกว่าสภาวะอื่นๆ อย่างไรก็ตามสำหรับ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีรูปแบบที่แตกต่างกัน ในกรณีเป่าโลหะบัดกรีเหลวออกก่อนการเย็นตัวทำให้ทุกสภาวะการทดลอง  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีรูปร่างแบบกลมมนและมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับกรปล่อยให้เย็นตัวในอากาศ โดยทุกการทดลองจะมีโครงสร้างผลึกเหมือนกันคือ แบบ Hexagonal ซึ่งเกิดระหว่างทองแดงและโลหะบัดกรี [47]

ในงานวิจัยของ Meng และคณะ [48] ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของชั้น IMC และปัจจัยในโลหะผสม Sn-3.0Ag-0.5Cu และ Sn-3.0Ag-0.5Cu-0.2Co หลังการบัดกรีโดยกำหนดปัจจัยในการศึกษาได้แก่ การเติมธาตุ निकเกิด เวลาและอุณหภูมิการบัดกรี ซึ่งแต่ละปัจจัยมี 3 ระดับคือ การเติมธาตุนิกเกิดในโลหะบัดกรีทั้งสองชนิดที่ 0.00, 0.05 และ 0.10 wt.% เวลาการบัดกรีที่ 1, 3 และ 5 min สำหรับอุณหภูมิการบัดกรีจะกำหนดที่ 235, 250 และ 265 °C ผลพบว่าทุกปัจจัยมีผลกับการเพิ่มความหนาของชั้น IMC ในรูปแบบกำลังสอง Quadratic จากการทำนายโดยใช้สมการเส้นตรงความหนาของชั้น IMC ในโลหะบัดกรี Sn-3.0Ag-0.5Cu มีขนาด 3.60 และ 6.72  $\mu\text{m}$  และสำหรับโลหะบัดกรี Sn-3.0Ag-0.5Cu-0.2Co เท่ากับ 5.04 และ 13.76  $\mu\text{m}$  เมื่อแทนค่าปัจจัยที่ระดับต่ำและสูงตามลำดับลงในสมการทำนาย และผลของธาตุโคบอลต์ (Co) ใน SAC 305 จะเร่งให้เกิดการตกผลึกจึงทำให้การเจริญเติบโตของชั้น IMC เพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับ SAC 305

## 2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

### 2.2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการบัดกรี

#### 2.2.1.1 โลหะบัดกรี (Solders) [49]

ในอุตสาหกรรมการผลิตและประกอบชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์กับแผ่นวงจร จะใช้โลหะผสมที่เรียกว่าโลหะบัดกรี (Solder) เป็นตัวประสาน สำหรับโลหะบัดกรีชนิดดั้งเดิม (Conventional solder) ที่นิยมใช้จะมีส่วนผสมของตะกั่วและดีบุก (Sn-Pb solder) เช่น โลหะผสมในอัตราส่วน 60:40 (Sn-40Pb) และ 63:37 (Sn-37Pb) wt.% ทั้งสองชนิดเป็นโลหะบัดกรีที่มีจุดหลอมเหลวต่ำจึงง่ายต่อการนำมาใช้งาน แต่สำหรับตะกั่วที่มีในโลหะบัดกรีจัดอยู่ในกลุ่มสารอันตรายที่ส่งผลกระทบต่อร่างกายมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ดังนั้นอุตสาหกรรมการผลิตและประกอบอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ในปัจจุบัน จึงต้องปรับปรุงผลิตภัณฑ์ให้เป็นสินค้าแบบไร้สารตะกั่ว โดยการนำโลหะผสมที่ปราศจากสารตะกั่วหรือที่เรียกว่าโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่ว (Lead-free solder) มาทดแทนแต่ก็ยังคงเกิดปัญหาเกี่ยวกับกระบวนการผลิต

เนื่องจากโลหะบัดกรีที่นำมาทดแทนเป็นโลหะผสมชนิดใหม่ๆที่ยังไม่ทราบคุณสมบัติของโลหะบัดกรี โดยเฉพาะกับองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน เมื่อนำมาบัดกรีกับโลหะพื้นหรือแผ่นวงจรที่ประกอบด้วยทองแดงบริสุทธิ์ ทำให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างทองแดงและธาตุที่ผสมอยู่ในโลหะบัดกรี ซึ่งการรวมกันของธาตุโลหะที่มีอยู่สามารถเกิดเป็นชั้นสารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallic compounds; IMC) ที่แตกต่างกัน

สำหรับโลหะผสมที่เลือกใช้ในงานวิจัยนี้มีอุณหภูมิเส้นโค้งของแข็ง (Solidus) ของเหลว (Liquidus) และความหนาแน่น (Density) แสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 อุณหภูมิเส้นโค้งของเหลว เส้นโค้งของแข็งและความหนาแน่นของโลหะบัดกรี [50]

Alloy	Liquidus (°C)	Solidus (°C)	Density (g/cm <sup>3</sup> )
Sn-0.7Cu	227	227	7.31
Sn-1.0Cu	227	227	7.31
Sn-3.0Cu	300	227	7.32

#### 2.2.1.2 แผ่นรอง

แผ่นรอง หรือ โลหะพื้น (Substrate) ทองแดงบริสุทธิ์มีความอ่อนนุ่ม นำไฟฟ้าและความร้อนได้ดี ตลอดจนมีความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนได้ดีเช่นกัน อย่างไรก็ตามทองแดงมีหลายเกรด สำหรับเกรดที่ปราศจากออกซิเจน (Oxygen-free copper) นิยมนำมาใช้กับงานที่มีความต้องการด้านการนำไฟฟ้าได้สูง ตัวอย่างเกรดของทองแดง การนำไฟฟ้าและความต้านทานแรงดึงแสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 เกรดของทองแดง การนำไฟฟ้าและความต้านทานแรงดึง [51]

Alloy UNS No.	Common name	Nominal Composition (wt.%)	Electrical Conductivity (%IACS)	Tensile Strength (ksi (MPa))
C11000	Copper	99 min Cu	101	42(290)
C12200	Phosphorus Deoxidized Copper	0.025 P	85	42(290)
C17200	Beryllium Copper	1.90 Be	22	128(882)
C23000	Red Brass	15Zn	37	56(386)
C26000	Cartridge Brass	30Zn	28	62(427)
C28000	Muntz Metal	40Zn	28	70(483)
C42500	Tin Brass	10Zn-2Sn	28	63(434)
C5100	Phosphor Bronze A	5Sn-0.2P	15	68(469)
C52400	Phosphor Bronze D	10Sn-0.2P	11	83(572)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 (ต่อ) [51]

Alloy UNS No.	Common name	Nominal Composition (wt.%)	Electrical Conductivity (%IACS)	Tensile Strength (ksi (MPa))
C65500	High Silicon Bronze A	3.3Si-1.0Mn	7	78(537)
C70600	Copper Nickel 10%	10Ni-1.4Fe	9	65(448)
C71500	Copper Nickel 30%	30Ni-0.7Fe	4.6	73(503)
C74500	Nickel Silver, 65-10	25Zn-10Ni	9	73(503)
C75200	Nickel Silver, 65-18	17Zn-18Ni	6	74(510)

สำหรับสมบัติทางกายภาพ (Physics properties) ของทองแดงแสดงดังตารางที่ 2.3 ซึ่งทองแดงมีหมายเลขอะตอม 29 มีน้ำหนักอะตอม 63.54 มีโครงสร้างผลึกแบบ FCC อย่างไรก็ตามทองแดงมีความสามารถในการละลายได้ดี ในธาตุอื่น เช่น นิกเกิล (Nickel) สังกะสี (Zinc) อลูมิเนียม (Aluminum) และดีบุก (Tin) ทองแดงมีความหนาแน่น 0.321 lb/in<sup>3</sup> (8.89 g/cc) และมีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1981°F (1083 °C) ตารางที่ 2.3 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพทั่วไปของทองแดงและสมบัติทางกายภาพของโลหะทองแดงที่นิยมใช้เมื่อเปรียบเทียบกับไว้ในตารางที่ 2.4 สำหรับทองแดงที่ใช้เป็นแผ่นรองในการศึกษาเลือกใช้เกรด C11000 เนื่องจากทองแดงเกรดนี้มีการนำไฟฟ้าได้สูงและนิยมนำมาใช้ในอิเล็กทรอนิกส์

สำหรับแผ่นวงจรพิมพ์ (Printed circuit board : PCB) เป็นส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องใช้ไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์ทุกชนิด อุปกรณ์ไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์จะประกอบด้วยแผ่นวงจรที่มีตัวอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ กระบวนการผลิตแผ่นวงจรพิมพ์ ในปัจจุบันมีการพัฒนาไปมากจากสมัยก่อนที่จะเป็นแผ่นวงจรที่มีลายวงจรทองแดงเพียงด้านเดียว (Single-sided) พัฒนาเป็นลายวงจรที่มีลายเส้นเป็นทองแดงทั้งด้านบนและด้านล่าง (Double-sided) จนพัฒนามีลายทองแดงมากกว่า 2 ชั้น (Multi-layer) เช่น สี่ชั้น หกชั้น แปดชั้น สิบชั้นและสิบสองชั้น และมีแนวโน้มที่จะพัฒนาจำนวนชั้นให้เพิ่มขึ้นในอนาคต เพื่อให้สอดคล้องกับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีคุณสมบัติสูงขึ้นแต่ขนาดเล็กลงเรื่อยๆ [52]

แผ่นวงจรพิมพ์เป็นแผ่นที่มีทางเดินของวงจรไฟฟ้าที่สมบูรณ์เตรียมพร้อมสำหรับการต่อเข้ากับชิ้นส่วนไฟฟ้า เพื่อวัตถุประสงค์ในการผลิตเครื่องใช้ไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์ต่าง ๆ [53] วัสดุที่นิยมใช้มากในแผ่นวงจรพิมพ์ คือ อีพอกซีเรซิน (ไฟเบอร์กลาส) กับฟอยล์ทองแดงติดเข้ากับด้านใดด้านหนึ่งหรือทั้งสองด้าน สำหรับ PCB ที่ทำจากแผ่นฟีนอลิกเรซิน (Phenolic resin) กับฟอยล์ทองแดงมักมีราคาไม่แพงและนิยมใช้กับเครื่องใช้ไฟฟ้าในครัวเรือน วงจรพิมพ์ทำจากทองแดงที่ชุบหรือเคลือบผิว วงจรทองแดงอาจจะเคลือบด้วยชั้นดีบุกตะกั่วเพื่อป้องกันออกซิเดชัน หรือชุบด้วยดีบุกตะกั่วตามด้วยนิกเกิลและสุดท้ายทองคำ เพื่อให้มีการนำไฟฟ้าที่ดี [53] ในที่นี้จะกล่าวถึงเฉพาะฟอยล์ทองแดงที่ใช้เป็นส่วนประกอบเนื่องจากเกี่ยวข้องกับแผ่นรองที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพของทองแดง [51]

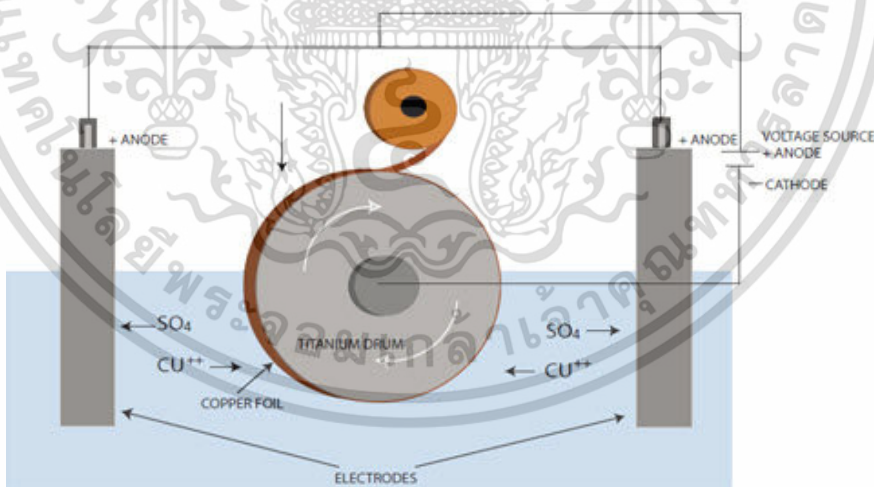
Property	English		Metric	
	Value	Units	Value	Units
Atomic Number			29	
Atomic Weight			63.54	
Density	0.322	lb/in <sup>3</sup>	8.92	g/cm <sup>3</sup>
Melting Point	1981	°F	1083	°C
Boiling Point	4703	°F	2595	°C
Latent Heat of Fusion	88	Btu/lb	205	J/g
Linear Coefficient of Thermal Expansion at: 77 °F -212 °F (25 °C -100 °C)	9.33x10 <sup>-6</sup>	In/in°F	16.8x10 <sup>-6</sup>	cm/cm°C
Specific Heat (Thermal Capacity) at: 68 °F (20 °C) 212 °F (100 °C)	0.0921 0.0939	Btu/lb°F Btu/lb°F	0.386 0.393	J/g °C J/g °C
Thermal Conductivity at: 68 °F (20 °C) 212 °F (100 °C)	227 223	Btu ft/ft <sup>2</sup> hr °F Btu ft/ft <sup>2</sup> hr °F	3.94 3.85	Wcm/cm <sup>2</sup> °C Wcm/cm <sup>2</sup> °C
Electrical Conductivity (Volume) at: 68 °F (20 °C) Annealed 68 °F (20 °C) Fully Cold Worked	100-101.5 97.0	%IACS %IACS	58.0-58.9 56.3	MS/m(mΩmm <sup>2</sup> ) MS/m(mΩmm <sup>2</sup> )
Electrical Resistivity (Volume) at: 68 °F (20 °C) Annealed 68 °F (20 °C) Fully Cold Worked	0.6788- 0.669 0.700	μΩ-in μΩ-in	1.7241- 1.70 1.78	μΩ-cm μΩ -cm
Modulus of Elasticity (Tension) at: 68 °F (20 °C) Annealed	17x10 <sup>3</sup>	Ksi	118,000	MPa
Modulus of Rigidity (Torsion) at: 20 °C 68 °F (20 °C) Annealed	6.4x10 <sup>3</sup>	Ksi	44,000	MPa

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.4 สมบัติทางกายภาพของทองแดงแต่ละเกรด [51]

Alloy UNS No	Density lb/in <sup>3</sup> (g/cm <sup>3</sup> )	Melting Point (or Solidus) °F (°C)	Electrical Conductivity %IACS (MS/m)	Thermal Conductivity Btu ft/ft <sup>2</sup> hr °F (Wcm/cm <sup>2</sup> °C)	Thermal Expansion Coefficient (Linear) (x10 <sup>-6</sup> in/in °F (x10 <sup>-6</sup> cm/cm°C)
C11000	0.322 (8.92)	1949 (1065)	101 (58)	226 (3.94)	9.33 (16.8)
C26000	0.308 (8.53)	1680 (915)	28 (16)	70 (1.21)	11.1 (19.9)
C51000	0.320 (8.86)	1750 (950)	15 (8.7)	40 (0.71)	9.9 (17.8)
C70600	0.323 (8.94)	2010 (1100)	9 (5.2)	26 (0.46)	9.5 (17.1)
C75200	0.316 (8.73)	1960 (1070)	6 (3.5)	19 (0.33)	9.0 (16.2)

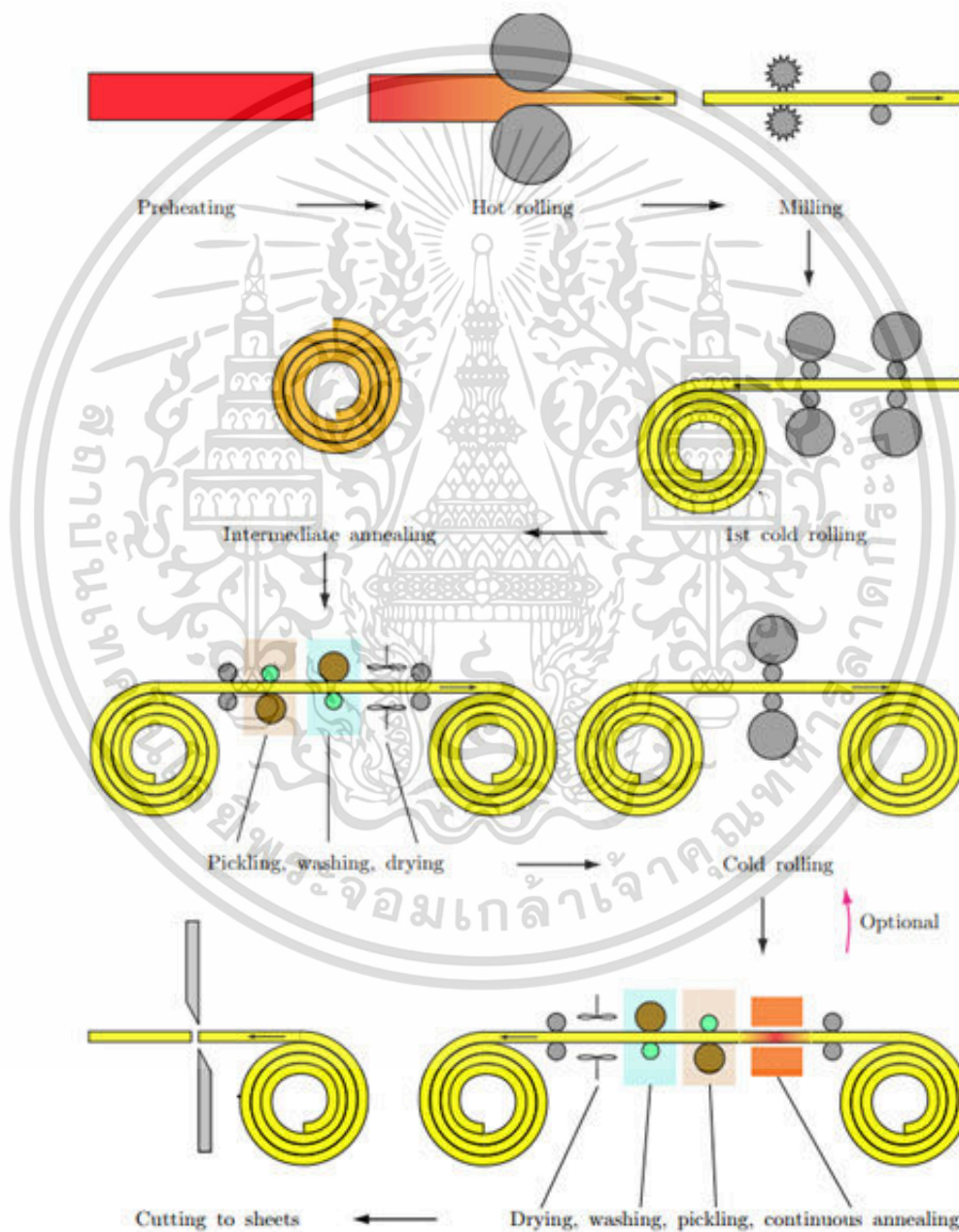
ทองแดงแผ่นบางถูกผลิตโดยวิธีการเคลือบผิวด้วยการชุบทางไฟฟ้า (Electrodeposition) และการรีด (Rolling) สำหรับ วิธีการเคลือบผิวด้วยการชุบทางไฟฟ้าเป็นการผลิตทองแดงที่มีคุณภาพสูง วิธีนี้ต้องละลายในกรดเพื่อสร้างอิเล็กโทรไลต์ทองแดง (Copper electrolyte) สารละลายอิเล็กโทรไลต์จะถูกใส่ในถังที่มีประจุไฟฟ้า ทองแดงแผ่นบางซึ่งจะถูกชุบด้วยไฟฟ้ากระบวนการนี้เรียกว่า การชุบ (Plating) แสดงวิธีการดังรูปที่ 2.1 [54]



รูปที่ 2.1 วิธีการเคลือบผิวด้วยการชุบทางไฟฟ้า [54]

รูปที่ 2.2 แสดงกระบวนการรีดแผ่นทองแดง โดยการรีดแบ่งออกเป็น 3 ส่วนหลักๆ ได้แก่ การรีดร้อน (Hot rolling mill) การรีดเย็น (Cold rolling mill) และการทำฟอยล์ทองแดง โดยการทำฟอยล์ทองแดงตามขั้นตอนเริ่มจากทองแดงที่ผ่านการหล่อเป็นแท่งขนาดประมาณ 5 mx1mx130 mm ถูกให้

ความร้อนที่อุณหภูมิสูงถึง 750 °C จากนั้นรีดร้อนหลายรอบลดขนาดให้ได้ 1/10 ของความหนาเดิม ก่อนนำไปรีดเย็นสเกลที่เกิดจากความร้อนจะถูกกำจัดออกไปโดยการกัด (Milling) จากนั้นจึงรีดเย็นให้ความหนาเหลือเพียง 4 mm พร้อมกับการม้วนอยู่ในรูปแบบคอยล์ (Coils) ในกระบวนการควบคุมไม่ให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดความกว้างซึ่งจะเปลี่ยนเฉพาะความยาว ขณะที่วัสดุไม่สามารถขึ้นรูปต่อได้อีกจะเกิดการเพิ่มความแข็ง (Work hardening) จึงต้องทำการปรับปรุงด้วยความร้อน (Heat treatment) เช่นที่อุณหภูมิประมาณ 550 °C



รูปที่ 2.2 การรีดทองแดง [54]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

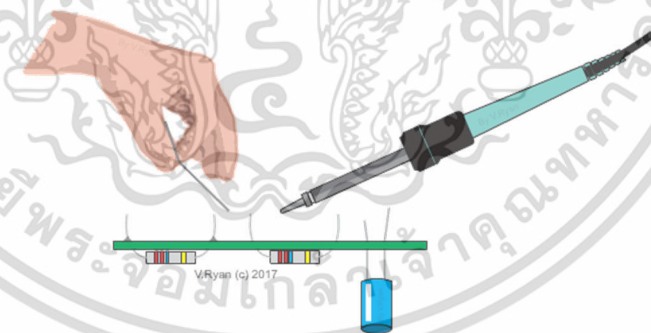
### 2.2.1.3 ฟลักซ์สำหรับการบัดกรี (Fluxes for soldering) [55]

ฟลักซ์ที่ใช้ในการบัดกรีจะไม่เกิดพันธะแต่เหมือนจะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี การบัดกรีโดยไม่มี ฟลักซ์ซึ่งใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมก็อาจทำได้แต่ถ้ามีฟลักซ์จะทำให้การบัดกรีสะดวกขึ้น โดยฟลักซ์ทำหน้าที่หลักๆ คือ เป็นตัวทำให้ผิวหน้าโลหะพื้นไม่หมีออกไซด์และทำให้ชิ้นงานสะอาด อีกทั้งทำให้โลหะบัดกรีแผ่ขยายไปเป็นผลให้เกาะติดได้ง่าย ฟลักซ์สามารถแบ่งออกเป็นประเภทใหญ่ๆ ได้ 2 ประเภท คือ 1) ฟลักซ์อินทรีย์ (Organic fluxes) จัดเป็นฟลักซ์ประเภทที่ไม่มีสารกัดกร่อน (Noncorrosive fluxes) ได้แก่ ยางไม้ (Natural rosin) ไช้สัตว์ ยางสน แอลกอฮอล์ กรดอินทรีย์และเกลือของธาตุหมู่ 7 โดยทั่วไปแล้วฟลักซ์กลุ่มนี้ใช้กับการบัดกรีอุปกรณ์ไฟฟ้าหรืออิเล็กทรอนิกส์ ดังนั้นฟลักซ์ชนิดนี้จะใช้กับการทดลองในครั้งนี้ และ 2) ฟลักซ์อนินทรีย์ (Inorganic fluxes) เป็นฟลักซ์ประเภทที่มีสารกัดกร่อน (Corrosive fluxes) ได้แก่ กรดและเกลืออนินทรีย์ชนิดต่างๆ โดยปกติจะใช้ฟลักซ์จำพวกนี้เมื่อมีปัญหาจากการเกิดออกซิเดชันระหว่างโลหะบัดกรีกับอากาศ เนื่องจากฟลักซ์กลุ่มนี้สามารถปกป้องรอยเชื่อมได้ค่อนข้างดี หลังจากการบัดกรีฟลักซ์ที่หลงเหลืออยู่จะถูกกำจัดออกไปโดยใช้สารละลายหรือตัวทำละลายเคมี

### 2.2.1.4 วิธีการบัดกรี (Soldering methods)

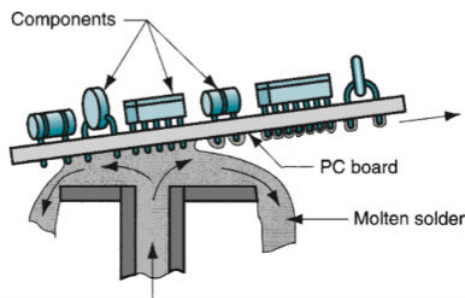
วิธีการบัดกรีแบบต่างๆ ที่มีการใช้กันอยู่ทั่วไปและที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตและประกอบอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ได้แก่

1) การบัดกรีด้วยมือ (Hand soldering) ดังรูปที่ 2.3 วิธีนี้จะอาศัยแหล่งพลังงานความร้อนจากปืนบัดกรีหรือหัวแร้งบัดกรี เพื่อให้ความร้อนกับโลหะบัดกรีที่อยู่ในรูปแบบลวด (Solder wire) วิธีนี้เหมาะกับการบัดกรีซ่อมแซมอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์



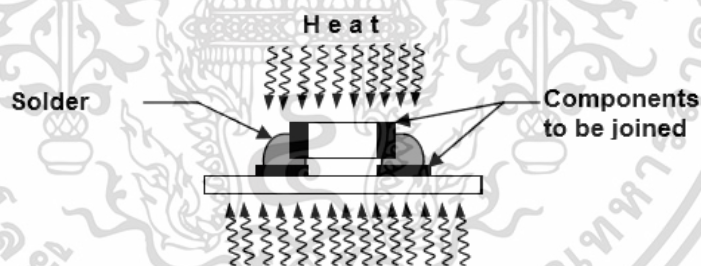
รูปที่ 2.3 การบัดกรีด้วยมือ [56]

2) การบัดกรีแบบคลื่น (Wave soldering) ดังรูปที่ 2.4 ซึ่งเป็นการบัดกรีองค์ประกอบต่างๆ ของวงจรไฟฟ้ากับแผ่นวงจรพิมพ์ (Print circuit board: PCB) โดยบอร์ดที่มีองค์ประกอบต่างๆ ติดอยู่จะเคลื่อนที่ผ่านไปยังอ่างโลหะบัดกรีที่อยู่ในสถานะของเหลว ซึ่งโลหะบัดกรีเหลวจะถูกดูดและพ่นไปยังตำแหน่งที่ต้องการบัดกรี วิธีนี้นิยมใช้สำหรับอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์



รูปที่ 2.4 การบัดกรีแบบคลื่น [55]

3) การบัดกรีแบบรีโฟลว์ (Reflow soldering) ดังรูปที่ 2.5 วิธีนี้จะใช้สำหรับการบัดกรีอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็กที่มีโลหะบัดกรีชนิดลูกบอล (Solder ball) แทนขาในการจับยึด หรือจะใช้โลหะบัดกรีที่อยู่ในรูปของครีม (Solder paste) โดยโลหะบัดกรีจะผสมอยู่กับฟลักซ์และตัวยึด (Binder) ซึ่งจะถูกสกรีนลงบนตำแหน่งที่ต้องการบนแผงวงจรและวางอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ลงบนโลหะบัดกรี จากนั้นจะถูกให้ความร้อนจนโลหะบัดกรีเกิดการหลอมละลาย เมื่อลดอุณหภูมิลงโลหะบัดกรีจะกลายเป็นของแข็งสามารถนำไฟฟ้าได้ นอกจากนี้วิธีที่กล่าวมาแล้วยังมีวิธีการบัดกรีอื่นๆ อีก เช่น การบัดกรีโดยใช้เลเซอร์ (Laser soldering) หรือการบัดกรีแบบจุ่ม (Dipping soldering) สำหรับในการทดลองและการวิจัยเลือกใช้วิธีการบัดกรีแบบรีโฟลว์สำหรับเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง



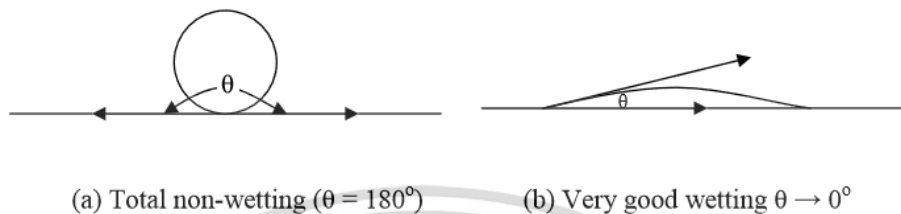
รูปที่ 2.5 การบัดกรีแบบรีโฟลว์ [57]

#### 2.2.1.5 การเปียกและการกระจายตัวของโลหะบัดกรี

การเปียก (Wetting) เป็นคุณสมบัติหนึ่งที่สำคัญมากของโลหะบัดกรี เนื่องจากความเชื่อถือได้ในการเชื่อมต่อต้องเกิดขึ้นพร้อมกับการเปียกที่ดีของโลหะบัดกรี การเปียกที่ดีเป็นผลมาจากโลหะบัดกรีที่เติมลงไป บางครั้งโลหะบัดกรีมีข้อจำกัดด้านการกระจายตัวรอบๆ พื้นผิวรอยต่อเนื่องจากวัสดุทำให้ไม่เกิดการเปียก (ตำแหน่งบัดกรี) ความสามารถในการเปียกของของเหลวบนพื้นผิวของแข็ง (โลหะพื้น) ถูกวัดในแง่ของมุมสัมผัส (Contact angle) แสดงดังรูปที่ 2.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัสและระดับการเปียก จากรูปมุมสัมผัสที่มากกว่า  $90^\circ$  หมายถึง ไม่มีความสัมพันธ์ของการเปียกที่เกิด โดยลักษณะการเปียกที่ดีของโลหะบัดกรีมุมสัมผัสควรน้อยกว่า  $10^\circ$  สำหรับโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วส่วนใหญ่

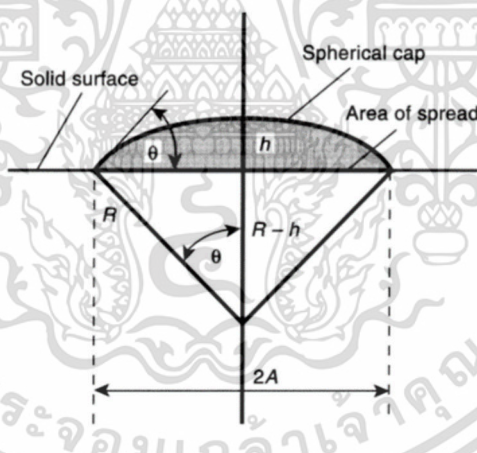
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มีการเปียกที่ต่ำกว่าโลหะบัดกรี Sn-Pb ยูเทคติก และเป็นที่ทราบกันดีว่าสิ่งเจือปนถึงแม้มีอยู่เล็กน้อยในโลหะบัดกรีจะมีอิทธิพลต่อระดับการเปียกของโลหะบัดกรีและสมบัติทางกลของรอยต่อ ดังนั้นการทราบถึงพฤติกรรมและความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีจึงสำคัญ



รูปที่ 2.6 ความสัมพันธ์ระหว่างระดับของการเปียกในแง่ของมุมสัมผัส [57]

นอกจากการวัดมุมสัมผัสของโลหะบัดกรีแล้ว ยังมีการตรวจสอบในรูปแบบอัตราการกระจายตัว (Spread ratio;  $S_r$ ) และตัวประกอบการกระจายตัว (Spread factor;  $S_f$ ) ของโลหะบัดกรี โดยตัวประกอบการกระจายตัวหลังโลหะบัดกรีกระจายตัวและเย็นตัวบนโลหะพื้นรัศมี ( $R$ ) และความสูง ( $h$ ) ตลอดจนเส้นผ่านศูนย์กลางของโลหะบัดกรีเท่ากับ  $2A$  แสดงแผนภาพการกระจายตัวดังรูปที่ 2.7 [58]



รูปที่ 2.7 รูปร่างทางเรขาคณิตสำหรับการกระจายตัวของโลหะบัดกรี [58]

ปริมาตรของโลหะบัดกรีหลังการเย็นตัวบนโลหะพื้นสามารถแสดงได้ดังสมการ (2.1) และอัตราการกระจายตัวสามารถหาได้จากสมการที่ (2.2) - (2.4)

$$V = \frac{1}{6}\pi h(h^2 + 3a^2) \quad (2.1)$$

$$S_r = \frac{\text{Plan area of spread on the substrate surface}}{\text{Plan area of the original spherical pellet}} \quad (2.2)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$a = \frac{1}{2}[h(h^2 + 3a^2)]^{1/3} \quad (2.3)$$

$$S_r = \frac{4a^2}{[h(h^2 + 3a^2)]^{2/3}} \quad (2.4)$$

สำหรับรูปที่ 2.7 เมื่อ  $A = R \sin \theta$  และ  $h = R(1 - \cos \theta)$  ดังนั้นตัวประกอบกระจายตัวสามารถหาได้จาก

$$S_f = \frac{4a^2}{(1 + 3A^2/h^2)^{1/3}} \quad (2.5)$$

และ

$$S_f = \frac{4 \cot^2 \theta / 2}{(1 + 3 \cot^2 \theta / 2)^{2/3}} \quad (2.6)$$

สำหรับ  $0^\circ < \theta < 180^\circ$

ตัวประกอบกระจายตัวและมุมสัมผัสสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$S_f = \frac{D-h}{D} = \frac{4a^2}{(h^3 + 3A^2h)^{1/3}} \quad (2.7)$$

$$S_f = 1 - \frac{1}{(1 + 3A^2/h^2)^{1/3}} \quad (2.8)$$

$$S_f = 1 - \frac{1}{(1 + 3 \cot^2 \theta / 2)^{1/3}} \quad (2.9)$$

สำหรับ  $0^\circ < \theta < 180^\circ$

มุมสัมผัสและขนาดของโลหะบัดกรีที่เย็นตัวสามารถหาได้จาก

$$A^2 = (R - h)^2 = R^2 \quad (2.10)$$

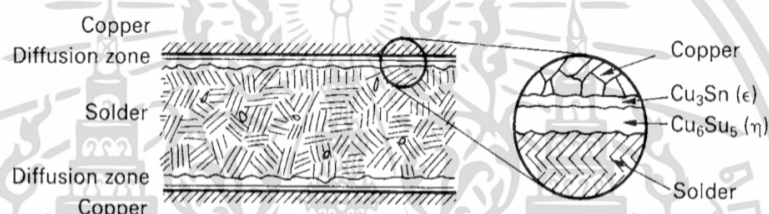
$$R = \frac{A^2 + h^2}{2h} \quad (2.11)$$

$$\sin \theta = \frac{2}{\left(\frac{A}{h}\right) + \left(\frac{h}{A}\right)} \quad (2.12)$$

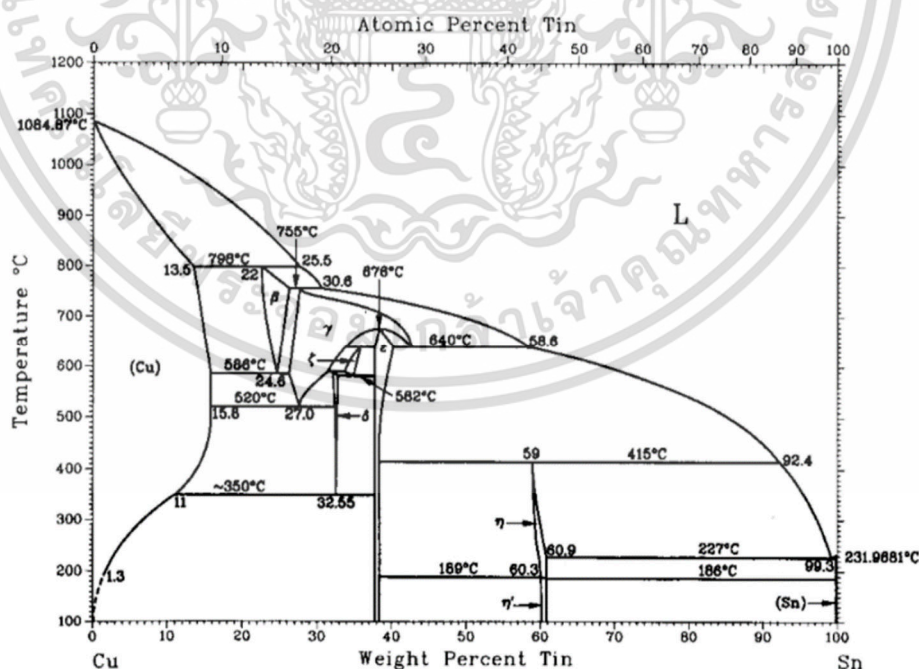
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.1.6 การเกิดขึ้นสารประกอบเชิงโลหะ [59]

การเกิดขึ้นสารประกอบเชิงโลหะบริเวณต่อโดยโลหะบัดกรีที่หลอมละลายเมื่อสัมผัสกับแผ่นรองทำให้เกิดการปรากฏของชั้นเป็นของแข็งระหว่างพื้นผิวโลหะบัดกรีและแผ่นรอง เรียกว่า ชั้นสารประกอบเชิงโลหะ (Intermetallic layer หรือ Intermetallic compound) หรือบริเวณการแพร่ (Diffusion zone) ตัวอย่างการเกิดขึ้นของปฏิกิริยาระหว่างทองแดงและดีบุก เกิดชั้นสารประกอบเชิงโลหะแสดงดังรูปที่ 2.8 ถัดจากแผ่นรองทองแดงเกิดเป็นชั้นบางของ  $Cu_3Sn$  โดยอักษรกรีก (Greek letter) เรียกว่า Epsilon ( $\epsilon$ ) ชั้นนี้ถูกคลุมด้วยชั้นที่หนากว่ามีองค์ประกอบทางเคมี คือ  $Cu_6Sn_5$  เรียกว่า Eta ( $\eta$ ) เมื่อตรวจสอบจากเฟสไดอะแกรมระหว่างทองแดงและดีบุกแสดงดังรูปที่ 2.9 สำหรับแผ่นรองชนิดอื่นที่ไม่ใช่ทองแดงรูปแบบชั้นเฉพาะที่เกิดขึ้นบริเวณรอยต่อแสดงดังตารางที่ 2.5 ซึ่งมีองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันจะมีผลต่อสมบัติเชิงกลของรอยต่อด้วยเช่นกัน อย่างไรก็ตามในงานวิจัยไม่ได้ศึกษาสมบัติทางกลของรอยต่อจากการบัดกรี



รูปที่ 2.8 การเกิดขึ้นสารประกอบเชิงโลหะ [59]



รูปที่ 2.9 เฟสไดอะแกรมระหว่างทองแดงและดีบุก [60]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

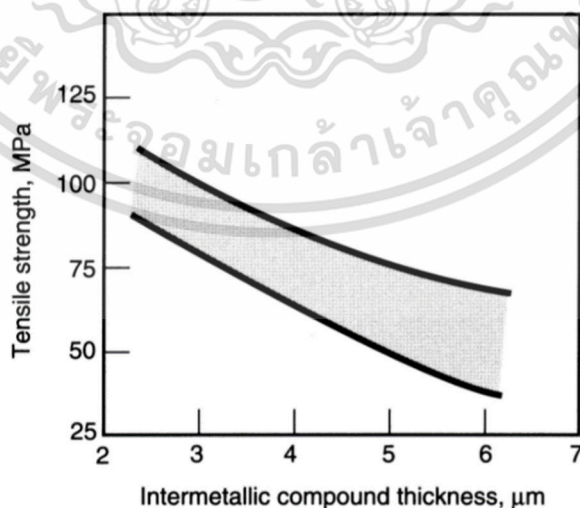
ตารางที่ 2.5 แผ่นรองและชั้นสารประกอบเชิงโลหะ [58]

Substrates	Intermetallic compounds (IMC)
Cu	Cu <sub>3</sub> Sn, Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
Ni	Ni <sub>3</sub> Sn <sub>2</sub> , Ni <sub>3</sub> Sn <sub>4</sub> , Ni <sub>3</sub> Sn <sub>7</sub>
Fe	FeSn, FeSn <sub>2</sub>
Ag	Ag <sub>3</sub> Sn

สำหรับอัตราการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะระหว่างทองแดงและดีบุกจะถูกควบคุมโดยการแพร่ของทองแดงและดีบุกที่ระหว่างพื้นผิว โดยปกติแล้วชั้นสารประกอบเชิงโลหะระหว่างทองแดงและดีบุกมีสมบัติทางกลและทางกายภาพที่ไม่พึงประสงค์มากนักโดยเฉพาะการเกิดขึ้นเป็นกลุ่มในปริมาณที่มากตัวอย่างข้อมูลสมบัติทางกลและทางกายภาพของชั้นสารประกอบเชิงโลหะแสดงดังตารางที่ 2.6 และความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานแรงดึง (Tensile strength) ของรอยต่อและความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่เกิดขึ้นระหว่างทองแดงและดีบุกจากการทดสอบที่อุณหภูมิห้องแสดงดังรูปที่ 2.10 [58]

ตารางที่ 2.6 สมบัติทางกลและทางกายภาพของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ [57]

Property	Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Cu <sub>3</sub> Sn	Ni <sub>3</sub> Sn
Hardness, HV	378.0	343.0	365.0
Toughness, MPa.m <sup>1/2</sup>	1.4	1.7	1.2
Electrical resistivity, μΩ.cm	17.5	8.9	28.5
Thermal conductivity, W/m.K	34.0	70.0	20.0
Thermal expansivity, 10 <sup>-6</sup> /K	16.3	19.0	13.7



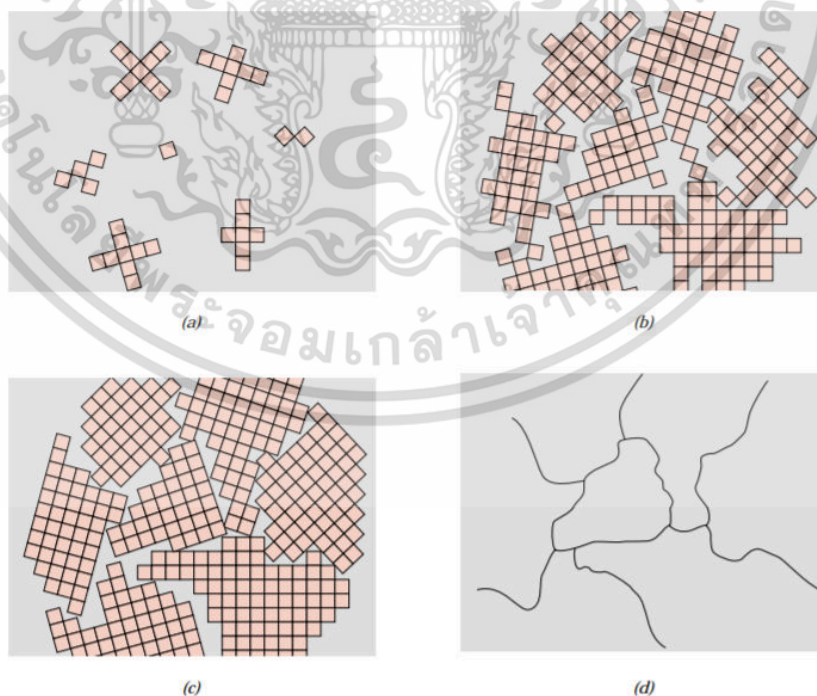
รูปที่ 2.10 ความหนาของ IMC ระหว่างทองแดงและดีบุกที่มีต่อความต้านทานแรงดึง [58]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับเกรนและการอบอ่อน

### 2.2.2.1 การเกิดโครงสร้างของเกรน

โครงสร้างเกรนในโลหะสามารถอธิบายได้จากกระบวนการแข็งตัวของโลหะเหลว ดังแสดงในรูปที่ 2.11 ช่วงแรกเริ่มเมื่ออุณหภูมิลดลงต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของโลหะ อะตอมของโลหะที่อยู่กระจัดกระจายจะเริ่มเคลื่อนตัวจับเป็นกลุ่มของอะตอมแล้วสร้างพันธะระหว่างกันเกิดเป็นเอ็มบริโอ (Embryo) ซึ่งเอ็มบริโอที่ไม่เสถียรสามารถละลายกลับไปเป็นของเหลวหรือเติบโตขึ้นเกิดเป็นเอ็มบริโอที่เสถียรซึ่งมีขนาดเท่ากับขนาดวิกฤต เรียกเอ็มบริโอกลุ่มนี้ว่า นิวเคลียส (Nucleus) โดยนิวเคลียสกลุ่มเล็กๆ นี้มีทิศทางการจัดเรียงตัวไม่แน่นอนดังรูปจะแสดงด้วยสี่เหลี่ยมขนาดเล็ก (รูปที่ 2.11 (a)) และกระบวนการที่เกิดขึ้นในช่วงนี้เรียกว่า นิวเคลียเอชัน (Nucleation) หลังจากนั้นนิวเคลียสที่เกิดขึ้นจะเริ่มโตขึ้นเป็นผลึกหรือเกรนเพื่อลดพลังงานอิสระของระบบ โดยที่รูปสี่เหลี่ยมขนาดเล็กแต่ละอันแทนหน่วยเซลล์ของเกรนจะเริ่มชนกัน (รูปที่ 2.11 (b)) อะตอมภายในเกรนจะมีการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบแต่ทิศทางการจัดเรียงตัวนั้นจะแตกต่างกันไป สำหรับการแข็งตัวของโลหะทั่วไปจะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์เมื่อเกรนโตขึ้นจนกระทั่งชนกันและไม่มีของเหลวเหลืออยู่ (รูปที่ 2.11 (c)) ซึ่งบริเวณรอยต่อระหว่างเกรนเรียกว่า พื้นที่อิสระเชิงปริมาตร (Free volume) โดยโลหะที่ประกอบด้วยเกรนจำนวนมากนี้จะถูกเรียกว่า วัสดุหลายผลึก (Polycrystalline material) ซึ่งแต่ละผลึกที่อยู่ในนั้นเรียกว่า เกรน (Grain) และบริเวณรอยต่อของแต่ละเกรนเรียกว่า ขอบเกรน (Grain boundary) ซึ่งโครงสร้างชิ้นงานเมื่อผ่านการเตรียมพื้นผิวแล้วกัดด้วยสารเคมีเมื่อตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แสดงดังรูปที่ 2.11 (d) โดยเส้นสีดำคือขอบเกรนและบริเวณภายในเส้นสีดำคือเกรน



รูปที่ 2.11 ขั้นตอนระหว่างเกิดการแข็งตัวของโลหะหลายผลึก [61]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

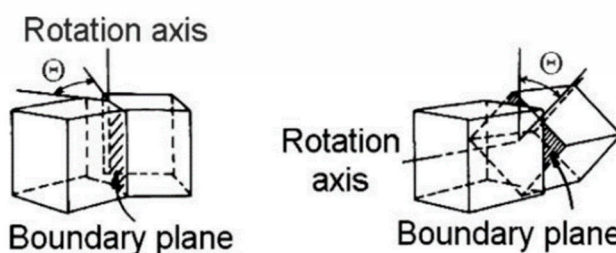
### 2.2.2.2 ประเภทของขอบเกรน

สำหรับขอบเกรนถูกพบในศตวรรษที่ 19 ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงในโลหะหลายผลึก (Polycrystalline metal) ตัวอย่างที่ผ่านการขัดและกัดขอบเกรนจึงสามารถมองเห็นได้ ขอบเกรนเป็นที่ทราบว่าเป็นบริเวณการเปลี่ยนระหว่างสองผลึกที่มีความสมบูรณ์ (เกรน) ที่อยู่ใกล้กันและเชื่อมต่อกันซึ่งกันและกัน แต่จะมีความแตกต่างกันในการจัดเรียงตัวของผลึก (Crystallographic orientation) เกรนในโพลีคริสตัล (Polycrystalline) ที่ไม่มี Texture จะมีการจัดเรียงตัวแบบสุ่มผลึกที่ตามมาคือ มีขอบเขตของขอบเกรนที่แตกต่างกันเห็นได้อย่างชัดเจน รูปทรงทางเรขาคณิตและจัดเรียงตัวของเกรนที่จุดรวมสามเกรน (Triple points) แสดงดังรูปที่ 2.12 เมื่อการจัดเรียงตัวของเกรน (Grain orientations;  $g$ ) สำหรับเกรน A, B และ C แทนด้วย  $g_A$ ,  $g_B$  และ  $g_C$  ตามลำดับ มุมไดฮีดรัล (Dihedral angles;  $\chi$ ) มุมเอียง (Inclination Angles;  $\phi$ ) เวกเตอร์แทนเจนต์ขอบเกรน (Boundary tangent vectors;  $b$ ) และขอบเกรนปกติ (Boundary normal;  $n$ )



รูปที่ 2.12 รูปทรงเรขาคณิตและจัดเรียงตัวของเกรน [62]

โดยปกติขอบขึ้นอยู่กับการ Misorientation ของสองเกรนที่อยู่ติดกันและจัดเรียงตัวของระนาบที่มีความสัมพันธ์กัน การจัดเรียงตัวของสองเกรนสามารถทำให้เกิดความสอดคล้องกันได้โดยการหมุนแลตทิซหนึ่งผ่านมุมที่เหมาะสมในแกนเดียวกัน ทัวไปแล้วแกนของการหมุนจะเรียงตัวแบบสุ่มด้วยเกรนและระนาบของเกรน ขอบเกรนมีคุณลักษณะไม่น้อยกว่า 2 ตัวแปรในระดับมาโคร ได้แก่ แกนหมุนและการจัดเรียงตัวของระนาบขอบเกรน จึงมี 2 กลุ่มของขอบ คือ ขอบเกรนที่เอียง (Tilt boundaries) และขอบเกรนที่บิด (Twist boundaries) แสดงดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 ขอบเกรนที่เอียง (ซ้าย) และขอบเกรนที่บิด (ขวา) [63]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับขอบที่เอียงแกนหมุนจะขนานกับระนาบขอบเกรนขณะที่ขอบเกรนที่บิดแกนหมุนจะตั้งฉากกับขอบ (Boundaries) ประเภทเฉพาะซึ่งใช้อธิบายขอบเกรนได้แก่ 1) ขอบเกรนมุมต่ำ (LAGB) ที่มี Misorientations น้อยกว่า  $15^\circ$  ซึ่งประกอบด้วย Array ไม่ต่อเนื่องและแสดง Lattice dislocation 2) ขอบเกรนมุมสูง (HAGB) กับ Misorientation มากกว่า  $15^\circ$  มีโครงสร้าง Lattice dislocation แสดงไม่ชัดเจน 3) ขอบเกรนแบบพิเศษ (Special boundaries) ตัวอย่างเช่น ทวิน (Twins) กับการจับคู่ของแลตทิส 4) ขอบเกรนทั่วไป (General boundaries) ค่อนข้างพบได้ทั่วไปในวัสดุหลายผลึก

อย่างไรก็ตามมีขอบเกรนพิเศษบางชนิดที่อยู่ในกลุ่มของขอบเกรนมุมสูงโดยมีการจัดเรียงตัวของผลึกในเกรนที่ติดกัน ซึ่งระนาบขอบเกรนทำมุมเฉพาะบางมุมระหว่างเกรนนำไปสู่การซ้อนทับกันของตำแหน่งอะตอม (Coincidence point) เกิดเป็นซูเปอร์แลตทิส (Super lattice) เรียกขอบเกรนประเภทนี้ว่า Coincidence site lattice boundaries (CSLBs) สามารถแทนด้วยสัญลักษณ์  $\Sigma$  สำหรับขอบเกรนชนิด CSL ที่มีพลังงานอิสระ (Free energy) ต่ำกว่าขอบเกรนมุมสูงจะส่งผลทำให้ขอบเกรนชนิดนี้มีค่าพลังงานต่ำและมีเสถียรภาพสูง เรียกขอบเกรนชนิด CSL กลุ่มนี้ว่า ขอบเกรนพิเศษ (Special grain boundaries) ได้แก่ขอบเกรนชนิด  $3 \leq \Sigma \leq 29$  [62]

### 2.2.2.3 การอบอ่อน

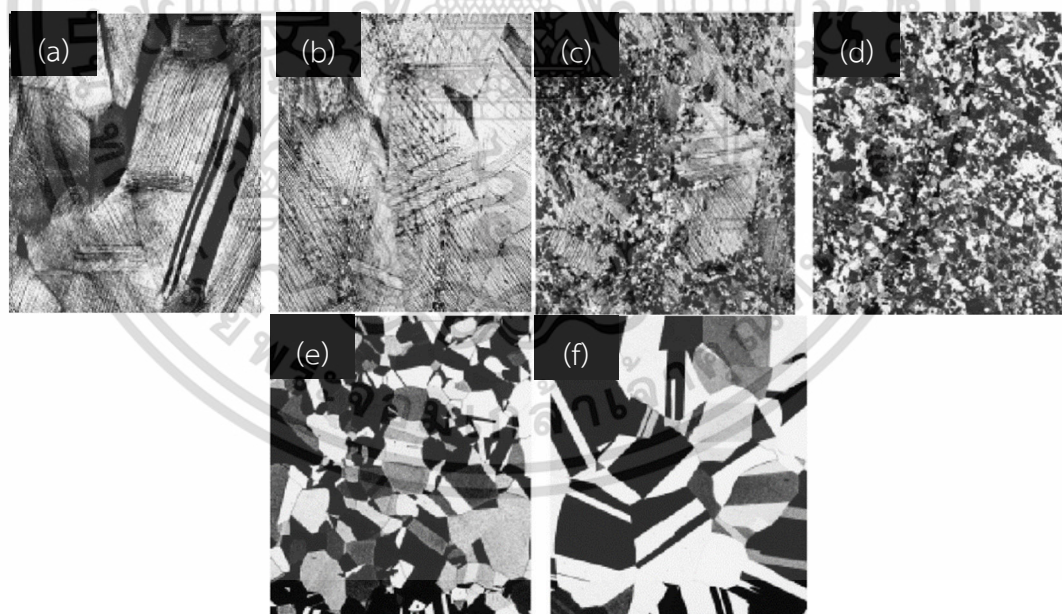
การอบอ่อน (Annealing treatment) คือ การนำวัสดุไปอบที่อุณหภูมิสูงเป็นระยะเวลาหนึ่งแล้วทำให้เย็นตัวอย่างช้าๆ ปกติการอบอ่อนทำเพื่อลดความเค้นตกค้าง เพิ่มความอ่อนนิ่ม ความเหนียวและความแกร่ง หรือให้เกิดโครงสร้างเฉพาะ การอบอ่อนทำได้หลายแบบ แบ่งได้ตามการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นซึ่งมักจะเป็นโครงสร้างจุลภาคและมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกล

กระบวนการอบอ่อนแบ่งเป็น 3 ขั้นตอน คือ (1) การให้ความร้อนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ (2) ทิ้งไว้ที่อุณหภูมินั้นเป็นระยะเวลาหนึ่ง (3) การเย็นตัวถึงอุณหภูมิห้องโดยมีเวลาเป็นตัวแปรที่สำคัญ ระหว่างการให้ความร้อนหรือการเย็นตัวจะมีความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างเนื้อในและผิวด้านนอกของชิ้นงาน ความแตกต่างของอุณหภูมินี้ขึ้นอยู่กับรูปร่างและขนาดชิ้นงาน ถ้าอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิสูงมากเกินไป จะเกิดความแตกต่างอุณหภูมิและความเค้นภายในทำให้แตกร้าวได้ การอบอ่อนต้องใช้เวลานานเพียงพอที่จะให้เกิดปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคอย่างสมบูรณ์ อุณหภูมิการอบอ่อนก็มีความสำคัญ

อย่างไรก็ตามการแปรรูปถาวรของชิ้นงานโลหะหลายผลึกที่อุณหภูมิที่ต่ำเมื่อเทียบกับอุณหภูมิหลอมตัวทำให้เกิดโครงสร้างจุลภาคและสมบัติต่างๆ เปลี่ยนไปรวมถึง (1) รูปทรงของเกรน (2) การเพิ่มความแข็งแรงโดยความเครียด (3) ความหนาแน่นดิสโลเคชันเพิ่มขึ้น อัตราส่วนพลังงานที่เกิดขึ้นจากการแปรรูปจะถูกกักเก็บไว้ในโลหะในรูปแบบของพลังงานความเครียดซึ่งเกี่ยวข้องกับบริเวณที่เกิดสภาพตึง อัด และเฉือนรอบๆ ดิสโลเคชันที่ถูกสร้างขึ้นมาใหม่ ยิ่งกว่านั้นสมบัติอื่นเช่นการนำไฟฟ้า และความต้านทานการกัดกร่อนอาจจะเปลี่ยนแปลงไปที่เป็นผลมาจากการแปรรูปถาวร สมบัติเหล่านี้สามารถกลับสู่สภาพก่อนการขึ้นรูปเย็นได้โดยการอบด้วยความร้อนอย่างเหมาะสม เช่น การอบอ่อน การกลับคืนสภาพเดิมเป็นผลจากการเกิดกระบวนการสองชนิดที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง คือ การคืนตัว (Recovery) และการตกผลึกใหม่ (Recrystallization) ซึ่งอาจจะตามด้วยการโตของเกรน (Grain growth)

การคืนตัว (Recovery) ในระหว่างการคืนตัวพลังงานความเครียดที่สะสมไว้ภายในจะถูกปลดปล่อยโดยเหตุที่ดิสโลเคชันเคลื่อนที่ (ในสภาวะที่ไม่มีความเค้นภายนอก) ซึ่งเป็นผลจากการแพร่ของอะตอมที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นจำนวนของดิสโลเคชันลดลงและดิสโลเคชันปรับตัวเพื่อให้มีพลังงานความเครียดต่ำ นอกจากนี้คุณสมบัติทางกายภาพ เช่น การนำไฟฟ้าและความร้อนจะฟื้นกลับสู่สภาพก่อนการขึ้นรูปเย็นอีกด้วย

การตกผลึกใหม่ (Recrystallization) แม้ว่าการคืนตัวเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์แล้วก็ตาม เกรนยังคงมีพลังงานความเครียดที่สูงอยู่ การตกผลึกใหม่เป็นการสร้างเกรนรูปอิกิวแอกซ์ (Equiaxed grain) หรือเกรนที่ขนาดเท่ากันทุกทิศทางที่ปราศจากความเครียด (Strain-free) ซึ่งมีความหนาแน่นของดิสโลเคชันต่ำและมีสภาพเหมือนกับเกรนในสภาพก่อนขึ้นรูปเย็น แรงกระตุ้นหรือแรงขับเคลื่อน (Driving force) ที่ใช้สร้างเกรนใหม่นี้ คือความแตกต่างของพลังงานภายในระหว่างเนื้อของวัสดุที่ได้รับ ความเครียดกับที่ไม่ได้รับความเครียด เกรนใหม่นี้ในตอนแรกเป็นนิวเคลียสขนาดเล็กมากและโตขึ้นจนกระทั่งขยายตัวครอบคลุมโครงสร้างวัสดุทั้งหมด กระบวนการนี้เกี่ยวข้องกับการแพร่ระยะสั้น (Short-range diffusion) ขั้นตอนต่างๆในกระบวนการนี้แสดงดังรูปที่ 2.14 เมื่อรูป (a) โครงสร้างเกรนที่ขึ้นรูปเย็น (33% CW) (b) ชั้นแรกของการตกผลึกใหม่หลังการอบที่ 580 °C นาน 3 s ซึ่งเกรนขนาดเล็กเกิดขึ้น (c) เกรนที่ผ่านการขึ้นรูปถูกแทนด้วยเกรนผลึกใหม่บางส่วน 580 °C นาน 8 s (e) เกรนโตหลังจากที่ทิ้งไว้ 580 °C นาน 15 min และ (f) เกรนโตหลังจากที่ทิ้งไว้ที่ 700 °C นาน 10 min ทุกภาพถ่ายที่กำลังขยาย 75 เท่า



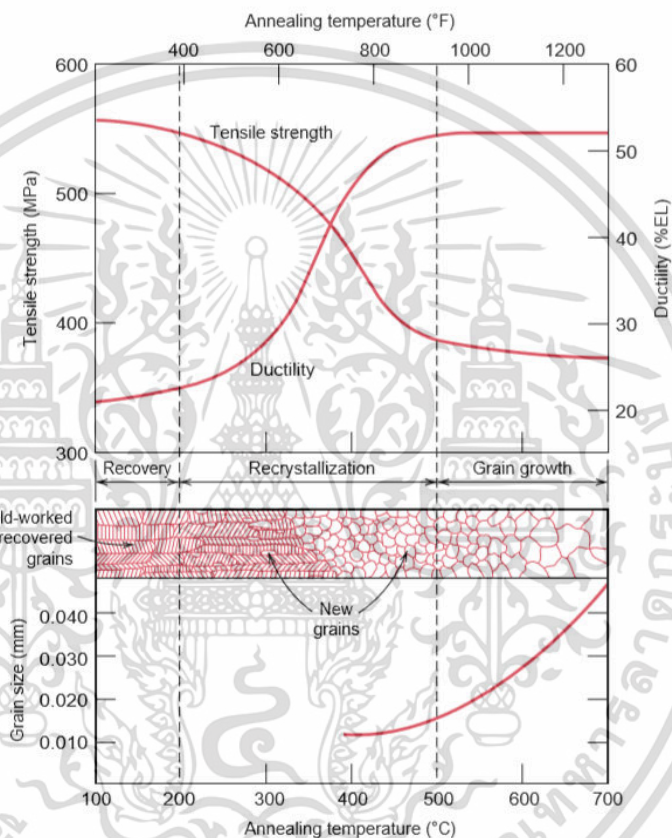
รูปที่ 2.14 โครงสร้างจุลภาคแสดงขั้นตอนต่างๆของการตกผลึกใหม่และการโตของเกรนทองเหลือง [61]

ในระหว่างการตกผลึกใหม่ สมบัติทางกลของวัสดุก็เกิดการเปลี่ยนแปลงไปสู่สภาวะก่อนการขึ้นรูปเย็นด้วยนั้น คือโลหะจะนิ่ม อ่อนและเหนียวมากขึ้น ดังนั้นวิธีทางความร้อนบางประเภทจะถูก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นำมาใช้ประยุกต์เพื่อให้การเกิดผลึกใหม่เกิดขึ้นซึ่งเป็นการปรับปรุงคุณลักษณะทางกลไปด้วย การตกผลึกใหม่เป็นกระบวนการที่ขึ้นกับอุณหภูมิและเวลา อัตราส่วนหรือระดับการตกผลึกเพิ่มมากขึ้นเมื่อเวลาการอบนานขึ้น

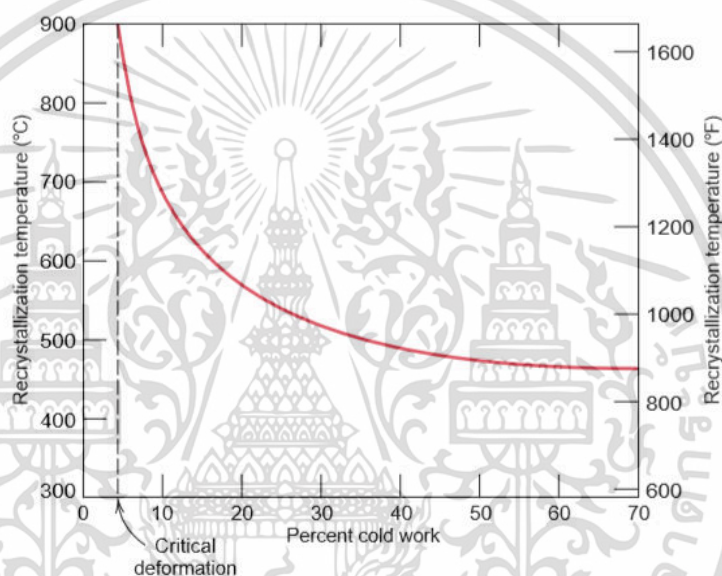
อิทธิพลของอุณหภูมิได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.15 ซึ่งเป็นการพล็อตระหว่างความแข็งแรงสูงสุดและความเหนียว ณ อุณหภูมิห้องของโลหะทองเหลือง เป็นฟังก์ชันของอุณหภูมิและกำหนดระยะเวลาการอบคงที่นาน 1 hr แสดงถึงโครงสร้างเกรนที่เปลี่ยนแปลงไปในแต่ละขั้น



รูปที่ 2.15 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อความแข็งแรงและความเหนียวของทองเหลือง โครงสร้างเกรนระหว่างการคืนตัว การตกผลึกใหม่และการโตของเกรน [61]

พฤติกรรมการตกผลึกใหม่ของโลหะผสมพิเศษ บางครั้งถูกระบุในรูปของอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ (Recrystallization temperature) ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่การตกผลึกเสร็จสิ้นสมบูรณ์ภายใน 1 hr ดังนั้นอุณหภูมิการตกผลึกใหม่สำหรับทองเหลืองจากรูปอยู่ที่ประมาณ 450 °C (850 °F) โดยปกติอุณหภูมินี้สามารถประมาณได้ว่าอยู่ในช่วงหนึ่งในสามหรือครึ่งหนึ่งของอุณหภูมิสัมบูรณ์ของจุดหลอมเหลวของโลหะนั้น และยังขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ รวมทั้งปริมาณการขึ้นรูปเย็นและความบริสุทธิ์ของโลหะผสม ปริมาณการขึ้นรูปเย็นที่มากขึ้นมีผลเพิ่มอัตราการตกผลึกใหม่และส่งผลให้อุณหภูมิการตกผลึกใหม่ต่ำลงและเข้าใกล้ค่าคงที่มากขึ้น ณ จุดที่มีการแปรรูปสูงผลแสดงให้เห็นดังรูป 2.16 ยิ่งไปกว่านั้นค่า

ดังกล่าวจะเป็นค่าที่ต่ำที่สุดของอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ ในรูปยังแสดงให้เห็นถึงปริมาณการขึ้นรูปเป็นสูงสุดที่ยังไม่ทำให้เกิดการตกผลึกใหม่ ซึ่งเรียกว่า ปริมาณการขึ้นรูปเป็นวิกฤต (Critical deformation) และโดยปกติค่านี้จะอยู่ที่ปริมาณการขึ้นรูปเป็นระหว่าง 2 % ถึง 20 % (ถ้าการแปรรูปน้อยกว่าค่าวิกฤต (ประมาณ 5 %CW) การเกิดผลึกใหม่จะไม่เกิดขึ้น) การตกผลึกใหม่เกิดขึ้นได้ง่ายและรวดเร็วมากในโลหะบริสุทธิ์เมื่อเทียบกับโลหะผสม ดังนั้นการเพิ่มธาตุผสมเข้าไปเป็นการเพิ่มอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ให้สูงขึ้น ในโลหะบริสุทธิ์อุณหภูมิการตกผลึกใหม่โดยปกติอยู่ที่  $0.3T_m$  โดยที่  $T_m$  คืออุณหภูมิสัมบูรณ์ของจุดหลอมเหลว แต่ในโลหะผสมทางการค้าอาจจะสูงขึ้นถึง  $0.7T_m$  การตกผลึกใหม่และจุดหลอมเหลวของทองแดงบริสุทธิ์ 99.999 % ที่มีจุดหลอมเหลว  $1085\text{ }^{\circ}\text{C}$  มีอุณหภูมิการเกิดผลึกใหม่ที่  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$

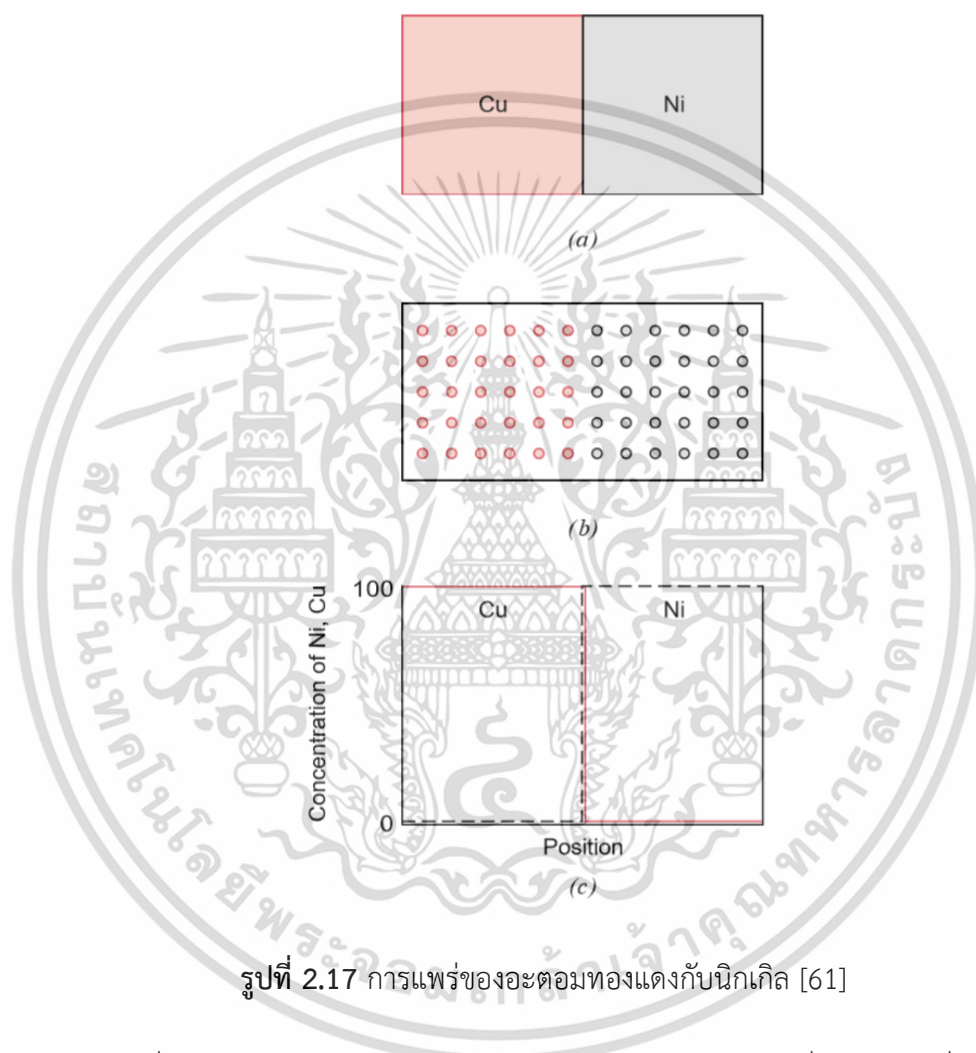


รูปที่ 2.16 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิตกผลึกใหม่กับเปอร์เซ็นต์การขึ้นรูปเป็นในโลหะเหล็ก [61]

### 2.2.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการแพร่

ปฏิกิริยาและกระบวนการจำนวนมากในทางวัสดุขึ้นอยู่กับกระบวนการขนถ่ายมวลภายในของแข็งหนึ่งๆ โดยทั่วไปเป็นการขนถ่ายระดับจุลภาค หรือการขนถ่ายมวลจากเฟสของเหลว ก๊าซ หรือของแข็งอื่นมายังเฟสของแข็งเฉพาะอีกเฟสหนึ่ง การขนถ่ายมวลนี้เกิดขึ้นได้ด้วยการแพร่ (Diffusion) ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่เกิดการขนถ่ายวัสดุด้วยการเคลื่อนที่ของอะตอม ดังนั้นการอธิบายเกี่ยวกับกลไกระดับอะตอมที่ทำให้เกิดการแพร่ คณิตศาสตร์ของการแพร่ อิทธิพลของอุณหภูมิและชนิดของสารที่แพร่ต่ออัตราการแพร่จึงสำคัญ ปรากฏการณ์ของการแพร่อาจแสดงให้เห็นได้ง่ายๆ โดยใช้ คู่ควบการแพร่ (Diffusion couple) ซึ่งทำจากการเชื่อมแท่งชิ้นงานของโลหะ 2 ชนิดให้ติดกันและเห็นรอยต่อ (ผิวสัมผัส) ระหว่างโลหะต่างชนิดนั้นอย่างชัดเจน เช่น คู่ของทองแดงและนิกเกิลในรูปที่ 2.17 โดยที่ (a) คู่ควบการแพร่ของทองแดงกับนิกเกิล ก่อนผ่านกรรมวิธีทางความร้อนที่อุณหภูมิสูง (b) รูปสังเขปแสดงตำแหน่งของ

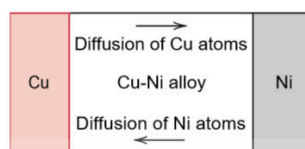
อะตอมทองแดง (วงกลมโปร่ง) กับอะตอมนิกเกิล (วงกลมมีขอบ) ภายในคู่ควบการแพร่ (c) ความเข้มข้นของทองแดงและนิกเกิลเป็นฟังก์ชันของตำแหน่ง ตลอดความยาวของคู่ควบการแพร่นี้ ในรูปนี้ยังแสดงตำแหน่งและความเข้มข้นของอะตอมรอบผิวรอยต่ออีกด้วย คู่ควบการแพร่จะถูกให้ความร้อนเป็นระยะเวลาหนึ่ง ณ อุณหภูมิสูง (แต่ต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของโลหะทั้งสอง) จากนั้นถูกทำให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง



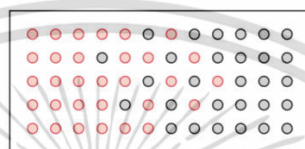
รูปที่ 2.17 การแพร่ของอะตอมทองแดงกับนิกเกิล [61]

เมื่อนำมาวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีจะให้ผลดังแสดงในรูปที่ 2.18 โดยที่ (a) คู่ควบการแพร่ของทองแดงกับนิกเกิลหลังผ่านกรรมวิธีทางความร้อนที่อุณหภูมิสูง (b) รูปสังเขปแสดงตำแหน่งของอะตอมทองแดง (วงกลมโปร่ง) กับอะตอมนิกเกิล (วงกลมมีขอบ) ภายในคู่ควบการแพร่ (c) ความเข้มข้นของทองแดงและนิกเกิลเป็นฟังก์ชันของตำแหน่ง ตลอดความยาวของคู่ควบการแพร่นี้ กล่าวคือ พบทองแดงบริสุทธิ์และนิกเกิลบริสุทธิ์ที่ปลายทั้ง 2 ด้านของคู่ควบการแพร่เท่านั้น ในขณะที่บริเวณตรงกลางแห่งเป็นบริเวณที่มีโลหะทั้งสองผสมกันอยู่ ความเข้มข้นของธาตุทั้งสอง ณ ตำแหน่งต่างๆ เป็นไปดังแสดงในรูปที่ 2.18 (c) ผลลัพธ์เช่นนี้แสดงให้เห็นว่าอะตอมของทองแดงเคลื่อนที่หรือแพร่เข้าไปในนิกเกิล และอะตอมของนิกเกิลก็แพร่เข้าไปในทองแดงด้วยเช่นกัน กระบวนการที่อะตอมของโลหะหนึ่งแพร่เข้าไปใน

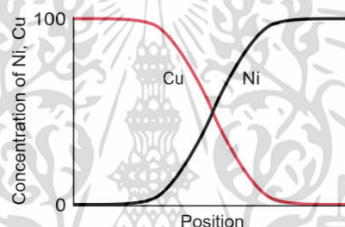
โลหะอีกชนิดหนึ่งนี้เรียกว่า การแพร่ของอะตอมต่างชนิด (Interdiffusion) หรือการแพร่ของอะตอมแปลกปลอม (Impurity diffusion)



(a)



(b)



(c)

รูปที่ 2.18 คู่ควบการแพร่ของทองแดงกับนิกเกิลและการเปลี่ยนแปลงเข้มข้น [61]

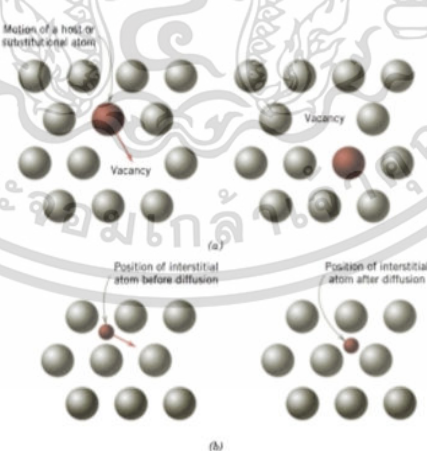
การแพร่ของอะตอมต่างชนิดอาจเห็นได้ในระดับมหภาค จากการเปลี่ยนแปลงของความเข้มข้นไปตามเวลาดังในตัวอย่างของคู่ควบการแพร่ของทองแดงและนิกเกิล จะมีการเคลื่อนหรือการขนย้ายอะตอมจากบริเวณที่ความเข้มข้นสูงกว่าไปยังบริเวณที่ความเข้มข้นต่ำกว่า การแพร่ยังเกิดในโลหะบริสุทธิ์ได้ด้วย แต่อะตอมที่เคลื่อนย้ายตำแหน่งจะเป็นอะตอมชนิดเดียวกัน เรียกว่า การแพร่ในตัวเอง (Self-diffusion) ซึ่งแน่นอนว่า การแพร่ในตัวเองจะไม่สามารถถูกสังเกตหรือตรวจได้จากการเปลี่ยนแปลงของส่วนผสมทางเคมี

### 2.2.3.1 กลไกการแพร่ (Diffusion mechanisms)

ในระดับอะตอมการแพร่เป็นการเคลื่อนย้ายของอะตอมจากตำแหน่งแลตทิซหนึ่งไปยังอีกตำแหน่งหนึ่งเท่านั้น ที่จริงแล้วอะตอมในวัสดุของแข็งต่างก็มีการเคลื่อนที่อยู่ตลอดเวลา และเปลี่ยนตำแหน่งอย่างฉับพลันแต่มีเงื่อนไขคือ (1) ต้องมีช่องว่างอยู่ข้างๆ (2) อะตอมต้องมีพลังงานสูงพอที่จะทำลายพันธะที่มีต่ออะตอมข้างเคียงของมัน และทำให้เกิดการบิดเบี้ยวของโครงผลึกระหว่างการเคลื่อนที่นี้ พลังงานนี้ คือพลังงานจากการสั่นตามธรรมชาติของอะตอมนั่นเอง ที่อุณหภูมิหนึ่งๆ จะมีอะตอมเป็นอัตราส่วนน้อยๆ อัตราส่วนหนึ่งจากอะตอมทั้งหมด ที่จะสามารถเคลื่อนที่โดยการแพร่ได้อันเนื่องมาจากพลังงานการสั่นของมันมีมากพออัตราส่วนนี้จะสูงขึ้นตามอุณหภูมิ

มีแบบจำลองสำหรับอธิบายการเคลื่อนที่ของอะตอมในการแพร่อยู่หลายแบบ แต่สำหรับการแพร่ในโลหะแบบที่เป็นไปได้มากที่สุด 2 แบบ ได้แก่ (1) การแพร่โดยอาศัยช่องว่าง (Vacancy diffusion) กลไกแรกนี้ ประกอบด้วย การเปลี่ยนตำแหน่งของอะตอมจากตำแหน่งแลตทิซปกติของมันไปยังตำแหน่งแลตทิซข้างๆ ที่ยังว่างอยู่ หรือเป็นช่องว่าง (Vacancy) นั้นเอง ดังแสดงในรูปที่ 2.19 (a) กลไกนี้เรียกว่า การแพร่โดยอาศัยช่องว่าง (Vacancy diffusion) แน่นอนว่า กระบวนการนี้จำเป็นต้องมีช่องว่างอยู่ในวัสดุด้วย และการแพร่โดยอาศัยช่องว่างจะเกิดได้มากน้อยเพียงใดก็ขึ้นกับปริมาณของตำหนิชนิดนี้นั้นเอง ทั้งนี้ สำหรับโลหะแล้ว ณ อุณหภูมิสูงจะมีความหนาแน่นของช่องว่างในระดับที่สูงพอสมควร เนื่องจากอะตอมที่กำลังแพร่และช่องว่างต้องแลกเปลี่ยนตำแหน่งกัน ดังนั้น การแพร่ของอะตอมในทิศทางหนึ่งจึงหมายถึงการเคลื่อนที่ของช่องว่างในทิศทางตรงกันข้ามด้วย ทั้งการแพร่ในตัวเองและการแพร่ของอะตอมเจ้าบ้านในบางตำแหน่ง และ (2) การแพร่แบบแทรกที่ (Interstitial diffusion) การแพร่แบบที่สองประกอบด้วย การเคลื่อนที่ของอะตอมจากตำแหน่งแทรกที่ (Interstitial position) ไปยังตำแหน่งข้างเคียงที่ยังว่างอยู่ กลไกนี้จะพบในการแพร่ของอะตอมต่างชนิดของธาตุมลทิน เช่น ไฮโดรเจน คาร์บอน ไนโตรเจน และออกซิเจนซึ่งมีอะตอมขนาดเล็กพอที่จะแทรกเข้าไปในตำแหน่งระหว่างอะตอม (Interstitial position) ได้ ส่วนอะตอมเจ้าบ้าน (อะตอมของโลหะหลัก) และอะตอมธาตุมลทินที่ละลายแบบแทนที่นั้น มีโอกาสอยู่ในตำแหน่งระหว่างอะตอมน้อยมาก ดังนั้น ตามปกติจึงไม่แพร่ด้วยกลไกนี้ ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า การแพร่แบบแทรกที่ (Interstitial diffusion) (รูปที่ 2.19 (b))

ในโลหะส่วนมาก การแพร่แบบแทรกที่ที่เกิดได้เร็วกว่า การแพร่ที่อาศัยช่องว่างมาก ทั้งนี้ เพราะอะตอมที่ละลายแบบแทรกที่จะมีขนาดเล็กมากอยู่แล้ว ทำให้เคลื่อนที่ได้ง่ายกว่า นอกจากนี้ช่องว่างในตำแหน่งระหว่างอะตอมยังมีมากกว่าช่องว่างที่ตำแหน่งของอะตอมหลักมากด้วย ดังนั้น โอกาสที่จะเกิดการเคลื่อนที่จากตำแหน่งระหว่างอะตอมไปยังตำแหน่งระหว่างอะตอม จึงสูงกว่าโอกาสการแพร่โดยอาศัยช่องว่างมาก



รูปที่ 2.19 รูปสังเขปแสดงถึง (a) การแพร่โดยอาศัยช่องว่าง และ (b) การแพร่แบบแทรกที่ [61]

### 2.2.3.2 การแพร่ในสภาวะคงตัว (Steady-state diffusion)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

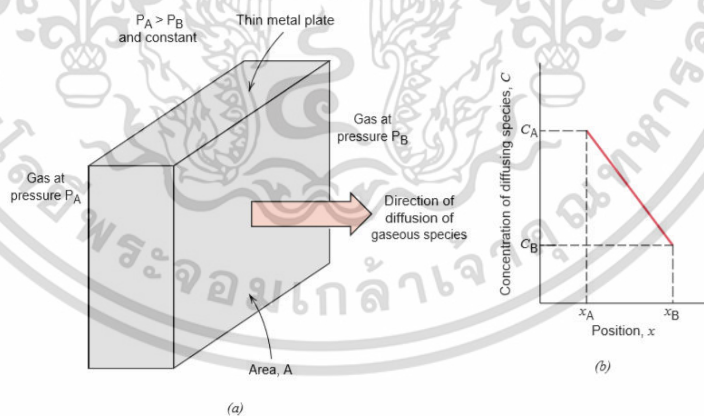
การแพร่เป็นกระบวนการที่อาศัยเวลา กล่าวคือ ในเชิงมหภาคแล้วปริมาณของธาตุที่จะถูกขนส่ง (ขนย้าย) ภายในอีกธาตุหนึ่งเป็นฟังก์ชันของเวลา โดยมากแล้วเราจำเป็นต้องทราบว่าการแพร่เกิดได้เร็วเท่าไร และอัตราการขนถ่ายมวลเป็นเท่าไร อัตราเร็วนี้มักถูกแสดงด้วยค่าฟลักซ์การแพร่ (Diffusion flux)  $J$  ซึ่งนิยามว่าเป็น มวล (หรือจำนวนอะตอม)  $M$  ที่แพร่ผ่านวัสดุของแข็งต่อพื้นที่หน้าตัดในทิศตั้งฉาก ต่อหน่วยเวลาหรือ

$$J = \frac{M}{At} \quad (2.13)$$

โดยที่  $A$  คือ พื้นที่ที่มีการแพร่ผ่าน  $t$  คือเวลาที่ใช้ในการแพร่ ในรูปแบบเชิงอนุพันธ์ จะเขียนสมการข้างบนได้เป็น

$$J = \frac{1}{A} \frac{dM}{dt} \quad (2.14)$$

สำหรับหน่วยของ  $J$  คือ กิโลกรัมหรืออะตอม ต่อตารางเมตรต่อวินาที ( $\text{kg}/\text{m}^2\text{-s}$  หรือ  $\text{atoms}/\text{m}^2\text{-s}$ ) ในกรณีที่ฟลักซ์การแพร่ไม่เปลี่ยนไปตามเวลา จะเกิดสภาวะคงตัวขึ้น ตัวอย่างหนึ่งของการแพร่ในสภาวะคงตัวได้แก่ การแพร่ของอะตอมของก๊าซผ่านแผ่นโลหะโดยที่ความเข้มข้น (หรือความดัน) ของก๊าซที่กำลังแพร่นั้นถูกรักษาไว้ให้คงที่ ณ ผิวของแผ่นโลหะทั้งสองด้านแสดงดังรูปที่ 2.20 (a) การแพร่ในสภาวะคงตัวผ่านแผ่นบาง (b) รูปแบบการเปลี่ยนแปลงของความเข้มข้นแบบเส้นตรง



รูปที่ 2.20 การแพร่ของอะตอมของก๊าซผ่านแผ่นโลหะ [61]

เมื่อพล็อตค่าความเข้มข้น  $C$  เทียบกับตำแหน่ง (หรือระยะทาง) ภายในของแข็ง  $x$  จะได้เส้นโค้งที่เรียกว่า รูปแบบการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น หรือ โปรไฟล์ของความเข้มข้น (Concentration

profile) ค่าความชันของเส้นโค้งนี้ ณ จุดหนึ่งๆ เรียกว่า อัตราผลต่างความเข้มข้น หรือ เกรเดียนท์ของความเข้มข้น (Concentration gradient)

$$\text{Concentration gradient} = \frac{dC}{dx} \quad (2.15)$$

ในกรณีนี้โปรไฟล์ของความเข้มข้นเป็นเส้นตรง ดังในรูปที่ 2.19 (b) ดังนั้น

$$\text{Concentration gradient} = \frac{\Delta C}{\Delta x} = \frac{C_A - C_B}{x_A - x_B} \quad (2.16)$$

ในปัญหาเกี่ยวกับการแพร่ บางครั้งจะนิยามค่าความเข้มข้นในรูปของมวลของสิ่งที่กำลังแพร่ต่อหน่วยปริมาตรของของแข็งนั้น ( $\text{kg/m}^3$  หรือ  $\text{g/cm}^3$ )<sup>1</sup> จะสะดวกกว่า คณิตศาสตร์ของการแพร่ในสถานะคงตัวไปในทิศทางเดียวกัน ( $x$ ) เป็นความสัมพันธ์ง่ายๆ คือ ฟลักซ์การแพร่แปรผันตรงกับเกรเดียนท์ของความเข้มข้น ดังสมการ

$$J = -D \frac{dC}{dx} \quad (2.17)$$

ค่าคงที่ของการแพร่ผันตรง  $D$  เรียกว่า สัมประสิทธิ์การแพร่ (Diffusion coefficient) ซึ่งมีหน่วยเป็นตารางเมตรต่อวินาที ( $\text{m}^2/\text{s}$ ) เครื่องหมายลบในสมการระบุว่าทิศทางของการแพร่คือ ทิศที่ทำให้อัตราผลต่างของความเข้มข้นลดน้อยลง กล่าวคือ การแพร่จะแพร่จากบริเวณที่มีความเข้มข้นสูงไปยังความเข้มข้นต่ำกว่านั่นเอง สมการ (2.17) บางครั้งก็เรียกว่า กฎข้อหนึ่งของฟิค (Fick's first law)

### 2.2.3.3 การแพร่ในสถานะไม่คงตัว (Nonsteady-state diffusion)

สภาพการแพร่ที่เกิดขึ้นจริงมักเป็นแบบไม่คงตัว นั่นคือ ฟลักซ์การแพร่และอัตราผลต่างของความเข้มข้น ณ จุดหนึ่งๆ ในของแข็งมีค่าแปรผันไปตามเวลา และมีการสะสมหรือลดลงของสารที่กำลังแพร่ ณ จุดนั้นเกิดขึ้นด้วยสภาพนี้แสดงในรูปที่ 2.21 ซึ่งแสดงโปรไฟล์ของความเข้มข้นที่เวลาต่างๆ 3 เวลา ภายใต้เงื่อนไขของสถานะไม่คงตัว สมการ (2.17) ไม่เหมาะสม แต่จะใช้สมการเชิงอนุพันธ์ย่อย

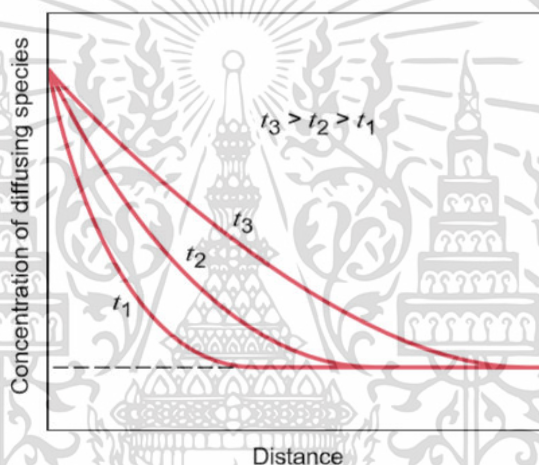
$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (2.18)$$

ซึ่งรู้จักกันในนามของ กฎข้อสองของฟิค (Fick's second law) แทน ถ้าค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ไม่ขึ้นอยู่กับความเข้มข้น (ซึ่งต้องตรวจสอบเป็นกรณีๆ ไปในการแพร่แต่ละสถานการณ์) สมการ (2.18) จะถูกทำให้ง่ายขึ้นได้เป็น

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (2.19)$$

ผลเฉลยของสมการนี้ (ความเข้มข้นที่เป็นฟังก์ชันของตำแหน่งและเวลา) จะถูกหาได้ก็ต่อเมื่อมีการระบุเงื่อนไขขอบเขตทางกายภาพที่เหมาะสม ดังที่ Crank และ Carslaw และ Jaeger ได้รวบรวมปัญหากรณีตัวอย่างต่างๆ เอาไว้

ผลเฉลยในกรณีสำคัญที่พบในทางปฏิบัติกรณีหนึ่ง ได้แก่ กรณีที่เรียกว่า ของแข็งแบบเซมิอินฟินิต (Semi-infinite solid) ซึ่งความเข้มข้นที่ผิวของแข็งถูกรักษาไว้ให้คงที่ตลอดเวลา โดยส่วนมากแล้ว แหล่งกำเนิดของอะตอมที่จะแพร่ในของแข็งดังกล่าวมักมาจากเฟสของก๊าซ ซึ่งมีค่าความดันย่อยที่ถูกรักษาไว้ให้คงที่ ณ ผิวของแข็งนั่นเอง นอกจากนี้ยังมีสมมติฐานอื่นอีกได้แก่ (1) ก่อนที่เกิดการแพร่ สารที่จะแพร่ในของแข็งนั้น มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอตลอดชิ้นของแข็งด้วยความเข้มข้น  $C_0$  (2) ค่าของ  $x$  (ตัวแปรบอกตำแหน่ง) เป็น 0 ที่ผิวของแข็ง และเพิ่มค่าขึ้นตามระยะลึกเข้าไปในของแข็ง และ (3) เมื่อจับเวลาเป็นศูนย์ ณ เวลาที่เริ่มมีการแพร่เกิดขึ้น



รูปที่ 2.21 โปรไฟล์ความเข้มข้นของการแพร่ในสภาวะไม่คงตัว ณ เวลาต่างๆ กัน  $t_1$ ,  $t_2$  และ  $t_3$  [61]

เงื่อนไขขอบเขตดังกล่าวข้างต้น เขียนได้เป็น

$$\begin{aligned} \text{ณ } t = 0, & \quad C = C_0 \text{ ณ. ตำแหน่ง } 0 < x \leq \infty \\ \text{เมื่อ } t > 0, & \quad C = C_s \text{ (ความเข้มข้นที่ผิวซึ่งคงที่) ณ. } x = 0 \\ & \quad C = C_0 \text{ ณ. } x = \infty \end{aligned}$$

เมื่อแทนค่าเงื่อนไขขอบเขตเหล่านี้ลงในสมการ (2.19) จะได้ผลเฉลยคือ

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (2.20)$$

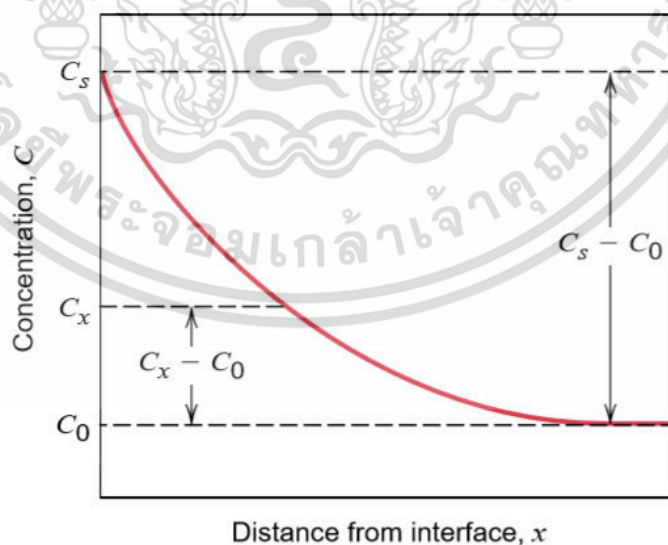
โดยที่  $C_x$  หมายถึงความเข้มข้นที่ความลึกใต้ผิว  $x$  ณ เวลา  $t$  หลังจากเริ่มแพร่ พจน์  $\operatorname{erf}(x/2\sqrt{Dt})$  เรียกว่า เกาเซียนเออร์เรอร์ฟังก์ชัน (Gaussian error function) ซึ่งค่าของฟังก์ชันนี้ หาได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการเปิดตารางเทียบ ณ ค่า  $x/2\sqrt{Dt}$  ต่างๆ ดังส่วนหนึ่งที่แสดงในตารางที่ 2.7 และรูปที่ 2.22 แสดงโปรไฟล์ของความเข้มข้น ณ เวลาค่าหนึ่งพร้อมระบุค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ปรากฏในสมการ (2.20) กล่าวอีกมุมหนึ่ง สมการ (2.20) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น ตำแหน่ง และเวลา  $C_x$  เป็นฟังก์ชันของพารามิเตอร์ไร้หน่วย  $x/\sqrt{Dt}$  ซึ่งถูกคำนวณได้ทันที โดยต้องทราบข้อมูลเบื้องต้นของระบบ ได้แก่  $C_0$ ,  $C_s$  และ  $D$  ก่อน

ตารางที่ 2.7 ค่าของเออร์เรอร์ฟังก์ชัน [61]

z	erf(z)	z	erf(z)	z	erf(z)
0	0	0.55	0.5633	1.3	0.9340
0.025	0.028	0.60	0.6039	1.4	0.9523
0.05	0.0564	0.65	0.6420	1.5	0.9661
0.10	0.1125	0.70	0.6778	1.6	0.9763
0.15	0.1680	0.75	0.7112	1.7	0.9838
0.20	0.2227	0.80	0.7421	1.8	0.9891
0.25	0.2763	0.85	0.7707	1.9	0.9928
0.30	0.3286	0.90	0.7970	2.0	0.9953
0.35	0.3794	0.95	0.8209	2.2	0.9981
0.40	0.4284	1.0	0.8427	2.4	0.9993
0.45	0.4755	1.1	0.8802	2.6	0.9998
0.50	0.5205	1.2	0.9103	2.8	0.9999



รูปที่ 2.22 โปรไฟล์ของความเข้มข้นสำหรับการแพร่ในสภาวะไม่คงตัว [61]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมมติว่า เรากำลังสนใจค่าความเข้มข้นเฉพาะค่าหนึ่งซึ่งเท่ากับ  $C_1$  ในโลหะผสม ด้านซ้ายมือของสมการ (2.20) จะกลายเป็น

$$\frac{C_1 - C_0}{C_s - C_0} = \text{constant} \quad (2.21)$$

ซึ่งหมายความว่า ด้านขวามือของสมการก็ต้องมีค่าคงที่เช่นกัน กล่าวคือ

$$\frac{x}{2\sqrt{Dt}} = \text{constant} \quad (2.22)$$

หรือ

$$\frac{x^2}{Dt} = \text{constant} \quad (2.23)$$

การคำนวณเกี่ยวกับการแพร่ในหลายกรณีจึงมีพื้นฐานมาจากความสัมพันธ์ข้างต้นนี้

#### 2.2.3.4 ปัจจัยที่มีผลต่อการแพร่

สารที่แพร่ (Diffusion species) ขนาดของค่าสัมประสิทธิ์การแพร่  $D$  เป็นดัชนีชี้บอกถึงระดับความเร็วที่อะตอมนั้นๆ จะแพร่ไปได้ ตารางที่ 2.8 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ดังกล่าวทั้งกรณีการแพร่ในตัวเองและการแพร่ระหว่างอะตอมต่างชนิดในระบบโลหะบางระบบ ชนิดของสาร (อะตอม) ที่แพร่เอง และตัวโลหะแม่ (โครงสร้างหลัก (Host metal)) ล้วนมีผลต่อสัมประสิทธิ์การแพร่

ตารางที่ 2.8 ข้อมูลเกี่ยวกับการแพร่ [61]

Diffusing species	Host metal	$D_0$ (m <sup>2</sup> /s)	Activation energy ( $Q_d$ )		Calculated values	
			kJ/mol	eV/atom	T (°C)	D (m <sup>2</sup> /s)
Cu	Cu	$7.8 \times 10^{-5}$	211	2.19	500	$4.2 \times 10^{-19}$
Zn	Cu	$2.4 \times 10^{-5}$	189	1.96	500	$4.0 \times 10^{-18}$
Al	Al	$2.3 \times 10^{-4}$	144	1.49	500	$4.2 \times 10^{-14}$
Cu	Al	$6.5 \times 10^{-5}$	136	1.41	500	$4.1 \times 10^{-14}$
Mg	Al	$1.2 \times 10^{-4}$	131	1.35	500	$1.9 \times 10^{-13}$
Cu	Ni	$2.7 \times 10^{-5}$	256	2.65	500	$1.3 \times 10^{-22}$

ค่า  $D$  ของการแพร่บ่งบอกถึงความแตกต่างของอัตราเร็วในการแพร่โดยอาศัยช่องว่างและการแพร่แบบแทรกที่ การแพร่ในตัวเองต้องอาศัยช่องว่าง นอกจากนั้นอุณหภูมิที่มีผลอย่างรุนแรงที่สุดต่อสัมประสิทธิ์และอัตราเร็วของการแพร่ ผลของอุณหภูมิต่อสัมประสิทธิ์การแพร่มักเขียนในรูป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \quad (2.24)$$

โดยที่  $D_0$  คือ เลขหน้าพจน์ยกกำลังซึ่งเป็นค่าคงที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิ ( $m^2/s$ )  $Q_d$  คือ พลังงานกระตุ้นของการแพร่ ( $J/mol$ ,  $cal/mol$  หรือ  $eV/atom$ )  $R$  คือ ค่าคงที่ของแก๊ส  $8.31 J/mol\cdot K$ ,  $1.987 cal/mol\cdot K$  หรือ  $8.62 \times 10^{-5} eV/atom\cdot K$  และ  $T$  คือ อุณหภูมิสัมบูรณ์ (K)

พลังงานกระตุ้น อาจมองว่าเป็นพลังงานที่จำเป็นในการทำให้เกิดการเคลื่อนที่ด้วยการแพร่ของอะตอมจำนวน 1 โมลก็ได้ หากค่าพลังงานกระตุ้นนี้สูงจะทำให้สัมประสิทธิ์การแพร่ต่ำ ตารางที่ 2.8 ได้แสดงค่าของ  $D_0$  และ  $Q_d$  ของหลายๆ ระบบไว้ด้วยแล้วเมื่อใส่ลอการิทึมธรรมชาติเข้ากับสมการ (2.24) จะได้

$$\ln D = \ln D_0 - \frac{Q_d}{R} \left(\frac{1}{T}\right) \quad (2.25)$$

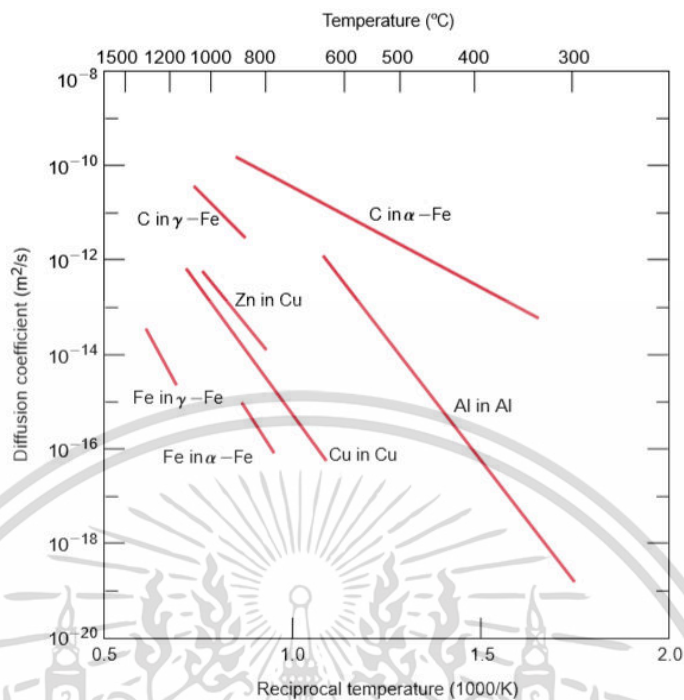
หรือหากใช้ลอการิทึมฐานสิบ จะได้

$$\log D = \log D_0 - \frac{Q_d}{2.3R} \left(\frac{1}{T}\right) \quad (2.26)$$

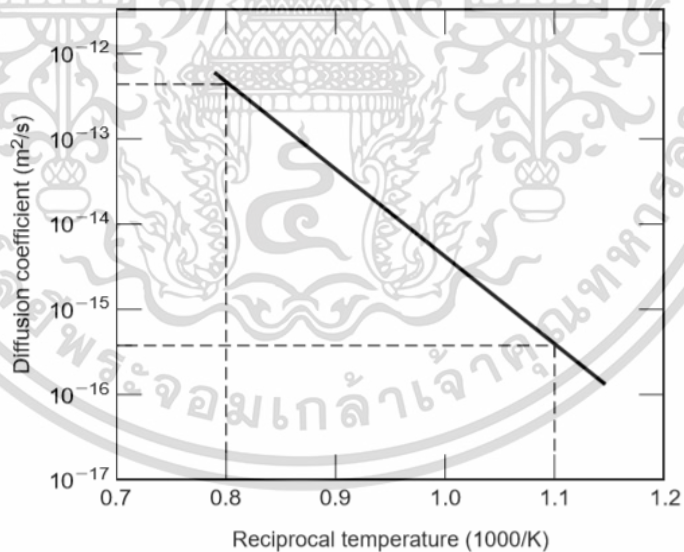
เนื่องจาก  $D_0$ ,  $Q_d$  และ  $R$  ต่างเป็นค่าคงที่ ดังนั้น สมการ (2.26) จึงมีรูปเป็นสมการเชิงเส้นตรง คือ

$$y = b + mx \quad (2.27)$$

เมื่อ  $y$  และ  $x$  หมายถึง  $\log D$  และ  $1/T$  ตามลำดับ ดังนั้น หากพล็อตค่า  $\log D$  คู่กับ ส่วนกลับของอุณหภูมิสัมบูรณ์จะได้เป็นกราฟเส้นตรงที่มีความชันและส่วนตัดแกนเป็น  $-Q_d/2.3R$  และ  $\log D_0$  ตามลำดับ ซึ่งนี่เป็นวิธีการหาค่าของ  $Q_d$  และ  $D$  จากข้อมูลการทดลองนั่นเอง จากกราฟความสัมพันธ์ที่พล็อตในลักษณะดังกล่าวของโลหะผสมหลายชนิด (รูปที่ 2.23) จะเห็นว่า ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงนี้เป็นจริงในทุกกรณีที่ยกมาและตัวอย่างการพล็อตระหว่างลอการิทึมของสัมประสิทธิ์การแพร่กับส่วนกลับของอุณหภูมิสัมบูรณ์สำหรับการแพร่ของทองแดงในทองคำ สำหรับพล็อตระหว่างลอการิทึมของสัมประสิทธิ์การแพร่กับส่วนกลับของอุณหภูมิสัมบูรณ์แสดงตัวอย่างดังรูปที่ 2.24



รูปที่ 2.23 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าลอการิทึมของสัมประสิทธิ์การแพร่กับอุณหภูมิ [61]



รูปที่ 2.24 ความสัมพันธ์ระหว่างลอการิทึมของสัมประสิทธิ์การแพร่กับส่วนกลับของอุณหภูมิสมบูรณ์ [61]

จากรูปที่ 2.24 จะอ่านได้ว่า ที่  $1/T_1 = 0.8 \times 10^{-3} \text{ (K)}^{-1}$  ค่า  $\log D_1 = -12.40$  ส่วน  $1/T_2 = 1.1 \times 10^{-3} \text{ (K)}^{-1}$  ค่า  $\log D_2 = -15.45$  ดังนั้น พลังงานกระตุ้นซึ่งเท่ากับความชันของส่วนของเส้นตรงดังกล่าวในรูปจึงเท่ากับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$Q_d = -2.3R \left[ \frac{\log D_1 - \log D_2}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}} \right] \quad (2.28)$$

### 2.2.3.5 เส้นทางแพร่อื่น

การเคลื่อนย้ายอะตอมอาจจะเกิดขึ้นตามดิสโลเคชัน ขอบเกรนและผิวภายนอกอื่นๆ ปรากฏการณ์เหล่านี้บางครั้งเรียกว่า เส้นทางแพร่แบบ ลัดวงจร (Short-circuit diffusion paths) เนื่องจากอัตราเร็วของมันสูงกว่าการแพร่ในเชิงมวลรวม (Bulk diffusion) มาก อย่างไรก็ตาม ในสถานการณ์ส่วนใหญ่การลัดวงจรเหล่านี้มักมีผลต่อพลั๊กซ์ของการแพร่โดยรวมน้อยมาก เพราะพื้นที่หน้าตัดที่เกิดการลัดวงจรมีน้อยมากนั่นเอง

## 2.2.4 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับเครื่องมือตรวจสอบและการวิเคราะห์

### 2.2.4.1 การวัดขนาดเกรน

ภาพของเกรนที่เห็นภายใต้กล้องจุลทรรศน์นั้น ที่จริงแล้วไม่ใช่เป็นขนาดที่แท้จริงของเกรน ทั้งนี้เนื่องจากเป็นพื้นตัดเรียบและลักษณะของเกรนที่เห็นเป็นผิวราบและเกรนที่เห็นนั้น อาจไม่ใช่ส่วนที่ใหญ่ที่สุดของเกรนโลหะแต่จะมีขนาดคละกันไป แม้ว่าเกรนอาจจะมีความหนาเท่ากันก็ตาม โดยทฤษฎีแล้วเกรนที่เห็นจะมีความหนาตั้งแต่ศูนย์กลางจนถึงเส้นผ่านศูนย์กลางของเกรน แต่สิ่งที่ยุ่งยากนั้นอยู่ตรงที่เกรนไม่มีรูปร่างเป็นทรงกลมอย่างสมบูรณ์ แต่จะมีรูปร่างที่ไม่แน่นอนและปริมาตรของแต่ละเกรนก็จะมีลักษณะคละกันด้วย เหตุนี้จึงมีการหาวิธีวัดขนาดพื้นที่หน้าตัดเฉลี่ยหรือเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยหรือถ้าต้องการความละเอียดมากกว่านี้ก็จะหาขนาดเกรนเป็นแบบเชิงสถิติ

สิ่งสำคัญสำหรับการวัดขนาดเกรนคือ จะต้องมีความชัดเจน ซึ่งเกิดจากการกัดด้วยกรด วิธีการวัดขนาดเฉลี่ยของเกรนที่จะถูกนับไม่ควรจะมีจำนวนมากหรือน้อยเกินไป จำนวนเกรนเฉลี่ยที่เหมาะสมควรอยู่ระหว่าง 100 ถึง 200 เกรน ผิวขัดที่จะทำการวิเคราะห์ควรเลือกวัดจากตำแหน่งต่างๆ ของผิวขัดอย่างน้อย 3 จุด เพื่อให้ได้ค่าที่ถูกต้อง บางครั้งอาจต้องมีขนาดเกรนแตกต่างกัน การเปรียบเทียบขนาดของเกรนอย่างถูกต้องจะต้องเปรียบเทียบที่อัตราขยายที่เท่ากัน ซึ่งหมายความว่าขนาดของเกรนนั้นย่อมขึ้นอยู่กับอัตราขยายของภาพถ่ายด้วย

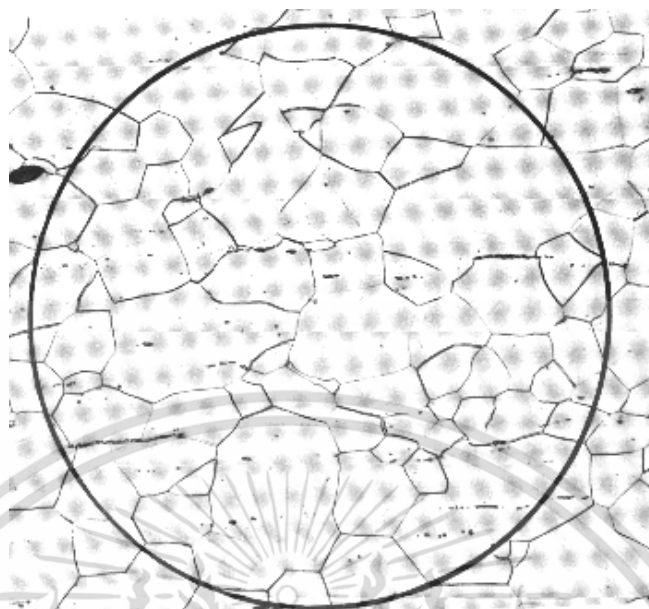
การวัดขนาดเกรนนั้นสามารถทำได้หลายวิธีเช่น โดยการวัดขนาดของเกรนแต่ละเกรนด้วยไมโครมิเตอร์ผ่านกล้องขยายหรือโดยการใช้สเกลซึ่งขีดไว้บนกระจกใส และถูกใส่ไว้ในเลนส์ขยาย

วิธีซึ่งใช้กันมากที่สุดคือ การถ่ายภาพโครงสร้างและอัดเป็นภาพกระดาษ จากนั้นจึงทำการวัดซึ่งมีวิธีการวัดหลายวิธี ดังต่อไปนี้

#### 2.2.4.1.1 วิธีวัดพื้นที่

วิธีนี้ลากเส้นต่อตามแนวขอบเกรนล้อมรอบบริเวณที่จะทำการวัดขนาดเกรน จากนั้นจึงทำการวัดพื้นที่ที่ทำการขีดล้อมรอบไว้จึงนับจำนวนเกรน  $n$  ที่อยู่ในพื้นที่นั้นแสดงการวัดดังรูปที่

2.25



รูปที่ 2.25 การขีดเส้นรอบแนวเกรน [64]

ขนาดพื้นที่เกรนเฉลี่ยคำนวณได้จากสมการ

$$Am = \frac{A10^6}{nV^2} \quad (2.29)$$

สำหรับขนาดเกรนเฉลี่ย คำนวณได้ดังนี้

$$d = \sqrt{Am} \quad (2.30)$$

เมื่อ  $Am$  คือ พื้นที่เฉลี่ยเกรนหนึ่งเกรน ( $\mu\text{m}^2$ )  $A$  คือ พื้นที่เกรนรวม ( $\text{mm}^2$ )  $n$  คือ จำนวนเกรนทั้งหมด  $V$  คือ อัตราขยาย และ  $d$  คือ ขนาดเกรนเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ )

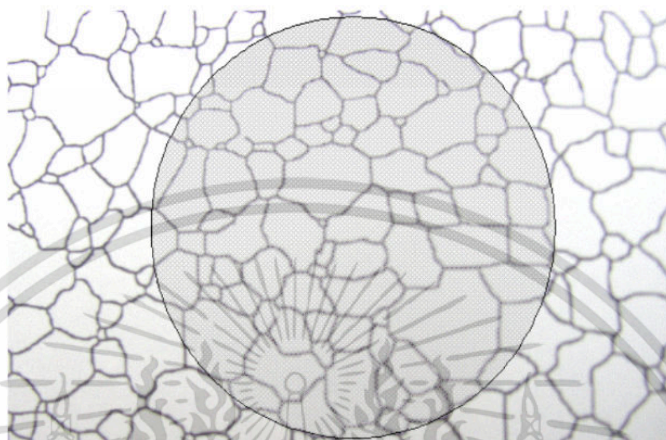
สำหรับอัตราขยาย ปัจจุบันนิยมกำหนดด้วยสเกลบาร์ไว้ที่ภาพโครงสร้างจุลภาค โดยตรง ซึ่งสามารถคำนวณอัตราขยาย  $V$  ได้จากความยาวสเกลบาร์ ( $\text{mm}$ ) หารด้วยความยาวจริงซึ่งเขียนกำกับไว้ ( $\mu\text{m}$ ) วิธีการเขียนสเกลบาร์กำกับไว้ในภาพโครงสร้างจุลภาคนี้ ทำให้สามารถคำนวณอัตราขยายจริงซึ่งอาจเปลี่ยนไปจากการนำภาพโครงสร้างจุลภาคไปถ่ายภาพหรือถ่ายเอกสารย่อหรือขยายได้เสมอ

#### 2.2.4.1.2 วิธีวงกลม

วิธีวัดขนาดของเกรนวิธีที่นิยมมากกว่าวิธีวัดแบบพื้นที่คือ วิธีวงกลมรูปที่ 2.26 ซึ่งทำได้โดยการเขียนวงกลมลงบนภาพเกรน โดยมีพื้นที่  $A_k = \pi d^2/4$  ( $\text{mm}^2$ ) แล้วจึงทำการนับเฉพาะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกรนที่อยู่สมบูรณ์ภายในวงกลม (z) ต่อจากนั้นจึงนับจำนวนเกรนที่ถูกเส้นรอบวงตัดผ่าน (n) ซึ่งจะถูกคูณด้วย 0.67 (Oertel's Factor) ซึ่งหมายความว่าพื้นที่เพียง 67% เท่านั้นที่อยู่ในวงกลมและถ้าอัตราขยายเท่ากับ V ขนาดเกรนเฉลี่ย  $A_m$  สามารถคำนวณได้จากสมการ



รูปที่ 2.26 การวัดขนาดเกรนด้วยวิธีวงกลม [65]

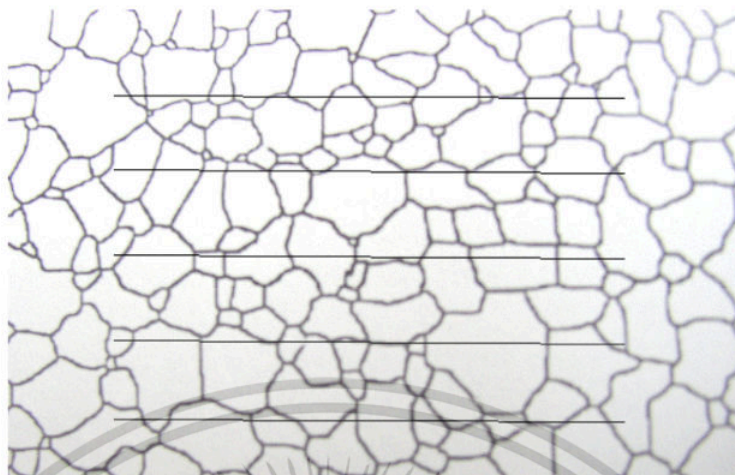
$$A_m = \frac{Ak10^6}{(0.67n + z)V^2} \quad (2.31)$$

เมื่อ  $A_m$  คือ พื้นที่เฉลี่ยเกรนหนึ่งเกรน ( $\mu\text{m}^2$ )  $A_k$  คือ พื้นที่วงกลม ( $\text{mm}^2$ )  $z$  คือ จำนวนเกรนสมบูรณ์ภายในวงกลม  $n$  คือ จำนวนเกรนที่ถูกเส้นรอบวงตัดผ่าน และ  $V$  คือ อัตราขยาย

#### 2.2.4.1.3 วิธีเส้นตรง

วิธีวัดพื้นที่และวิธีวงกลมนี้สามารถนำไปใช้งานได้เหมาะสมในกรณีที่ขนาดเกรนไม่ขึ้นกับทิศทาง แต่ถ้าเกรนมีรูปร่างเป็นไปตามแนวรีดเช่น จากการรีดเย็น ในกรณีนี้ควรใช้การวัดด้วยวิธีเส้นตรง ซึ่งเป็นการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของเกรน โดยจะไม่เป็นการวัดค่าเฉลี่ยของพื้นที่ของเกรนแต่จะเป็นการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเกรนในทิศทางใดทิศทางหนึ่ง การวัดวิธีนี้จึงเป็นการวัดขนาดของเกรนโดยคำนึงถึงทิศทางหรืออาจจะใช้เป็นวิธีการวัดขนาดเกรนในกรณีที่ไม่คำนึงถึงทิศทางก็ได้ ในกรณีแรกนี้ทำให้สามารถที่จะวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเกรนในทิศทางของการรีดหรือทิศทางของการขึ้นรูป เปรียบเทียบกับทิศทางด้านขวาง ซึ่งสัดส่วนของขนาดของเกรนทั้งสองทิศทางนี้สามารถที่จะบอกถึงอัตราการขึ้นรูปของโลหะได้

วิธีการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของเกรนรูปที่ 2.27 ทำได้โดยการขีดเส้นตรงขนานกัน 5 ถึง 10 เส้น ลงบนภาพโครงสร้าง ทุกเส้นจะมีความยาวเท่ากับ  $L$  (mm) จากนั้นจึงนับจำนวนเกรน ( $z$ ) ที่ถูกเส้นตรงตัดผ่านและให้นับเกรนแรกซึ่งแม้จะถูกตัดเป็นบางส่วนรวมไปด้วย แต่ละเว้นไม่นับเกรนสุดท้าย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (2.32)



รูปที่ 2.27 การวัดเกรนด้วยวิธีการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางเกรน [65]

$$D_m = \frac{LP10^3}{zV} \quad (2.32)$$

เมื่อ  $D_m$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ )  $L$  คือ ความยาวเส้น (mm)  $P$  คือ จำนวนเส้น  $V$  คือ อัตราขยาย และ  $z$  คือ จำนวนเกรน

มาตรฐาน ASTM (American Society for Testing Materials) ได้มีการกำหนดระบบเฉพาะ เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ขนาดของเกรนโดยการให้  $z$  คือ จำนวนเกรนที่มีอยู่ในพื้นที่ 1 ตารางนิ้ว ( $\text{in}^2$ ) เมื่อขยายภาพโครงสร้าง 100 เท่า ค่า  $z$  นี้จะนำไปใช้กำหนดหมายเลขของเกรน โดยให้  $N$  คือ หมายเลขของเกรน ซึ่งมีความสัมพันธ์กับ  $z$  ดังนี้

$$z = 2^{N-1} \quad (2.33)$$

$$N = \frac{\log z}{\log 2} + 1 \quad (2.34)$$

ขนาดของเกรนที่เห็นในภาพโครงสร้างนั้น ในความเป็นจริงแล้วยังขึ้นอยู่กับกรเลือกตำแหน่งตัดชิ้นทดสอบจากชิ้นงาน ซึ่งอาจจะมีผลทำให้ได้ขนาดเกรนที่แตกต่างกันทุกๆ ที่ความจริงขนาดเกรนอาจจะมีขนาดเท่ากัน ในการทดสอบแต่ละครั้ง ค่าที่ได้ควรจะเป็นค่าเฉลี่ยสำหรับชิ้นงานทั้งชิ้น สำหรับวัสดุที่มีความแตกต่างของขนาดเกรนมากๆ จำเป็นจะต้องทำการทดสอบหลายๆ ตำแหน่งหรือบางครั้งอาจจะสามารถทราบถึงทิศทางการขึ้นรูปของชิ้นงานได้ โดยการดูลักษณะโครงสร้างในแต่ละพื้นระนาบ เช่น ใช้วิธีเส้นตรงวัดขนาดเกรนเฉลี่ยเปรียบเทียบกับแนวของเส้นที่ขีดวัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 2.2.4.1.4 การวัดด้วยโปรแกรมวิเคราะห์ตามมาตรฐาน ASTM

อย่างไรก็ตามในงานวิจัยนี้วัดขนาดเกรนโดยใช้โปรแกรม Image-analysis ผ่านกล้องจุลทรรศน์แบบแสง ตามมาตรฐานการทดสอบวัสดุแห่งสหรัฐอเมริกา แบบวิธีการลากเส้นตัดผ่าน (Intercept method) มีหลักการเบื้องต้นคือ การหาขนาดเกรนโดยใช้เส้นที่สร้างขึ้นมีความยาวทั้งหมด 500 mm แล้ววางลงบนภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค จากนั้นนับจำนวนเกรนทั้งหมดที่เส้นตัดผ่าน สำหรับการหาขนาดเกรนด้วยวิธีการลากเส้นตัดผ่านมีหลายวิธี ในงานวิจัยนี้เลือกใช้เส้นที่สร้างภาพแบบคอर्डรวม (Combined chord) ตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 2.28



รูปที่ 2.28 การสร้างเส้นรอบวง 3 เส้น เพื่อหาขนาดเกรนแบบ Circular intercept procedure [66]

โดยการลากเส้นวงกลม 3 เส้น บนภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคที่ต้องการหาขนาดเกรน วงกลมทั้ง 3 วง มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 79.58, 53.05 และ 26.53 mm ตามลำดับ และวาดเส้นตรงที่มีความยาวรวมกัน 500 mm จากนั้นนับจำนวนเกรนที่ถูกเส้นตัดผ่านโดยทุกๆ เกรนที่ถูกเส้นตัดผ่านมีค่าเท่ากับ 1 ในขณะที่เส้นตัดผ่านจุดที่เป็นรอยต่อระหว่าง 3 เกรนให้มีค่า 1.5 จากนั้นจึงนำค่าไปแทนในสมการ (2.35) เพื่อหาค่าจำนวนขอบเกรนที่ถูกตัดผ่านต่อความยาวของเส้นทดสอบ ( $P_L$ )

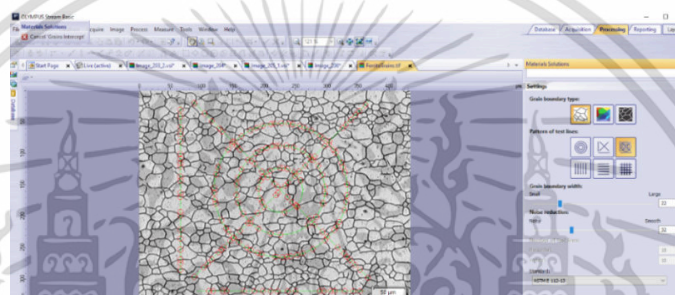
$$P_L = \frac{P_i}{L/M} \quad (2.35)$$

เมื่อ  $P_i$  คือ จำนวนขอบเกรนที่ถูกตัดผ่านด้วยเส้นทดสอบ  $P_L$  คือ จำนวนขอบเกรนที่ถูกตัดผ่านต่อความยาวของเส้นทดสอบ  $L$  คือ ความยาวของเส้นทดสอบ (mm)  $M$  คือ ขนาดกำลังขยาย

เมื่อทราบค่า  $P_L$  แล้วสามารถนำไปคำนวณเลขเชิงขนาดเกรน (G) ได้จาก

$$G = (6.643856 \log_{10} P_L) - 3.288 \quad (2.36)$$

สำหรับการใช้ซอฟต์แวร์ เช่น Olympus Stream หาเลขเชิงขนาดเกรนสามารถแสดงผลของข้อมูลได้ดังรูปที่ 2.29 และสามารถบันทึกข้อมูลได้ในรูปแบบไมโครซอฟท์เอ็กเซลพร้อมกับภาพเป็นต้น ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ในงานวิจัยนี้พร้อมทั้งการแปลงค่าเลขเชิงขนาดเกรนเป็นขนาดเกรนเฉลี่ยสามารถทำได้โดยหาค่าได้จากตารางตามมาตรฐานจากข้อมูลในตารางที่ 2.9 และ 2.10 ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ในงานวิจัยนี้



รูปที่ 2.29 การวัดขนาดเกรนด้วย Olympus stream

ตารางที่ 2.9 ความสัมพันธ์ของเลขเชิงขนาดเกรนและพื้นที่เกรน [66]

Grain size No. (G)	$\bar{N}_A$ Grains/Unit Area		$\bar{A}$ Average Grain Area	
	No./in. <sup>2</sup> at 100X	No./mm <sup>2</sup> at 1X	mm <sup>2</sup>	μm <sup>2</sup>
00	0.25	3.88	0.2581	258064
0	0.50	7.75	0.1290	129032
0.5	0.71	10.96	0.0912	91239
1.0	1.00	15.50	0.0645	64516
1.5	1.41	21.92	0.0456	45620
2.0	2.00	31.00	0.0323	32258
2.5	2.83	43.84	0.0228	22810
3.0	4.00	62.00	0.0161	16129
3.5	5.66	87.68	0.0114	11405
4.0	8.00	124.00	0.00806	8065
4.5	11.31	175.36	0.00570	5703
5.0	16.00	248.00	0.00403	4032
5.5	22.63	350.73	0.00285	2851

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.9 (ต่อ) [66]

Grain size No. (G)	$\bar{N}_A$ Grains/Unit Area		$\bar{A}$ Average Grain Area	
	No./in. <sup>2</sup> at 100X	No./mm <sup>2</sup> at 1X	mm <sup>2</sup>	μm <sup>2</sup>
6.0	32.00	496.00	0.00202	2016
6.5	45.25	701.45	0.00143	1426
7.0	64.00	992.00	0.00101	1008
7.5	90.51	1402.9	0.00071	713
8.0	128.00	1984.0	0.00050	504
8.5	181.02	2805.8	0.00036	356
9.0	256.00	3968.0	0.00025	252
9.5	362.04	5611.6	0.00018	178
10.0	512.00	7936.0	0.00013	126
10.5	724.08	11223.2	0.000089	89.1
11.0	1024.00	15872.0	0.000063	63.0
11.5	1448.15	22446.4	0.000045	44.6
12.0	2048.00	31744.1	0.000032	31.5
12.5	2896.31	44892.9	0.000022	22.3
13.0	4096.00	63488.1	0.000016	15.8
13.5	5792.62	89785.8	0.000011	11.1
14.0	8192.00	126976.3	0.000008	7.9

ตารางที่ 2.10 ความสัมพันธ์ของเลขเชิงขนาดเกรนและการคำนวณขนาดเกรน [66]

Grain size No. (G)	$\bar{d}$ Average Diameter		$\bar{l}$ Mean Intercept		$\bar{N}_L$ No./mm
	mm	μm	mm	μm	
00	0.5080	508.0	0.4525	452.5	2.21
0	0.3592	359.2	0.3200	320.0	3.12
0.5	0.3021	302.1	0.2691	269.1	3.72
1.0	0.2540	254.0	0.2263	226.3	4.42
1.5	0.2136	213.6	0.1903	190.3	5.26
2.0	0.1796	179.6	0.1600	160.0	6.25
2.5	0.1510	151.0	0.1345	134.5	7.43
3.0	0.1270	127.0	0.1131	113.1	8.84
3.5	0.1068	106.8	0.951	95.1	10.51
4.0	0.0898	89.8	0.0800	80.0	12.50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.10 (ต่อ) [66]

Grain size No. (G)	$\bar{d}$ Average Diameter		$\bar{l}$ Mean Intercept		$\bar{N}_L$ No./mm
	mm	$\mu\text{m}$	mm	$\mu\text{m}$	
4.5	0.0755	75.5	0.673	67.3	14.87
5.0	0.0635	63.5	0.566	56.6	17.68
5.5	0.0534	53.4	0.0476	47.6	21.02
6.0	0.0449	44.9	0.0400	40.0	25.00
6.5	0.0378	37.8	0.0336	33.6	29.73
7.0	0.0318	31.8	0.0283	28.3	35.36
7.5	0.0267	26.7	0.0238	23.8	42.04
8.0	0.0225	22.5	0.0200	20.0	50.00
8.5	0.0189	18.9	0.0168	16.8	59.46
9.0	0.0159	15.9	0.0141	14.1	70.71
9.5	0.0133	13.3	0.0119	11.9	84.09
10.0	0.0112	11.2	0.0100	10.0	100.0
10.5	0.0094	9.4	0.0084	8.4	118.9
11.0	0.0079	7.9	0.0071	7.1	141.4
11.5	0.0067	6.7	0.0060	5.9	168.2
12.0	0.0056	5.6	0.0050	5.0	200.0
12.5	0.0047	4.7	0.0042	4.2	237.8
13.0	0.0040	4.0	0.0035	3.5	282.8
13.5	0.0033	3.3	0.0030	3.0	336.4
14.0	0.0028	2.8	0.0025	2.5	400

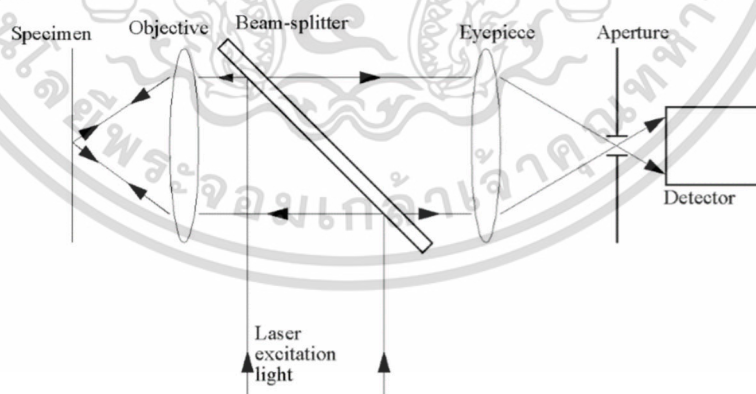
นอกจากนั้นการวิเคราะห์เฟส (Phase analysis) ในโครงสร้างจุลภาคยังสามารถตรวจสอบเฟสต่างชนิดที่เกิดขึ้นในเบื้องต้นได้ผ่านซอฟต์แวร์สำเร็จรูปซึ่งใช้สีที่แตกต่างกันสำหรับการแสดงแต่ละเฟสที่เกิดขึ้น ตัวอย่างการวิเคราะห์เฟสแสดงดังรูปที่ 2.30 สีแดงแสดงเฟสของชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่เกิดขึ้นในเมตริกซ์ของดีบุก (พื้นสีเทา) ของโลหะบัดกรี อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์ผลจากโปรแกรมในส่วนนี้มีข้อจำกัดคือ ผู้วิเคราะห์จะต้องทราบและระบุเฟสที่เกิดขึ้นจากการวิเคราะห์ร่วมกับองค์ประกอบทางเคมี เช่น EDS เนื่องจากโปรแกรมจะแสดงสีของแต่ละเฟสที่ต่างกันเท่านั้น ถ้าเกิดเฟสที่พบในโครงสร้างจุลภาคมีโทนสีที่ไม่แตกต่างกันอาจจะมีผลทำให้การแสดงเฟสผิดพลาดได้เช่นกัน



รูปที่ 2.30 การวิเคราะห์เฟส

#### 2.2.4.2 กล้องจุลทรรศน์แบบคอนโฟคอลชนิดที่ใช้เลเซอร์ในการสแกน [67]

กล้องจุลทรรศน์แบบคอนโฟคอลชนิดที่ใช้เลเซอร์ในการสแกน (Confocal laser scanning microscopy; CLSM) แสดงหลักการทำงานดังรูปที่ 2.31 กล้องประเภทนี้ใช้ลำเลเซอร์ส่องบริเวณพื้นผิวชิ้นงานตำแหน่งที่ต้องการ โดยขนาดของจุดหรือตำแหน่งจะถูกกำหนดโดยเอฟเฟกต์การเลี้ยวเบนในเลนส์และโดยทั่วไปแล้วจะอยู่ที่  $0.5 \mu\text{m}$  แสงสะท้อนหรือฟลูออเรสเซนซ์จากชิ้นงานที่มีการส่องสว่างนั้นถูกรวบรวมโดย Objective and focused บนรูรับแสง (Aperture) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 ถึง  $100 \mu\text{m}$  แสงที่ผ่านรูรับแสงจะผ่านไปยังดีเทคเตอร์ (Detector) โดยทั่วไปเป็นประเภท Photomultiplier tube (PMT)



รูปที่ 2.31 หลักการของ CLSM [67]

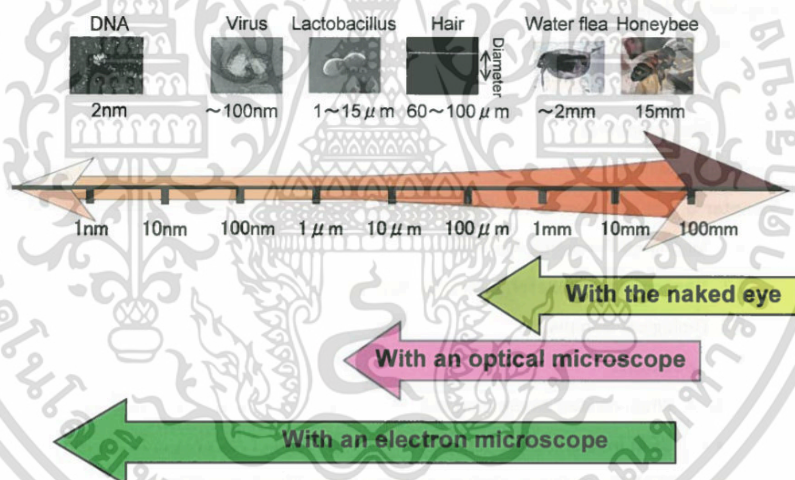
สำหรับการสแกนสามารถทำได้ 2 วิธี คือ (1) ชิ้นงานเคลื่อนที่โดยลำเลเซอร์อยู่กับที่และ (2) ตรงกันข้ามกัน อย่างไรก็ตามทั้งสองวิธีมีทั้งข้อดีและข้อเสีย วิธีสแกนชิ้นงานให้คุณสมบัติการถ่ายภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่สม่ำเสมอทั่วทั้งพื้นที่ เนื่องจากความคลาดเคลื่อนนอกแนวแกนและภาพมืดจะไม่ปรากฏ อย่างไรก็ตาม การเคลื่อนที่สแกนชิ้นงานด้วยความเร็วสูงเป็นเรื่องยากที่จะทำได้โดยเฉพาะอย่างยิ่งชิ้นงานที่ต้องการความแม่นยำสูง ในทางกลับกันการสแกนด้วยลำเลเซอร์มีความแม่นยำน้อย เพราะกลไกการสแกนวางไว้ด้านข้างของ (Microscope objective) ดังนั้นกระทบต่อการขยายภาพของชิ้นงาน นอกจากนั้นขนาดและน้ำหนักของชิ้นงานจึงไม่เป็นปัญหาเมื่อใช้ลำเลเซอร์สแกน ส่วนข้อเสียของลำเลเซอร์สแกน คือ คุณสมบัติการถ่ายภาพจะไม่เหมือนกันทั่วทุกตำแหน่งเนื่องจากความคลาดเคลื่อนนอกแนวแกนและขอบภาพมืด CLSM มีศักยภาพที่สูงกว่ากล้องจุลทรรศน์แบบแสง คือ ได้ภาพที่มีความละเอียดสูงกว่า สามารถสร้างภาพ 3 มิติและยังสามารถวัดความหยาบผิวของชิ้นงานหลังการถ่ายภาพได้

#### 2.2.4.3 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope) [68]

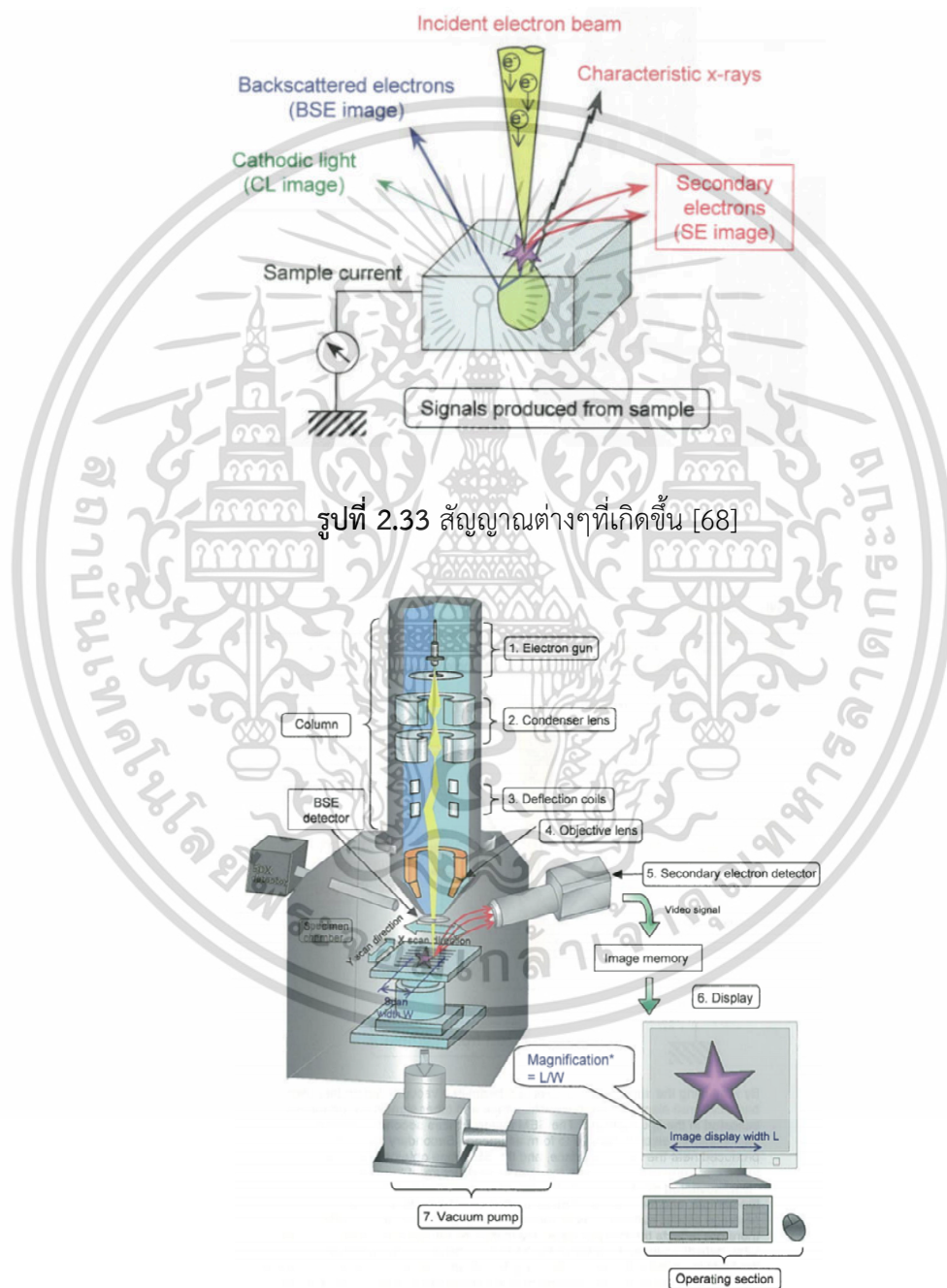
ปกติมนุษย์สามารถมองเห็นสิ่งต่างๆได้ด้วยตาตั้งแต่ประมาณ 0.1 mm เมื่อต้องการตรวจสอบขนาดที่เล็กกว่านี้จึงจำเป็นต้องใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical microscope) หรือ กล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ลำอิเล็กตรอน (Electron microscope) สำหรับตรวจสอบ เมื่อเปรียบเทียบการตรวจสอบด้วยสายตาและกล้องจุลทรรศน์แสดงไว้ดังรูปที่ 2.32



รูปที่ 2.32 การเปรียบเทียบการตรวจสอบด้วยสายตาและกล้องจุลทรรศน์ [68]

กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) เป็นอุปกรณ์ที่ใช้ลำอิเล็กตรอน (Electron beam) สแกนบนพื้นผิวตัวอย่างในระบบสุญญากาศ โดยตรวจสอบข้อมูล (สัญญาณ) ที่เกิดขึ้นจากตัวอย่างและแสดงผลรูปพื้นผิวตัวอย่างผ่านจอภาพ สัญญาณที่เกิดขึ้นจากตัวอย่างแสดงดังรูปที่ 2.33 จากการฉายลำอิเล็กตรอนบนตัวอย่างในสุญญากาศ แสดงสัญญาณ Secondary electrons (SE) และ Backscattered electrons (BSE) นอกจากนั้นยังมี X-rays และสัญญาณอื่นเกิดขึ้น สำหรับ SE และ BE ทำให้เกิดภาพที่แตกต่างกัน โดยสัญญาณ SE ภาพที่ได้ใกล้เคียงกับตัวอย่างที่ตรวจสอบ อิเล็กตรอนที่สะท้อนให้โครงสร้างตัวอย่างที่ละเอียด และภาพที่ได้จาก BSE สะท้อนให้เห็นถึง

การเรียงของอะตอมที่โดดเด่นและจำนวนอิเล็กตรอนขึ้นอยู่กับส่วนประกอบต่างๆของตัวอย่าง เช่น เลขเชิงอะตอมเฉลี่ย (Average atomic number) และการจัดเรียงตัวของผลึก (Crystal orientation) เป็นต้น ภาพที่ได้จาก BSE จึงสะท้อนการกระจายตัวของส่วนประกอบบนพื้นผิวตัวอย่าง นอกจากนั้นตัวตรวจจับ X-rays สามารถติดเพิ่มเข้ากับ SEM สำหรับการวิเคราะห์ธาตุหรือองค์ประกอบทางเคมี สำหรับส่วนประกอบเบื้องต้นและหลักการทำงานโดยรวมของ SEM แสดงดังรูปที่ 2.34

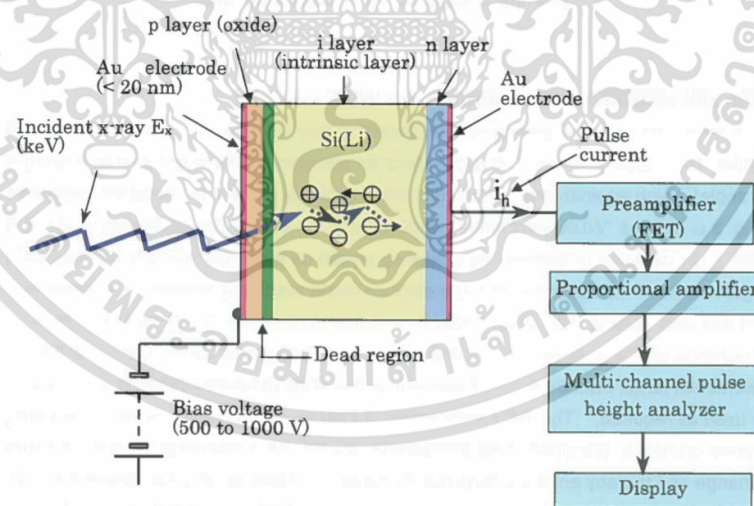


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนประกอบหลักของ SEM ประกอบด้วย Column, Specimen chamber, ส่วนแสดงผลและควบคุม (Display and operating) ภายใน Column เป็นระบบสุญญากาศ High vacuum และอิเล็กตรอนเกิดขึ้นโดยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun)

#### 2.2.4.4 EDS

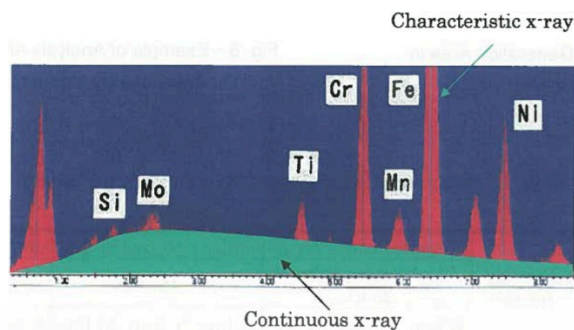
สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีผ่านอุปกรณ์ตรวจจับ X-rays ที่ติดตั้งเข้ากับ SEM ผ่านการฉายลำอิเล็กตรอนบนพื้นผิวชิ้นงาน โดยทั่วไปอุปกรณ์ตรวจจับเป็นแบบ Solid state detector (SSD) ที่ใช้สำหรับ Energy-dispersive X-ray spectrometer (EDS) คือ ดีเทคเตอร์ Si(Li) กับ  $\text{Li}^+$  ions เป็นการแพร่ใน p-type single crystal Si ไปยังเป้าตัวรับสัญญาณ สำหรับพลังงานที่ได้รับเป็นคู่ของอิเล็กตรอนและช่องว่างในดีเทคเตอร์ Si(Li) พลังงานไอออนมีประมาณ 3.9 eV อย่างไรก็ตามคู่อิเล็กตรอนและช่องว่างเกิดขึ้นจากแรงขับพลังงาน X-ray ที่เกิดขึ้นและกระแสของพัลส์ (Pulse current) มีความสูงสอดคล้องกับจำนวนที่ออกมา นอกจากนั้นชั้น i (i layer) เกิดขึ้นในความหนาหลายมิลลิเมตร ลักษณะของ X-ray มีพลังงานกว้างในช่วงไม่กี่ร้อย eV ถึงไม่กี่สิบ keV ที่สามารถตรวจพบ สัญญาณไฟฟ้า (Signal current) ถูกขยายโดยส่วนขยาย (Preamplifier) รูปแบบของคลื่นพัลส์มีรูปร่างกับการขยายสัดส่วน (Proportional amplifier) และส่งไปที่ส่วนวิเคราะห์ความสูงของพัลส์ (Multi-channel pulse height analyzer) และแสดงผล การทำงานของดีเทคเตอร์ Si(Li) สำหรับ EDS แสดงดังรูปที่ 2.35 นอกจากนั้นในการทำงานดีเทคเตอร์ Si(Li) และส่วนขยายสัญญาณสามารถลดอุณหภูมิได้โดยใช้ไนโตรเจนเหลว (Liquid nitrogen)



รูปที่ 2.35 การทำงานของ Si(Li) detector สำหรับ EDS [68]

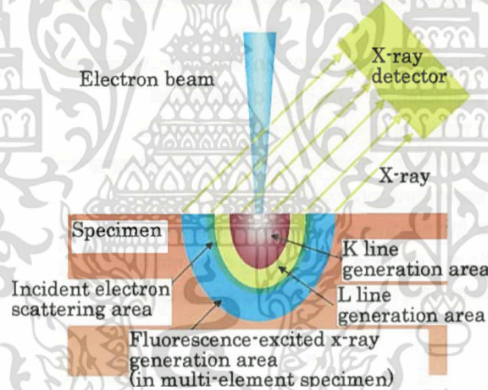
ลักษณะของ X-ray spectrum ของชิ้นงานตัวอย่างเหล็กกล้าไร้สนิมที่ได้จากการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.36 ตรวจสอบโดย EDS ที่ติดตั้งเข้ากับ SEM ลักษณะของ X-ray แสดงพีกเล็กกว้าง และเมื่อจุดศูนย์กลางพลังงานของแต่ละพีกสามารถทำให้ทราบถึงปริมาณธาตุที่พบในตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

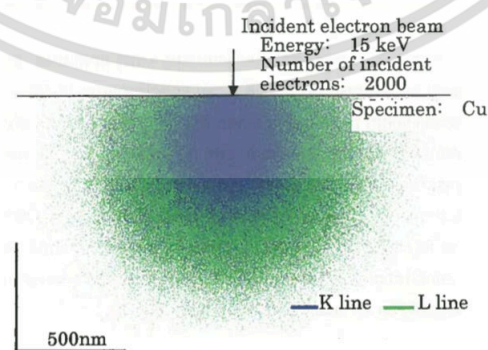


รูปที่ 2.36 X-ray spectrum ของชิ้นงานตัวอย่างเหล็กกล้าไร้สนิม [68]

การวิเคราะห์ของ X-ray ที่ติดอยู่กับ SEM เป็นการวิเคราะห์เก็บข้อมูลในพื้นที่ระดับไมโครเมตร รูปที่ 2.37 แสดงพลังงาน X-ray ปฐมภูมิที่เกิดขึ้นในตัวอย่าง อย่างไรก็ตามโดยทั่วไปพื้นที่ของ K line เล็กกว่า L line โดยความสัมพันธ์นี้สามารถแสดงได้โดยการจำลองของ Monte Carlo ขณะที่ตัวอย่างทองแดงในการจำลองแสดงดังรูปที่ 2.38 และจากการประมาณพื้นที่ X-ray ของธาตุหลักแสดงดังตารางที่ 2.11



รูปที่ 2.37 พลังงาน X-ray ปฐมภูมิที่เกิดขึ้นในตัวอย่าง [68]



รูปที่ 2.38 ตัวอย่างทองแดงจากการจำลองของ Monte Carlo [68]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.11 ประมาณพื้นที่ X-ray ของธาตุหลัก [68]

Element	Atomic number	Density (g/cm <sup>3</sup> )	Approximate x-ray generation area (radius um but nm in shaded cells)								
			25 kV			15 kV			5 kV		
			K line	L line	M line	K line	L line	M line	K line	L line	M line
C (Graphite)	6	2.22	5.99			2.52			423		
Mg	12	1.74	7.62	7.62		3.29	3.29		475	533	
Al	13	2.70	4.90	4.90		2.11	2.11		287	288	
Si	14	2.33	5.63	5.63		2.31	2.43		352	458	
S	16	2.07	6.73	6.89		2.57	2.93		326	453	
Ca	20	1.55	8.01	8.33		3.23	3.45		205	545	
Ti	22	4.54	2.52	2.73		1.07	1.16		23.0	180	
Cr	24	7.19	1.56	1.71		635	717			110	
Fe	26	7.87	1.41	1.51		532	638			98.2	
Cu	29	8.96	1.18	1.26		406	547			77.9	
Ge	32	5.36	2.00	2.11		575	883			133	
Mo	42	10.2	548	884	1.02		413	433		56.6	70.2
Pb	46	12.0	138	748	854		182	364		45.6	56.7
Sn	50	7.30		1.19	1.41		540	580		46.2	93.3
Ta	73	16.6		458	529		182	236			36.5
W	74	19.3		443	529		160	197			32.7
Pt	78	21.4		352	454		122	175			27.6

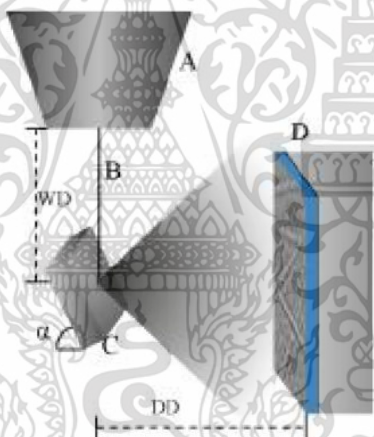
#### 2.2.4.5 EBSD [69, 70]

EBSD ดีเทคเตอร์ (Detector) เป็นอุปกรณ์ที่ติดอยู่กับ SEM หรือ Fe-SEM โดยดีเทคเตอร์ประกอบด้วยจอฟอสเฟอร์ (Phosphor screen) และกล้อง CCD ที่ต่อเข้ากับคอมพิวเตอร์เพื่อแสดงภาพ โดยทั่วไปแล้วชิ้นงานจะเอียง 70 ° จากแกนแนวนอน เพื่อให้ได้ Patterns ที่มีความคมชัดเพียงพอ รูปที่ 2.39 แสดงองค์ประกอบและการทำงานของ EBSD โดยที่ A คือ คอลัมน์อิเล็กตรอน (Electron column) B คือ ลำอิเล็กตรอน (Electron beam) C คือ ชิ้นงานตัวอย่างและ D คือ EBSD ดีเทคเตอร์ การเกิดรูปแบบ (Pattern formation) อิเล็กตรอนที่ถูกยิงมาจากกล้องจุลทรรศน์แบบแสงเมื่อลำอิเล็กตรอนชนกับตัวอย่าง อิเล็กตรอนขนาดเล็กภายในผลึกจะกระจายและเลี้ยวเบน (Diffracted) โดยการเลี้ยวเบนเกิดขึ้นตามสมการ Bragg's

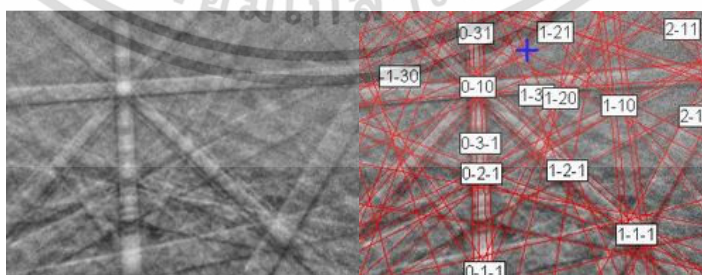
$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.37)$$

เมื่อ  $n$  คือ ลำดับการสะท้อน (Reflection)  $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของลำอิเล็กตรอน  $d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (หรือเรียกว่า d-spacing) และ  $\theta$  คือ มุมตกกระทบของอิเล็กตรอนบนระนาบของผลึก

สำหรับ  $\lambda$  ขึ้นอยู่กับแรงดันไฟฟ้า (Acceleration voltage) แรงดันไฟฟ้าที่ลดลงจะทำให้มีความยาวคลื่นที่ยาวขึ้น ดังนั้นอิเล็กตรอนที่เลี้ยวเบนโดยระนาบของผลึกไปตกกระทบบนจอฟอสเฟอร์ที่ทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนที่ถูกเลี้ยวเบนจนทำให้เกิดภาพแถบหลายชั้นหรือเรียกว่า แถบคิกูชิ (Kikuchi band) แถบคิกูชิจะบ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึก (Crystalline structure) และทิศทางการวางตัวของผลึก โดยองค์ประกอบของแถบจะขึ้นอยู่กับสมบัติที่แตกต่างกันของแลตทิส ความกว้างของแถบคิกูชิสัมพันธ์กับระยะห่างระหว่างระนาบผลึกรูปร่างของแถบที่เกิดขึ้นแสดงให้เห็นโครงร่างผลึก (Crystal lattice) แถบคิกูชิและการประมวลผลจากโปรแกรมคอมพิวเตอร์เพื่อบอกทิศทางการวางตัวของแต่ละระนาบผลึก (Crystal plane) แสดงดังรูปที่ 2.40



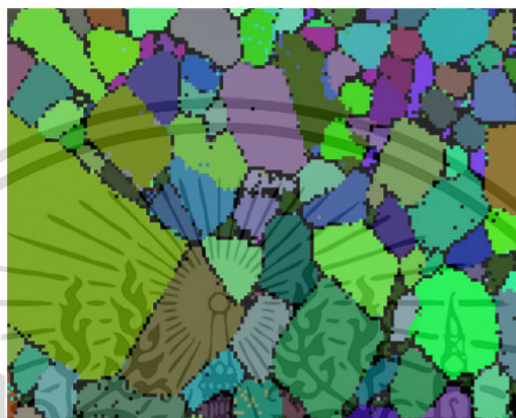
รูปที่ 2.39 องค์ประกอบและการทำงานของ EBSD [69]



รูปที่ 2.40 แถบคิกูชิและการวางตัวของแต่ละระนาบผลึก [71]

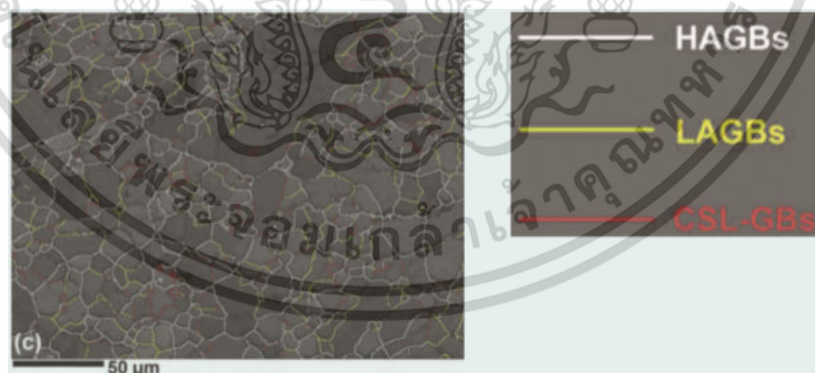
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แถบคิกูซีเมื่อนำไปวิเคราะห์ผลต่อด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์จะได้ข้อมูลทิศทางการจัดเรียงตัวของผลึกในวัสดุ เช่น EBSD Map เพื่อให้เห็นความแตกต่าง การเกิดเกรน ระบุขอบเกรน เป็นต้น โดยสีต่างๆจากการ Map จะแสดงให้เห็นการจัดเรียงตัวที่แตกต่างดังรูปที่ 2.41 แสดงความแตกต่างของเกรนและการจัดเรียงตัว โดยพิกเซลสีดำ (Black pixels) ในรูปเป็นพิกเซลที่ไม่มีดัชนี (Non-indexed pixels) หรือเรียกว่า Zero solutions



รูปที่ 2.41 EBSD map ของเกรน [69]

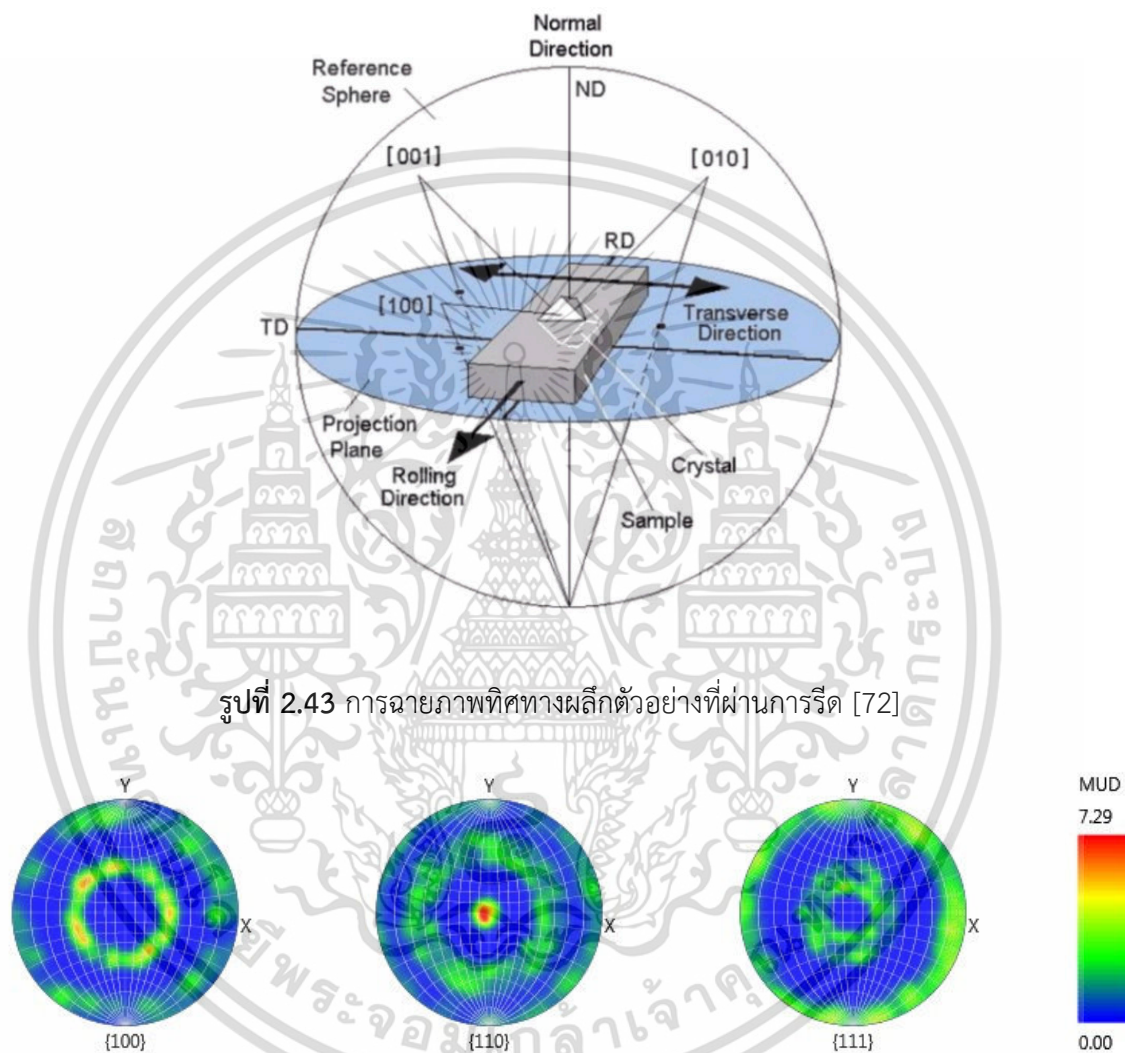
การศึกษาเกี่ยวกับขอบเกรน เช่น ขอบเกรนแบบมุมต่ำ ขอบเกรนแบบมุมสูงและ ขอบเกรนแบบ CSL ดังรูปที่ 2.42 สามารถทำได้โดยให้โปรแกรมแสดงเส้นของขอบเกรนแบบต่างๆ เพื่อใช้เป็นข้อมูลสำหรับวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคต่อไป



รูปที่ 2.42 ขอบเกรนแบบต่างๆ [70]

Pole figure (PF) หรือแผนภาพโพล เป็นการแสดงพื้นผิวของผลึก โดยปกติแล้วเป็นการฉายภาพสามมิติของทิศทางผลึกที่เกิดขึ้นของเกรนในวัสดุ ตัวอย่างสำหรับการศึกษาพื้นผิว (Texture) ของวัสดุที่ผ่านการรีดแกนของการฉายภาพสามารถปรับให้เข้ากับแนวแกนของตัวอย่าง ปกติตัวอย่างมี

ศูนย์กลางของการฉายภาพและทิศทางการหมุนถูกเลือกให้อยู่ทางด้านขวาหรือด้านบนของการฉาย (Projection) จากรูปที่ 2.43 แสดงการพล็อตทิศทางของระนาบผลึกปกติ ขณะที่ Pole figure (hkl) แสดงการกระจายตัว (Distribution) ของ {hkl} pole ในตัวอย่าง และสำหรับตัวอย่าง Pole figure ของทองเหลืองที่แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงตัวที่ Strong ของ {110} ขนาดกับแกน Z แสดงดังรูปที่ 2.44

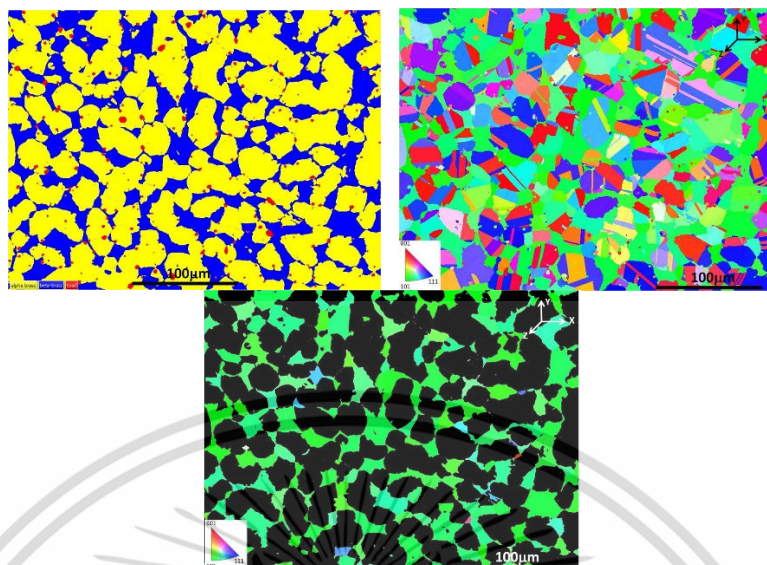


รูปที่ 2.43 การฉายภาพทิศทางผลึกตัวอย่างที่ผ่านการรีด [72]

รูปที่ 2.44 PF ของทองเหลืองผสมตะกั่ว [73]

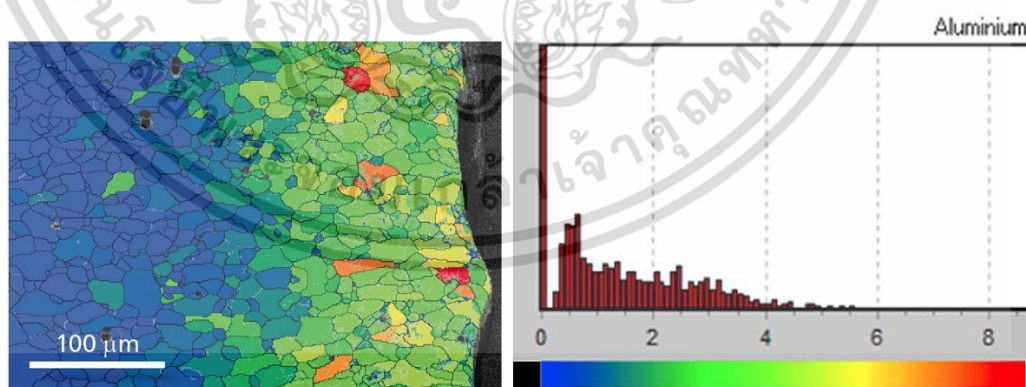
นอกจากนั้น Inverse pole figure (IPF) ถูกนำมาใช้ในการอธิบายการจัดเรียงตัวของผลึกสำหรับตัวอย่าง โดย IPF มีการแบ่งให้เห็นการจัดเรียงตัวที่แตกต่างกันโดยใช้การสีที่แตกต่างกันในแต่ละเฟสและระนาบ เช่น {100} {110} และ {111} รูปที่ 2.45 แสดงให้เห็นทุกเฟสที่เกิดขึ้นของทองเหลืองผสมตะกั่ว โดย 2.45 (a) แสดง 3 เฟสที่เกิดขึ้น คือ ตะกั่ว  $\alpha$  ทองเหลืองและ  $\beta$  ทองเหลือง แทนด้วยสีแดง เหลืองและน้ำเงินตามลำดับ สำหรับ 2.45 (b) แสดง IPF ในแนวแกน Z ของทุกเฟส และ 2.45 (c) IPF ในแนวแกน Z ของเฟส  $\beta$  ทองเหลืองซึ่งแทนด้วยสีเขียว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.45 โครงสร้างทองเหลืองผสมตะกั่ว (a) Phase map (b) IPF-Z map และ (c) IPF-Z map ของ เฟส  $\beta$  [73]

Grain orientation spread (GOS) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ความเครียดที่เกิดขึ้นในวัสดุเบื้องต้น แสดงให้เห็นความผิดปกติการกระจายตัวแบบพิเศษ แต่ละเกรนในพื้นที่ที่ตรวจสอบ โดย GOS จะวัดระดับของการเปลี่ยนแปลงการจัดเรียงตัวพิคเซลทุกพิคเซลในเกรนและการวางแนวเฉลี่ยของเกรน เกรนจะถูกแสดงความแตกต่างด้วยสี เกรนที่มีระดับความเครียดสูงจะถูกวัดโดย Internal degree ของ Lattice rotation ตัวอย่างรูปที่ 2.46 แถบสีเหลืองแดง ที่แสดงในอีตโตแกรมในตัวอย่างแสดงให้เห็นเกรนมีระดับความเครียดสูงอยู่ใกล้กับพื้นผิวภายในบริเวณที่เกิดความเสียหาย [74]

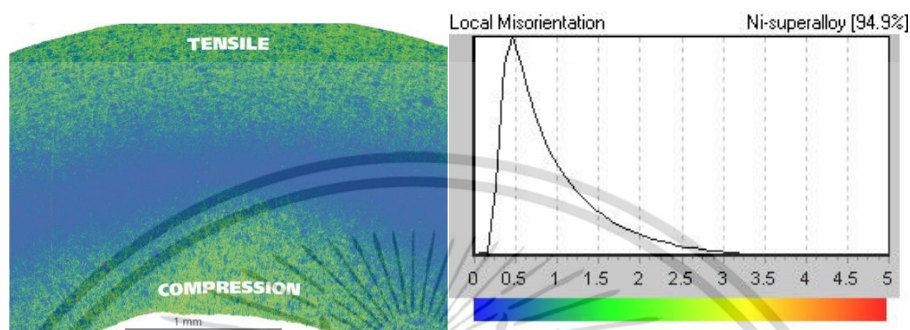


รูปที่ 2.46 GOS ในโครงสร้างอลูมิเนียม [74]

สำหรับภายในโครงสร้างจุลภาคความเครียดที่เกิดขึ้นจากกระบวนการเป็นสิ่งสำคัญ สำหรับการนำมาใช้ในการอธิบาย ซึ่งการวิเคราะห์โดยใช้ Kernel average misorientation หรือ KAM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

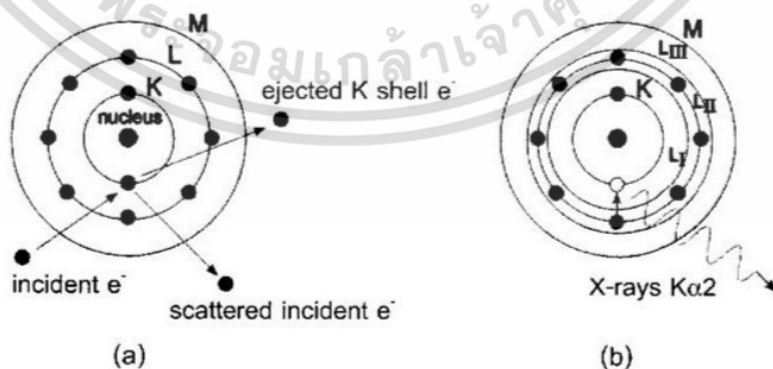
จะแสดงให้เห็นแนวโน้มของความเครียดที่มีอยู่ในโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่าง รูปที่ 2.47 แสดงการทำ KAM ของแผ่นนิกเกิล (Ni) ที่ใช้เป็นชิ้นส่วนในการผลิตท่อส่งก๊าซ ผลจาก KAM สามารถระบุตำแหน่งที่มีความเข้มข้นของความเครียดจึงสามารถประเมินได้ในชิ้นงานดังกล่าวถึงความเครียดของแรงดึงและแรงอัดที่เกิดขึ้น



รูปที่ 2.47 KAM ของนิกเกิลกับความเครียดของแรงดึงและแรงอัดที่เกิดขึ้น [73]

#### 2.2.4.6 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction) [75]

รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีลักษณะพิเศษคือ มีลักษณะเป็นยอดแหลมบนเส้นสเปกตรัมแบบต่อเนื่อง รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเกิดจากการลดระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอมที่ถูกกระตุ้น และเนื่องจากรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าพลังงานที่แน่นอนตามชนิดของธาตุทำให้สามารถนำรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะไปใช้วิเคราะห์ชนิดของธาตุที่อยู่ในสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะดังรูปที่ 2.48 (a) เมื่อมีการชนกันของอิเล็กตรอนที่พุ่งชนกับอิเล็กตรอนชั้นใน อิเล็กตรอนที่พุ่งชนถูกกระเจิงออกมาหลังจากถูกชน และอิเล็กตรอนชั้นในก็หลุดออกมาจากวงชั้น K และ (b) เกิดการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนวงนอก เข้าสู่วงชั้นในที่ว่างอยู่จะเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะขึ้น



รูปที่ 2.48 การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ [75]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอมเป็นสถานะทางควอนตัม โดยแต่ละระดับพลังงานจะถูกกำหนดด้วยเลขควอนตัม  $n, l, j$  และการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอนจะเป็นไปตามกฎการคัดเลือก (Selection rule) ดังนี้  $\Delta l = \pm 1$  และ  $\Delta j = 0, \pm 1$

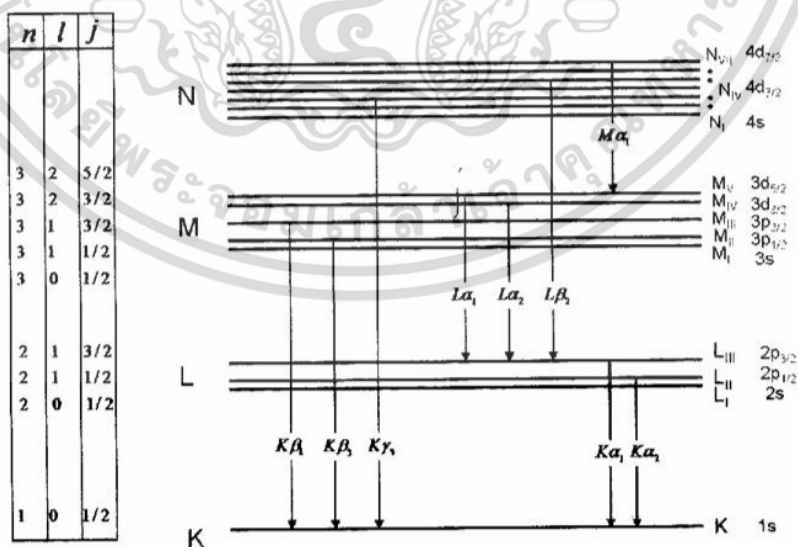
จากรูปที่ 2.49 สังเกตว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอนบางค่าที่ไม่สามารถเกิดขึ้นได้ เนื่องจากไม่เป็นไปตามกฎการคัดเลือกของควอนตัม ยกตัวอย่างเช่น จากชั้น  $L_i$  ( $2s; l = 0$ ) มายังชั้น  $K$  ( $1s; l = 0$ ) จะได้  $\Delta l = 0$  ซึ่งไม่ตรงกับกฎการคัดเลือกคือ  $\Delta l = \pm 1$

กรณีอนุกรมเค (K-series) เมื่ออิเล็กตรอนในชั้น  $K$  ได้รับพลังงานที่มากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนซึ่งอาจมาจากลำอิเล็กตรอนหรือรังสีเอกซ์ก็ได้ แล้วทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากอะตอม อิเล็กตรอนในชั้นถัดไป เช่น  $L, M, N, \dots$  จะลงมาแทนที่โดยขณะที่มีการเปลี่ยนชั้นของอิเล็กตรอนอะตอมก็จะปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา และเรียกรังสีเอกซ์ที่ออกมาเรียกว่า  $K$  X-rays และเช่นเดียวกันสำหรับกรณีอนุกรมแอล (L-series) จะเป็นการแทนที่อิเล็กตรอนในชั้น  $L$  ที่หายไปด้วยอิเล็กตรอนจากชั้น  $M, N, \dots$  และในรังสีเอกซ์ที่เรียกว่า  $L$  X-rays ออกมา เป็นต้น

โดยที่ค่าความยาวคลื่นที่เกิดขึ้นนั้นสัมพันธ์กับผลต่างของระดับชั้นพลังงาน ดังนี้

$$\lambda = \frac{hc}{\Delta E} \quad (2.38)$$

โดยที่  $\Delta E$  คือ ผลต่างของระดับชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนที่เกิดเปลี่ยนชั้น เช่น อิเล็กตรอนเปลี่ยนจากชั้นที่  $n=2$  (หรือชั้น  $L$ ) มาที่  $n=1$  (หรือชั้น  $K$ ) จะได้  $\Delta E = E(n-2) - E(n-1)$



รูปที่ 2.49 การเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนตามกฎการคัดเลือก [75]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่า มีความเป็นไปได้ที่จะเกิดรังสีที่หลายความยาวคลื่น จึงจำเป็นต้องมีตัวแยกรังสีเอกซ์ที่ความยาวคลื่นที่ต้องการเฉพาะ โดยแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์จะมีตัวแยกแสงเอกรงค์ (Monochromator) ที่ใช้ในการแยกรังสีให้ได้รังสีที่มีความยาวคลื่นที่ต้องการ ซึ่งความยาวคลื่นส่วนใหญ่ที่ใช้คือ  $K\alpha$  เนื่องจากมีความเข้มสูงสุดเมื่อเทียบกับความยาวคลื่นอื่น บางครั้งจะมีตัวแยกแสงเอกรงค์เพิ่มขึ้นอีกตัวหนึ่ง เพื่อใช้แยก  $K\alpha_1$  และ  $K\alpha_2$  ในกรณีที่ไม่มีการแยก  $K\alpha_1$  และ  $K\alpha_2$  เราจะเลือกใช้ความยาวคลื่นเฉลี่ยของทั้ง  $K\alpha_1$  และ  $K\alpha_2$  ซึ่งถ้าพิจารณาจากความเข้มของ  $K\alpha_1$  มากกว่าความเข้มของ  $K\alpha_2$  อยู่ประมาณ 2 เท่า (ส่วนความเข้มของ  $K\alpha_1$  มากกว่าความเข้มของ  $K\beta$  อยู่ประมาณ 5 เท่า) ตัวอย่างความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ของตัวอย่าง ดังตารางที่ 2.12 ดังนั้นความยาวคลื่นที่พิจารณาคือ

$$\lambda(K\alpha) = \frac{2}{3} \lambda(K\alpha_1) + \frac{1}{3} \lambda(K\alpha_2) \quad (2.39)$$

$$* \frac{1}{3} (2K\alpha_1 + K\alpha_2) = K\alpha \quad (2.40)$$

ตารางที่ 2.12 ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (หน่วย Å) ของเป่าโลหะต่างชนิด [75]

Element	$K\alpha$	$K\alpha_1$	$K\alpha_2$	$K\beta_1$
Cr	2.29100	2.28970	2.293606	2.08487
Fe	1.937355	1.936042	1.939980	1.75661
Co	1.790260	1.788965	1.792850	1.62079
Cu	1.541838	1.540562	1.544390	1.392218
Mo	0.710730	0.709300	0.713590	0.632288

#### 2.2.4.6.1 ทฤษฎีพื้นฐานของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ทฤษฎีพื้นฐานของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคการตรวจสอบโครงสร้างผลึกที่นักทดลองใช้อย่างแพร่หลาย และมักจะพบเห็นการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้บ่อยครั้งในบทความวิชาการ จึงจำเป็นที่จะต้องมีความรู้ความเข้าใจที่ถูกต้องเกี่ยวกับทฤษฎีของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ กล่าวถึงทฤษฎีของแบรกก์ ผลของความเข้มที่ได้จากระนาบการเลี้ยวเบน รวมถึงความกว้างของพีคการเลี้ยวเบน จากนั้นจะกล่าวถึงส่วนประกอบของเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

คลื่นมีสมบัติเฉพาะอยู่ 4 ประการ คือ การสะท้อน (Reflection) การแทรกสอด (Interference) การหักเห (Refraction) และการเลี้ยวเบน (Diffraction) ในที่นี้จะกล่าวถึงปรากฏการณ์การแทรกสอดของคลื่นรังสีเอกซ์ กล่าวคือ ถ้าคลื่นตกกระทบและสะท้อนออกมาจากระนาบผลึกชั้นติดกัน ซึ่งเปรียบเสมือนว่า รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ตกกระทบบนผลึกและผลึกทำหน้าที่เหมือนเกรตติง จะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมเมื่อผลต่างของเส้นทางคลื่นสองเส้นทางหรือความแตกต่าง

ระหว่างเส้นทางเดิน (Path difference) นั้นเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบ แต่ถ้าผลต่างของเส้นทางคลื่นทั้งสองเส้นทางเป็นครึ่งหนึ่งของจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบ จะเกิดการแทรกสอดแบบหักล้าง นิยมเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction: XRD)

ทฤษฎีการเลี้ยวเบนนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลายด้าน ไม่ว่าจะเป็นเป็นการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope) หรือเรียกแบบย่อว่า TEM การวิเคราะห์วัดความกระจายขนาดอนุภาคโดยใช้เทคนิคการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสงเลเซอร์ และการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ซึ่งจะเป็นหัวข้อหลักที่จะกล่าวในที่นี้ ตัวอย่างการวิเคราะห์สสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction: XRD) ประกอบด้วยกฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ความเข้มที่ได้จากระนาบการเลี้ยวเบน (Diffracted intensity) และความกว้างของพีคการเลี้ยวเบน (Peak width)

#### 2.2.4.6.2 กฎของแบรกก์ (Bragg's Law)

การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นวิธีที่นำมาใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึกของสสาร (Crystal structure) ขนาดของผลึก (Crystallite size) และความเครียดของสสาร (Strain) ข้อดีของการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์คือ เป็นวิธีที่ไม่ทำลายสสารตัวอย่าง และไม่จำเป็นต้องทดลองในสุญญากาศ เพียงอาศัยหลักการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสสารตัวอย่างที่มุมต่างๆ และนำผลการวิเคราะห์ที่ได้ไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลเพื่อระบุถึงประเภทของสสาร เนื่องด้วยรังสีเอกซ์มีความยาวคลื่นที่สั้นในช่วง  $10^{-8}$ – $10^{-10}$  m ซึ่งความยาวคลื่นดังกล่าวมีขนาดใกล้เคียงกับระยะห่างระหว่างอะตอมมาก ระยะห่างระหว่างอะตอมส่วนใหญ่อยู่ในช่วง 2-4 Å จึงทำให้รังสีเอกซ์ถูกนำไปใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึกของสสาร เช่น ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice constants) ของวัสดุ สำหรับค่าคงที่แลตทิซโดยทั่วไปมีค่าในระดับขนาด 2-10 Å โดยหลักเกณฑ์การหาค่าคงที่แลตทิซนั้นสามารถอธิบายได้ด้วยกฎของแบรกก์ (Bragg's law) เมื่อ ค.ศ. 1912 วิลเลียม เฮนรี แบรกก์ (William Henry Bragg: W.H. Bragg) และวิลเลียม ลอว์เรนซ์ แบรกก์ (William Lawrence Bragg: W.L. Bragg) นักวิทยาศาสตร์สองพ่อลูกชาวอังกฤษได้เสนอแนวคิดที่สำคัญสำหรับการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยผลึก กล่าวคือ ให้อะตอมในผลึกมีลักษณะการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและเป็นชั้นๆ โดยที่แต่ละชั้นคือระนาบของอะตอม (Plane of atoms) และระนาบเหล่านี้สามารถสะท้อนคลื่นที่ตกกระทบ โดยที่มุมตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน กฎของแบรกก์ สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 2.50 เมื่อรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าหนึ่ง ตกกระทบแล้วสะท้อนบนระนาบที่ 1 และ 2 (รังสี 11' และ 22') ของระนาบผลึก จะเกิดการแทรกสอดกันของคลื่นทั้งสองขบวน ถ้าความแตกต่างระหว่างเส้นทางเดิน (Path difference) ของรังสีที่ 11' และ 22' ซึ่งเท่ากับ  $AD + DC = 2d \sin \theta$  มีค่าต่างกันเท่ากับจำนวนเต็มเท่าของความยาวคลื่น ( $n\lambda$ ) จะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันทำให้ได้ความเข้มของรังสีมากที่สุด ซึ่งพิจารณาได้ตามสมการ (2.37) เช่นกัน เมื่อ  $d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (หรือเรียกว่า d-spacing)  $\theta$  คือ มุมที่รังสีเอกซ์ตกกระทบทำกับระนาบของผลึก  $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ และ  $n$  คือ จำนวนเต็ม และสมการที่ (2.37) สามารถเขียนได้เป็น

$$2 \frac{d}{n} \sin \theta = 2d' \sin \theta = \lambda \quad (2.41)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ  $d' = \frac{d}{n}$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก  $d$ หารด้วยตัวเลขจำนวน

เต็ม  $n$  หรือเป็นระยะห่างระหว่างระนาบ  $(nh, 0, 0)$  นั่นเอง เมื่อมุม  $\theta$  เป็นไปตามสมการของแบรกก์ นั่นคือ เป็นมุมตกกระทบที่ทำให้ความเข้มของการเลี้ยวเบนมากที่สุดตามระนาบการเลี้ยวเบน (Diffraction planes) นั่นๆ จะเรียกมุมนั้นว่า มุมแบรกก์ ( $\theta_B$ ) (Bragg's angle) ระนาบของการเลี้ยวเบนสามารถมีอยู่หลายระนาบซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของโครงสร้างผลึก โดยจะเป็นเอกลักษณ์เฉพาะตัวบอกด้วยดัชนีมิลเลอร์ ( $hkl$ ) ลักษณะวัสดุที่สามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะต้องมีโครงสร้างผลึกภายใน โดยที่วัสดุนั้นจะต้องมีสถานะเป็นของแข็ง สามารถอยู่ในรูปของฟิล์มหนา ฟิล์มบาง ผง ก้อน หรือแผ่น เป็นต้น ในที่นี้จะกล่าวเฉพาะการศึกษาโครงสร้างผลึกของสสารของแข็งโดยการวิเคราะห์ข้อมูลแบบ  $\theta - 2\theta$  ซึ่งสอดคล้องกับสมการของแบรกก์ที่กล่าวไปแล้ว



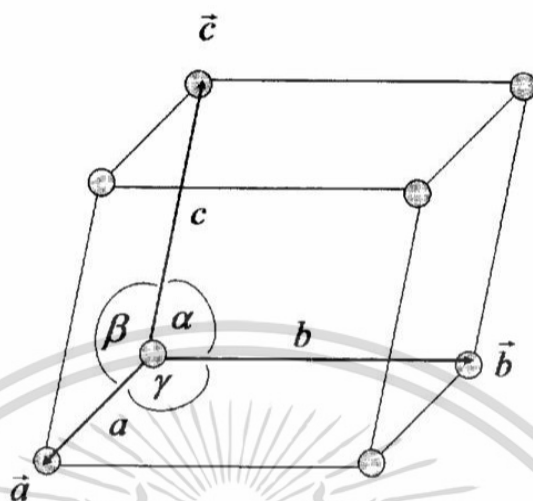
รูปที่ 2.50 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์โดยผลึก [75]

ของแข็งแต่ละชนิดประกอบด้วยอะตอมชนิดเดียวกันหรือต่างชนิดกันเรียงตัวเป็นผลึกด้วยรูปแบบต่างๆ เช่น ลูกบาศก์หรือคิวบิก (Cubic) เตตราโกนัล (Tetragonal) และออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) เป็นต้น ในการทำการทดลอง หากทราบความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้และมุมการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้น เมื่อแทนค่าเหล่านี้เข้าไปในสมการของแบรกก์ จะสามารถคำนวณหาค่าของระยะห่างระหว่างระนาบนั้นได้ ในการหาค่าคงที่แลตทิซจะใช้ความสัมพันธ์ระหว่างระนาบการเลี้ยวเบน ( $hkl$ ) (Planes of diffraction) ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก ( $d$ -spacing) และค่าคงที่แลตทิซ (Lattice constant ตามชนิดของโครงสร้างผลึกแสดงดังในตารางที่ 2.13

เมื่อ  $a, b, c$  เป็นด้านแต่ละด้านของหน่วยเซลล์ (Unit cell)  $\alpha$  เป็นมุมระหว่าง  $b$  กับ  $c$   $\beta$  เป็นมุมระหว่าง  $a$  กับ  $c$  และ  $\gamma$  เป็นมุมระหว่าง  $a$  กับ  $b$  แสดงดังรูปที่ 2.51 ในที่นี้จะยกตัวอย่างความสัมพันธ์ระหว่างระนาบการเลี้ยวเบน ( $hkl$ ) ค่าคงที่แลตทิซ ( $a, b, c$ ) และมุมการเลี้ยวเบน สำหรับสสารที่มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก สามารถเขียนได้ดังสมการที่ (2.42-2.44)

**ตารางที่ 2.13** ความสัมพันธ์ระหว่างระนาบการเลี้ยวเบน ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและค่าคงที่แลตทิซ [75]

ชนิดของโครงสร้างผลึก	ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างระหว่างระนาบผลึกกับค่าคงที่แลตทิซของแต่ละระนาบการเลี้ยวเบน
Cubic $a=b=c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$
Tetragonal $a=b \neq c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Orthorhombic $a \neq b \neq c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Rhombohedral (Trigonal) $a=b=c$ $\alpha=\beta=\gamma < 120^\circ \neq 90^\circ$	$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3\cos^2 \alpha + 2\cos^3 \alpha)}$
Hexagonal $a=b \neq c, \alpha=\beta=90^\circ$ $\gamma=120^\circ$	$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$
Monoclinic $a \neq b \neq c$ $\alpha=\gamma=90^\circ \neq \beta$	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left( \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$
Triclinic $a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl)$ $S_{11} = b^2c^2 \sin^2 \alpha, S_{22} = a^2c^2 \sin^2 \beta, S_{33} = a^2b^2 \sin^2 \gamma,$ $S_{12} = abc^2(\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma),$ $S_{23} = a^2bc(\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha),$ $S_{13} = ab^2c(\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta),$ $V = abc \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}$



รูปที่ 2.51 การกำหนดด้านของหน่วยเซลล์และมุมระหว่างด้านแต่ละด้าน [75]

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left( \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right) \quad (2.42)$$

สสารที่มีโครงสร้างเป็นเตตราโกนัล สามารถเขียนได้เป็น

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left( \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) \quad (2.43)$$

สสารที่มีโครงสร้างเป็นออร์โธโรมบิก สามารถเขียนได้เป็น

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left( \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) \quad (2.44)$$

ปัจจุบันมีฐานข้อมูลที่รวบรวมจากกลุ่มวิจัยทั้งทางสาขาทฤษฎีและปฏิบัติหลายกลุ่มโดย The International Union of Crystallography (IUCr) ที่สามารถนำมาใช้เปรียบเทียบกับข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้แก่ มุมของการเลี้ยวเบนและความเข้มสัมพัทธ์ของสสารตัวอย่างที่ไม่ทราบชนิด (Unknown samples) และยังมีโปรแกรมสำเร็จรูปสำหรับฟิตพีคการเลี้ยวเบน ตัวอย่างเช่น CELREF GSAS และ EXPGUI ที่นักวิจัยสามารถนำมาวิเคราะห์ข้อมูลการเลี้ยวเบนได้เช่นกัน

#### 2.2.4.6.3 ความเข้มและความกว้างของพีคจากการเลี้ยวเบน

ความสัมพัทธ์ (Relative intensity) ที่ได้จากระนาบการเลี้ยวเบนของแต่ละสสารจะเป็นลักษณะเฉพาะของสสารนั้นๆ เปรียบเสมือนลายนิ้วมือของมนุษย์ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของ

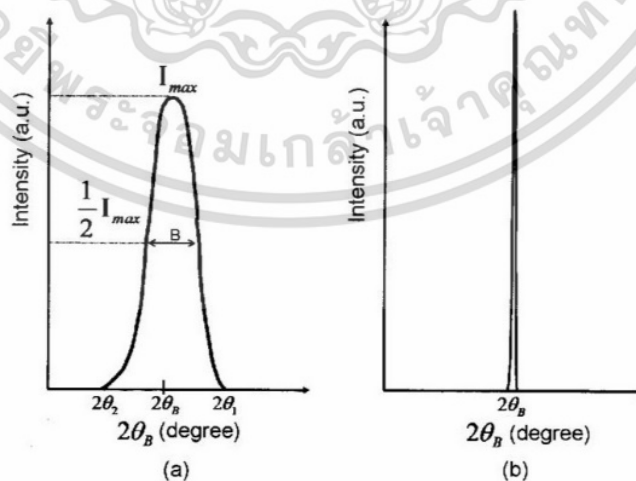
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บุคคลนั้น ความเข้มรวม (Integrated intensity) ของพีคที่มาจากระนาบ ( $hkl$ ) สามารถประมาณได้จากสมการ

$$I = |F_{hkl}|^2 P \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) A(\theta) e^{-2M(\theta)} \quad (2.45)$$

โดยมี 5 ปัจจัยหลักๆ ที่มีอิทธิพลต่อความเข้มรวมของพีค คือ (1) แฟกเตอร์กัระเจิงเชิงอะตอม ( $f$ ) และแฟกเตอร์เชิงโครงสร้าง ( $F$ ) [Atomic scattering factor หรือ Atomic form factor (Atomic property) and Structure form factor: (Crystal property)] (2) แฟกเตอร์จำนวนซ้ำ ( $p$ ) (Multiplicity factor) (3) แฟกเตอร์ลอเรนซ์-โพลาริเซชัน (LP) (Lorentz-Polarization factor) (4) แฟกเตอร์อุณหภูมิ ( $M$ ) (Temperature factor) และ (5) แฟกเตอร์การดูดกลืน ( $A$ ) (Absorption factor)

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกตัวอย่างที่ได้จากเครื่องดิฟแฟรคโทมิเตอร์โดยทั่วไปจะเป็นกราฟระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนกับมุมการเลี้ยวเบน ( $2\theta$ ) โดยที่หน่วยของความเข้มสัมพัทธ์ของรังสีเอกซ์จะเป็นจำนวนนับ (Counts) เนื่องจากความเข้มที่วัดได้ขึ้นอยู่กับเวลาที่ใช้ในการวัดที่มุมการเลี้ยวเบนนั้นๆ บ่อยครั้งจึงเห็นหน่วยของความเข้มสัมพัทธ์เป็น Arbitrary unit (a.u.) รูปที่ 2.52 (a) และ (b) เปรียบเทียบความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนระหว่างของพีคจริงและพีคของอุดมคติ (Ideal peak) ตามลำดับ สังเกตว่าถ้าเป็นพีคอุดมคติ เมื่อมุมการเลี้ยวเบนตรงกับมุมแบรกก์ ( $2\theta_B$ ) ตามสมการแบรกก์แล้ว จะเกิดพีคที่แคบและมีความเข้มสูง แต่ในความเป็นจริงแล้ว พีคของการเลี้ยวเบนจะมีความกว้างซึ่งเกิดขึ้นจากหลายปัจจัย ไม่ว่าจะมาจากปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เอง ได้แก่ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ไม่ได้เป็นความยาวคลื่นเดียว และจากความไม่สมบูรณ์ของสารตัวอย่างกล่าวคือ มีระนาบผลึกที่เรียงกันอย่างไม่เป็นระเบียบ



รูปที่ 2.52 การเลี้ยวเบน (a) ความกว้างของพีคจริง (b) ความกว้างของพีคอุดมคติ [75]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความกว้างของพีคสามารถใช้คำนวณขนาดของผลึกได้ โดยใช้สมการเซอร์เรอร์ (Scherrer's equation)

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \approx \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.46)$$

เมื่อ  $D$  คือ ค่าเฉลี่ยของขนาดผลึก (Average crystallite size)  $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้  $B$  คือ ความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงของพีคของระนาบหนึ่งๆ ในหน่วยเรเดียน  $\theta$  คือ มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์สำหรับระนาบหนึ่งๆ

เป็นที่ทราบกันดีว่าสมการเซอร์เรอร์ (Scherrer's equation) ข้างต้น สามารถใช้คำนวณค่าเฉลี่ยของขนาดผลึกได้ก็ต่อเมื่อสารตัวอย่างนั้นจะต้องไม่มีความเครียดภายในวัสดุ (Strain-free material) ยกตัวอย่างเช่น ในรูปแบบของผลึกผง (Powder) แต่ถ้าสารตัวอย่างอยู่ในรูปแบบอื่น เช่น ฟิล์มบางที่ถูกปลูกบนแผ่นรองรับ จะมีอิทธิพลอื่นที่ทำให้พีคกว้างขึ้น เช่น ความเครียดในฟิล์มบาง ความไม่สมบูรณ์ของผลึกในของแข็งซึ่งมีทั้งแบบเป็นจุด (Point defect) แบบเส้น (Line defect) แบบตามผิวหน้า (Surface defect) และแบบขอบเกรน (Grain boundaries) ในที่นี้เพื่อเป็นการง่ายในการพิจารณา เราจะให้มีแค่ 3 ปัจจัยที่ส่งอิทธิพลในความกว้างของพีคที่วัดได้ ( $B_{\text{observed}} : B_{\text{obs}}$ ) นั่นคือ ขนาดของผลึก ( $B_{\text{size}}$ ) ความเครียดแลตทิซ ( $B_{\text{strain}}$ ) และอิทธิพลจากเครื่องมือ ( $B_{\text{instrument}}$ )

ถ้ามีการฟิตด้วยฟังก์ชัน Gaussian หรือ Lorentzians แต่ละเทอมจะมีการรวมกันดังสมการ

$$(B_{\text{obs}})^2 = (B_{\text{size}})^2 + (B_{\text{strain}})^2 + (B_{\text{instrument}})^2 \quad (2.47)$$

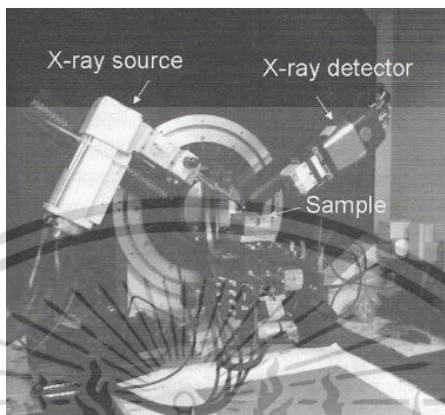
$$(B_{\text{obs}})^2 = \left( \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta_B} \right)^2 + \left( 2 \frac{\Delta d}{d} \tan \theta \right)^2 + (B_{\text{instrument}})^2 \quad (2.48)$$

เมื่อพล็อตระหว่าง  $\frac{(B_{\text{obs}}^2 - B_{\text{instrument}}^2) \cos^2 \theta}{\lambda^2}$  กับ  $\left( \frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2$  จะได้กราฟเป็นเส้นตรง โดยที่ขนาดของเกรนเฉลี่ย  $B$  และเทอม  $\frac{\Delta d}{d}$  หาได้จากมุมตัดแกนตั้งและความชันตามลำดับ วิธีการนี้เรียกว่า การพล็อตแบบวิลเลียมสัน-ฮอลล์ (Williamson-Hall Plot)

#### 2.2.4.6.4 ส่วนประกอบของเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

เครื่องมือที่ใช้วัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มี 2 รูปแบบที่สำคัญ คือ กล้องเดอบาย-เซอร์เรอร์ (Debye-Scherrer camera) และแบรกก์เบรันทาโน-ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (Bragg Brentano diffractometer) ปัจจุบันมีการใช้แบบหลังอย่างกว้างขวางมากกว่าแบบแรก เนื่องจากมีข้อได้เปรียบมากกว่า กล่าวคือ มีการควบคุม เก็บข้อมูล และวิเคราะห์ด้วยคอมพิวเตอร์ ทดแทนความยุ่งยากในการ

ล้างฟิล์มและวิเคราะห์ผลจากเส้นเลี้ยวเบนและความเข้มของเส้นเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้นบนแผ่นฟิล์ม ดังนั้น ในที่นี้จะขอกกล่าวถึงส่วนประกอบของเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เฉพาะแบบแบรกก์-เบรันทาโน ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ดังรูปที่ 2.53



รูปที่ 2.53 เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แบบแบรกก์-เบรันทาโน ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ [75]

ส่วนประกอบของเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (รูปที่ 2.53) มี 3 ส่วนใหญ่ๆ ดังนี้ (1) แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray source) แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ซึ่งจะมีอยู่ภายในเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ทำหน้าที่เป็นตัวกำเนิดรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการส่องกระทบแก้วสัดที่ต้องการตรวจสอบ เนื่องจากแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์นี้ใช้หลักการเกี่ยวกับการสร้างรังสีเอกซ์ ซึ่งมีความเป็นไปได้ที่จะเกิดรังสีที่หลายความยาวคลื่น จึงจำเป็นต้องมีตัวแยกรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นที่ต้องการเฉพาะหลังจากที่รังสีเอกซ์พุ่งออกจากหน้าต่างเบริลเลียม (Beryllium window) โดยใช้ตัวแยกแสงเอกรงค์ (Monochromator) และอุปกรณ์จัดลำรังสี (Collimator) เพื่อการแยกรังสีให้ได้รังสีที่มีความยาวคลื่นเดียวที่ต้องการและมีลำรังสีแคบ ตามลำดับ ซึ่งความยาวคลื่นส่วนใหญ่ที่ใช้คือ  $K\alpha$  เนื่องจากมีความเข้มสูงสุดเมื่อเทียบกับความยาวคลื่นอื่น และถ้าสามารถแยกรังสีเอกซ์ให้มีความยาวคลื่นเฉพาะ  $K\alpha_1$  จะเรียกเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์นั้นว่า เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ความละเอียดสูง\* (High-resolution X-ray diffractometer: HRXRD) นอกจากนี้ที่เครื่องเร่งอนุภาค (Particle accelerator) ดังๆ ของโลกหลายแห่ง เช่น ที่ The National Synchrotron Light Source (NSLS), Brookhaven National Laboratory (BNL) ที่รัฐนิวยอร์ก ประเทศสหรัฐอเมริกา The advanced Photon Source (APS), Argonne National Laboratory ที่รัฐอิลลินอยส์ ประเทศสหรัฐอเมริกา Spring-8, Japan Synchrotron Radiation Research Institute ประเทศญี่ปุ่น European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) ประเทศฝรั่งเศส ได้มีสถานียึดตั้งเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ความละเอียดสูงโดยมีการใช้ระบบการกรองแสงซินโครตรอน (Synchrotron) ที่มีหลายความยาวคลื่นให้มีความยาวคลื่นเดียว ในการสแกนมุมเลี้ยวเบนที่จำเป็นต้องใช้ความละเอียดสูงจะเหมาะสำหรับการทดลองในบางโหมด เช่น โหมด Reciprocal space mapping โหมด Rocking curve และโหมด Reflectivity อย่างไรก็ดี ฟิล์มตัวอย่างที่ใช้กับโหมดเหล่านี้จะต้องเป็นแบบเอพิแทกซี (Epitaxy) อีกด้วย สำหรับโหมดที่กล่าวไปข้างต้น จำเป็นต้องมีแท่นวางชิ้นงาน (Stage) ที่สามารถปรับการเอียงของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชิ้นงานได้หลายทิศทางและการหมุนของชิ้นงานได้ครบรอบ ดังนั้นมอเตอร์แบบขั้น (Stepping motor) ที่ใช้บังคับการเคลื่อนที่ของแท่นวางชิ้นงาน รวมถึงแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ หัวตรวจจับรังสีเอกซ์จะต้องมีความละเอียดสูง (2) วัสดุที่ต้องการตรวจสอบ (Sample) ลักษณะของวัสดุที่สามารถทำการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิคนี้ได้ต้องมีสมบัติเป็นของแข็งอาจอยู่ในรูปแบบได้หลายแบบ เช่น พิล์มบาง เซรามิกส์ก้อน เป็นต้น ถ้าวัสดุที่ต้องการตรวจสอบอยู่ในรูปฟิล์มบางที่ปลูกอยู่บนแผ่นรองรับ จะต้องมีการจัดวาง (Alignment) ก่อนทำการทดลอง ได้แก่ ในกรณีที่ฟิล์มบางพหุผลึก (Polycrystalline thin film) และฟิล์มบางเอพิแทกซ์ (Epitaxial thin film) จะมีการตรวจสอบความถูกต้องของตำแหน่งพีคการเลี้ยวเบนของฟิล์มบางที่เกิดขึ้นหลังจากพบพีคการเลี้ยวเบน อย่างไรก็ตามเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ความละเอียดสูง (High-resolution X-ray diffractometer) จะต้องมีการ

ยาวคลื่น  $ka_1$  และ  $ka_2 \frac{\delta\lambda}{\lambda}$  มีค่าประมาณ  $10^{-3}$  ของแผ่นรองรับในกรณีที่แผ่นรองรับไม่เป็นอสัณฐาน

(Amorphous) และจะต้องให้ความเข้มของรังสีเอกซ์กระเจิงเมื่อผ่านวัสดุชิ้นงานด้วยมุมกระทบและมุมกระเจิงเท่ากับศูนย์เป็นประมาณครึ่งหนึ่งของความเข้มของรังสีเอกซ์เมื่อออกจากแหล่งกำเนิดโดยตรงไปยังตัวตรวจจับรังสีเอกซ์ และ (3) หัวตรวจจับรังสีเอกซ์ (X-ray detector) โดยหัวตรวจจับรังสีเอกซ์สามารถเคลื่อนขึ้นลงได้ หัวตรวจจับรังสีเอกซ์จะทำการรับค่าของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนที่ตัววัสดุชิ้นงาน แล้วมีการบันทึกเป็นความเข้มของสัญญาณที่เป็นไปตามกฎของแบรกก์นั่นเอง

ค่าที่หัวตรวจจับรังสีเอกซ์บันทึกได้ จะนำมาบันทึกเป็นกราฟระหว่างความเข้มของสัญญาณ ( $I$ ) กับ  $2\theta$  เท่าของมุมตกกระทบ ( $2\theta$ ) ถ้ามุมระหว่างแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์กับระนาบตัวอย่างเท่ากับ  $\theta$  ซึ่งเท่ากับมุมระหว่างตัวตรวจจับรังสีเอกซ์กับระนาบตัวอย่าง เราเรียกการวิเคราะห์ข้อมูลแบบนี้ว่า การวิเคราะห์ข้อมูลแบบ  $\theta-2\theta$  โดยที่มุม  $2\theta$  คือ มุมระหว่างทิศทางของรังสีตกกระทบกับทิศทางการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ไปยังตัวตรวจจับรังสีเอกซ์ หรือที่เรียกว่า มุมการเลี้ยวเบนนั่นเอง

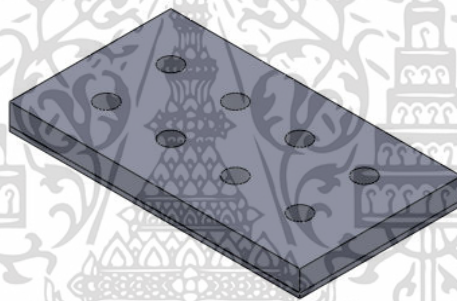
ในทางปฏิบัติกราฟที่ได้จากการวัดแบบ  $\theta-2\theta$  ดังรูปที่ 2.52 จะถูกนำมาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อหาชนิดของสสารและโครงสร้างของผลึกของสสารนั้น ถ้าตำแหน่งพีคการเลี้ยวเบนรวมถึงความเข้มสัมพันธ์จากการทดลองตรงกับทุกพีคที่อยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐานของรูปร่างผลึกนั้น ก็มีความเป็นไปได้ว่าสสารนั้นจะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบดังกล่าว ปัจจุบันมีการพัฒนาตัวตรวจจับสัญญาณให้สามารถตรวจจับสัญญาณได้อย่างรวดเร็วและแม่นยำ เช่น การใช้ Super speed detector ของบริษัท Bruker ซึ่งจะใช้เวลาน้อยกว่าตัวตรวจจับสัญญาณแบบเดิม สิ่งที่สำคัญในการใช้เครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์ คือ จะต้องทราบลักษณะทางกายภาพของสสารตัวอย่าง เช่น ถ้าสสารตัวอย่างเป็นผลึกผง ขนาดของเม็ดผลึกผงควรจะเล็กกว่า 10 ไมครอน เนื่องจากการลดขนาดของเม็ดผลึกผงจะช่วยเพิ่มจำนวนเม็ดผลึกที่จะให้ความเข้มของการเลี้ยวเบนสำหรับระนาบนั้นๆ มากพอ นอกจากนี้ ความขรุขระของผิวสสารตัวอย่างก็จะมีผลอย่างมากต่อความเข้มสัมพันธ์ของรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน กล่าวคือ การที่สสารมีขรุขระมาก หรือการใช้ผลึกผงที่หายาก ไม่ละเอียด จะทำให้เกิดการดูดกลืนรังสีเอกซ์มากที่พื้นผิว ความเข้มรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนที่วัดได้จะมีค่าน้อยกว่าปกติ การแก้ไขทำได้โดยบดผลึกผงให้ละเอียดมากๆ และอัดให้แน่น หรือใช้ก้อนผลึกที่อัดแน่นแล้วขัดผิวให้เรียบ

## บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

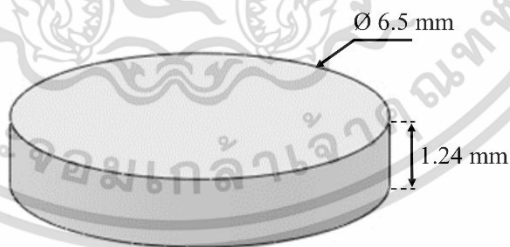
### 3.1 ผลของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีที่มีต่อเฟส IMC ระหว่างรอยต่อ

#### 3.1.1 วัสดุและวิธีการทดลอง

ในการทดลองนี้ใช้โลหะบัดกรีไร้สารตะกั่ว 3 ชนิด ที่มีปริมาณทองแดงผสมอยู่แตกต่างกัน ได้แก่ 0.7, 1.0 และ 3.0 wt.% (Sn-0.7Cu, Sn-1.0Cu และ Sn-3.0Cu) ผลิตโดยบริษัททูลตราคอร์ จำกัด โดยนำโลหะบัดกรีมาหลอมที่อุณหภูมิ 350 °C ด้วยเครื่องให้ความร้อน (Hot Plate) เมื่อโลหะบัดกรีหลอมเหลวเทลงในเบ้าเหล็กกล้าไร้สนิมที่เตรียมไว้ดังรูปที่ 3.1 เพื่อเตรียมโลหะบัดกรีให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6.5 mm และสูง 1.24 mm (0.041 cm<sup>3</sup>) ตามมาตรฐาน JIS Z3198-3 [76] ดังรูปที่ 3.2 สำหรับนำไปใช้ในการบัดกรีต่อไป



รูปที่ 3.1 เบ้าเหล็กกล้าไร้สนิม

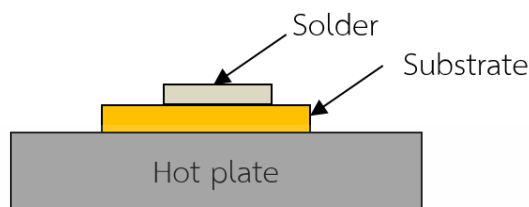


รูปที่ 3.2 โลหะบัดกรีแบบแท่งทรงกระบอก

การทดลองในส่วนนี้ใช้แผ่นรองทองแดงบริสุทธิ์ 99.99 % ตามมาตรฐาน JIS H 3100 ขนาด 25x30 mm หนา 0.2 mm ใช้เป็นแผ่นรองนำมาทำความสะอาดพื้นผิวด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCL) ผสมกับเอทานอล (Ethanol) ในอัตราส่วน 1:1 โดยปริมาตร หลังการทำความสะอาดแล้วปล่อยให้แห้งในอากาศจึงนำไปใช้เป็นแผ่นรอง ก่อนการบัดกรีหยดฟลักซ์ RC-15SH RMA (15%) บนแผ่นรอง

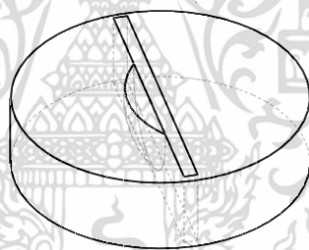
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และบัดกรีแบบรีโฟลว์บนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 350 °C ด้วยเวลาที่แตกต่างกัน คือ 10, 20, 40, 60, 120, 240 และ 480 s ตัวอย่างแผนภาพการบัดกรีแสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แผนภาพการบัดกรีแบบรีโฟลว์

สำหรับเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการบัดกรีอ้างอิงจาก Measurement of Liquid-Statue Intermetallic Compound Growth Rate (By The Hot Plate Method) ใน Test Procedures for Developing Solder Data [32] หลังการบัดกรีปล่อยให้ชิ้นงานตัวอย่างเย็นตัวในอากาศที่อุณหภูมิห้อง และนำมากำจัดฟลักซ์ที่เหลือออกโดยใช้เอทานอล จากนั้นนำตัวอย่างไปตัดและหล่อในเรซินแสดงดังรูปที่ 3.4 เพื่อเตรียมตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคต่อไป



รูปที่ 3.4 ชิ้นงานตัวอย่างหล่อในเรซิน

หลังหล่อในเรซินขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 150, 320, 600, 800, 1,000 และ 1,200 ตามลำดับ ตามด้วยผงอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) ขนาด 1.0 และ 0.3  $\mu m$  บนผ้าสักหลาดโดยใช้เครื่องขัดชิ้นงานทดสอบยี่ห้อ Struers รุ่น DAP-7 หลังการขัดกัดผิวหน้าชิ้นงาน (Etching) ด้วยสารละลายกรดที่ประกอบด้วย 93 % Ethanol: 5 % Nitric: 2% Hydrochloric จึงนำไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและ IMC ต่อไป

### 3.1.2 การตรวจสอบและวิเคราะห์ผล

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคเบื้องต้นของรอยต่อใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical microscope; OM) ยี่ห้อ OLYMPUS รุ่น BX 60 M และการตรวจสอบที่กำลังขยายสูงจะใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800LV แสดงดังรูปที่ 3.5 การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของชั้นสารประกอบเชิงโลหะใช้ Energy dispersive

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

spectroscopy (EDS) ยี่ห้อ OXFORD INSTRUMENTS รุ่น X-Max และยืนยันผลโครงสร้างผลึกและตัวแปรโครงสร้างผลึกโดยใช้การตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction; XRD) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8-Discover แสดงดังรูปที่ 3.6



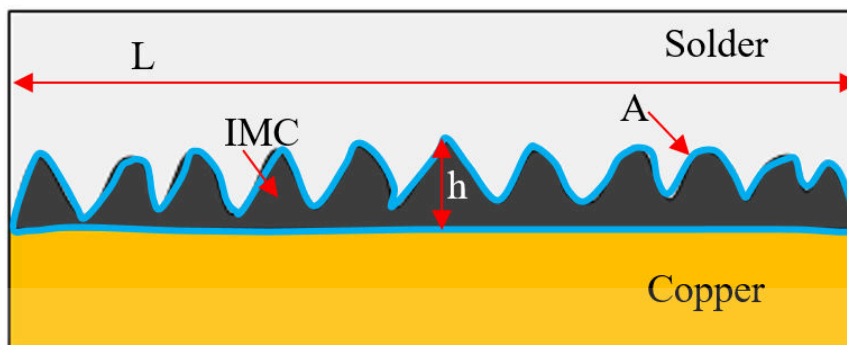
รูปที่ 3.5 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด



รูปที่ 3.6 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะวัดได้จากพื้นที่ของ IMC ที่เกิดขึ้นระหว่างโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วและแผ่นรองทองแดง เมื่อนำภาพถ่ายจากการทำ SEM ที่กำลังขยายเท่ากันที่ 3,500 เท่า ของแต่ละตัวอย่างมาวัดโดยใช้โปรแกรม Image-Pro® Express ดังแสดงตัวอย่างการวัดในรูปที่ 3.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 ตัวอย่างการวัดความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ

โดยความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะคำนวณจากการแบ่งพื้นที่แต่ละชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่เกิดขึ้นจากสมการ

$$h = \frac{A}{L} \quad (3.1)$$

เมื่อ  $h$  คือ ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ ( $\mu\text{m}$ )  $A$  คือ พื้นที่ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ ( $\mu\text{m}^2$ ) และ  $L$  คือ ความยาวของช่วงการวัดพื้นที่ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ ( $\mu\text{m}$ )

สำหรับการวัดความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะจะทำการแยกวัดแต่ละชั้นที่เกิดขึ้น และความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะรวมระหว่างโลหะบัดกรีและแผ่นรองทองแดง หลังการเก็บข้อมูลจึงนำผลไปวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะและเวลาการบัดกรีที่ต่างกัน และในแง่ของเฟสสารประกอบเชิงโลหะระหว่างโลหะบัดกรีและแผ่นรองทองแดงโดยวิธีการคำนวณเลขยกกำลังของเวลา ( $n$ ) ตลอดจนคำนวณสัมประสิทธิ์การแพร่

### 3.2 อิทธิพลของเวลาบัดกรีที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ระหว่างโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu และแผ่นรอง

#### 3.2.1 วัสดุและวิธีการทดลอง

ในส่วนนี้เตรียมการทดลองเหมือนกันกับหัวข้อ 3.1 แต่ในส่วนนี้จะเน้นศึกษาเฉพาะโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วชนิด Sn-3.0Cu เท่านั้น และตรวจสอบความสามารถในการเปียกและสารประกอบเชิงโลหะที่เกิดขึ้นที่เวลาการบัดกรีตั้งแต่ 10 – 480 s

#### 3.2.2 การตรวจสอบและวิเคราะห์ผล

แผ่นรองทองแดงก่อนบัดกรีตรวจสอบความเรียบผิวโดยใช้ Confocal laser scanning microscope (CLMS) ยี่ห้อ OLYMPUS และการตรวจสอบเลขเชิงขนาดเกรน (Grain size number)

ของทองแดงโดยใช้ Test pattern for intercept counting เลขเชิงขนาดเกรนตามมาตรฐาน ASTM E112-10 คำนวณโดยใช้สมการที่ (3.2) หลังการบัดกรีถ่ายภาพรูปร่างการกระจายตัวของโลหะบัดกรีบนแผ่นรองทองแดงแสดงให้เห็นภาพ 2D และ 3D ของรอยต่อบัดกรีดังรูปที่ 3.8 โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง ยี่ห้อ OLYMPUS รุ่น BX 53

$$G = (6.643856 \log_{10} \bar{P}) - 3.288 \quad (3.2)$$

เมื่อ  $G$  คือ เลขเชิงขนาดเกรน และ  $\bar{P}$  คือ จำนวนขอบเกรนที่ถูกตัดผ่านในช่วงการวัด



รูปที่ 3.8 แผนภาพรอยต่อบัดกรี (a) 2D และ (b) 3D

ก่อนตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของรอยต่อขัดด้วยกระดาษทรายและกัดผิวด้วยลำไอออนอาร์กอน (Ar ion beam) ยี่ห้อ HITACHI รุ่น IM 4000 จากนั้นจึงตรวจสอบสัดส่วนเฟสของโลหะบัดกรีตรวจสอบโดยใช้โปรแกรม OLYMPUS Stream ดังนั้นในหัวข้อ 3.2 เน้นวิเคราะห์อิทธิพลของเวลาบัดกรีที่มีต่อความสามารถในการเปียกระหว่างโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu และแผ่นรองทองแดง ซึ่งการเปียกจะพิจารณาในรูปแบบของมุมสัมผัสของโลหะบัดกรีที่กระจายตัวบนแผ่นรองทองแดง โดยตัวอย่างหลังการบัดกรีนำมาขัดจนถึงกึ่งกลางชิ้นงานและนำมาถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงที่กำลังขยายต่ำจึงนำไปวัดมุมสัมผัสโดยใช้โปรแกรม OLYMPUS Stream โดยการสรุปผลการทดลองในส่วนนี้ประกอบด้วยความสัมพันธ์ของการเปียกในแง่ของมุมสัมผัสกับเวลาในการบัดกรี เฟสและความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่เวลาการบัดกรีแตกต่างกัน

### 3.3 ผลของแผ่นรองที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ในระบบ

#### Sn-3.0Cu/Cu

##### 3.3.1 วัสดุและวิธีการทดลอง

ในการทดลองสำหรับหัวข้อ 3.3 ใช้แผ่นรองทองแดงเหมือนกับในหัวข้อที่ผ่านมาแต่มีความหนาเพิ่มขึ้นเป็น 1.5 mm เพื่อป้องกันการเสียรูปจากความร้อนระหว่างการอบอ่อน ทองแดงที่ผ่านการตัดจะถูกนำมาอบอ่อน (Annealing) ที่ 300, 600 และ 900 °C ใช้เวลาในการอบที่ 1 hr เพื่อให้มีขนาดเกรนแตกต่างกัน สำหรับโลหะบัดกรีเตรียมตามมาตรฐาน JIS Z3198-3 ก่อนนำไปใช้บัดกรี ขั้นตอนการบัดกรีหยุดฟลักซ์ (Ultracore Flux RC-15SH RMA (15 %)) บนแผ่นรองทองแดงและวางโลหะบัดกรีแบบแห้ง

บนแผ่นรองจึงนำไปบัดกรีด้วยเครื่องให้ความร้อนโดยกำหนดอุณหภูมิบัดกรีที่ 350 °C และใช้เวลาการบัดกรีแตกต่างกันตั้งแต่ 20, 40, 60 และ 120 s หลังการบัดกรีเมื่อตัวอย่างเย็นตัวในอากาศนำมากำจัดฟลักซ์ที่เหลือจากการบัดกรีออก

### 3.3.2 การตรวจสอบและวิเคราะห์ผล

#### 3.3.2.1 การตรวจสอบแผ่นรองทองแดง

จากการทดลองแผ่นรองทองแดงในการศึกษาหลังการอบอ่อนเตรียมพื้นผิวด้วยลำไอออนและนำไปวัดเลขเชิงขนาดเกรน (G) โดยใช้โปรแกรม Image-analysis ตามมาตรฐาน ASTM E-1382 ก่อนนำไปตรวจสอบการจัดเรียงตัวในโครงสร้างผลึกโดย Electron backscatter diffraction (EBSD) ทีเทคเตอร์ที่ติดอยู่กับเครื่อง Emission scanning electron microscope (FESEM) ยี่ห้อ HITACHI รุ่น SU8230 โดยตรวจสอบ Pole figures (PF) เพื่ออธิบายการจัดเรียงตัวของเกรน, Grain orientation spread (GOS) เพื่อแสดงให้เห็นความแตกต่างของการแปรรูปของเกรน (Deformed grains) และความชอบในการจัดเรียงตัวในแต่ละทิศทาง, Misorientation angles (MOS) แสดงมุมของขอบเกรนในแผ่นรอง และ Kernel average misorientation (KAM) แสดงความเครียดตกค้างที่มีอยู่ในแผ่นรอง ในการตรวจสอบใช้โปรแกรม Emax Evolution 3.2. อย่างไรก็ตามก่อนบัดกรีแผ่นรองตรวจสอบความหยาบผิวเฉลี่ยเชิงตัวเลข (Arithmetic mean roughness;  $R_a$ ) ด้วยเครื่องวัดแบบสัมผัส ยี่ห้อ Mahr รุ่น MarSurf PS1 ในการตรวจสอบใช้ระยะในการกรองค่าความถี่ (Cut-off length) และช่วงการสแกน (Scan length) เท่ากับ 0.80 และ 5.60 mm ตามลำดับ ข้อมูลจากการตรวจสอบแสดงไว้ในภาคผนวก จ และตารางที่ 3.1 แสดงผลทางสถิติจากการวัดค่าความหยาบผิวของแผ่นรองทองแดง โดยแผ่นรองทองแดงที่แตกต่างกันคือ ไม่ผ่านการอบอ่อน, อบอุ่นที่ 300, 600 และ 900 °C แทนด้วย A, B, C และ D ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 ข้อมูลความหยาบผิวของแผ่นรองทองแดง

Substrate	Count	Sum ( $\mu\text{m}$ )	Average ( $\mu\text{m}$ )	Standard deviation ( $\mu\text{m}$ )
A	3	0.168	0.056	0.003
B	3	0.137	0.046	0.013
C	3	0.186	0.062	0.006
D	3	0.192	0.064	0.004

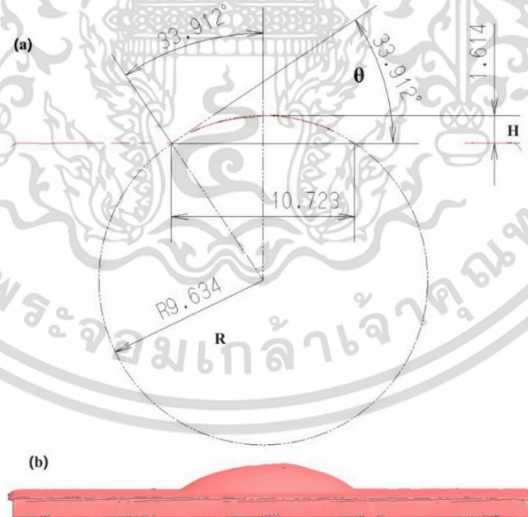
### 3.3.2.2 การตรวจสอบหลังการบัดกรี

ความสามารถในการกระจายตัวของโลหะบัดกรีสามารถศึกษาได้โดยรูปร่างของโลหะบัดกรีที่เย็นตัวบนแผ่นรอง ระหว่างการบัดกรีพลังงานอิสระที่ลดลงเป็นสาเหตุให้โลหะบัดกรีเปลี่ยนรูปร่างและกระจายตัวบนแผ่นรอง [77] พื้นที่สัมผัสที่เพิ่มขึ้นเปรียบเทียบกับพื้นที่สัมผัสเริ่มต้นแสดงถึงพฤติกรรม การเปียกเป็นฟังก์ชันของพลังงานพื้นผิว (Surface energy) ของระหว่างพื้นผิวของเหลวและของแข็ง [28] ขอบเขตความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีกำหนดโดยสมการของ Young (Young's equation)

$$\gamma_{SF} = \gamma_{SL} + \gamma_{LF} \cos \theta_c \quad (3.3)$$

เมื่อ  $\gamma_{SF}$ ,  $\gamma_{LF}$  และ  $\gamma_{SL}$  คือ ความตึงผิวของระหว่างพื้นผิวแผ่นรอง/ฟลักซ์ (Substrate/Flux) โลหะบัดกรีเหลว/ฟลักซ์ (Liquid solder/Flux) และแผ่นรอง/โลหะบัดกรีเหลว (Substrate/Liquid solder) ตามลำดับ

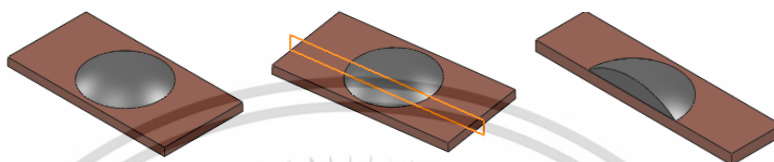
การตรวจสอบการกระจายตัวของโลหะบัดกรีบนแผ่นรองทองแดงในรูปแบบของมุมสัมผัสขั้นตอนนี้ใช้เครื่องสแกน 3 มิติ ยี่ห้อ GOM รุ่น ATOS Core 300 สแกนรูปร่างชิ้นงานและนำข้อมูลจากการสแกนมาวัดมุมสัมผัสและตัวแปรอื่นๆโดยใช้โปรแกรม GOM Inspect รายละเอียดโปรไฟล์จากการ สแกนชิ้นงานตัวอย่างจากการบัดกรีแสดงดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 รูปแบบจากการสแกนของชิ้นงานหลังการบัดกรี (a) 2D และ (b) 3D (หน่วย mm)

หลังการสแกนนำชิ้นงานมาตัดด้วยเครื่องตัดแบบแรงโน้มถ่วงยี่ห้อ Struers รุ่น Minitom ให้ได้ชิ้นงานตัวอย่างดังรูปที่ 3.10 โดยตัด 1 ใน 3 ส่วนออกเพื่อให้การขัดได้บริเวณตรวจสอบ

เข้าใกล้กึ่งกลางชิ้นงานเท่ากันทุกชิ้นและง่ายต่อการขัด หลังการตัดนำตัวอย่างไปหล่อในเรซินและขัดจึงนำไปตรวจสอบชิ้นสารประกอบเชิงโลหะด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดและวัดความหนาของชิ้นสารประกอบเชิงโลหะที่ระหว่างพื้นผิว ในส่วนนี้สรุปผลการทดลอง ได้แก่ ผลของแผ่นรองทองแดงและเวลาการบัดกรีที่มีผลต่อมุมสัมผัสหลังการบัดกรี ผลของแผ่นรองและเวลาการบัดกรีที่มีต่อการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของชิ้นสารประกอบเชิงโลหะ



รูปที่ 3.10 การตัดแบ่งชิ้นงาน

### 3.4 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อนที่มีต่อการเจริญเติบโตของ IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu

#### 3.4.1 วัสดุและวิธีการทดลอง

ในการทดลองใช้แผ่นรองทองแดงกับโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu ทำการบัดกรีที่อุณหภูมิ 350 °C และเวลา 10 s หลังการบัดกรีตัวอย่างทุกชิ้นตัดตามขั้นตอนการแบ่งชิ้นงานในรูปที่ 3.10 เช่นกันเพื่อให้ง่ายต่อการเตรียมชิ้นงานสำหรับตรวจสอบ

ขั้นตอนการบ่มด้วยความร้อน หลังการตัดนำตัวอย่างไปบ่มในอ่างน้ำมันควบคุมอุณหภูมิ ยี่ห้อ Memmert รุ่น ONE ที่อุณหภูมิ 50, 75, 100 และ 125 °C โดยใช้เวลาในการบ่มที่ 1, 10, 100 และ 1,000 hr บ่มภายใต้ น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil) สำหรับการตรวจสอบความแปรปรวนของอุณหภูมิและบันทึกระยะเวลาตลอดการบ่มจะใช้เครื่องบันทึกข้อมูล ยี่ห้อ YOKOGAWA รุ่น DAQ STATION DX 100 หลังการบ่มนำชิ้นงานออกปล่อยให้ตัวอย่างเย็นตัวในอากาศที่อุณหภูมิห้องนำมาทำความสะอาดด้วยเอทานอลและปล่อยให้แห้งในอากาศ

#### 3.4.2 การตรวจสอบและวิเคราะห์ผล

ก่อนการตรวจสอบหล่อตัวอย่างมี 2 แบบ (1) สำหรับตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองและ (2) การตรวจสอบ IMC หล่อตัวอย่างในเรซินและขัดด้วยกระดาษทราย ก่อนตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองทองแดงกัดตัวอย่างด้วยสารละลายกรดที่ผสมมาจากเฟอร์ริกคลอไรด์ (Ferric Chloride;  $FeCl_3$ ) 5 g ไฮโดรคลอริก (HCl) 50 ml ผสมกับน้ำ 100 ml ซึ่งจุ่มตัวอย่างในสารละลายกรดด้วยเวลาประมาณ 15-20 s และล้างด้วยเอทานอล

สำหรับการตรวจสอบ IMC กัดด้วยสารละลายกรดที่ประกอบด้วย 93 % Ethanol: 5 % Nitric: 2% Hydrochloric จึงนำไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและวัดความหนาของ IMC ผลที่ได้จึงนำไปคำนวณสัมประสิทธิ์การแพร่และพลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ IMC ที่สภาวะต่างๆ

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

#### 4.1 ผลของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีที่มีต่อเฟส IMC ระหว่างรอยต่อ

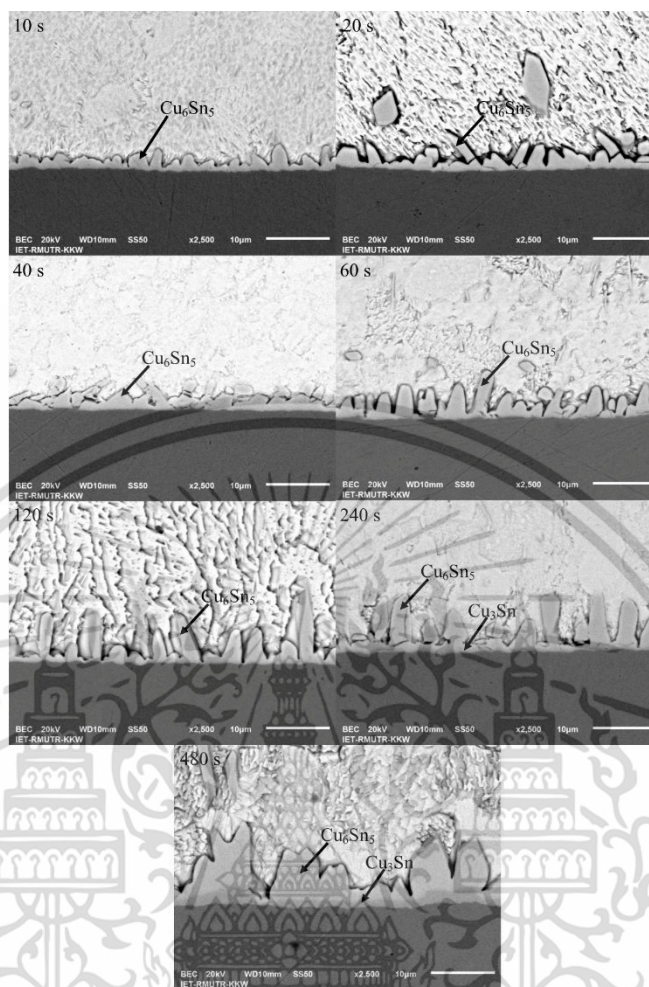
##### 4.1.1 การเกิดเฟสสารประกอบเชิงโลหะระหว่างการบัดกรี

จากการตรวจสอบการเกิดขึ้นของชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่เวลาการบัดกรีแตกต่างกันของโลหะบัดกรีแต่ละชนิดแสดงดังรูปที่ 4.1-4.3 พบว่า โลหะบัดกรี Sn-0.7Cu, Sn-1.0Cu และ Sn-3.0Cu มีการเกิดขึ้นของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ที่เวลาเหมือนกันโดย  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  พบได้ในสภาวะการบัดกรีที่เวลา 10 s-120 s อย่างไรก็ตาม  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  เกิดขึ้นที่ระหว่างแผ่นรองทองแดงและ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  เมื่อบัดกรีที่เวลา 240 s และ 480 s



รูปที่ 4.1 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะในสภาวะการบัดกรีที่แตกต่างกันของโลหะบัดกรี Sn-0.7Cu

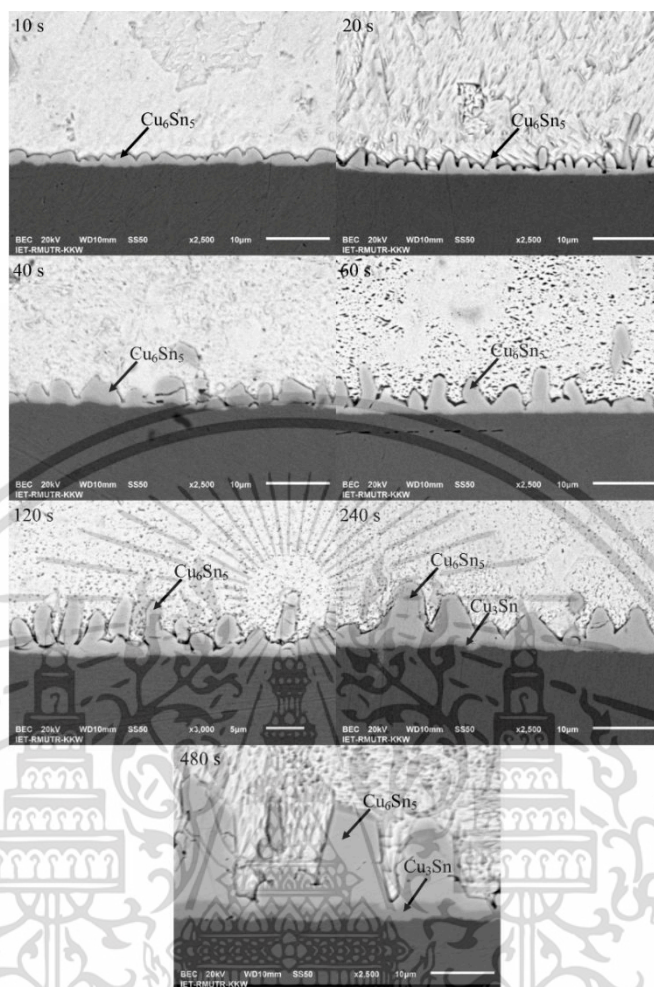
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



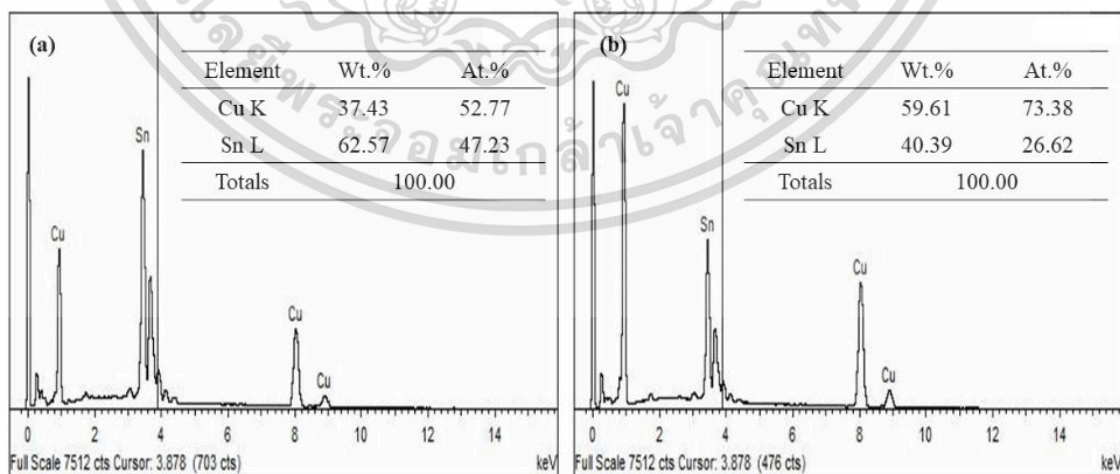
รูปที่ 4.2 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะในสภาวะการบัดกรีที่แตกต่างกันของโลหะบัดกรี Sn-1.0Cu

องค์ประกอบทางเคมีของชั้นสารประกอบเชิงโลหะทั้งสองชนิดแสดงดังรูปที่ 4.4 ผลจากการศึกษาพบว่า ปริมาณทองแดงในเฟส  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  อยู่ในช่วง 51.11 at.% ถึง 52.77 at.% โดยใน  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  มีปริมาณธาตุอยู่ 70.74 at.% ถึง 73.38 at.% และที่เหลือคือดีบุก จากการยืนยันเฟสที่เกิดขึ้นผ่านการวิเคราะห์ด้วย XRD แสดงรายละเอียดดังรูปที่ 4.5 เฟสของทองแดงมีโครงสร้างแบบ Face-centered cubic (FCC) และโลหะบัดกรี คือ  $\beta$ -Sn มีโครงสร้างแบบ Body centered tetragonal (BCT) โครงสร้างผลึกของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  เป็นแบบ Hexagonal โดย  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีค่าตัวแปรโครงสร้าง (Lattice parameters)  $a$  และ  $c$  เท่ากับ 4.200 และ 5.090 Å ซึ่งเฟส  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีโครงสร้างแบบ B81 อยู่ในกลุ่มระนาบ (Space group)  $P63/mmc$  สำหรับตัวแปรโครงสร้าง  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  แสดงค่า  $a$  และ  $c$  เท่ากับ 2.749 และ 4.322 Å ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ไม่มีการเปลี่ยนไปเป็น  $\eta'$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ระหว่างการเย็นตัวของการบัดกรี เนื่องจากอัตราการเย็นตัวที่เร็วหลังการบัดกรีจึงมีเวลาไม่เพียงพอที่จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

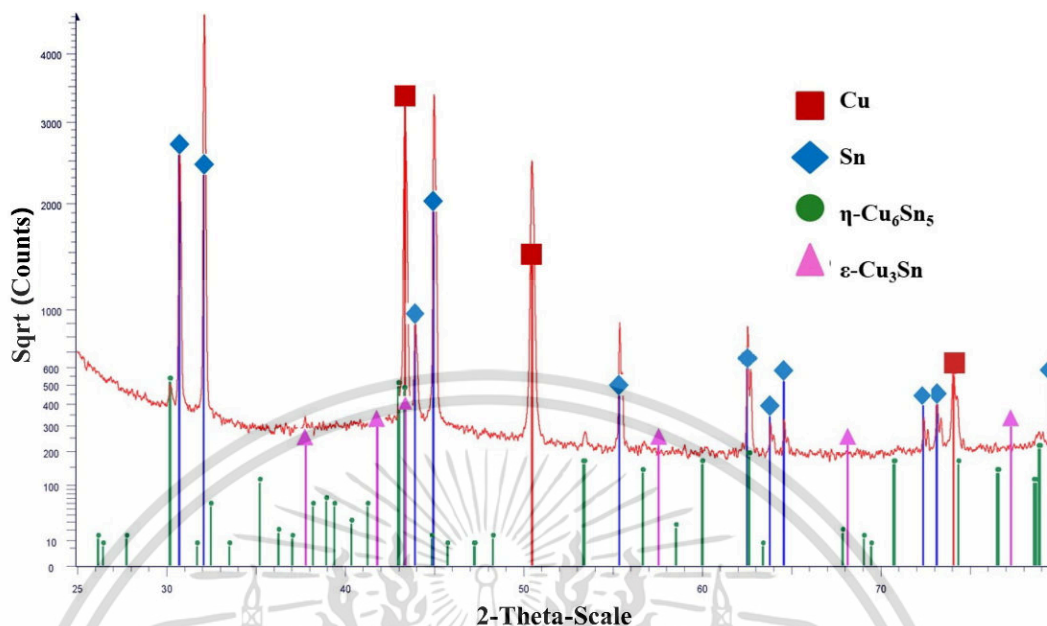


รูปที่ 4.3 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะในสภาวะการบัดกรีที่แตกต่างกันของโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu



รูปที่ 4.4 สเปกตรัม EDS สำหรับ Sn-3.0Cu; (a)  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ (b)  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

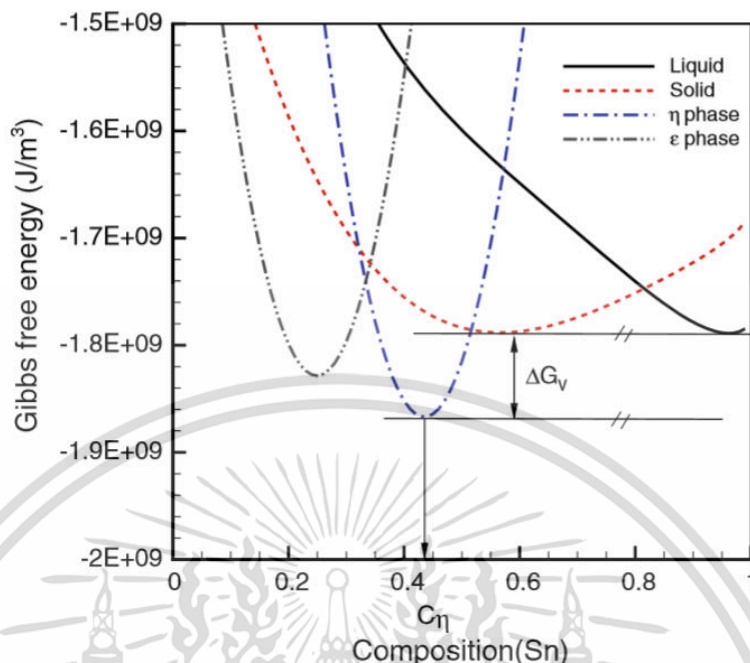


รูปที่ 4.5 รูปแบบ XRD ของตัวอย่างบัดกรีที่ 480 s ของ Sn-3.0Cu

เฟสหรือชั้นสารประกอบเชิงโลหะ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  เกิดขึ้นได้โดยปฏิกิริยาระหว่างอะตอม ดีบุกจากโลหะบัดกรีและอะตอมของทองแดงจากแผ่นรอง [78-80] ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยสมการที่ (4.1) และ (4.2)



การแพร่กระจายของอะตอมทองแดงและดีบุกที่ระหว่างรอยต่อเป็นผลทำให้เกิดชั้น  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ขึ้นเป็นเฟสแรกและตามด้วย  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ติดกับแผ่นรองทองแดง (Solder/ $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ / $\text{Cu}_3\text{Sn}$ /Cu) [81] ซึ่งอธิบายลำดับการเกิดได้ด้วย Gibbs free energy ของแต่ละเฟสในระบบทองแดงและดีบุกแสดงดังรูปที่ 4.6 [82] จากรูปพิจารณาจาก  $\Delta G_V$  ของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  เมื่อเปรียบเทียบกับ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ทำให้  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  เกิดขึ้นมาก่อนเนื่องจากมี Gibbs free energy น้อยกว่า  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  [83, 84] ในการบัดกรีที่ 320 °C ซึ่งมีอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับการทดลองพบว่ามีความ  $\Delta G_V$  เท่ากับ -7.42 และ -7.78 kJ/mol สำหรับ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ตามลำดับ [85]



รูปที่ 4.6 ตัวอย่าง Gibbs free energy ของเฟสในระบบทองแดงและดีบุก [82]

ในขณะที่  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  สามารถทำปฏิกิริยากับอะตอมดีบุกทำให้เกิดเป็น  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ได้ ตามสมการที่ (4.3) นอกจากนั้นยังมีรายงานไว้ว่า  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  เป็นเฟสที่เกิดขึ้นได้ง่ายและไม่เสถียรกับทองแดง สำหรับการสลายตัวของ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  สามารถเกิดขึ้นได้ 2 วิธี คือ (1) การได้รับทองแดง หรือ (2) การสูญเสียดีบุกจาก  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ปฏิกิริยาทางเคมีที่เปลี่ยน  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  เป็น  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  แสดงในสมการที่ (4.4)–(4.5) [86, 87]



อย่างไรก็ตามการเพิ่มอะตอมทองแดงโดยสมการที่ (4.4) ส่งผลให้เกิดขึ้น  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ระหว่าง  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และแผ่นรองทองแดง เมื่ออะตอมของทองแดงมาจากการละลายของแผ่นรอง [88] ดังนั้น  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  เกิดขึ้นเป็นเฟสแรกและ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  เกิดขึ้นภายหลังที่ระหว่างพื้นผิว  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5/\text{Cu}$  ในแง่ของการพร่องหรือการสูญเสียดีบุกจาก  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  ในสมการที่ (4.5) ดีบุกมีแนวโน้มที่จะกระจายหรือแพร่ไปยังขอบของทองแดงเพื่อสร้าง  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ขึ้นมา อย่างไรก็ตามจะต้องปรากฏทองแดงอยู่ใกล้ๆเพื่อทำปฏิกิริยากับดีบุก [86] จากงานวิจัยที่ผ่านมาหลายปรากฏการณ์เกิดขึ้นซึ่งเกี่ยวข้องกับ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  และเกี่ยวข้องกับขนาดของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องพิจารณาควบคู่ไปกับขนาดของชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่เกิดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.1.2 ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ

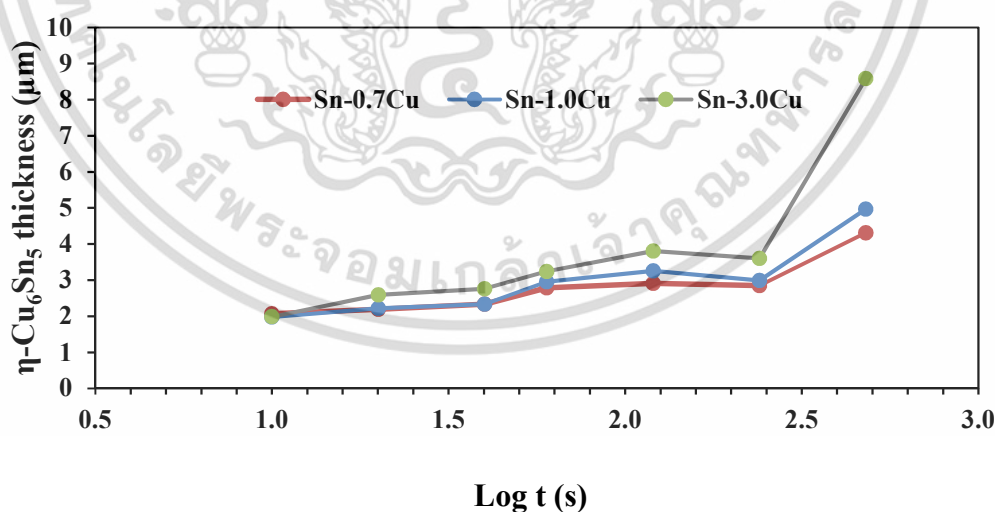
ความหนาของชั้น IMC ที่สภาวะการบัดกรีแตกต่างกันแสดงดังตารางที่ 4.1 จากการวัดความหนาโดยใช้สมการที่ (3.1) และผลที่ได้จากการพล็อตข้อมูลแสดงไว้ในรูปที่ 4.7-4.9 สำหรับ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>,  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn และความหนาของชั้นรวม ตามลำดับ ผลจากการทดลองพบว่า เมื่อใช้เวลาในการบัดกรีที่ 10 s ความหนาของชั้น  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ไม่มีความแตกต่างกันเนื่องจากเวลาในการบัดกรีที่สั้น การแพร่ของอะตอมทองแดงและดีบุกไปยังบริเวณรอยต่อ (Interface) ประกอบด้วยสองส่วน จากโลหะบัดกรีหรือแผ่นรอง และจากการสลายตัวของเฟสชั้นสารประกอบเชิงโลหะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>

ตารางที่ 4.1 ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ

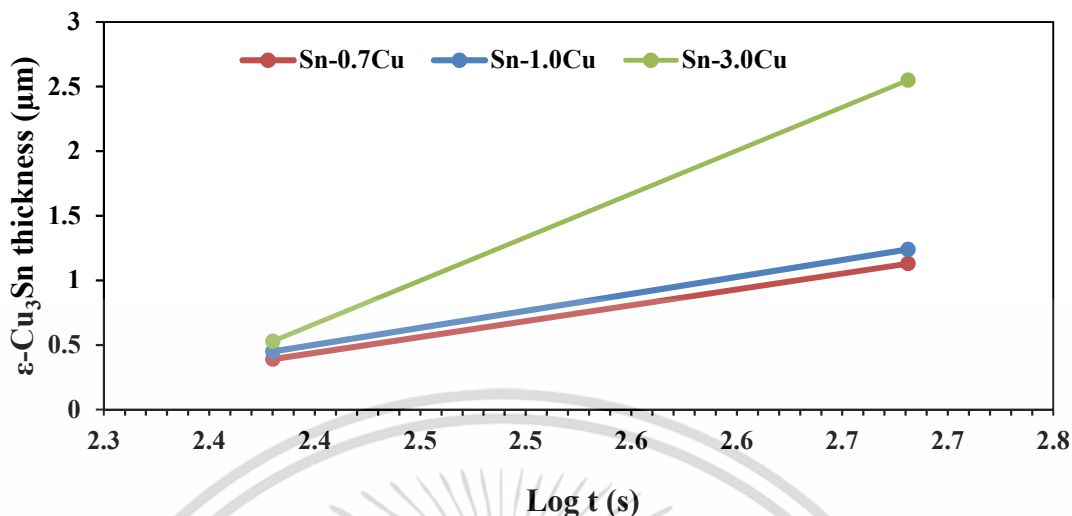
Solder alloys	Soldering time (s)	IMC thickness ( $\mu\text{m}$ )		
		$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	Total
Sn-0.7Cu	10	2.07	-	2.07
	20	2.20	-	2.20
	40	2.34	-	2.34
	60	2.79	-	2.79
	120	2.91	-	2.91
	240	2.85	0.39	3.23
	480	4.31	1.13	5.44
Sn-1.0Cu	10	1.98	-	1.98
	20	2.22	-	2.22
	40	2.34	-	2.34
	60	2.96	-	2.96
	120	3.26	-	3.26
	240	2.99	0.45	3.44
	480	4.97	1.24	6.21
Sn-3.0Cu	10	1.99	-	1.99
	20	2.59	-	2.59
	40	2.76	-	2.76
	60	3.24	-	3.24
	120	3.81	-	3.81
	240	3.60	0.53	4.13
	480	8.58	2.55	11.13

สำหรับการบัดกรีที่เวลา 20 s-40 s ความหนาชั้นสารประกอบเชิงโลหะของ Sn-0.7Cu และ Sn-1.0Cu ไม่แตกต่างกัน เนื่องจากทั้งคู่มีองค์ประกอบของทองแดงในโลหะบัดกรีแตกต่างกันเพียงเล็กน้อย ในทางตรงกันข้ามความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะจากโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu มีความแตกต่างกัน ความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ที่ระหว่างพื้นผิวเกิดขึ้นหนามากกว่า Sn-0.7Cu และ Sn-1.0Cu อย่างมีนัยสำคัญ เมื่อเพิ่มเวลาการบัดกรีจาก 60 s ถึง 120 s ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะเพิ่มขึ้นเป็นฟังก์ชันของเวลาการบัดกรีแบบรีโพลีและปริมาณทองแดง โดยอะตอมทองแดงสามารถแพร่จากแผ่นรองไปยังโลหะบัดกรีผ่านชั้นสารประกอบเชิงโลหะและทำปฏิกิริยากับอะตอมดีบุกเพื่อเกิด  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ในเมทริกซ์ของโลหะบัดกรี อย่างไรก็ตามอะตอมทองแดงจากแผ่นรองและโลหะบัดกรีไม่เพียงแต่ทำปฏิกิริยากับอะตอมดีบุก แต่ยังทำให้เกิดการเจริญเติบโตอย่างต่อเนื่องของชั้น  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> [89] และที่สำคัญไม่พบผลการเปลี่ยนจาก  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เป็น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ตามสมการที่ (4.4)

ที่เวลาการบัดกรี 240 s เฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีแนวโน้มที่จะสลายตัว เมื่อเปรียบเทียบกับจากการลดความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ดีบุกสามารถแพร่ผ่าน  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ไปทำปฏิกิริยากับทองแดง ทำให้เกิดเฟส  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ยิ่งไปกว่านั้น  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีแนวโน้มที่จะสลายตัวเนื่องจากการสูญเสียดีบุกจาก  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ดังแสดงในสมการที่ (4.5) ดังนั้นจากผลการทดลองพบว่า  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เกิดขึ้นเป็นเฟสแรกและตามด้วย  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่ระหว่างพื้นผิว  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>/Cu หลังการบัดกรีโดยใช้เวลานานขึ้น รูปที่ 4.8 แสดงรายละเอียดความหนาของชั้น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เมื่อบัดกรีที่เวลา 240 และ 480 s ความหนาของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นกับการเพิ่มขึ้นของเวลาในการบัดกรีและปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรี นอกจากนั้นทองแดงยังสามารถแพร่ผ่านชั้น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ได้ อย่างไรก็ตามอะตอมทองแดงที่แพร่ผ่านชั้น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ยังทำปฏิกิริยากับ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ที่มีอยู่ทำให้เกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เจริญเติบโตดังแสดงในสมการที่ (4.4) ดังนั้นการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn สอดคล้องกับสมการที่ (4.5) และ (4.4) ตามลำดับ

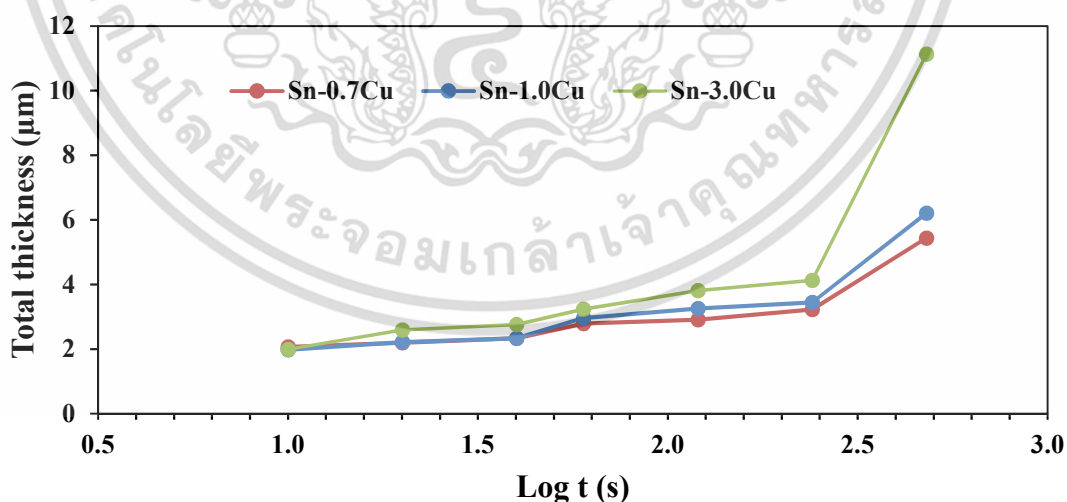


รูปที่ 4.7 ความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> จากเวลาการบัดกรีและโลหะบัดกรีต่างกัน



รูปที่ 4.8 ความหนาของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จากเวลาการบัดกรีและโลหะบัดกรีต่างกัน

นอกจากนั้น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จะหนาขึ้นเกิดจากการสูญเสียเฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> โดยความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะเป็นผลรวมของความหนาชั้น  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ดังแสดงในรูปที่ 4.9 การเพิ่มความหนาของเฟสหนึ่งจึงเกี่ยวข้องกับการลดความหนาของเฟสอื่นโดยเฉพาะตอนเริ่มต้นเกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เพราะฉะนั้นความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จึงมีความสัมพันธ์กัน อย่างไรก็ตามช่วงเวลาการบัดกรีที่ 480 s ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะทั้งสองชนิดเพิ่มขึ้นเร็วมาก จากการใช้เวลาในสภาวะนี้มากกว่า 240 s ถึงเท่าตัว จึงทำให้ทั้งสองชั้นเติบโตไปพร้อมกันโดยไม่เกิดการลดความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>



รูปที่ 4.9 ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะรวมจากเวลาการบัดกรีและโลหะบัดกรีต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 4.1.3 กลไกการเจริญเติบโตและสัมประสิทธิ์การแพร่

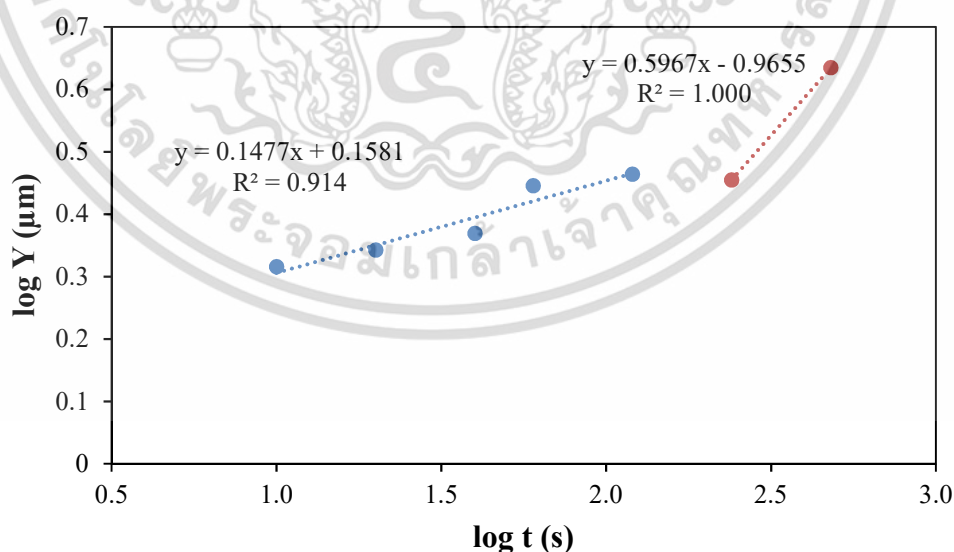
สำหรับเฟสสารประกอบเชิงโลหะที่เกิดขึ้นสามารถอธิบายกลไกการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตได้จากสมการที่ (4.6) และ (4.7)

$$Y = kt^n \quad (4.6)$$

$$\log Y = \log k + n \log t \quad (4.7)$$

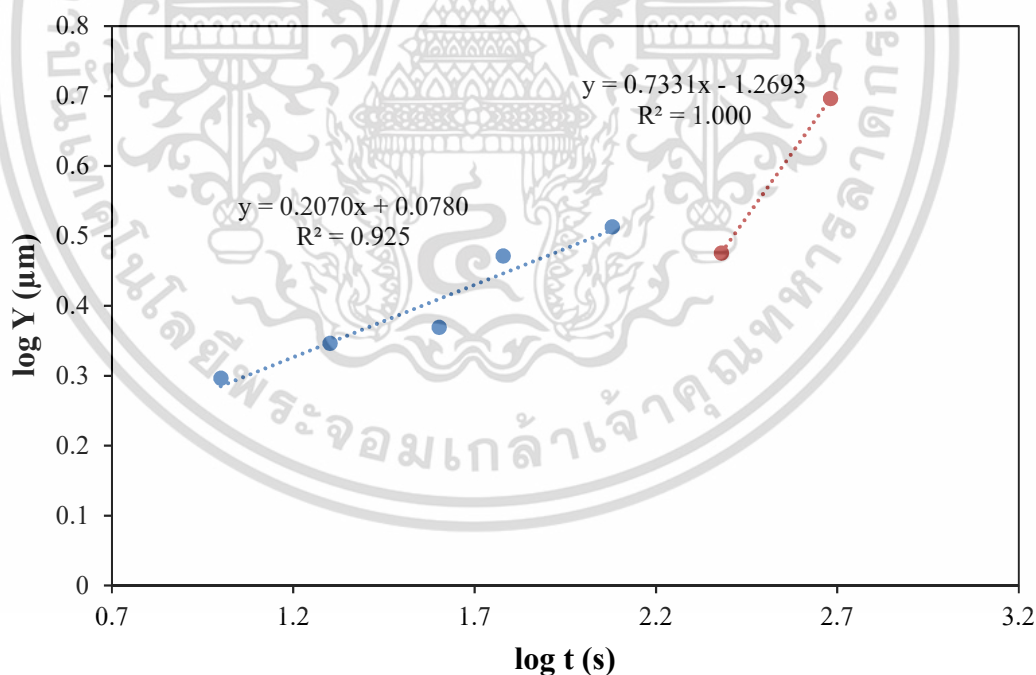
เมื่อ  $Y$  คือ ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ  $k$  คือ ค่าคงที่อัตราการเจริญเติบโต  $t$  คือ เวลาในการบัดกรี และ  $n$  คือ เลขยกกำลังของเวลา

ค่าของ  $n$  ได้จากความชันจากการพล็อตระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  สำหรับความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  และ  $\log t$  ของ  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  แสดงดังรูปที่ 4.10-4.15 ตามลำดับ ซึ่งเป็นที่ทราบกันดีว่าค่าของ  $n$  มีความสัมพันธ์กับอัตราการเจริญเติบโตของเฟสสารประกอบเชิงโลหะ เมื่อ  $n = 1/3$  การเจริญเติบโตของเฟสสารประกอบเชิงโลหะเป็นไปตามการควบคุมการแพร่ด้วยขอบเกรน (Grain boundary diffusion-controlled) เมื่อ  $n = 1/2$  หรือ 0.5 การเจริญเติบโตของเฟสสารประกอบเชิงโลหะเป็นไปตามการควบคุมการแพร่แบบปริมาตร (Volume diffusion-controlled) หรือควบคุมการแพร่ด้วยเนื้อเกรน และเมื่อ  $n = 1$  การเจริญเติบโตของเฟสสารประกอบเชิงโลหะเป็นไปตามการควบคุมแบบปฏิกิริยา (Reaction-controlled) หรือควบคุมการเจริญเติบโตด้วยปฏิกิริยาทางเคมี (Chemical reaction-controlled) [90-92]

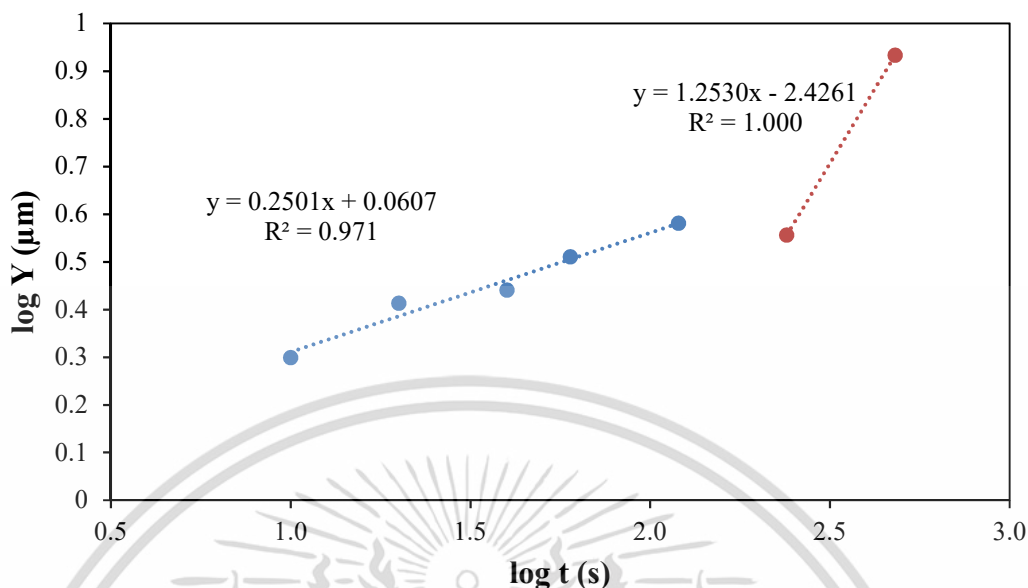


รูปที่ 4.10 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  ของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  สำหรับโลหะบัดกรี Sn-0.7Cu

เฟส  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  จากโลหะบัดกรีทั้งสามชนิดมีกลไกการเจริญเติบโตแบ่งออกเป็น 2 กลไกของการเจริญเติบโต ในช่วงแรกที่เวลา 10-120 s ค่า  $n$  มีค่าน้อยและเมื่อเพิ่มเวลาบัดกรีที่ 240-480 s ค่า  $n$  เพิ่มขึ้นเนื่องจากเวลาการบัดกรีที่เพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามจากงานวิจัยที่ผ่านมากลไกการควบคุมการเจริญเติบโตของ IMC มีหลายรูปแบบ เช่น การบัดกรีตีบูกและ Sn-37Pb กับทองแดง เวลาการบัดกรีทำให้ค่า  $n$  เพิ่มขึ้นโดยไม่มีการเปลี่ยนกลไกซึ่งพบว่ามีการควบคุมการแพร่โดยขอบเกรน [93-94] ขณะที่การบัดกรีระหว่าง Sn-3.5Ag และอลูมิเนียมมีการเปลี่ยนกลไกจากปฏิกิริยาทางเคมีเป็นการควบคุมการแพร่ของขอบเกรนเมื่อเพิ่มเวลาการบัดกรี [95] ข้อมูลดังกล่าวแสดงดังตารางที่ 4.2 เมื่อเปรียบเทียบกับกราฟทดลองแสดงให้เห็นที่แตกต่างกันทั้งนี้เนื่องจากปัจจัยองค์ประกอบทางเคมีของโลหะบัดกรีและตัวแปรในการบัดกรี เช่น เวลาและอุณหภูมิการบัดกรี อย่างไรก็ตามผลการทดลองสำหรับ Sn-0.7Cu ช่วงแรกค่า  $n$  เท่ากับ 0.1477 ซึ่งมีกลไกการควบคุมการเจริญเติบโตแบบการแพร่ของขอบเกรนและเปลี่ยนไปเป็นการควบคุมการแพร่แบบปริมาตรโดยมีค่า  $n$  เท่ากับ 0.5967 ซึ่งมีกลไกการเจริญเติบโตของ IMC ที่เหมือนกันสำหรับโลหะบัดกรี Sn-0.7Cu และ Sn-1.0Cu โดยโลหะบัดกรี Sn-1.0Cu มีค่า  $n$  มากกว่าเล็กน้อยโดยมีค่า  $n$  เท่ากับ 0.2070 และ 0.7331 สำหรับช่วงเวลาการบัดกรีที่ 10-120 s และที่ 240-480 s ตามลำดับสำหรับการเปลี่ยนกลไกจากควบคุมการแพร่จากขอบเกรนเป็นการควบคุมการแพร่แบบปริมาตรนั้นมาจากการเจริญเติบโตของ IMC ที่ถูกจำกัดโดยการโต (Coarsening) ของ IMC ทำให้เกิดการลดเส้นทางการแพร่จึงทำให้การแพร่ผ่านเนื้อเกรนของ IMC ได้ [96]



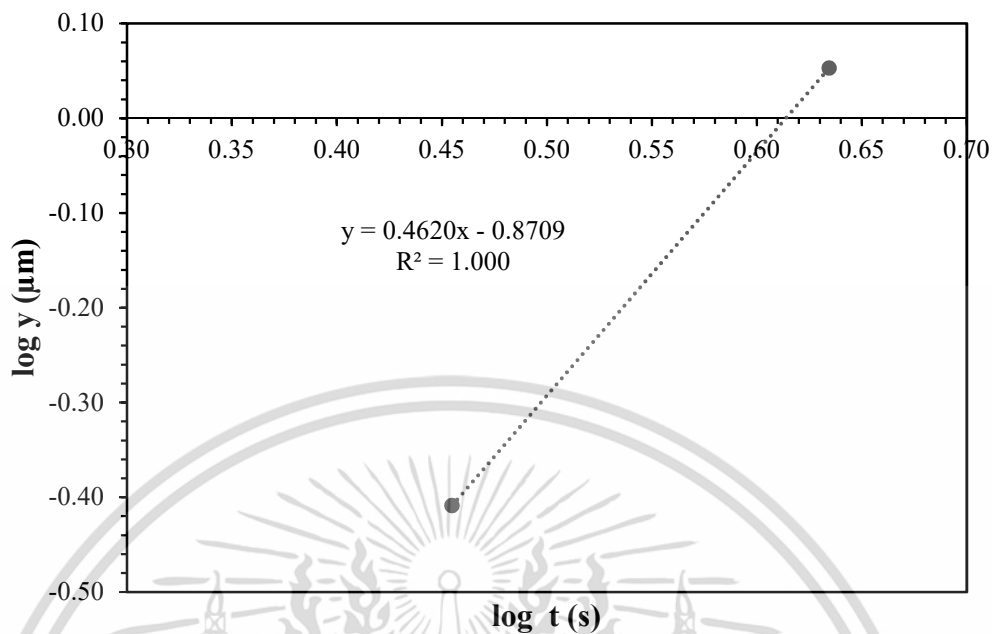
รูปที่ 4.11 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  ของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  สำหรับโลหะบัดกรี Sn-1.0Cu



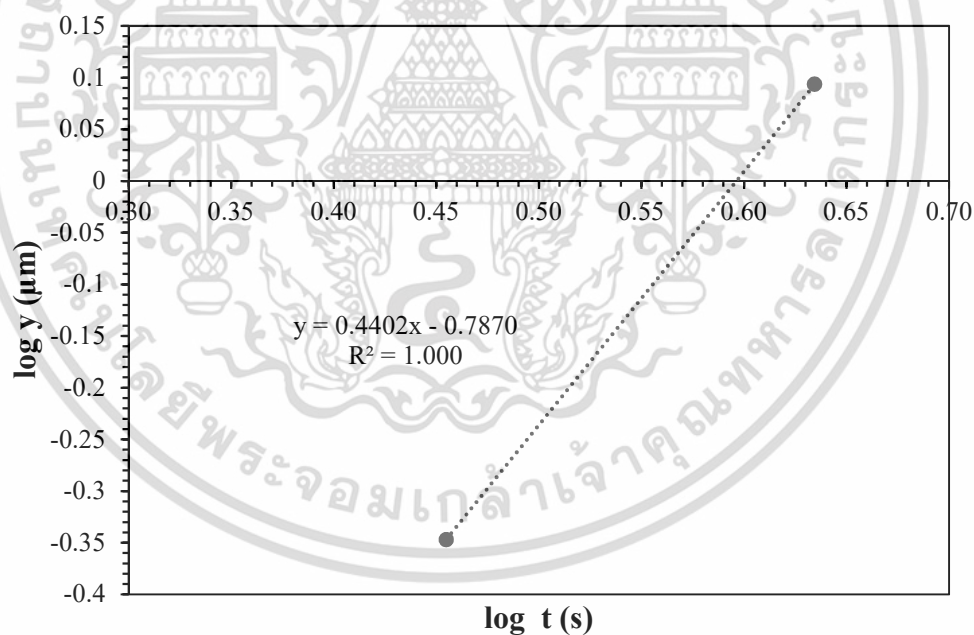
รูปที่ 4.12 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  ของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  สำหรับโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu

อย่างไรก็ตามสำหรับ Sn-3.0Cu มีกลไกที่แตกต่างกับโลหะบัดกรีทั้งสองชนิด ซึ่งพบว่า  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  มีกลไกการเจริญเติบโตของ IMC เปลี่ยนจากการควบคุมการแพร่ของขอบเกรนเป็นการควบคุมการเจริญเติบโตด้วยปฏิกิริยาทางเคมีเมื่อบัดกรีที่เวลา 240-480 s โดยค่า  $n$  เพิ่มขึ้นจาก 0.2501 เป็น 1.2530 นั้นเป็นเพราะปริมาณทองแดงที่มีอยู่มากในโลหะบัดกรีทำให้ค่า  $n$  เพิ่มขึ้นเร็วกว่า Sn-1.0Cu และ Sn-3.0Cu สำหรับการควบคุมการเจริญเติบโตด้วยปฏิกิริยาทางเคมีจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า เวลาสำหรับเกิดปฏิกิริยาทางเคมีมีความสัมพันธ์โดยตรงกับช่วงเวลาที่มีการเปลี่ยนแปลงความหนาของชั้น IMC และช่วงเวลาสำหรับการแพร่ของอะตอม [13, 92] สำหรับผลที่พบการเปลี่ยนแปลงความหนาที่มีการลดลงในช่วงเริ่มเกิด IMC ชนิดใหม่จึงทำให้การขนถ่ายอะตอมทองแดงของ IMC ลดลง [97] และมีการเจริญเติบโตของ IMC อย่างรวดเร็วอีกครั้งหลังเพิ่มเวลาการบัดกรีเนื่องจากปริมาณการแพร่ที่เพิ่มขึ้นจึงทำให้เกิดการเปลี่ยนกลไกการเจริญเติบโตในสภาวะนี้

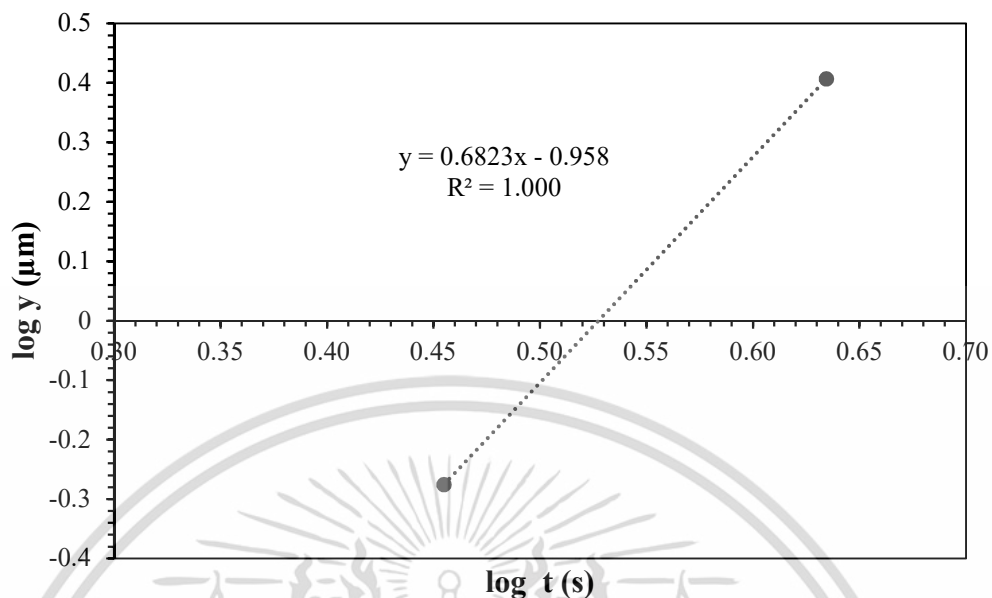
โดยรวมกลไกการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ทุกชนิดของโลหะบัดกรีมีพฤติกรรมควบคุมการแพร่แบบปริมาตร โดยมีค่า  $n$  เท่ากับ 0.4620, 0.4402 และ 0.6823 สำหรับ Sn-0.7Cu, Sn-1.0Cu และ Sn-3.0Cu ตามลำดับ ผลที่ได้มีความสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมาโดยสาเหตุการเกิด การควบคุมในลักษณะนี้มาจากการแพร่ออกไปของดีบุกในเฟส  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  สนับสนุนให้เกิด  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  และเฟสมีอัตราการเจริญเติบโตอย่างรวดเร็วทำให้ค่า  $n$  เข้าใกล้ 1/2 [83] ซึ่งมีความสัมพันธ์กับการแพร่เป็นไปตามสมการที่ (4.5) โดยค่า  $n$  ใกล้เคียงกับผลจากงานวิจัยที่ผ่านมาจากการบัดกรี Sn-base solder หลายชนิดที่อุณหภูมิ 250 °C พบว่า  $n$  มีค่าอยู่ในช่วง 0.4-0.5 จากข้อมูลสามช่วงเวลาการบัดกรีที่แตกต่างกัน [98] ดังนั้นแสดงให้เห็นว่าข้อมูลจากการทดลองสามารถเชื่อถือได้ถึงแม้มีแค่สองช่วงเวลาสำหรับการใช้หาค่า  $n$  ของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ก็ตาม



รูปที่ 4.13 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  ของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  สำหรับโลหะบัดกรี Sn-0.7Cu



รูปที่ 4.14 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  ของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  สำหรับโลหะบัดกรี Sn-1.0Cu



รูปที่ 4.15 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  ของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn สำหรับโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu

ตารางที่ 4.2 ค่า n ของเฟสสารประกอบเชิงโลหะ

Solder/Substrate	Soldering method /Temp.	Soldering time (s)	IMC type	Reaction type	n	Ref.
Sn-0.7Cu/Cu	Dipping/ 350 °C	10-120	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Grain boundary diffusion	0.1477	This work
		240-480	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Volume diffusion	0.5967	
		240-480	$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	Volume diffusion	0.4620	
Sn-1.0Cu/Cu	Dipping/ 350 °C	10-120	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Grain boundary diffusion	0.2070	
		240-480	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Volume diffusion	0.7331	
		240-480	$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	Volume diffusion	0.4402	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 (ต่อ)

Solder/Substrate	Soldering method /Temp.	Soldering time (s)	IMC type	Reaction type	n	Ref.
Sn-3.0Cu/Cu	Dipping/ 350 °C	10-120	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Grain boundary diffusion	0.2501	This work
		240-480	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Chemical reaction	1.2530	
		240-480	$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	Volume diffusion	0.6823	
Sn/Cu	Dipping/ 260 °C	1-190	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Grain boundary diffusion	0.1500	[93]
		40-190	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Grain boundary diffusion	0.3000	
Sn-3.7Pb/Cu	Reflow/ 230, 250 °C	1-100	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Grain boundary diffusion	0.1500	[94]
	Reflow/ 230, 250 °C	100-300	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Grain boundary diffusion	0.3200	
Sn-3.5Ag/Al	Reflow/ 250, 265, 275, 285 °C	<5 min	Ag <sub>2</sub> Al	Chemical reaction	1.0000	[92]
		>5min	Ag <sub>2</sub> Al	Grain boundary diffusion	0.3000	

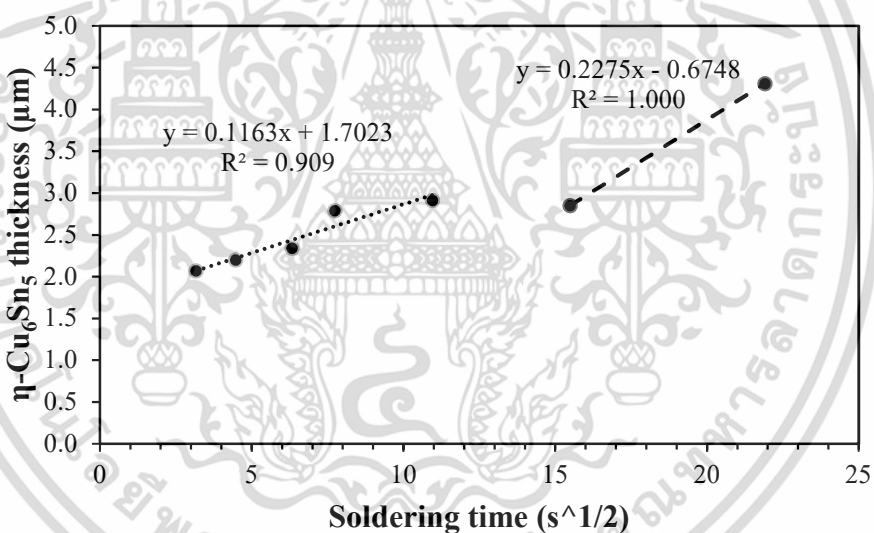
สัมประสิทธิ์การแพร่จากการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะระหว่างสภาวะการบัดกรีสามารถแสดงได้โดยสมการที่ (4.8)

$$Y = Y_0 + Dt^{1/2} \quad (4.8)$$

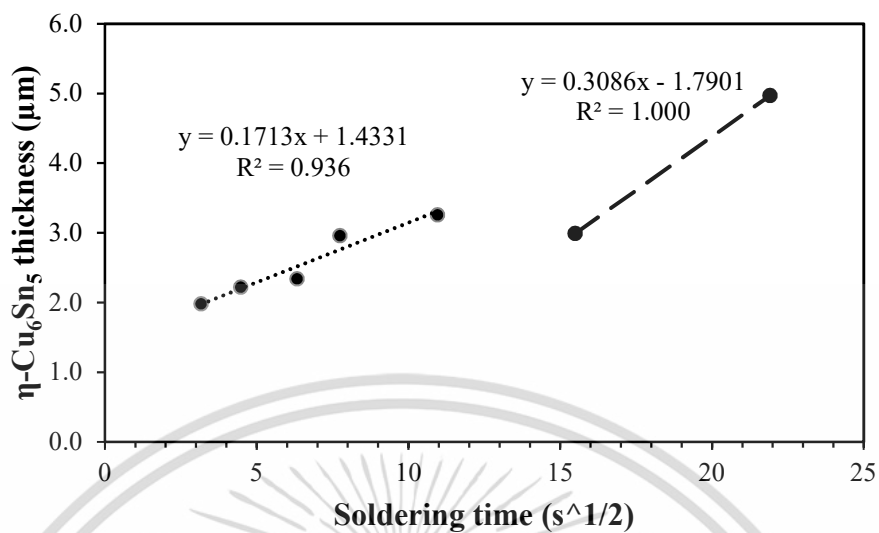
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ  $Y_0$  คือ ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่  $t = 0$ ,  $D$  คือ สัมประสิทธิ์การแพร่ (Effective diffusion coefficient) ค่าของ  $D^{1/2}$  สามารถหาได้จากความชัน (Slope) จากการพล็อตระหว่างความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ ( $Y$ ) และรากที่สองของเวลาในการบัดกรี ( $t^{1/2}$ )

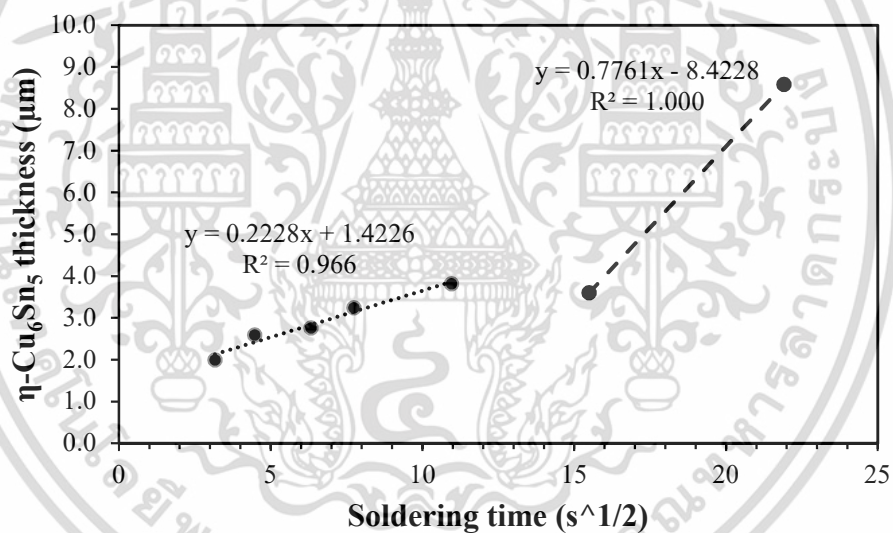
ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะกับเวลาการบัดกรีสำหรับ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  แสดงดังรูปที่ 4.16-4.18 และ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  แสดงดังรูปที่ 4.19-4.21 ตามลำดับ พบว่า โดยช่วงแรกมีความชันจากการพล็อตความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะกับเวลาการบัดกรีน้อยกว่าช่วงที่สองนั้นแสดงให้เห็นถึงค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการบัดกรี อย่างไรก็ตาม  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  เกิดขึ้นโดยการทำปฏิกิริยาของทองแดงกับ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่ระหว่างพื้นผิว ดังนั้นการแพร่ของทองแดงผ่าน IMC จึงเป็นการควบคุมแบบอัตรา (Rate controlling) ตารางที่ 4.3 แสดงการเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการต่อ Sn-0.7Cu/Cu, Sn-1.0Cu/Cu และ Sn-3.0Cu/Cu ทุกโลหะบัดกรีในช่วงแรก  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ต่ำกว่าช่วงที่สองและสัมประสิทธิ์การแพร่มีความสัมพันธ์กับปริมาณทองแดงที่มีอยู่ในโลหะบัดกรี



รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  กับเวลาการบัดกรีของ Sn-0.7Cu

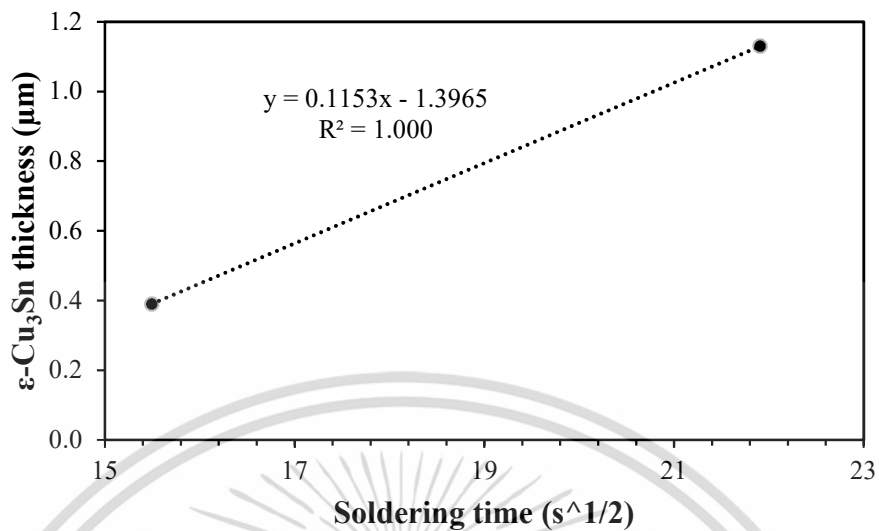


รูปที่ 4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> กับเวลาการบัดกรีของ Sn-1.0Cu

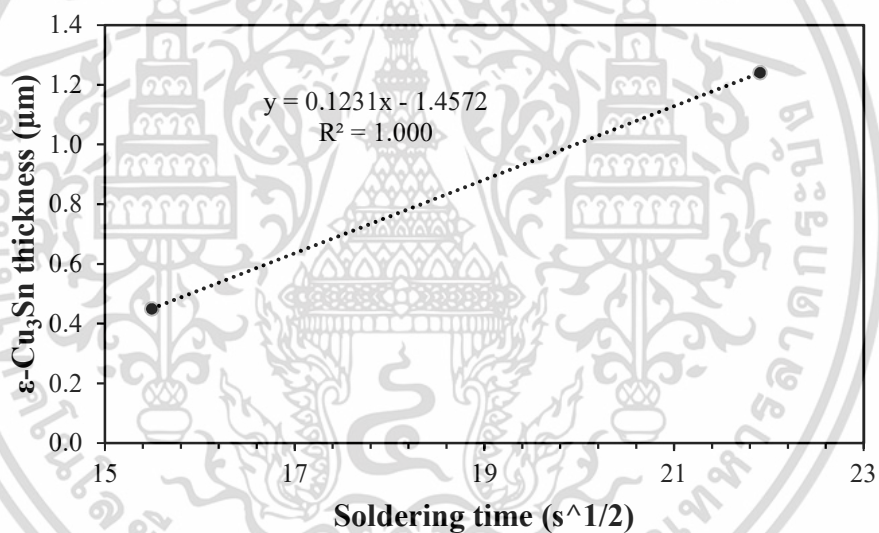


รูปที่ 4.18 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> กับเวลาการบัดกรีของ Sn-3.0Cu

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

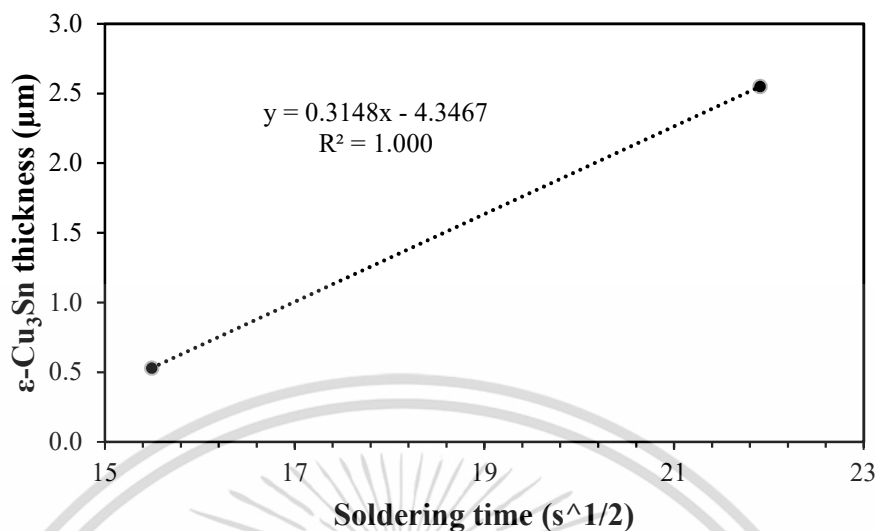


รูปที่ 4.19 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn กับเวลาการบัดกรีของ Sn-0.7Cu



รูปที่ 4.20 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn กับเวลาการบัดกรีของ Sn-1.0Cu

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



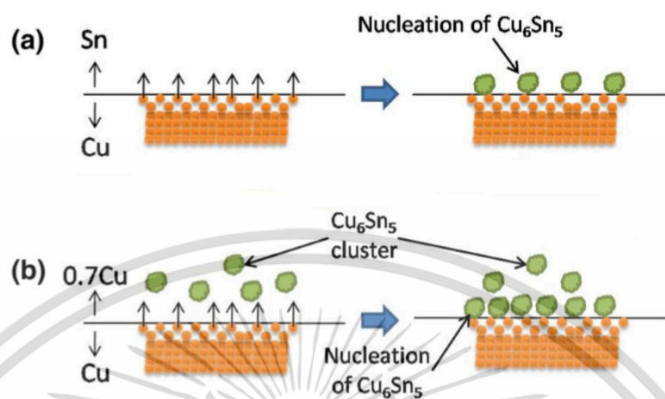
รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  กับเวลาการบัดกรีของ Sn-3.0Cu

ตารางที่ 4.3 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ

Solders alloys	Slope			Diffusion coefficient; D ( $\mu\text{m}^2/\text{s}$ )		
	$\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ (10-120 s)	$\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ (240-480 s)	$\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$	$\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ (10-120 s)	$\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ (240-480 s)	$\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$
Sn-0.7Cu	0.1163	0.2275	0.1153	0.341	0.476	0.339
Sn-1.0Cu	0.1713	0.3086	0.1231	0.414	0.556	0.350
Sn-3.0Cu	0.2228	0.7761	0.3148	0.472	0.881	0.561

ดังนั้นผลจากการทดลองในส่วนนี้แสดงให้เห็นว่า เฟสสารประกอบเชิงโลหะเกิดขึ้นและเจริญเติบโตได้เร็วกับการเพิ่มขึ้นของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีและเวลาการบัดกรี โดยปริมาณทองแดงที่มีอยู่มากในโลหะบัดกรีส่งเสริมให้เกิดฟลักซ์การแพร่ (Diffusion flux) ของทองแดงในโลหะบัดกรีไปที่ระหว่างพื้นผิวและยังส่งเสริมการก่อเกิดนิวเคลียสของสารประกอบเชิงโลหะที่ระหว่างพื้นผิวโดยในโลหะบัดกรี Sn-Cu มีกลุ่ม (Cluster) ของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  อยู่ [99] ดังนั้นขนาดกลุ่มสารประกอบของ Sn-Cu และการกระจายตัวของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ในโลหะบัดกรีจึงขึ้นอยู่กับปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีเช่นกัน เมื่อเปรียบเทียบคู่ควบคุมการแพร่การเกิด  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  จากทองแดงกับดีบุกบริสุทธิ์ดังรูปที่ 4.22 อะตอมทองแดงจากแผ่นรองแพร่ไปยังดีบุกเหลวทำให้เกิดการรวมกลุ่มเป็นนิวเคลียสใหม่ของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่ระหว่างพื้นผิว แต่สำหรับโลหะบัดกรี Sn-Cu เช่น Sn-0.7Cu ซึ่งมีทองแดงอยู่ในโลหะบัดกรี การเกิดขึ้นของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่ระหว่างพื้นผิวจึงสามารถมาจาก (1) การรวมตัวกันใหม่ของทองแดงและดีบุกเกิดเป็นนิวเคลียสของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ (2) จากกลุ่ม  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่มีอยู่แล้วในโลหะบัดกรีจึงเกิดขึ้นสารประกอบเชิงโลหะที่ระหว่างพื้นผิวและทำให้มีชั้นที่หนาเมื่อเพิ่มปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรี [99] โดยสรุปการศึกษาในส่วนนี้แสดงให้เห็นถึงผลกระทบของความแตกต่างของปริมาณทองแดงที่มีผลต่อการ

เจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นแนวทางในการเลือกใช้โลหะผสมโลหะบัดกรีในกลุ่มโลหะบัดกรีที่มีความเข้มข้นของดีบุกผสมกับทองแดงได้

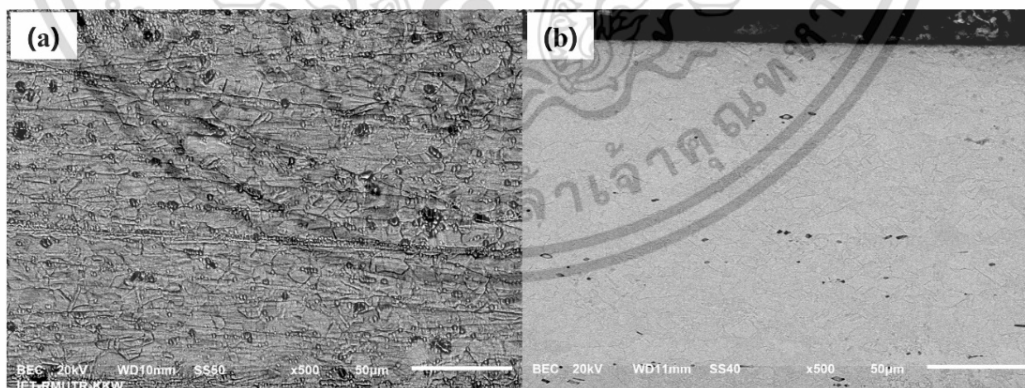


รูปที่ 4.22 การเกิดนิวเคลียสของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  (a) Cu/Sn และ (b) Cu/Sn0.7Cu [99]

## 4.2 อิทธิพลของเวลาบัดกรีที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ระหว่างโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu และแผ่นรอง

### 4.2.1 ความสามารถในการเปียกและมุมสัมผัสของโลหะบัดกรี

โครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองด้านบน (Top-view) และด้านข้าง (Cross-section) แสดงดังรูปที่ 4.23 แผ่นรองทองแดงก่อนการบัดกรีมีเลขเชิงขนาดเกรนเท่ากับ 8.36 สำหรับโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองทองแดงพบว่าเป็นโครงสร้างที่มีเกรนละเอียด



รูปที่ 4.23 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดง (a) ด้านบน และ (b) ด้านข้าง

ความหยาบผิวเมื่อวัดตั้งฉากกับแนวรีดของโลหะพื้นทองแดงมีค่าความหยาบผิวเฉลี่ยเชิงตัวเลข (Arithmetic mean roughness) ที่  $0.165 \mu\text{m}$  หลังการบัดกรีที่อุณหภูมิ  $350 \text{ }^\circ\text{C}$  โลหะบัดกรีเหลวสัมผัส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

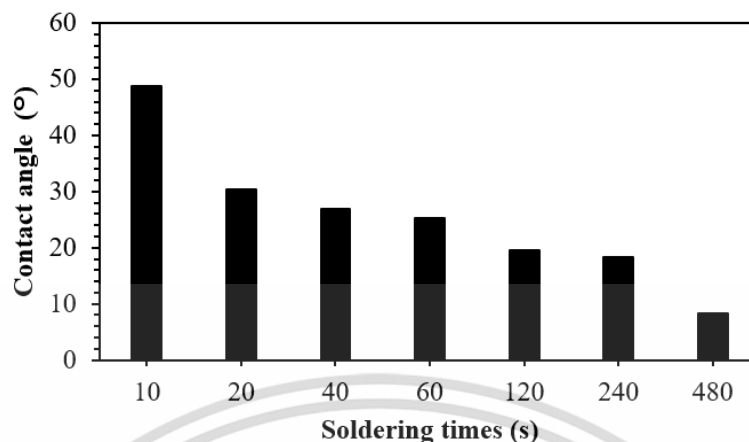
กับแผ่นรองทองแดงในสภาวะของแข็งและมุมสัมผัส (Contact angle) ของโลหะบัดกรีที่เวลาการบัดกรีแตกต่างกันแสดงข้อมูลดังตารางที่ 4.4

อย่างไรก็ตามลักษณะพื้นผิวและโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองทองแดงมีบทบาทสำคัญเกี่ยวกับพฤติกรรมการเปียกของโลหะบัดกรีเหลว พื้นผิวที่มีความหยาบช่วยให้การเปียกเกิดขึ้นได้เร็วกว่าพื้นผิวที่ละเอียด เนื่องจากการรวมกันของกลไกการแพร่และ Capillarity [100, 101] นอกจากนี้ขนาดเกรน ขอบเกรน มีผลต่อพฤติกรรมการเปียกของโลหะบัดกรีที่หลอมละลายบนแผ่นรองทองแดง ซึ่งการแพร่ของอะตอมเกิดขึ้นได้ง่ายที่ขอบเกรน เนื่องจากขอบเกรนหรือแม้แต่ดิสโลเคชันถือได้ว่าเป็นจุดบกพร่องในผลึก (Crystal) ดังนั้นจุดบกพร่องที่มีอยู่จึงทำให้เกิดพลังงานพิเศษ (Extra interface energy) ที่ระหว่างรอยต่อทำให้พลังงานอิสระของระบบเพิ่มขึ้นจึงส่งผลให้การเปียกของโลหะบัดกรีเกิดขึ้นได้ดีบนแผ่นรอง [102]

ตารางที่ 4.4 มุมสัมผัสของโลหะบัดกรีที่เวลาการบัดกรีต่างๆ

Soldering time (s)	Contact angle (°)
10	48.83
20	30.35
40	27.01
60	25.26
120	19.57
240	18.31
480	8.26

รูปที่ 4.24 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัสของโลหะบัดกรีที่เวลาการบัดกรีแตกต่างกัน การบัดกรีที่เวลา 10 s ซึ่งมีมุมสัมผัสเท่ากับ  $48.83^{\circ}$  มีผลการเปียกที่พอใช้ โดย Zang และคณะ [39] มีการระบุว่า ความสามารถในการเปียกที่ดี (Good wettability) มุมสัมผัสต้องน้อยกว่า  $40^{\circ}$  และมุมสัมผัสระหว่าง  $40^{\circ}$  และ  $50^{\circ}$  มีความสามารถในการเปียกที่พอใช้ (Fair wettability) การบัดกรีจากเวลา 20 s ถึง 240 s โดยเฉลี่ยมุมสัมผัสจากการทดลองอยู่ในช่วง  $8.26^{\circ}$ - $30.35^{\circ}$  ซึ่งแสดงพฤติกรรมการเปียกที่ดีสำหรับมุมสัมผัสที่มีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มเวลาการบัดกรี เนื่องจากพลังงานอิสระที่เพิ่มขึ้นกับเวลาการบัดกรีจึงทำให้โลหะบัดกรีกระจายตัวได้ดี [102] และมุมสัมผัสยังมีแนวโน้มที่ลดอย่างต่อเนื่องโดยไม่เกิดการเสถียรในช่วงการทดลอง

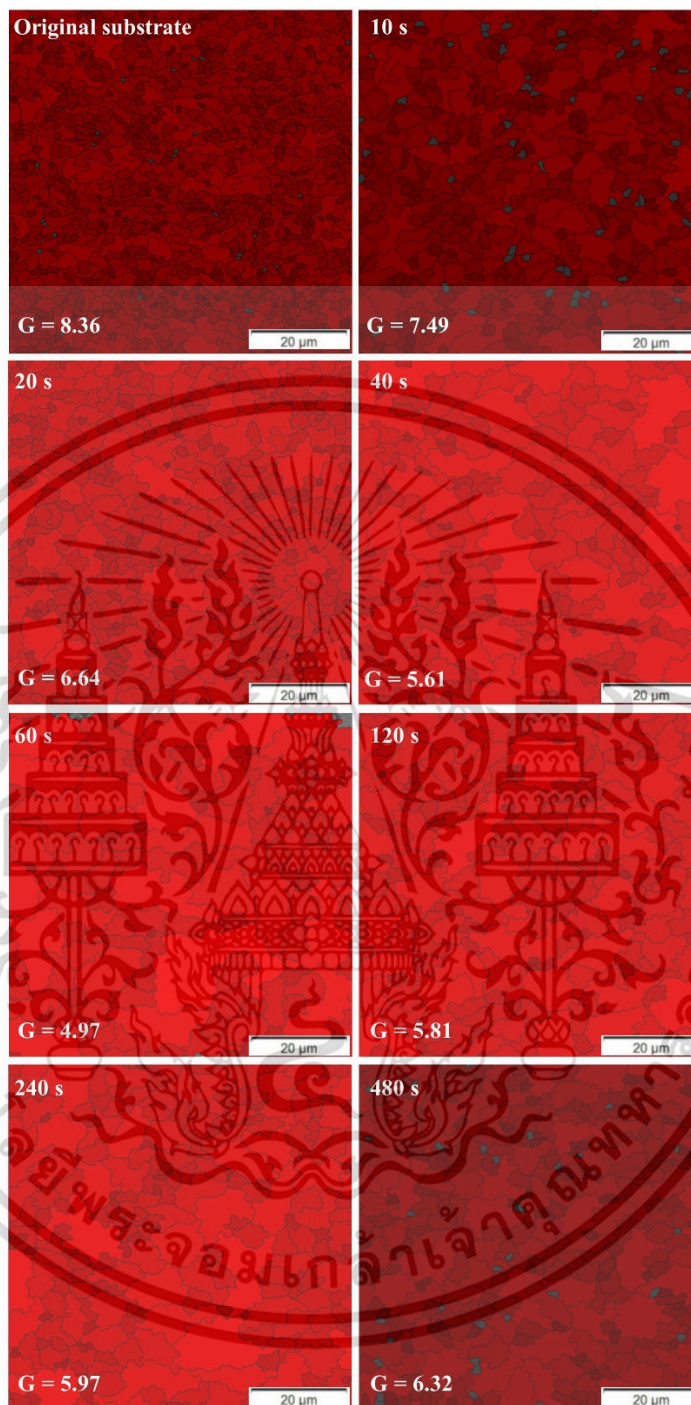


รูปที่ 4.24 มุมสัมผัสของโลหะบัดกรีที่เวลาการบัดกรีแตกต่างกัน

#### 4.2.2 เฟสสารประกอบเชิงโลหะ

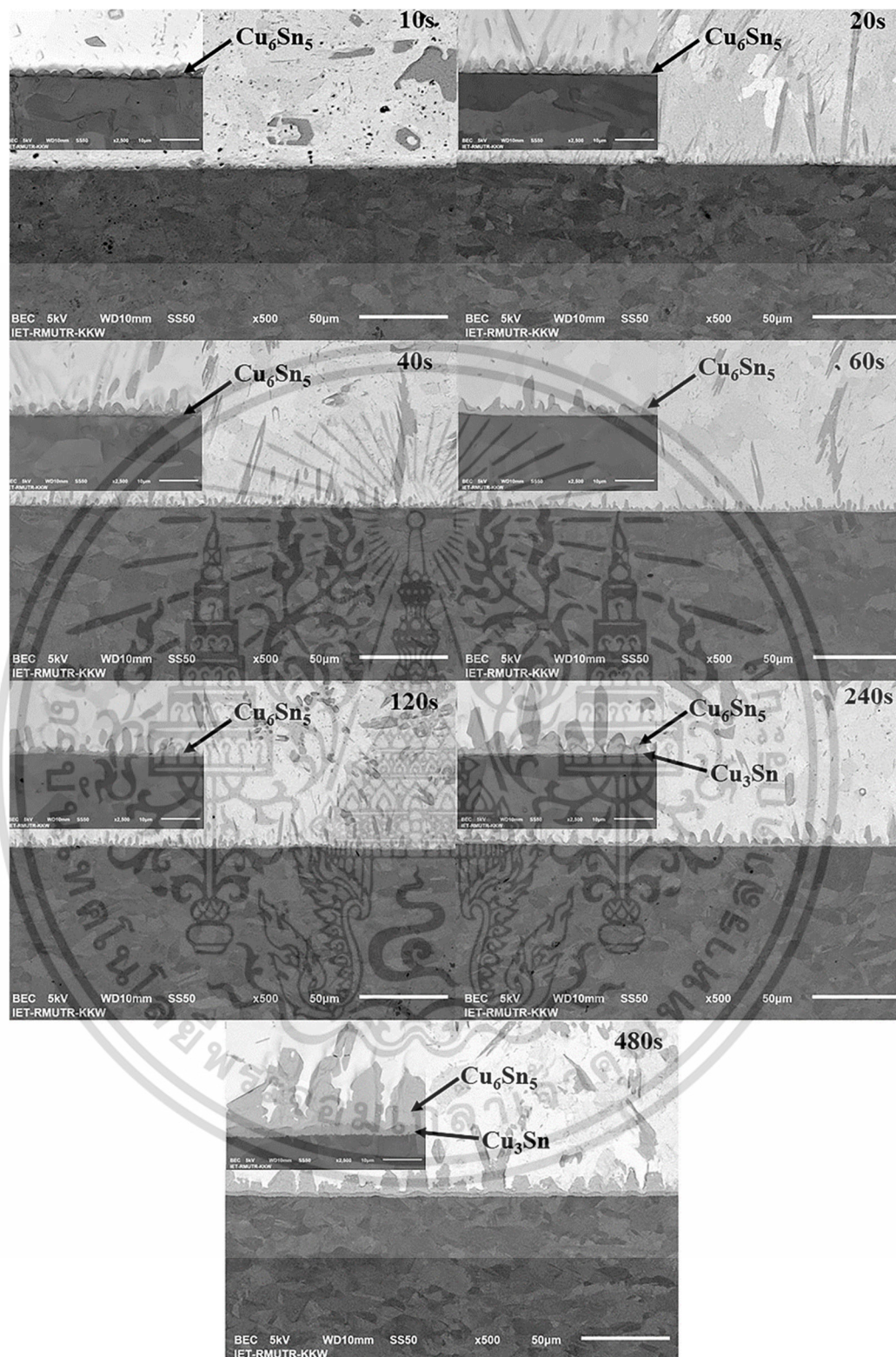
หลังการบัดกรีที่เวลาต่างกันโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองทองแดงด้านข้างก่อนและหลังการบัดกรีแสดงดังรูปที่ 4.25 โดยหลังการบัดกรีแผ่นรองมีขนาดเกรนโตขึ้นเล็กน้อยมีค่า  $G$  อยู่ในช่วง 4.97-7.49 สำหรับโครงสร้างจุลภาคที่เวลาการบัดกรีแตกต่างกันแสดงดังรูปที่ 4.26 เฟสสารประกอบเชิงโลหะที่พบในการทดลอง คือ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ภายใต้สภาวะการบัดกรีที่ 240 s และ 480 s พบเฟส  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ระหว่างแผ่นรองทองแดงและเฟส  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ( $\text{Cu}/\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}/\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ ) นอกจากนี้ยังปรากฏเฟส  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  เกิดขึ้นในเมตริกซ์ของโลหะบัดกรี โดยความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะกับเวลาการบัดกรีแสดงดังรูปที่ 4.27

โดยทั่วไปแล้วความหนาของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  เพิ่มขึ้นตามเวลาในการบัดกรี แต่ความหนาที่ลดลงที่เวลา 240 s เกิดจากการเปลี่ยนแปลงเฟสของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ไปเป็น  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  โดยการสูญเสียหรือหายไป (Depletion) ของดีบุกซึ่งแพร่ไปยังขอบของทองแดงทำให้เกิดเฟสของ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ที่มีขนาดเล็ก นอกจากนั้นการเจริญเติบโตของเฟส  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  จะถูกจำกัดด้วยเฟส  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ขณะที่อะตอมทองแดงแพร่จากแผ่นรองไปยัง  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ได้น้อยลง [103] หลังการบัดกรีที่เวลา 480 s ทั้งสองเฟสของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  มีอัตราการเจริญเติบโตที่สูงซึ่งเป็นผลมาจากการได้รับอะตอมทองแดงเพิ่มขึ้นหรือการสูญเสียดีบุกจาก  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ในขณะเดียวกันการเพิ่มของทองแดงโดยอะตอมทองแดงมาจากแผ่นรอง [86, 87] ดังนั้น  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  จึงเจริญเติบโตได้อย่างรวดเร็ว และผลแสดงให้เห็นกลไกการเกิดขึ้นของ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ขึ้นกับเวลาในการบัดกรีเช่นกัน



รูปที่ 4.25 เปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคก่อนและหลังการบำบัดกรี

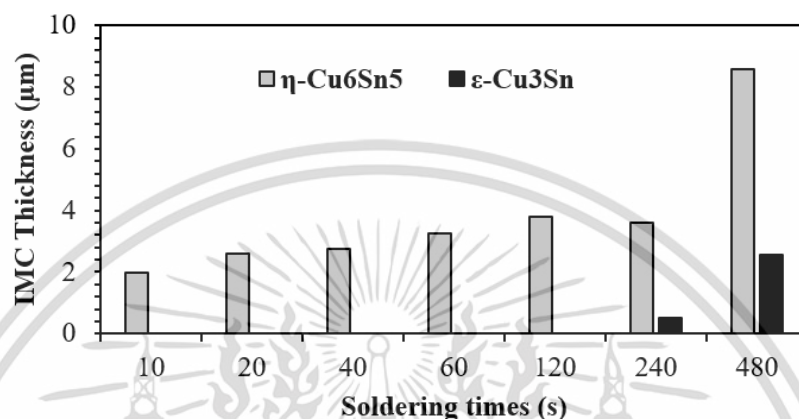
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.26 โครงสร้างจุลภาค SEM กับเวลาการบัดกรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับองค์ประกอบทางเคมีของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เมื่อตรวจสอบโดยใช้ EDS ผลของ Line scan แสดงข้อมูลไว้ในภาคผนวก ข และองค์ประกอบทางเคมีของเฟส IMC แสดงดังตารางที่ 4.5 ผลที่ได้มีความสอดคล้องกับงานวิจัยของ Yin และคณะ [104] โดยเฟสชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่พบในการศึกษามีความสอดคล้องกับงานวิจัยที่มีการรายงานไว้ก่อนหน้านี้ [105, 106]



รูปที่ 4.27 ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะกับเวลาการบัดกรี

ตารางที่ 4.5 องค์ประกอบทางเคมีของเฟสสารประกอบเชิงโลหะ

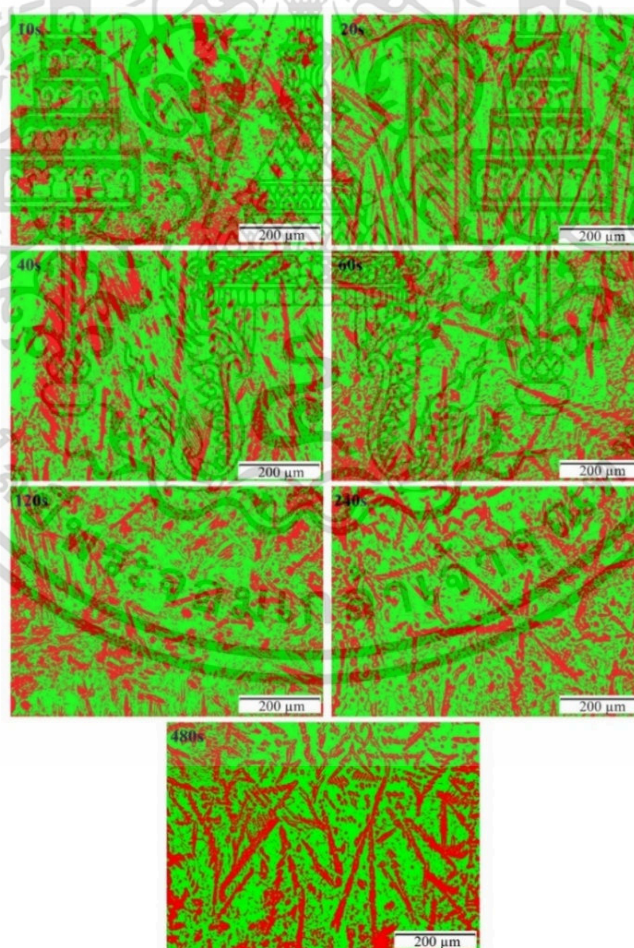
Phase	Cu (at.%)	Sn (at.%)	Ref.
$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	51.11-52.77	Balanced	This work
$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	70.74-73.38	Balanced	This work
$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	53.30	44.70	[104]
$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	74.90	25.1	[104]

ข้อมูลปริมาณสัดส่วนของเฟสแสดงดังตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.28 แสดงสัดส่วนของเฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> กับเวลาการบัดกรีในเมตริกซ์ของโลหะบัดกรีด้วยโหมด Advanced phase analysis ในโปรแกรม OLYMPUS Stream โดยผลแสดงในรูปแบบสัดส่วนของเฟส อย่างไรก็ตามก่อนวิเคราะห์เพื่อให้การตรวจสอบเฟสมีความถูกต้องจะต้องใช้ SEM และ EDS พิสูจน์เฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และเมตริกซ์ของโลหะบัดกรีซึ่งแสดงองค์ประกอบทางเคมีจากตัวอย่างเมื่อบัดกรีที่ 480 s ไว้ในรูปที่ 4.29 สำหรับรูปที่ 4.30 แสดงเปอร์เซ็นต์ของเฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ในโลหะบัดกรี ปริมาณของเฟส (Volume fraction)  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ในเมตริกซ์ของโลหะบัดกรีเพิ่มขึ้นกับเวลาการบัดกรีเนื่องจากปริมาณการแพร่ของอะตอมทองแดงและดีบุกเมื่อเพิ่มเวลาการบัดกรี โดยสรุปในส่วนนี้แสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัส เวลาการบัดกรี และการเกิดขึ้นของเฟสสารประกอบเชิงโลหะที่ระหว่างโลหะบัดกรีและแผ่นรองทองแดง ผลจากการเพิ่มขึ้นของเวลาในการบัดกรีทำให้เกิดเฟสสารประกอบเชิงโลหะหนามากขึ้นและทำให้มุมสัมผัสลดลง เนื่องจาก IMC ที่เกิดขึ้นระหว่างพื้นผิวมีรูปแบบที่ไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ

IMC ทำให้โลหะบัดกรีสัมผัสกับพื้นผิวใหม่ที่มีความหยาบผิวเพิ่มขึ้นได้จากชั้นที่มีความหนาและไม่สม่ำเสมอทำให้มุมสัมผัสลดลง

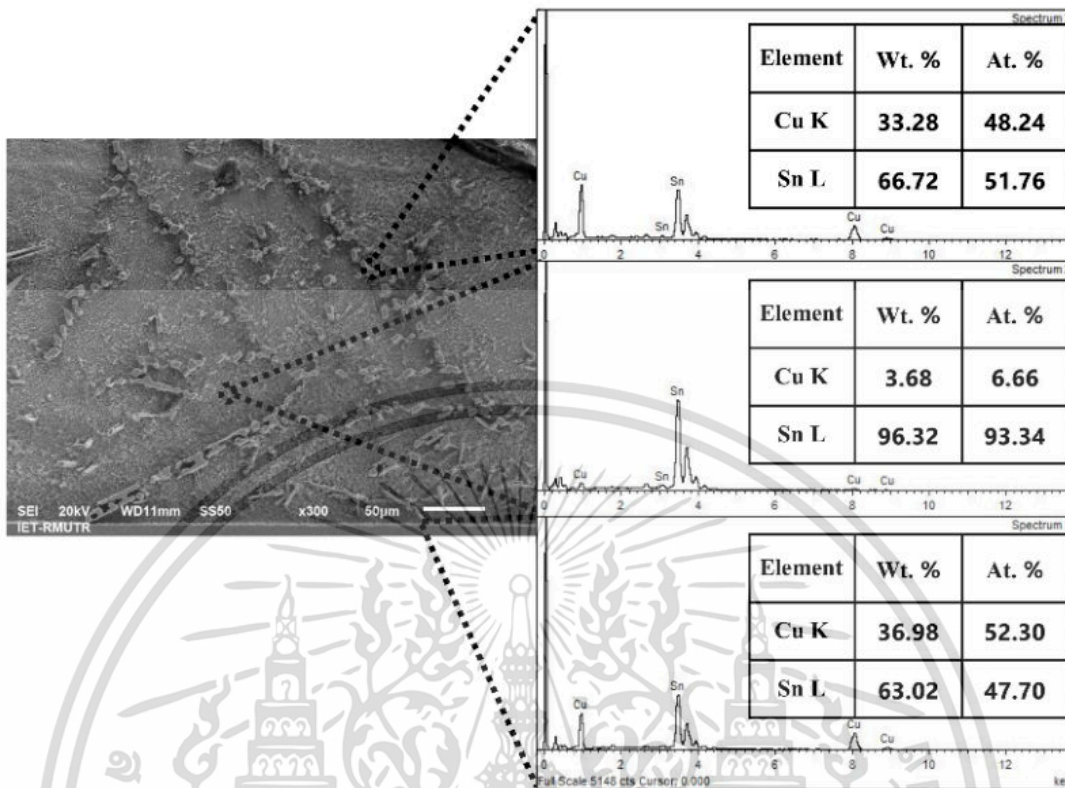
ตารางที่ 4.6 สัดส่วนเฟสสารประกอบเชิงโลหะ

Soldering time (s)	Phase fraction (%)	
	Solder matrix	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>6</sub>
10	69.59	30.41
20	68.13	31.87
40	67.37	32.63
60	63.12	36.88
120	62.43	37.57
240	60.95	39.05
480	58.39	41.61

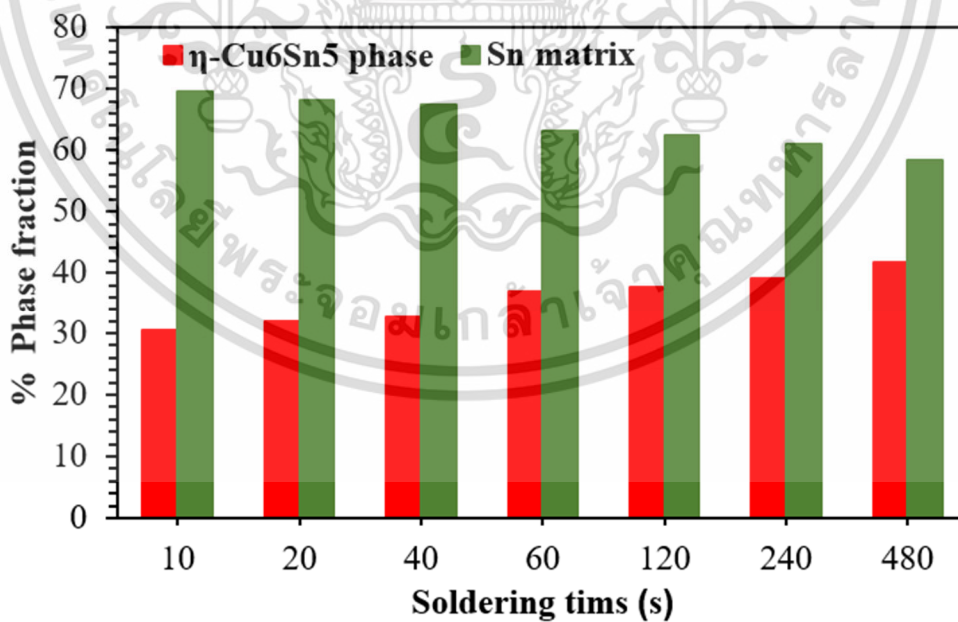


รูปที่ 4.28 สัดส่วนเฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> กับเวลาการบัดกรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.29 องค์ประกอบทางเคมีของ η-Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และเมตริกซ์ของโลหะบัดกรี



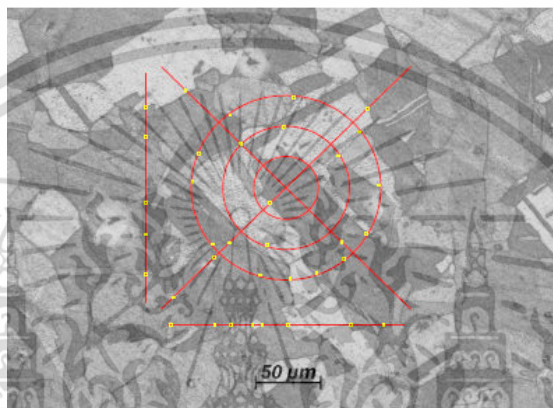
รูปที่ 4.30 เปอร์เซ็นต์ของเฟส η-Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ในเมตริกซ์ของโลหะบัดกรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 4.3 ผลของแผ่นรองที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu

#### 4.3.1 โครงสร้างจุลภาคและการจัดเรียงตัวของเกรนในแผ่นรองทองแดง

เลขเชิงขนาดเกรน หรือ G ของแผ่นรองทองแดงเมื่อตรวจสอบโดยใช้ Automatic image ด้วยวิธี Intercept จากโปรแกรม OLYMPUS Stream ดังแสดงในรูปที่ 4.31 โดยค่า G ที่มีค่ามาก หมายถึง เกรนมีขนาดเล็กและค่า G สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.2)



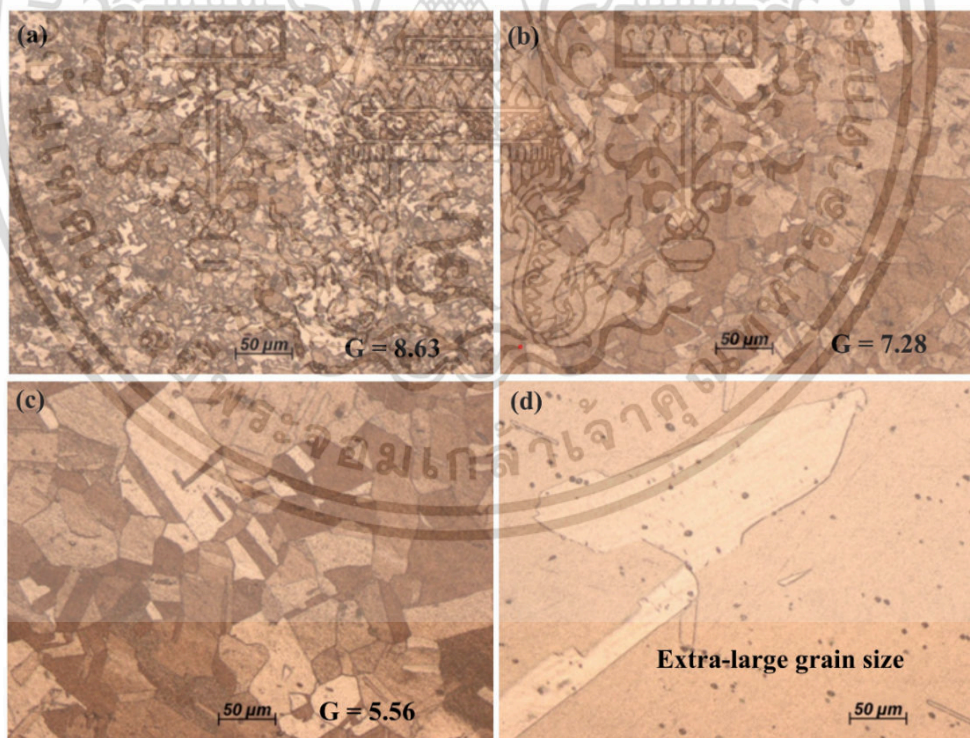
รูปที่ 4.31 การกำหนดเลขเชิงขนาดเกรนโดยใช้ ASTM E112-10 Intercept technique

ค่าเฉลี่ยของเลขเชิงขนาดเกรนจากการวัดซ้ำแสดงดังตารางที่ 4.7 โดยที่ผลการวัดของแต่ละแผ่นรองทองแดงที่กำลังขยาย 200 เท่า แสดงไว้ในภาคผนวก ค ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคและความสัมพันธ์ของค่า G ของแผ่นรองแสดงดังรูปที่ 4.32 โครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองทองแดงเดิม (ไม่ผ่านการอบอ่อน) แสดงดังรูปที่ 4.32 (a) พบว่ามีขนาดเกรนที่เล็ก หลังการอบอ่อนโครงสร้างจุลภาคที่ถูกปรับเปลี่ยนแสดงดังรูปที่ 4.33 (b)-(d) ตามลำดับ ค่า G เฉลี่ยของแผ่นรองที่ไม่ผ่านการอบอ่อน อบอ่อนที่ 300 °C และ 600 °C มีค่าเท่ากับ 8.63, 7.28 และ 5.56 ตามลำดับ ผลการอบอ่อนแสดงให้เห็นว่าการเพิ่มอุณหภูมิทำให้เกรนมีขนาดเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามขนาดเกรนของการอบอ่อนแผ่นรองที่ 900 °C มีขนาดใหญ่เกินกว่าขนาดเกรนตามมาตรฐาน ASTM กำหนดซึ่งเกรนมีขนาดใหญ่มาก (Extra-large grain; ELG)

ตารางที่ 4.7 ค่าเฉลี่ยของเลขเชิงขนาดเกรน

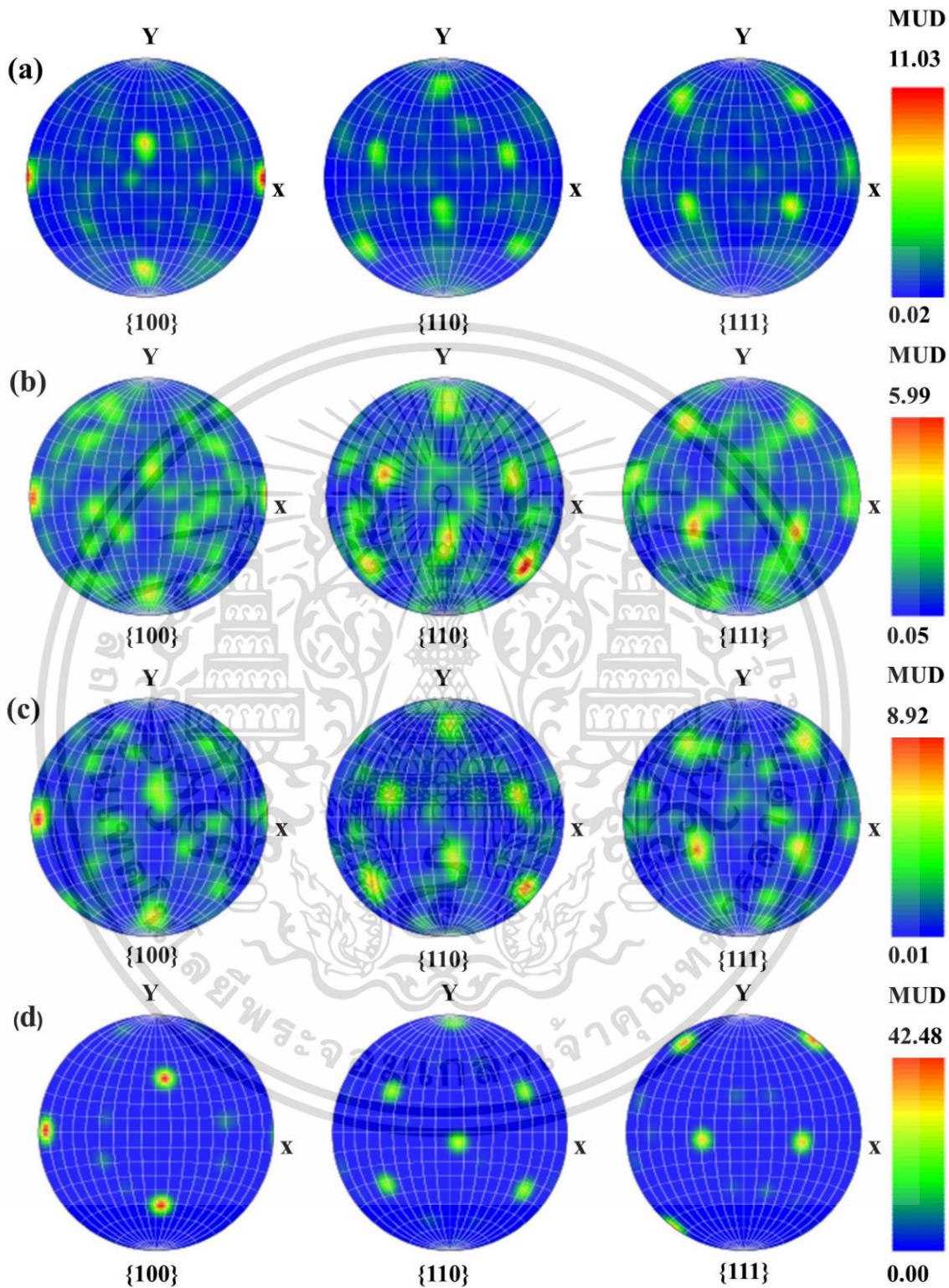
Annealing substrate (°C)	G1	G2	G3	Mean
Original	8.39	8.68	8.83	8.63
300	7.31	7.31	7.23	7.28
600	5.58	5.66	5.43	5.56
900	Extra-large grain; ELG			

การจัดเรียงตัวในผลึก (Crystallographic texture) เช่น การจัดเรียงตัวของเกรน (Grain orientation) ของแผ่นรองที่แตกต่างกันพิสูจน์โดยแผนภาพโพล (Pole figures; PF) วัดในรูปแบบการกระจายตัวโดย Multiples of uniform distribution (MUD) ในระนาบลูกบาศก์ประกอบด้วย {100}, {110} และ {111} ดังแสดงในรูปที่ 4.33 พบว่าค่าสูงสุดของ MUD ของแผ่นรองที่ไม่ผ่านการอบอ่อน อบอุ่นที่ 300, 600 และ 900 °C มีค่าเท่ากับ 11.03, 5.99, 8.92 และ 42.48 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า อุณหภูมิการอบอ่อนที่สูงขึ้นมีส่วนช่วยให้เกิดความชอบในการจัดเรียงตัวในบางทิศทาง (Preferred orientation) ซึ่งพิสูจน์ได้ด้วยค่า MUD ที่สูงขึ้น สำหรับค่า MUD ลดลงที่ 300 °C เนื่องจากเป็นกระบวนการโตแบบผิดปกติในช่วงเริ่มการเจริญเติบโตของเกรนทำให้ความชอบในการจัดเรียงตัวในบางทิศทางมีค่าน้อย [107] อย่างไรก็ตามการเกิดผลึกใหม่อาจจะเกิดขึ้นในขั้นตอนของกระบวนการผลิตแผ่นทองแดง [108] ความชอบในการจัดเรียงตัวในบางทิศทางในแผ่นรองที่ผ่านการแปรรูป (Deform) ขึ้นอยู่กับขนาดเกรนและอุณหภูมิการอบอ่อน หลังการอบอ่อนไม่พบการเกิดผลึกใหม่แต่พบเกรนที่ใหญ่ (Coarsening) และการเจริญเติบโตของเกรน (Grain growth) สังเกตได้ว่าการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอ (Non-uniform distribution) และมีพื้นที่สีแดงเกิดขึ้นได้ในทุกระนาบสำหรับรูปที่ 4.33 (b) และ (c) ขณะที่ค่า MUD สูง ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดพลังงานกระตุ้นสำหรับการแพร่เกิดได้สูงเช่นกัน [109, 110] ซึ่งหมายความว่าอะตอมสามารถแพร่ข้ามแผ่นรองที่มีเกรนโต Coarsening-grained ได้ง่ายในทุกระนาบสำหรับกรณีนี้



รูปที่ 4.32 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค; (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอุ่นที่ 300 °C (c) อบอุ่นที่ 600 °C และ (d) อบอุ่นที่ 900 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

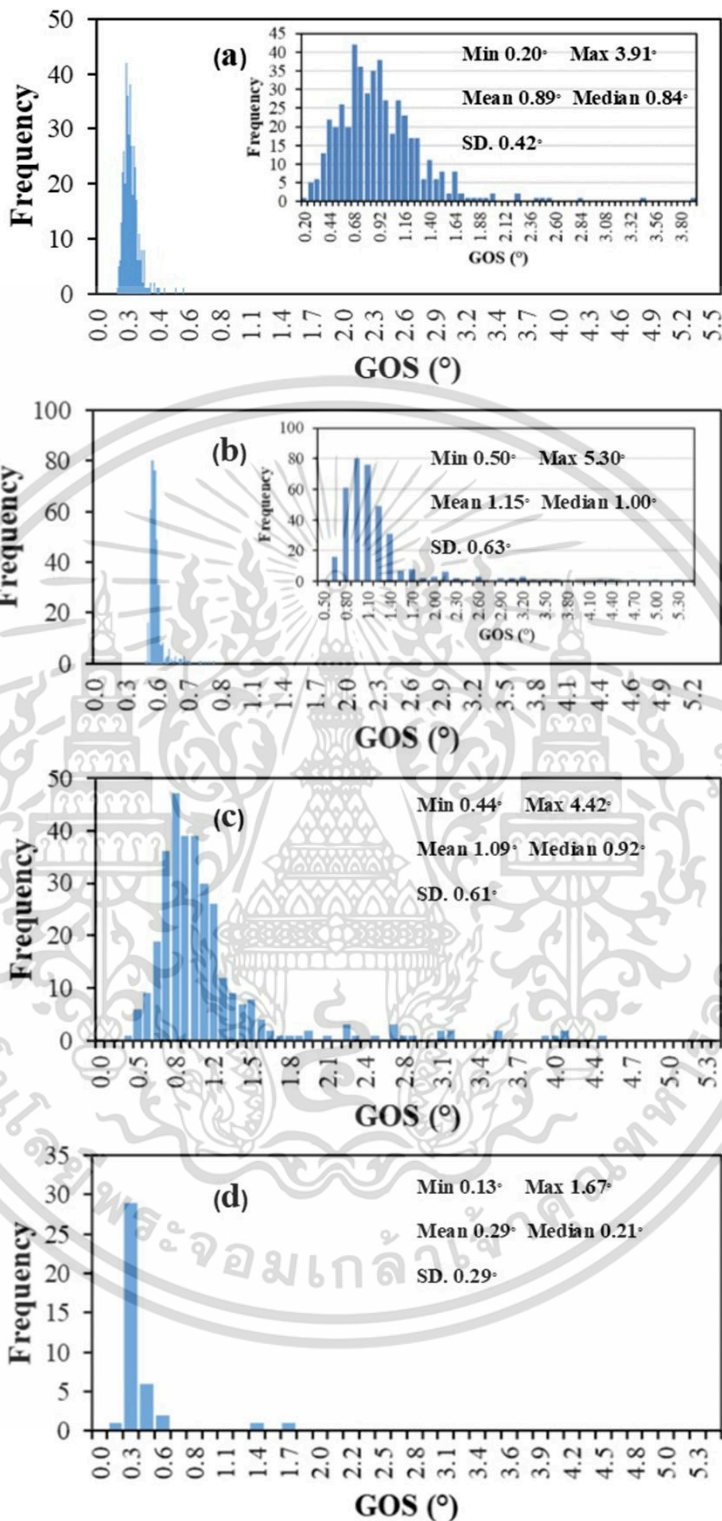


รูปที่ 4.33 Pole figures; (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การจัดเรียงตัวจะมีการกระจายตัวมีรูปแบบเป็นระเบียบ (Uniform distribution) มากขึ้นกับการเพิ่มอุณหภูมิการอบอ่อน บริเวณที่มีสีแดงส่วนใหญ่เกิดขึ้นกับแผ่นรองทองแดงที่ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 900 °C พบในระนาบผลึก {100} ที่ขนานไปกับแกน X-Y ในการทดลองแกน X-Y ถูกกำหนดโดยทิศทางการรีด (Rolling directions; RD) และขวางการรีด (Transverse direction; TD) ตามลำดับ

มุมการจัดเรียงตัวเฉลี่ยระหว่างแต่ละจุดที่วัดในเกรนและการจัดเรียงตัวของเกรน แสดงผลโดย Grain orientation spread หรือ GOS และใช้แสดงให้เห็นความแตกต่างระหว่างการเกิดผลึกใหม่และการแปรรูปของเกรน (Deformed grains) รูปที่ 4.34 (a)-(d) แสดงรายละเอียดจำนวนเกรนที่สัมพันธ์กับ GOS ของแผ่นรองที่ไม่ผ่านการอบอ่อน อบอ่อนที่ 300 °C อบอ่อนที่ 600 °C และอบอ่อนที่ 900 °C ซึ่งมีค่า GOS เฉลี่ยเท่ากับ 0.89°, 1.15°, 1.09° และ 0.29° ตามลำดับ ค่า GOS ที่ต่ำภายใต้เงื่อนไขสภาวะการอบอ่อนที่อุณหภูมิสูงเมื่อคลายความเครียดและเกิดโครงสร้างผลึกขนาดใหญ่ [111, 112] นอกจากนี้ค่า GOS ที่ต่ำเป็นผลจากการลดลงของความหนาแน่นดิสโลเคชันของเกรน (Grain dislocation density) และการแปรรูป (Deformation) [113] โดยเฉพาะ GOS ที่มีค่าต่ำจะบ่งชี้ว่ามีเกรนที่มีความเครียดจำนวนน้อย ในขณะที่ค่าสูงหมายถึงมีการเก็บความเครียดไว้ในเกรน [114] ค่าเฉลี่ยของ GOS สำหรับแผ่นรองที่ไม่ผ่านการอบอ่อนจะน้อยกว่าเกรนที่ใหญ่ (300 °C และ 600 °C) แสดงให้เห็นพลังงานที่เก็บไว้และการมีอยู่ของดิสโลเคชันที่เกิดจากกระบวนการผลิตแผ่นทองแดง ดังนั้นการเกิดผลึกใหม่เกือบทั้งหมดและการทำลายพลังงานดิสโลเคชันทำให้ดิสโลเคชันที่เหลืออยู่จะมีพลังงานต่ำ [115] สำหรับการเกิดขึ้นของโครงสร้างเกรนจึงประกอบด้วยขอบเกรนมุมต่ำ (Low-angle grain boundaries) ดังนั้นค่า GOS ภายใต้การอบอ่อนที่อุณหภูมิสูงจึงแสดงให้เห็นการจัดเรียงตัวของเกรนที่ดีกว่าการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่ำเนื่องจากมีขอบเกรนมุมต่ำ การโตของเกรนช่วยเพิ่มขนาดเกรนเฉลี่ย ลดขอบเกรนและลดมุมขอบเกรน [116]

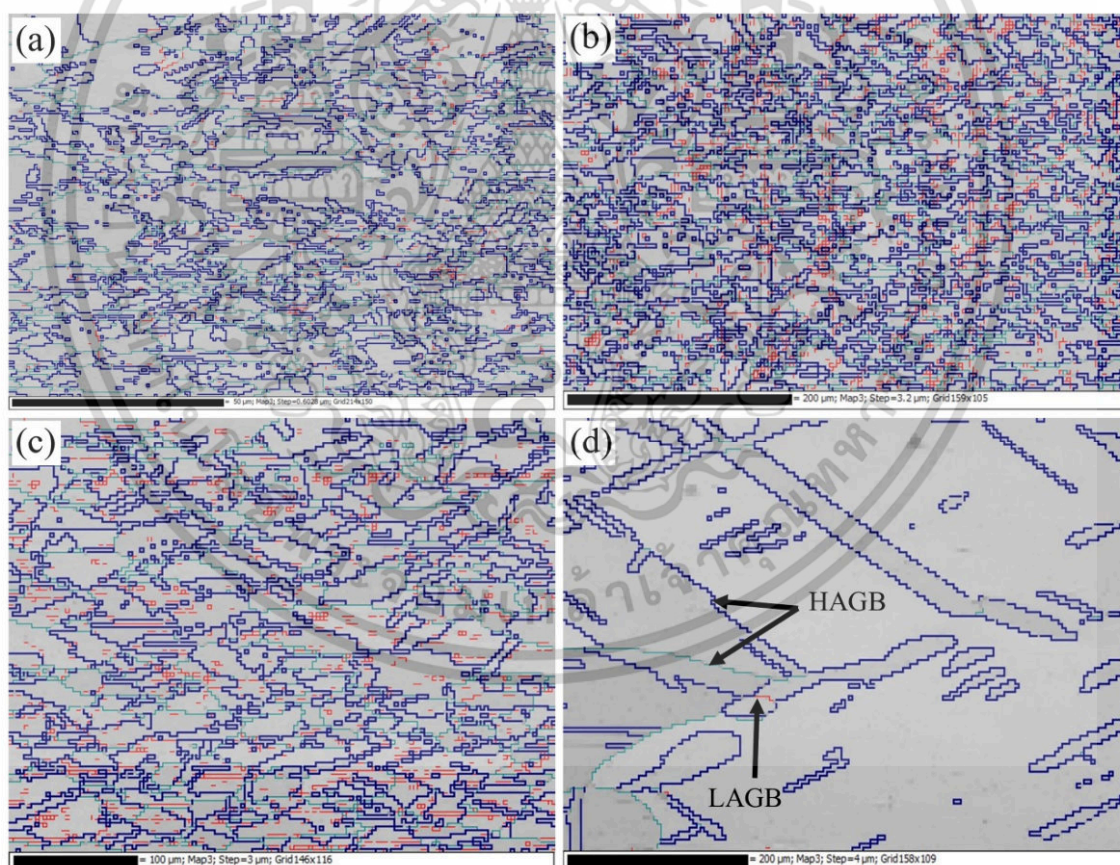


รูปที่ 4.34 จำนวนของเกรนที่สัมพันธ์กับ GOS; (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อย่างไรก็ตามมุมขอบเกรนในโครงสร้างจุลภาคมีผลกระทบต่อพลังงานพื้นผิวของของเกรน พลังงานของขอบเกรนจะขึ้นอยู่กับมุมระหว่างขอบเกรน และพลังงานของขอบเกรนจะเพิ่มขึ้นกับการเพิ่มมุมของขอบเกรน โดยทั่วไปขอบเกรนสามารถแบ่งได้เป็นสองประเภท เช่น Low-angle grain boundaries (LAGB) และ High-angle grain boundaries (HAGB) ถ้าหาก Misorientation angle (MOS) มากกว่า  $10-15^{\circ}$  จะเป็น HAGB แต่เมื่อ MOS น้อยกว่า  $10^{\circ}$  จะเรียกว่า LAGB [117] รูปที่ 4.35 แสดงขอบเกรนของแผ่นรอง โดยแต่ละสีของขอบเกรนเกี่ยวข้องกับ MOS สังเกตได้ว่า LAGB (สีแดง) ส่วนใหญ่มีค่า MOS ต่ำกว่า  $10^{\circ}$  ส่วน HAGB มีสีเขียวและสีน้ำเงิน ขอบเกรนมุมสูงสีเขียวมี MOS ในช่วง  $10-50^{\circ}$  และขอบเกรนมุมสูงสีน้ำเงินมี MOS มากกว่า  $50^{\circ}$

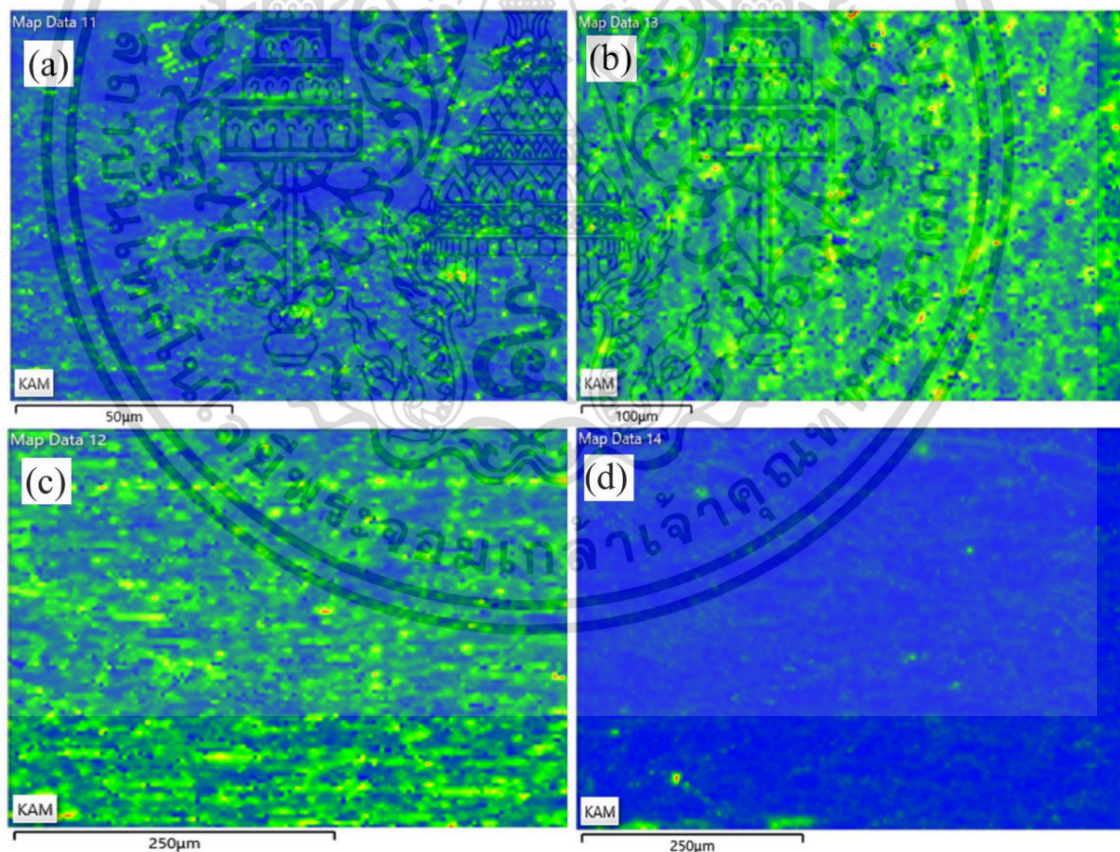
การอบอ่อนที่  $300^{\circ}\text{C}$  และ  $600^{\circ}\text{C}$  ทำให้เกรนเจริญเติบโตพร้อมกับเกิดขอบเกรนมุมสูงมีจำนวนมากอยู่ในแผ่นรอง โดยขอบเกรนมุมสูงที่มีอยู่มาก (เช่น เส้นสีฟ้า) แสดงว่าแผ่นทองแดงมีความเครียดตกค้างสูง ซึ่งสอดคล้องกับ Glushko และคณะ [116] พบว่าความเครียดเพิ่มขึ้นกับการเกิด HAGB อย่างไรก็ดีตามสังเกตเห็นการทำลาย HAGB กับการเพิ่มอุณหภูมิการอบอ่อน ( $900^{\circ}\text{C}$ ) การคลายตัวของขอบเกรนเกิดขึ้นกับการอบอ่อนที่อุณหภูมิสูงและลดขอบเกรน



รูปที่ 4.35 ขอบเกรนของแผ่นรอง (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่  $300^{\circ}\text{C}$  (c) อบอ่อนที่  $600^{\circ}\text{C}$  และ (d) อบอ่อนที่  $900^{\circ}\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การกระจายตัวของความเครียดในเกรนประเมินผลโดยใช้ Kernel average misorientation (KAM) โดย KAM ของแผ่นรองที่แตกต่างกันแสดงดังรูปที่ 4.36 จากการเปรียบเทียบ ค่าของ KAM ที่สูง (สีเขียว) ของแผ่นรองที่อบอ่อนที่อุณหภูมิ 300 °C และ 600 °C แสดงให้เห็นว่ามีความหนาแน่นของดิสโลเคชันและความเครียดสูง เมื่อเปรียบเทียบกับสถานะที่ไม่ผ่านการอบอ่อนสอดคล้องกับค่า GOS และ HAGB ภายใต้การอบอ่อนที่ 900 °C ค่า KAM มีค่าน้อยซึ่งบ่งถึงนัยยะของการมีดิสโลเคชันและความเครียดที่ต่ำ อย่างไรก็ตามแผ่นรองที่ไม่ผ่านการอบอ่อนที่ใช้ในการทดลองได้ผ่านการรีดและผ่านกระบวนการ Half-hard tempering มาเช่นกัน ดังนั้นดิสโลเคชันและความเครียดที่มีอยู่เดิมในแผ่นรองเนื่องจากความเครียดตกค้าง (Residual strain hardening) ระหว่างกระบวนการ Half-hard tempering สอดคล้องกับงานวิจัยของของ Ho และคณะ [111] ส่วน Takayama และคณะ [118] รายงานไว้ว่าพลังงานความเครียดลดลงระหว่างการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างที่มีเกรนละเอียด เนื่องจากเป็นเรื่องยากสำหรับโครงสร้างในลักษณะนี้ที่จะเก็บพลังงานความเครียดไว้ในระหว่างการแปรรูปที่อุณหภูมิสูง ผลเหล่านี้แสดงให้เห็นว่าพลังงานความเครียดถูกควบคุมโดยความหนาแน่นของดิสโลเคชันและการเปลี่ยนแปลงของเกรน ซึ่งเห็นได้อย่างชัดเจนว่าค่า GOS และความเครียดตกค้างลดลงกับการจัดเรียงตัวของเกรนที่เจริญเติบโตจากการอบอ่อน



รูปที่ 4.36 Kernel average misorientation (KAM) (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 4.3.2 ความสามารถในการกระจายตัวและมุมสัมผัส

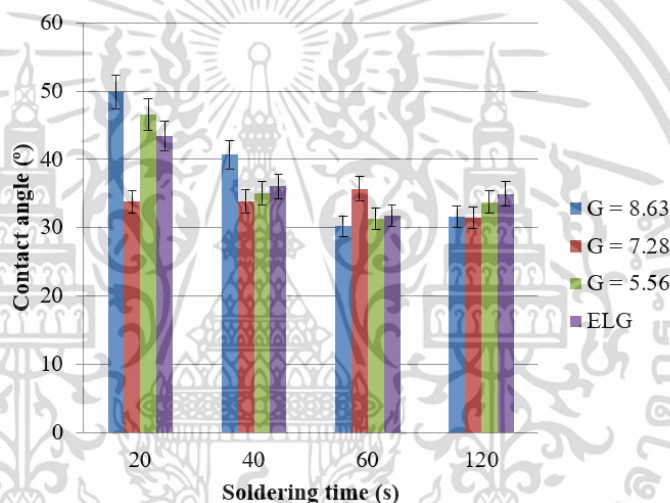
ความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีบนแผ่นรองทองแดงกำหนดโดยมุมสัมผัสของโลหะบัดกรีบนแผ่นรอง ข้อมูลมุมสัมผัส ( $\theta$ ) จากแผ่นรองและเวลาการบัดกรีที่แตกต่างกันแสดงดังตารางที่ 4.8 รูปที่ 4.37 แสดงมุมสัมผัส ( $\theta$ ) ภายใต้เวลาการบัดกรีที่แตกต่างกัน (20, 40, 60, 120 s) เลขเชิงขนาดเกรน 8.63, 7.28, 5.56 และ ELG สำหรับแผ่นรองที่แตกต่างกัน สำหรับระยะเวลาการบัดกรีสั้นๆ (20-40 s) ในช่วงเริ่มต้นความสามารถในการเปียกบนแผ่นรองเกรนขนาดเล็ก ( $G = 8.63$ ) น้อยกว่าเกรนขนาดใหญ่ เป็นผลมาจากเกรนขนาดเล็กมีขอบเกรนมากสามารถเก็บสิ่งแปลกปลอมต่างๆ เช่น ออกซิเจนและโมเลกุลที่ตกค้างไว้ นำไปสู่การดูดซับและเกิดการแบ่งพื้นผิวระหว่างแผ่นรองในสถานะของแข็งกับโลหะบัดกรีในสถานะของเหลวและผลของออกซิเจนที่เหลืออยู่จะลดพลังงานพื้นผิวทำให้การกระจายตัวของโลหะบัดกรีเกิดขึ้นน้อย [24] นั้นแสดงให้เห็นว่าเวลาการบัดกรีที่มากขึ้น (เช่น 40, 60 และ 120 s) ส่งผลให้มุมสัมผัสมีความแตกต่างกันเล็กน้อยเนื่องจากการกระจายตัวของโลหะบัดกรีถึงจุดที่สมดุล

ตารางที่ 4.8 ข้อมูลมุมสัมผัสจากแผ่นรองและเวลาการบัดกรีแตกต่างกัน

Substrate	Soldering time (s)	$\theta_1$ (°)	$\theta_2$ (°)	$\theta_3$ (°)	Mean (°)	Standard deviation (°)
G = 8.63	20	52.516	53.755	43.395	49.888	5.658
	40	42.391	48.775	30.838	40.668	9.092
	60	37.147	26.407	27.032	30.195	6.028
	120	27.826	35.782	31.118	31.575	3.997
G = 7.28	20	39.890	33.769	27.698	33.786	6.096
	40	24.694	30.383	46.444	33.840	11.279
	60	36.892	37.046	33.178	35.705	2.190
	120	32.260	34.102	27.952	31.438	3.156
G = 5.56	20	49.854	36.079	53.917	46.617	9.349
	40	38.320	37.717	28.996	35.011	5.217
	60	30.852	28.122	35.001	31.325	3.464
	120	32.820	33.912	34.534	33.756	0.868
ELG	20	39.482	50.094	40.669	43.415	5.815
	40	25.079	32.754	50.248	36.027	12.899
	60	33.552	33.422	28.239	31.738	3.030
	120	37.734	26.914	40.247	34.965	7.085

ความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัส ( $\theta$ ) และความสามารถในการเปียกของโลหะบัดกรีสามารถแบ่งได้ คือ มีความสามารถในการเปียกที่ดีมาก (Excellent wettability) สำหรับ  $0^\circ < \theta < 30^\circ$  มีความสามารถในการเปียกที่ดี (Satisfactory wettability) สำหรับ  $30^\circ < \theta < 40^\circ$  มีความสามารถในการ

เปียกที่พอใช้ (Fair wettability) สำหรับ  $40^\circ < \theta < 50^\circ$  มีความสามารถในการเปียกที่แย่ (Poor wettability) สำหรับ  $50^\circ < \theta < 70^\circ$  และมีความสามารถในการเปียกที่แย่มาก (Extremely poor wettability) สำหรับ  $\theta > 70^\circ$  [39, 119] จากการศึกษาเวลาในการบัดกรีที่นานขึ้นมีส่วนทำให้ลดมุมสัมผัสสำหรับทุกขนาดเกรนของแผ่นรอง (G = 8.63, 7.28, 5.56 และ ELG) นอกจากนี้ยังพบว่า โลหะบัดกรีมีความสามารถในการเปียกที่ดี ( $30^\circ < \theta < 40^\circ$ ) ภายใต้วงเวลาการบัดกรี 40, 60 และ 120 s โดยมีมุมสัมผัสอยู่ในช่วง  $30.19^\circ - 40.67^\circ$  อย่างไรก็ตามความสามารถในการเปียกที่ดีเกิดขึ้นภายใต้การบัดกรีโดยใช้เวลานาน ในช่วงเริ่มต้นมุมสัมผัสระหว่างโลหะบัดกรีเหลวและพื้นผิวแผ่นรองใหม่มีอัตราปฏิกิริยาที่ระหว่างพื้นผิวสูง ผลของพื้นผิวใหม่นำไปสู่การลดลงของมุมสัมผัสอย่างรวดเร็ว ยกเว้นเมื่อโลหะบัดกรีหลอมละลายไม่สมบูรณ์ส่งผลให้เกิดเฟสของแข็งขึ้น (มีการผสมกันของเฟสของแข็งและของเหลว) ซึ่งการเพิ่มขึ้นของเวลาในการบัดกรีช่วยให้โลหะบัดกรีหลอมละลายอย่างสมบูรณ์



รูปที่ 4.37 มุมสัมผัสภายใต้ตัวแปรเวลาการบัดกรีกับเลขเชิงขนาดเกรน 8.63, 7.28, 5.56 และ สำหรับแผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน, อบอ่อนที่  $300^\circ\text{C}$ , อบอ่อนที่  $600^\circ\text{C}$  และอบอ่อนที่  $900^\circ\text{C}$

ระหว่างการบัดกรีการแพร่ของทองแดงไปยังโลหะบัดกรีจะเปลี่ยนรูปร่างเรขาคณิตที่เส้นแบ่งเฟสของของแข็ง ของเหลวและไอ (Triple line) และพลังงานที่ระหว่างพื้นผิวจะถูกปรับเปลี่ยน มุมสัมผัสลดลงและค่อยๆเพิ่มความสมดุลด้วยการลดอัตราการเกิดปฏิกิริยาของระบบ ดังนั้นเวลาในการทำปฏิกิริยาที่นานและอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ต่ำนำไปสู่การเกิดมุมสัมผัสที่สมดุล [120, 121] สำหรับการจัดเรียงตัวของเกรนแผ่นรองไม่มีผลต่อความสามารถในการเปียก เห็นได้ชัดว่าเมื่อกระจายตัวบนผลึกที่มีทิศทางการจัดเรียงตัวที่แตกต่างกันมีผลจากกระบวนการเปียกที่คล้ายกันมาก สอดคล้องงานวิจัยของ Webb III และคณะ [122] สำหรับการเปียกของเงินบนทองแดงระนาบ (100) และ (111) ที่ให้ผลการเปียกคล้ายกันเนื่องจากมีอัตราการแพร่ (Dissolution rate) ที่ต่างกันน้อยมากถึงแม้แผ่นรองมีการจัดเรียงตัวของเกรนที่ต่างกัน นอกจากนี้พบการเปียกของโลหะผสม Bi-Sn บนแผ่นรอง Bi มีการเปียกแตกต่างกันเล็กน้อยเช่นกันถึงแม้แผ่นรองที่มีขนาดเกรนต่างกัน เนื่องจากการกระจายตัวที่เสถียรหลังการบัดกรีด้วยระยะเวลา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่นาน [123] สำหรับการลดอิทธิพลจากการจัดเรียงตัวของเกรนที่มีต่อการกระจายตัวของของเหลวบนแผ่นรองของแข็งนั้น มีสาเหตุมาจากของเหลวที่กระจายตัวมีความไวต่อสิ่งแปลกปลอมและออกซิเจนที่ตกค้างทำให้เกิดออกซิเดชันทำให้ผลที่ได้เกิดความแตกต่างกันของการกระจายตัวของของเหลวบนแผ่นรองเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย [124]

ตารางที่ 4.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและมุมสัมผัสเมื่อตรวจสอบในการศึกษาเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่ผ่านมา [24, 125] สามารถสรุปได้ว่าผลจากการศึกษามีความสอดคล้องกับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องเมื่อเปรียบเทียบในช่วงเวลาและขนาดเกรนที่ใกล้เคียงกัน แต่อย่างไรก็ตามมุมสัมผัสในการศึกษานี้วัดจากการกระจายตัวของโลหะบัดกรีบนแผ่นรองในสถานะของแข็ง แต่ในงานที่ศึกษาไว้ก่อนหน้านี้วัดการเปียกระหว่างการให้ความร้อน ด้วยเหตุดังกล่าวอาจจะทำให้มุมสัมผัสมีความแตกต่างกันเล็กน้อย

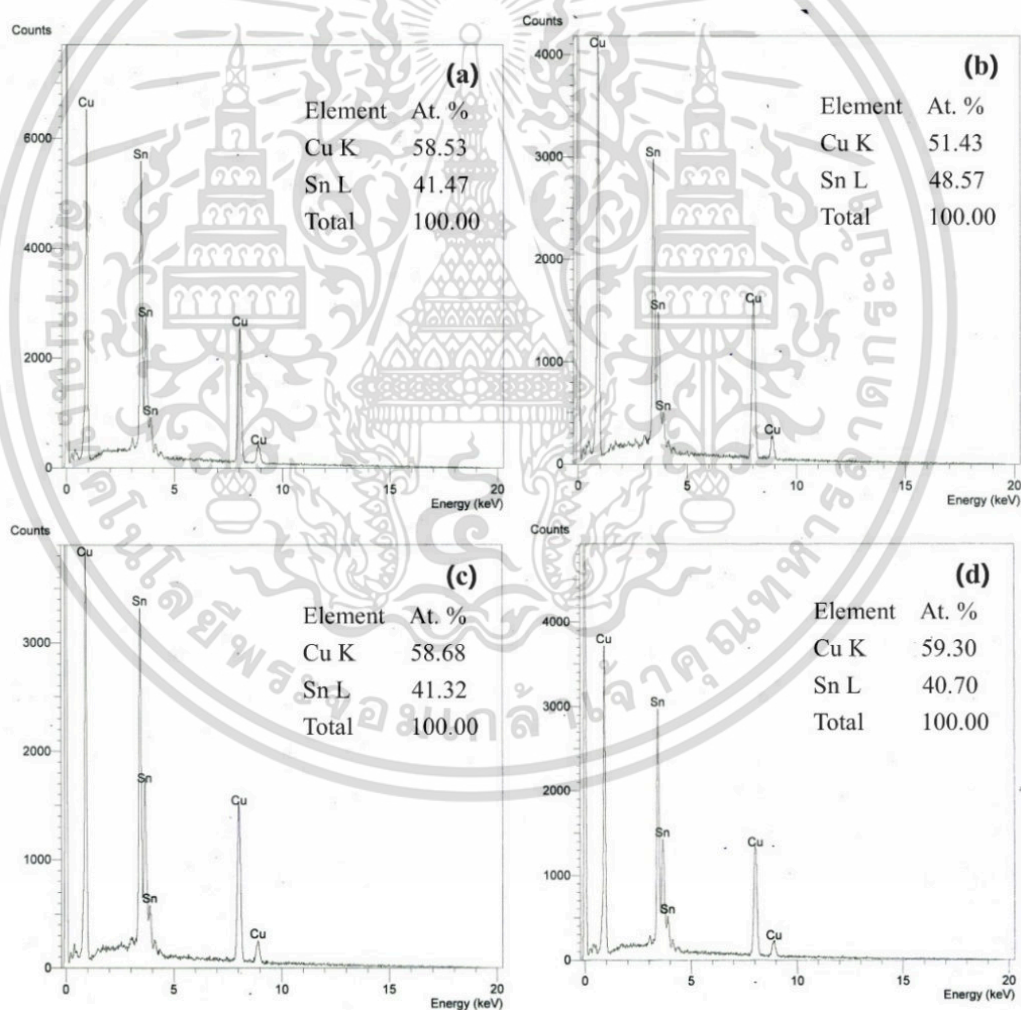
ตารางที่ 4.9 มุมสัมผัสของโลหะบัดกรีที่ขนาดเกรนแผ่นรองแตกต่างกัน

Soldering systems	Substrate grain size	Initial contact angle	Stable contact angle	Soldering time/temperature	Ref.
Sn3.0Cu/Cu	18.14 ± 1.15 μm (G=8.63)	49.88°	30.19- 31.57°	(20-120s)/350 °C	This work
	28.91 ± 0.39 μm (G=7.28)	33.78°	31.43- 33.78°		
	53.31 ± 1.10 μm (G=5.56)	46.61°	31.32- 33.75°		
	ELG	43.15°	31.73- 36.02°		
Sn3.5Ag0.7Cu/Cu	30 ± 10 μm	55°	27-30°	0-25s/228-284 °C	[23]
Sn3.5Ag0.7Cu/Ni	30 ± 10 μm	70-75°	33-42°	0-1000s/228-248 °C	[121]

ถึงแม้ว่าการเปียกนั้นได้รับผลกระทบมาจากความหยาบผิว [126] แต่ค่าความหยาบผิวของแผ่นรองทองแดงที่ใช้ในการศึกษานี้ไม่แตกต่างกัน ซึ่งผลการวัดค่าความหยาบผิวเฉลี่ยเชิงตัวเลขมีค่าเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.046-0.064  $\mu\text{m}$  (แสดงในตารางที่ 3.1) สำหรับข้อมูลจากการวัดแสดงไว้ในภาคผนวก จ และผลการทดสอบความแปรปรวน (Analysis of variance; ANOVA) ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 แสดงดังภาคผนวก ฉ

### 4.3.3 โครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึกของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ

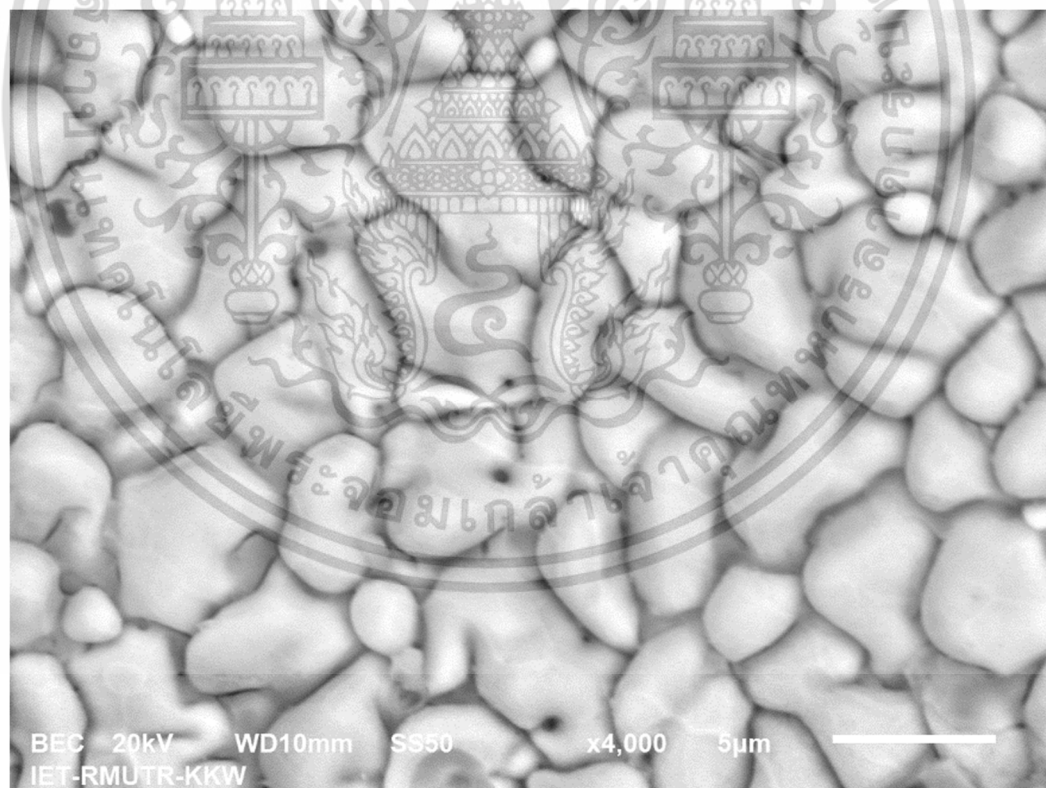
ชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่เกิดขึ้นระหว่างโลหะบัดกรีและแผ่นรอง คือ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยใช้ EDS แสดงรายละเอียดดังรูปที่ 4.38 โดยมีค่า 51.43-59.30 at.% สำหรับ Cu และ 40.70-48.57 at.% สำหรับ Sn โดยองค์ประกอบทางเคมีที่พบสอดคล้องกับเฟส  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  ตามแผนภาพสมดุลเฟสของ Sn-Cu [60]



รูปที่ 4.38 รูปแบบ EDS ของชิ้นงานที่ผ่านการบัดกรีที่เวลา 20 s (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C

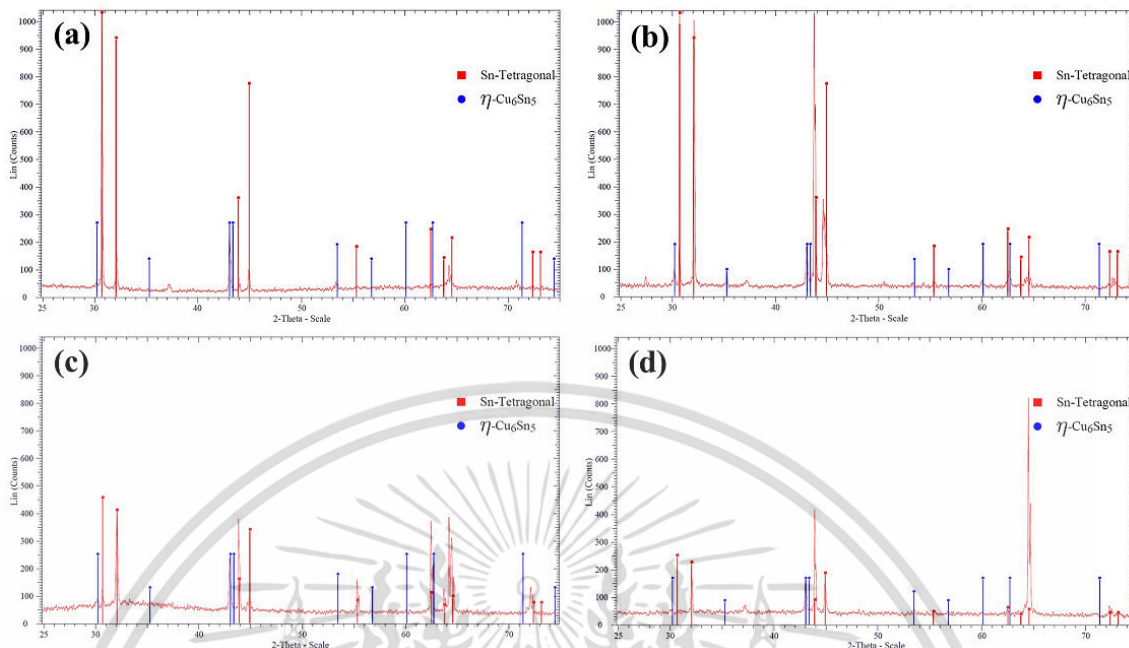
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการวิเคราะห์ XRD แสดงให้เห็นว่าเกิดชั้นสารประกอบเชิงโลหะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เพียงเฟสเดียว มีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal มีค่าตัวแปรโครงสร้างผลึก a และ c เท่ากับ 0.4200 และ 0.5090 nm ตามลำดับ นอกจากนั้นเฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีโครงสร้างแบบ B8<sub>1</sub> อยู่ในกลุ่มระนาบ P63/mmc สอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมา [127, 128] ภาพด้านบน (Top-view) ของเฟสสารประกอบเชิงโลหะของชิ้นงานแผ่นรองที่ผ่านการบัดกรีที่ 20 s จากการกำจัดโลหะบัดกรีออกแสดงในรูปที่ 4.39 และรูปแบบจากการตรวจสอบ XRD ของชิ้นงานแผ่นรองต่างๆที่ผ่านการบัดกรีที่ 20 s แสดงรายละเอียดดังรูปที่ 4.40 นอกจากนั้นในการทดลองไม่พบสารประกอบของ  $\eta'$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ Monoclinic และไม่พบ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เช่นกัน อย่างไรก็ตามมีรายงานว่าในกรณีระหว่างพื้นผิวของ Sn-Cu ปราภฏ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เป็นเฟสแรกเกิดขึ้นที่ระหว่างพื้นผิวของ Solder/Cu และนำไปสู่การก่อตัวของเฟส  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn [129] เป็นไปได้ที่  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นที่ระหว่างพื้นผิวที่เสถียรของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>/Cu และ Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นยากมาก ต้องใช้เวลาในการบัดกรีที่นานขึ้นเพื่อสร้าง  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn [106, 130-131] ยิ่งไปกว่านั้น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่พบในการศึกษาก่อนหน้านั้นในกรณีที่มีช่วงอุณหภูมิและส่วนผสมเหมือนกันกับการใช้เวลาในการบัดกรีที่สูง (ตัวอย่าง เช่น 240 s และ 480 s) [132] ซึ่งแสดงให้เห็นว่า  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ไม่มีการเปลี่ยนไปเป็น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ภายใต้เงื่อนไขการบัดกรีนี้ และ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ที่พบที่ระหว่างพื้นผิวมีสัณฐานวิทยา (Morphology) เป็นแบบเหลี่ยมหรือเรียกว่า Scallop



รูปที่ 4.39 ภาพถ่ายด้านบนของเฟส Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



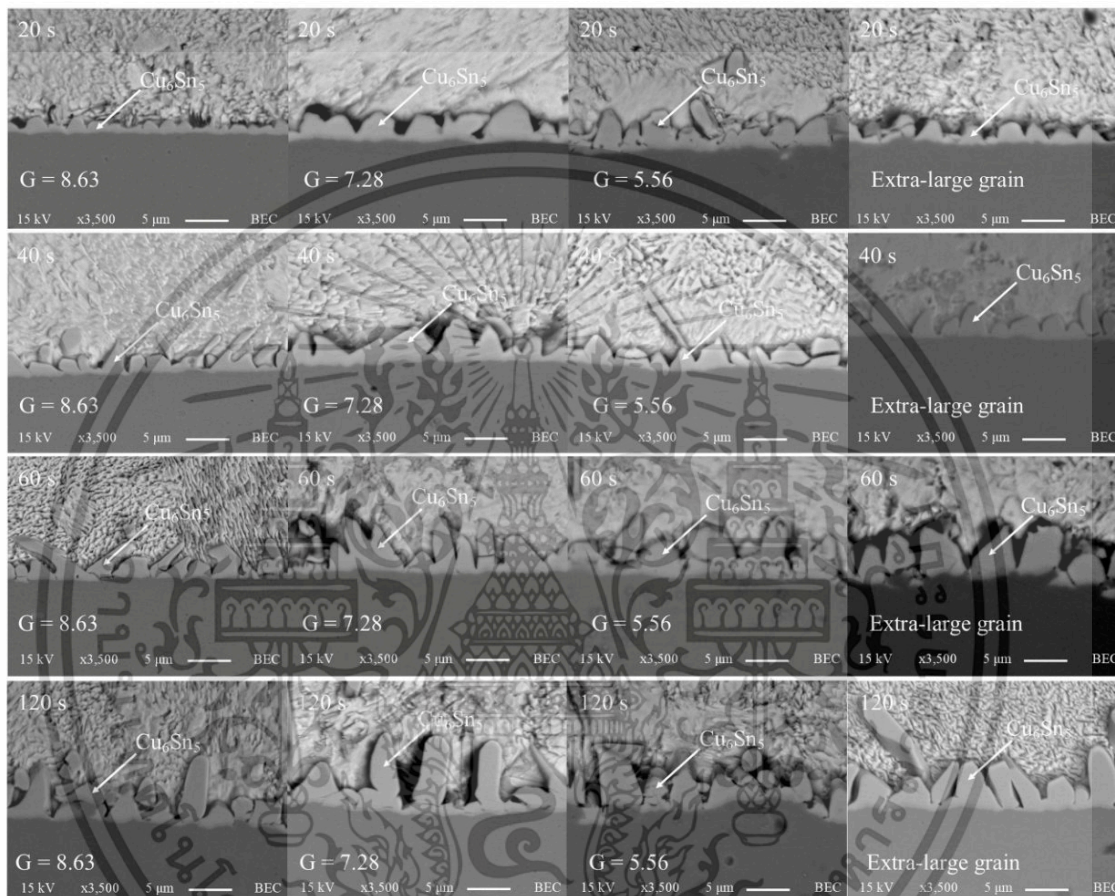
รูปที่ 4.40 รูปแบบ XRD ของชิ้นงานที่ผ่านการบัดกรีที่เวลา 20 s (a) แผ่นรองไม่ผ่านการอบอ่อน (b) อบอ่อนที่ 300 °C (c) อบอ่อนที่ 600 °C และ (d) อบอ่อนที่ 900 °C

#### 4.3.4 การเจริญเติบโตและความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะหลังการบัดกรี

ชั้นสารประกอบเชิงโลหะ (IMC) ที่เวลาการบัดกรีและค่า G ของแผ่นรองที่แตกต่างกันแสดงดังรูปที่ 4.41 โดยพบว่าการเจริญเติบโตของ IMC ที่เกิดขึ้นไม่ขึ้นอยู่กับขนาดเกรนของแผ่นรอง แต่จะมีความสัมพันธ์กับการจัดเรียงตัวของเกรนและความเครียดตกค้างที่มีอยู่ในแผ่นรอง เนื่องจากความหนาของ IMC ที่พบมีขนาดเพิ่มขึ้นกับการเพิ่ม Misorientation angle และความเครียดตกค้าง แสดงให้เห็นว่าการจัดเรียงตัวของเกรนแผ่นรองที่มีความเครียดต่ำมีผลทำให้การแพร่เกิดขึ้นน้อยจะยับยั้งการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ อย่างไรก็ตามขนาดเกรนของแผ่นรองไม่มีอิทธิพลต่อความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะสามารถพิสูจน์ได้โดยค่า G ที่แตกต่างกัน (เช่น  $G = 8.36$  and ELG) ผลให้ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะมีความแตกต่างกันเล็กน้อยในขณะที่มีขนาดเกรนต่างกัน

การเจริญเติบโตของ IMC (ความหนา) ภายใต้เงื่อนไขเวลาการบัดกรีและขนาดเกรนที่แตกต่างกันแสดงความสัมพันธ์ไว้ดังรูปที่ 4.42 โดยความหนาของ IMC มีความสัมพันธ์ในลักษณะเชิงบวกกับเวลาในการบัดกรี อย่างไรก็ตามความหนาของ IMC ของแผ่นรองที่ไม่ผ่านการอบอ่อนมีขนาดต่ำกว่าแผ่นรองอื่นๆ เพราะการแพร่ของอะตอมทองแดงที่ลดลงเมื่อความเครียดลดลง ดังนั้นขนาดเกรนของแผ่นรองทองแดงไม่มีผลกระทบต่อความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ แผ่นรองที่มีค่า MOS และความเครียดตกค้างสูง (มีพลังงานสูง) อะตอมทองแดงที่อยู่ในสถานะพลังงานสูงที่ไม่เสถียรสามารถเปลี่ยนตำแหน่งได้ง่ายนำไปสู่การเพิ่มการแพร่ของอะตอม ทำให้ความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะเพิ่มขึ้น [133] ในกรณีนี้จึงแสดงให้เห็นว่าความหนาของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  ไม่ขึ้นอยู่กับขนาดเกรนของแผ่นรองแต่จะขึ้นอยู่กับ MOS และความเครียดในแผ่นรอง สำหรับค่า MOS ที่มากสัมพันธ์กับการเพิ่มปริมาณการแพร่ เนื่องจาก

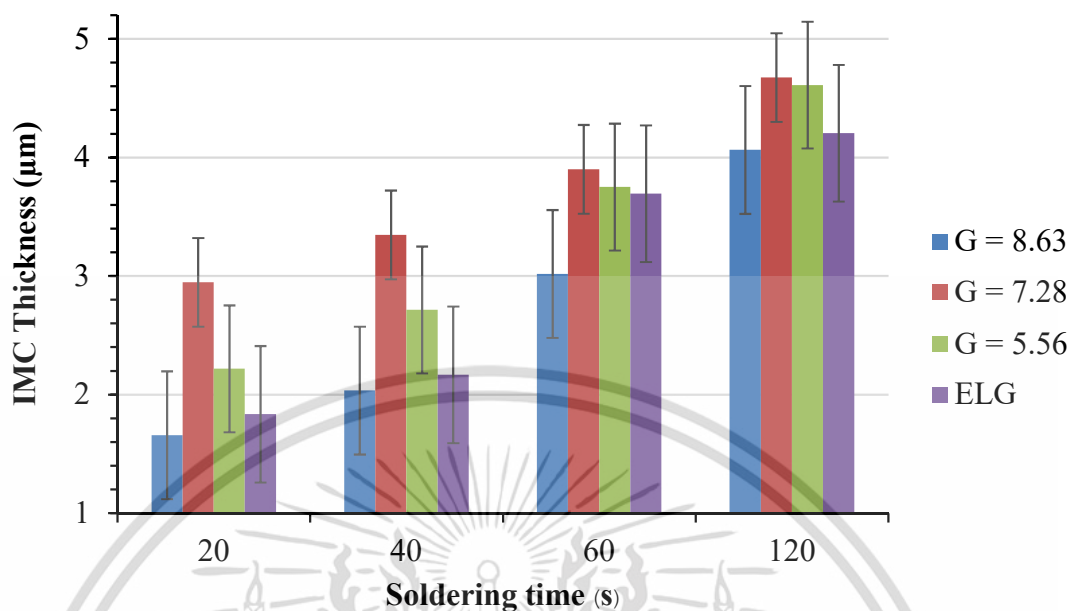
ค่า MOS ที่เพิ่มขึ้นจะเพิ่มพลังงานขอบเกรนจึงทำให้มีการแพร่เพิ่มขึ้น [134] ดังนั้นความหนาของ IMC จึงไม่มีความจำเป็นที่จะขึ้นกับขนาดเกรนของแผ่นรองหรือเนื่องจากเส้นทางการแพร่ของขอบเกรน แต่ความเครียดตกค้างส่งผลกระทบต่อ การแพร่โดยการเพิ่มขึ้นของความเครียดตกค้างนำไปสู่การเพิ่มปริมาณการแพร่และความหนาของ IMC



รูปที่ 4.41 ภาพถ่าย SEM ของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ ( $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ ) สำหรับเวลาการบัดกรีที่ 10, 20, 40, 60 และ 120 s กับ G เท่ากับ 8.63, 7.28, 5.56 และ ELG

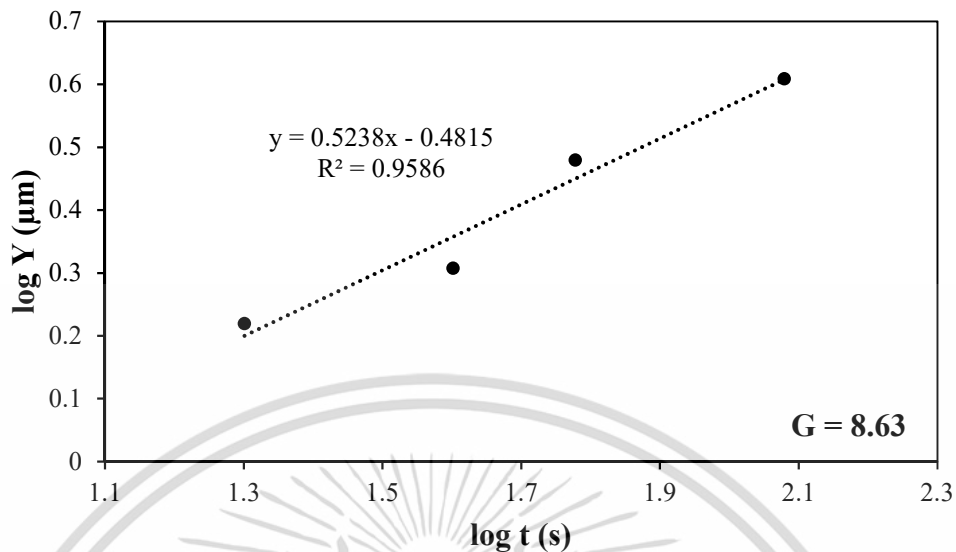
สาระสำคัญผลจากการวิจัยพบว่า ขนาดเกรนของแผ่นรองไม่มีอิทธิพลต่อการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ แต่ MOS และความเครียดตกค้างของแผ่นรองมีความสัมพันธ์กับความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ ดังนั้น MOS ความหนาแน่นของดิสโลเคชัน และความเครียดตกค้างของแผ่นรองจึงเป็นปรากฏการณ์สำคัญในการควบคุมความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะระหว่างกระบวนการบัดกรีซึ่งสามารถควบคุมได้โดยการอบอ่อนแผ่นรอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

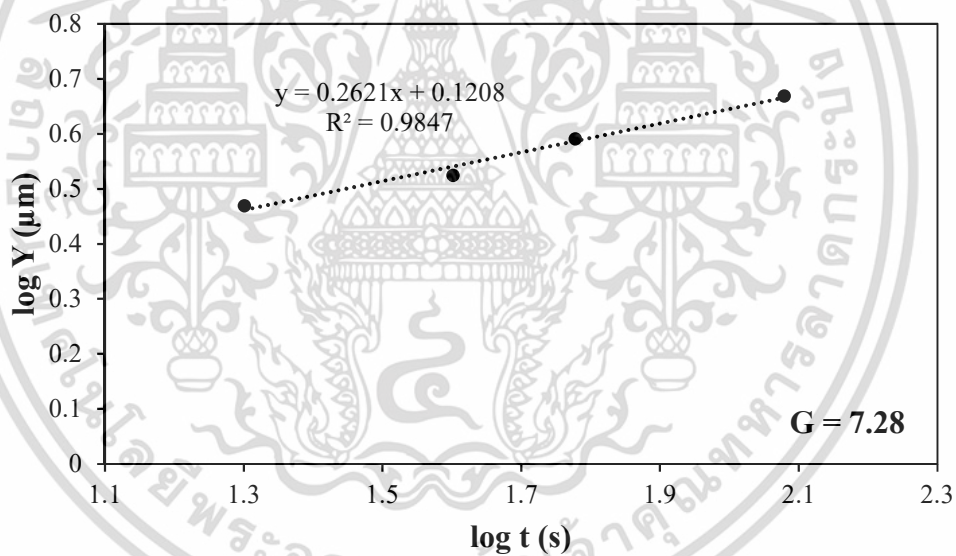


รูปที่ 4.42 การเติบโตของ IMC (ความหนา) ภายใต้สภาวะตัวแปรเวลาบัดกรีและขนาดเกรน

สำหรับการเจริญเติบโตของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ในหัวข้อ 4.1.3 ช่วงแรกของการบัดกรีจะถูกควบคุมด้วยการแพร่ที่ขอบเกรนในช่วงเวลาการบัดกรีที่สั้น (10-120 s) และมีการเปลี่ยนเป็นการควบคุมการแพร่เชิงปริมาตรเนื่องจากใช้เวลาการบัดกรีนานขึ้น (240-480 s) ซึ่งเป็นช่วงเวลาที่เกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ขึ้นมาใหม่เช่นกัน ขณะที่  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ควบคุมการแพร่โดยเนื้อเกรน จากการพิจารณาโดยใช้สมการ Power law ( $y = kt^n$ ) ในการคำนวณและเปรียบเทียบ  $n$  หรือเลขยกกำลังของเวลา เมื่อเปรียบเทียบกับผลในหัวข้อนี้ซึ่งเกิดเฉพาะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn ที่ระหว่างพื้นผิวโดยไม่มีการเปลี่ยนกลไกการเจริญเติบโตในช่วงเวลาการบัดกรีที่ 20-120 s จากผลของแผ่นรองที่แตกต่างกันพบว่า แผ่นรอง G เท่ากับ 8.63, 7.28, 5.56 และ ELG มีค่า  $n$  เท่ากับ 0.52, 0.26, 0.43 และ 0.51 ตามลำดับแสดงดังรูปที่ 4.43-4.46 ดังนั้นแสดงให้เห็นตามทฤษฎีเมื่อพิจารณาจากเลขยกกำลังของเวลาแผ่นรองที่มี G เท่ากับ 8.63, 5.56 และ ELG ค่า  $n$  ใกล้เคียงกับ 1/2 (0.5) การเจริญเติบโตของ IMC จะถูกควบคุมโดยการแพร่ที่เนื้อเกรน ขณะที่ G เท่ากับ 7.28 ค่า  $n$  ใกล้ 1/3 (0.33) การเจริญเติบโตของ IMC จะถูกควบคุมโดยการแพร่ที่ขอบเกรน แต่อย่างไรก็ตามในกรณีนี้ความเครียดตกค้างของแผ่นรองเป็นปรากฏการณ์ที่มีผลต่อการเจริญเติบโตของ IMC มากกว่าการแพร่ที่เนื้อเกรนและการแพร่ที่ขอบเกรน เนื่องจากเมื่อเปรียบเทียบแผ่นรองระหว่าง G เท่ากับ 7.28 และ 8.63 ขณะที่ G เท่ากับ 7.28 มีเกรนที่โตกว่า G เท่ากับ 8.63 แต่ผลคำนวณเกิดการแพร่ที่ขอบเกรน ซึ่งไม่เป็นไปตามขนาดเกรนที่เปลี่ยนไปหรือโตขึ้น ขณะที่แนวโน้มความเครียดตกค้างที่มีอยู่ในแผ่นรองทองแดงการเพิ่มขึ้นและลดลงมีผลโดยตรงกับการเจริญเติบโตของ IMC อย่างมีนัยสำคัญ

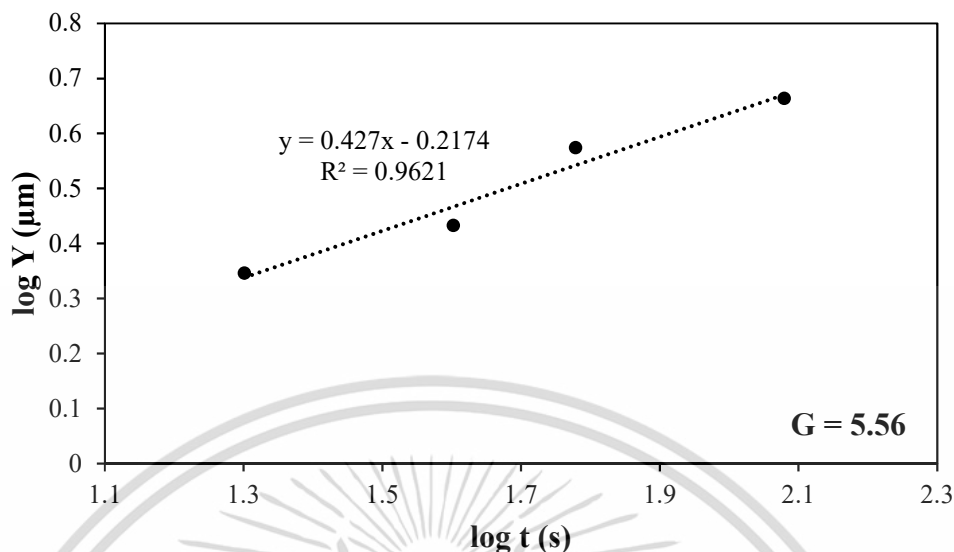


รูปที่ 4.43 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  สำหรับเส้นรอมไม่ผ่านการอบอ่อน

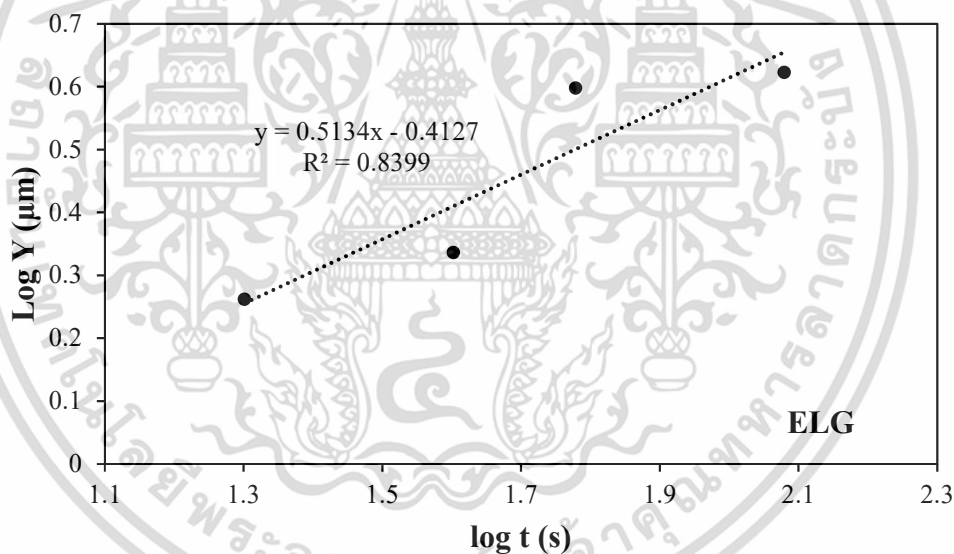


รูปที่ 4.44 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  สำหรับเส้นรอมอบอ่อนที่ 300 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.45 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  สำหรับแผ่นรองอบอ่อนที่  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$



รูปที่ 4.46 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log Y$  กับ  $\log t$  สำหรับแผ่นรองอบอ่อนที่  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$

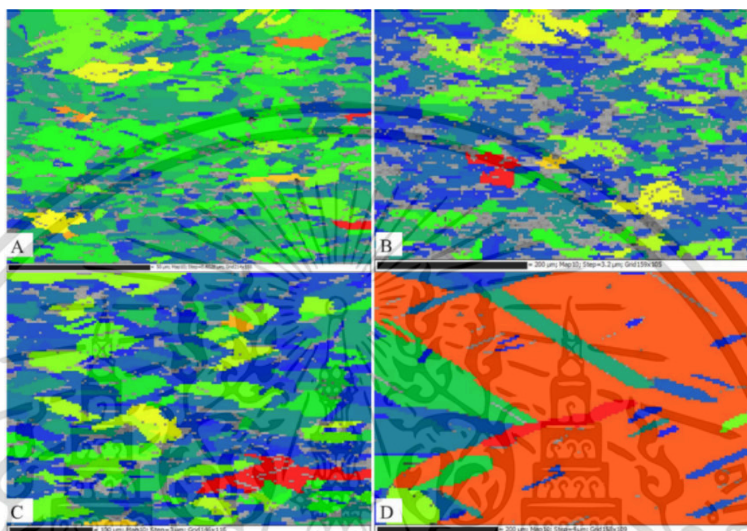
#### 4.4 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อนที่มีต่อการเจริญเติบโตของ IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu

##### 4.4.1 การเจริญเติบโตของ IMC เนื่องจากการบ่มด้วยความร้อน

ในการจำลองการเจริญเติบโตของ IMC จากการบ่มด้วยความร้อน (Thermal aging) ใช้ตัวอย่างจากการบัดกรีที่ 10 s กับแผ่นรองทองแดงที่มีขนาดเกรนแตกต่างกันเช่นเดียวกับในหัวข้อ 4.3 รูปที่ 4.47 แสดงแผ่นรองทองแดงที่ไม่ผ่านการอบอ่อน อบอ่อนที่  $300$ ,  $600$  และ  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  เวลา 1 hr ซึ่งแทนด้วย A,

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

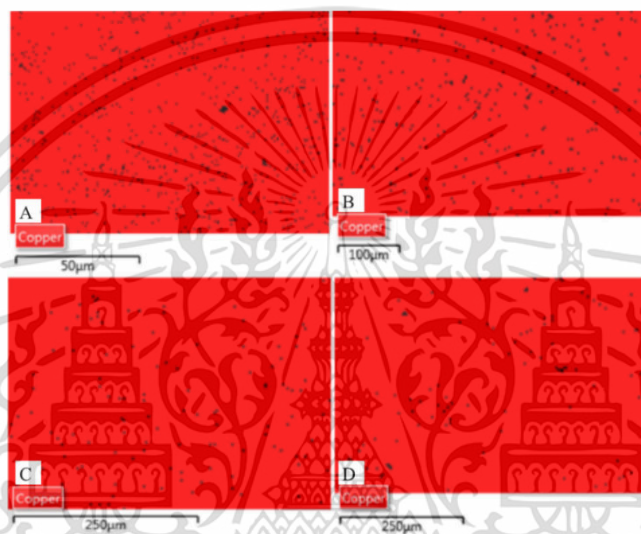
B, C และ D ตามลำดับ แต่ละสีแสดงการจัดเรียงตัวที่ต่างกันของเกรนโดยสีแดง สีน้ำเงิน และสีเขียว แสดงการจัดเรียงตัวในระนาบ (001), (111) และ (101) ตามลำดับ และสีเหลืองที่มีอยู่บางส่วนไม่พบการจัดเรียงตัวอยู่ในระนาบดังกล่าว หลังการบัดกรีและนำตัวอย่างมาบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 50, 75, 100 และ 125 °C ด้วยระยะเวลาแตกต่างกันคือ 1, 10, 100 และ 1,000 hr ตามมาตรฐานการทดสอบผลิตภัณฑ์สำหรับพัฒนาข้อมูลโลหะบัดกรีของ NIST [32]



รูปที่ 4.47 เกรนของแผ่นรองจาก EBSD

อย่างไรก็ตามในกรณีสภาวะการอบอ่อนที่ยอมให้มีการคืนตัวเต็มรูป (Full recovery) ในโครงสร้างจุลภาคจากการขึ้นรูปเปลี่ยนไปเป็นโครงสร้างเกรนแบบเดิมจะเกิดการเกิดผลึกใหม่ขึ้นหลังจากอบอ่อน สำหรับเงื่อนไขที่จะสนับสนุนการตกผลึกใหม่อีกครั้ง คือ อุณหภูมิที่สูง หรือเวลาที่ยาวและอัตราการเย็นตัวที่ช้า หากกระบวนการอบอ่อนยอมให้บางส่วนของโครงสร้างกลับไปสู่สภาวะเดิม จะเรียกว่า Recovery anneal การคืนตัวทำให้โลหะส่วนใหญ่ที่มีความแข็งเพิ่มเนื่องจากความเครียด (Strain hardening) จากการขึ้นรูปเย็นลดลง [56] จากงานวิจัยที่ผ่านมาของ Yu และคณะ [135] นำทองแดงบริสุทธิ์ 99.999 % ผ่านการรีดมาอบอ่อนที่อุณหภูมิ 50, 75, 100 และ 125 °C โดยใช้เวลาเพียง 1 hr พบว่า โครงสร้างจุลภาคมีการเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมในทุกๆอุณหภูมิการอบอ่อนเนื่องจากการเกิดผลึกใหม่และการเจริญเติบโตของเกรน และยังแสดงให้เห็นว่าเกรนที่โตมากสามารถกลับมามีโครงสร้างเกรนละเอียดได้อีกครั้งจากการเกิดผลึกใหม่เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการอบอ่อน นอกจากนี้การเกิดผลึกใหม่และการโตของเกรนในขั้นตอนการอบอ่อนส่งผลต่อมุมของขอบเกรนและการเกิดช่องว่างขนาดเล็กในโครงสร้างจุลภาคเช่นกัน แต่อย่างไรก็ตามเสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability) ของทองแดงลดลงกับการเกิดขึ้นของเกรนขนาดเล็กที่มีช่องว่างอยู่มากและมีความเครียดตกค้างสูง สำหรับการเปลี่ยนแปลงมุมขอบเกรนจากมุมต่ำไปเป็นขอบเกรนแบบมุมสูงเป็นผลจากนิเวศของเกรนที่เกิดผลึกใหม่และการคืนตัวมีบทบาทสำคัญต่อการจัดเรียงตัวของเกรนซึ่งทำให้เกิดความเครียดจากการ

เปลี่ยนแปลงขนาดเกรน และผลดังกล่าวสามารถพบได้กับทองแดงบริสุทธิ์จากการทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง ด้วยระยะเวลาที่ยาวนาน [136] ดังนั้นจากประเด็นดังกล่าวจึงเป็นสิ่งสำคัญสำหรับการบ่มแผ่นรองทองแดงถึงแม้ใช้อุณหภูมิต่ำแต่มีระยะเวลานาน รูปที่ 4.48 แสดงช่องว่างขนาดเล็กในแผ่นรองทองแดง ซึ่งพบว่า ช่องว่างขนาดเล็กมีแนวโน้มลดลงเมื่อเกรนของแผ่นรองโตขึ้นหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน เนื่องจากการโตของเกรนทำให้ขอบเกรนลดลง ส่งผลให้เกิดช่องว่างในขอบเกรนลดลง [137] ดังนั้นสำหรับแผ่นรอง B, C และ D โครงสร้างจุลภาคมีเกรนโตการมีอยู่ของช่องว่างขนาดเล็กและความเครียดตกค้างในขอบเกรนแผ่นรองลดลงได้จากการลดลงของขอบเกรน



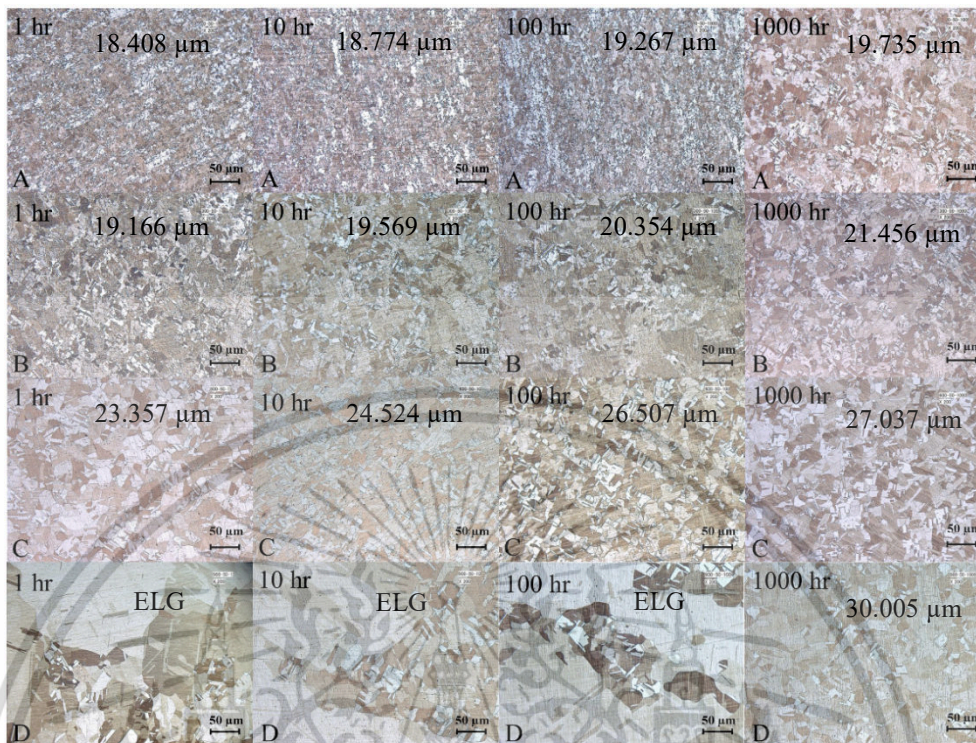
รูปที่ 4.48 ช่องว่างขนาดเล็กในแผ่นรองทองแดง

ดังนั้นในการทดลองจึงต้องตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคหลังบ่มควบคู่กัน เนื่องจากการจัดเรียงตัวของเกรนและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคในหัวข้อ 4.3 ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงความเครียดตกค้างในแผ่นรองทองแดงและส่งผลต่อการเจริญเติบโตของ IMC เบื้องต้นโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองทองแดงจากการบ่มแสดงดังรูปที่ 4.49-4.52 โดยรวมเกรนมีขนาดโตขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิบ่ม อย่างไรก็ตามระหว่างการให้ความร้อนเท็กซ์เจอร์ (Texture) หรือความชอบในการจัดเรียงตัวของเกรนในระนาบหรือทิศทางใดทิศทางหนึ่งของการเกิดผลึกใหม่สามารถลดลงได้ระหว่างการเปลี่ยนอุณหภูมิทำให้เกิดผลึกใหม่ซ้ำได้อีกโดยการยับยั้งการเจริญเติบโตของเกรนที่เจริญเติบโตแบบปกติ [138, 139] ซึ่งพบได้สำหรับบางเวลาและอุณหภูมิการบ่ม สำหรับแผ่นรองทองแดงที่ไม่ผ่านการอบอ่อนเดิม (A) เมื่อผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 50 °C โครงสร้างจุลภาคมีการเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยแตกต่างกับแผ่นรองอื่นๆ เนื่องจากอุณหภูมิการบ่มที่ต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิเกิดผลึกใหม่ (269.4 °C) [52] และขนาดเกรนแผ่นรองเดิมที่เล็กจึงเกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนเพียงเล็กน้อยสำหรับสภาวะนี้ สำหรับแผ่นรองผ่านการอบอ่อนที่ 300 และ 600 °C มาแล้ว (แผ่นรอง B และ C) เมื่อได้รับความร้อนจากการบ่มที่ทุกอุณหภูมิ (50, 75, 100 และ 125 °C) เกรนมีแนวโน้มโตขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการบ่มเห็นได้ชัดเจนเนื่องจากแผ่นรองเดิม

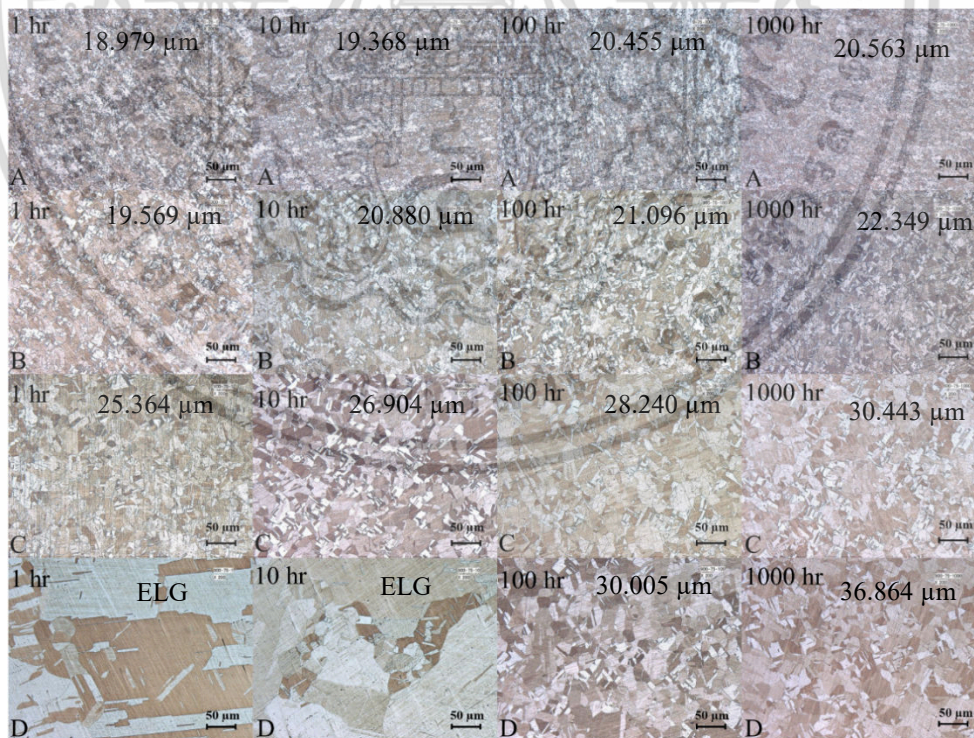
มีเกรนที่โตตั้งนั้นเมื่อได้รับความร้อนจึงทำให้เห็นการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจนมากกว่าในแผ่นรองที่มีขนาดเกรนเดิมที่เล็ก แผ่นรองที่ผ่านการอบอ่อนที่ 900 °C มาแล้ว (D) เดิมมีขนาดเกรนโต กว่ามาตรฐาน ASTM กำหนด เมื่ออบที่ 50 °C ช่วงเวลา 1-10 hr เกรนยังคงมีขนาดโตมาก แต่สามารถเกิดผลึกใหม่และเกรนโตได้ภายหลังใช้เวลาอบที่ 1,000 hr ขณะเพิ่มอุณหภูมิอบที่ 75 °C ปรากฏการเกิดผลึกใหม่และเกรนโตอีกครั้งตั้งแต่ 100 และ 1,000 hr ในทางกลับกันการเพิ่มอุณหภูมิการอบที่สูงถึง 100 และ 125 °C ทุกเวลาการอบปรากฏเกรนที่มีขนาดโตกว่ามาตรฐาน ASTM เช่นเดิม ไม่มีการปรากฏของเกรนที่โตเหมือนกับอุณหภูมิ 50 และ 75 °C สำหรับแผ่นรอง D

เมื่อพิจารณาถึงความเป็นไปได้ของการผลึกใหม่จากแผ่นรองในประเด็นความเครียดที่มีอยู่ในแผ่นรองและพฤติกรรมเกรนโตของเกรนพบว่า การเกิดผลึกใหม่ในทองแดงภายใต้เงื่อนไขความเครียด ซึ่งมีการรายงานไว้ 2 รูปแบบด้วยกัน คือ (1) กรณีความเครียดสูงเกิดขึ้นผลึกใหม่ได้แม้อุณหภูมิต่ำ โดยความเครียดจากการเคลื่อนที่ของขอบเกรน (Strain induced boundary migration; SIBM) ก่อให้เกิดนิวเคลียสขึ้นมาใหม่สำหรับเกิดผลึกปฐมภูมิ (Primary recrystallization) พร้อมกับการเกิดขึ้นของเท็กซ์เจอร์หรือความชอบในการจัดเรียงตัวของเกรนในระนาบหรือทิศทางใดทิศทางหนึ่ง ซึ่งนิวเคลียสก่อตัวเป็นผลึกใหม่ได้อย่างมีประสิทธิภาพและไม่สามารถย้อนกลับไปเป็นเกรนหลัก (Parent grains) ได้อีก (2) สภาวะความเครียดต่ำโดยปกติการเกิดผลึกใหม่จะเกิดขึ้นผ่าน SIBM ซึ่งมีโอกาสเกิดที่พื้นผิวเนื่องจากความเครียดที่มาจากเตรียมพื้นผิวของตัวอย่างได้ ดังนั้น SIBM ที่เกิดขึ้นภายในจะกระทบกับการเจริญเติบโตของเกรนเช่นกัน แต่อย่างไรก็ตาม SIBM ที่ไม่ได้เกิดขึ้นมาจากการเตรียมพื้นผิว กลไกการเกิดขึ้นของ SIBM มาจากการจัดเรียงตัวของเกรนที่เกิดขึ้นมาจากความเครียดที่มีอยู่ก่อนในเกรนทำให้เกิดการสร้างการจัดเรียงตัวใหม่พร้อมกับสร้างโครงสร้างแบบทวิน (Twin) ขึ้นมา ดังนั้นความเครียดที่มีอยู่ก่อนในเกรนในสภาวะนี้จึงทำให้เกิดผลึกใหม่ได้เช่นกัน [140] ดังนั้นสำหรับแผ่นรอง D กรณีเกิดผลึกใหม่จึงมีโอกาสเกิดขึ้นได้ตามกรณี (2) เช่นกัน แต่สำหรับการโตของเกรนสามารถแบ่งได้ 2 ประเภท คือ Normal grain growth และ Abnormal grain growth หรือเรียกว่า Secondary recrystallization (SR) ซึ่ง Normal grain growth โครงสร้างจุลภาคจะมีเกรนที่โตได้สม่ำเสมอและมีรูปแบบที่แน่นอนเป็นแบบฉบับกระบวนการการเจริญเติบโตที่ต่อเนื่อง แตกต่างกับ Abnormal grain growth เป็นกระบวนการโตของเกรนในโครงสร้างจุลภาคที่มีลักษณะไม่ต่อเนื่อง มีเกรนบางส่วนในโครงสร้างจุลภาคที่โตและเกรนที่เล็กจากการเกิดผลึกใหม่พัฒนาเป็นโครงสร้างแบบ Abnormal grain ในโครงสร้างจุลภาค [141] สำหรับโครงสร้างแบบ Abnormal grain พบได้จาก อลูมิเนียม ทองแดง และนิกเกิลที่มีความบริสุทธิ์สูง โดยเฉพาะกระบวนการอบอ่อนที่ทำให้เกิดผลึกใหม่ขึ้นและเกิดการเจริญเติบโตของเกรนได้ระหว่างการให้ความร้อนในกระบวนการ หรือแม้แต่การทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องด้วยระยะเวลาที่นานจึงทำให้เกิด Normal grain growth ในโครงสร้างจุลภาคได้ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสภาวะการให้ความร้อนและวัสดุ [142] ดังนั้นสำหรับแผ่นรอง D กรณีเกิดผลึกใหม่จึงเป็นไปได้ที่สามารถเกิดขึ้นได้ตามรูปแบบของ Abnormal grain growth เช่นกันและมีลักษณะการโตของเกรนเกิดขึ้นในรูปแบบที่เหมือนกันทั่วแผ่นรอง

นอกจากนั้นผลการทดลองที่ผ่านมาขนาดเกรนของแผ่นรองเปลี่ยนแปลงและโตขึ้นเนื่องจากความร้อนมีผลต่อการเปลี่ยนพลังงานความเครียด ดังนั้นอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาสามารถส่งผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองและความเครียดได้เช่นกันในกรณีการอบด้วยความร้อน

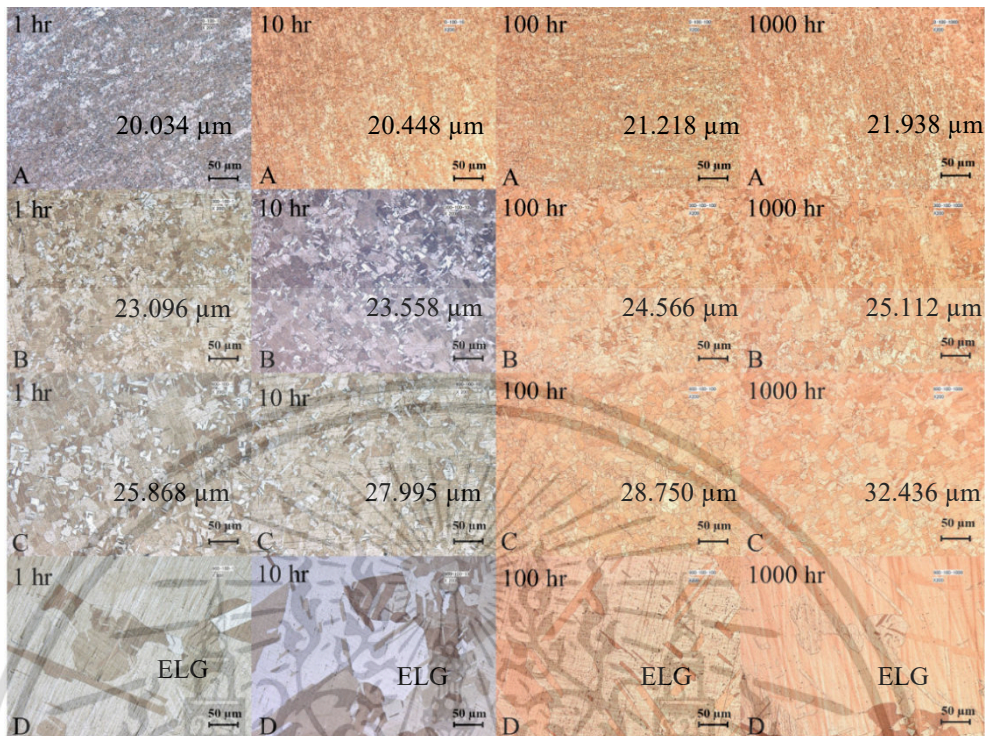


รูปที่ 4.49 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดงหลังการบีบที่อุณหภูมิ 50 °C

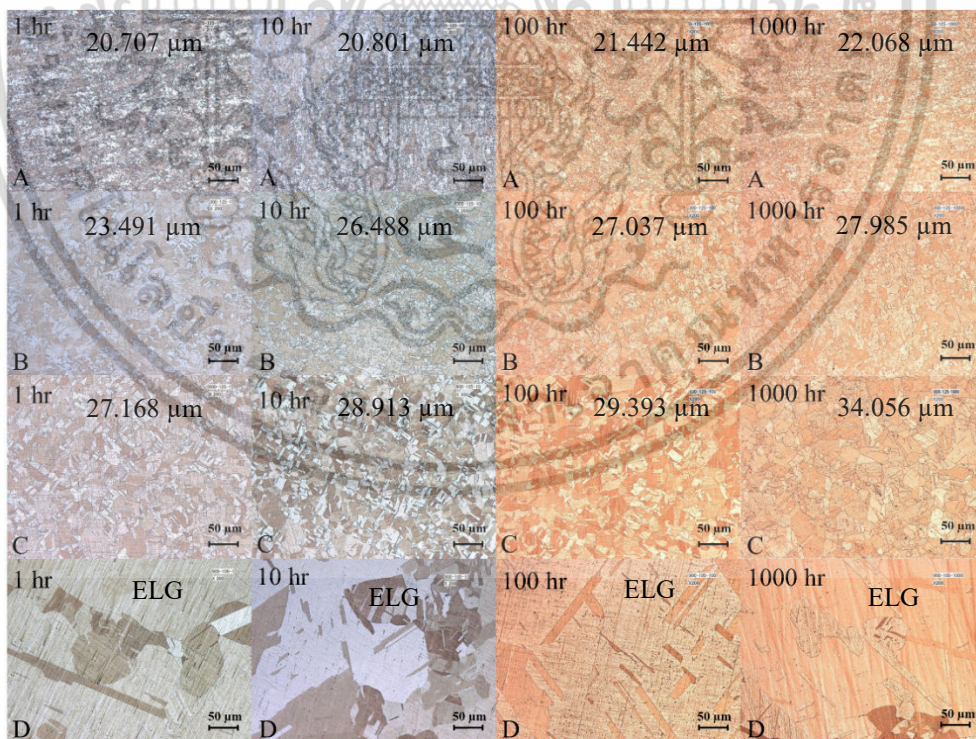


รูปที่ 4.50 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดงหลังการบีบที่อุณหภูมิ 75 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.51 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดงหลังการบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C

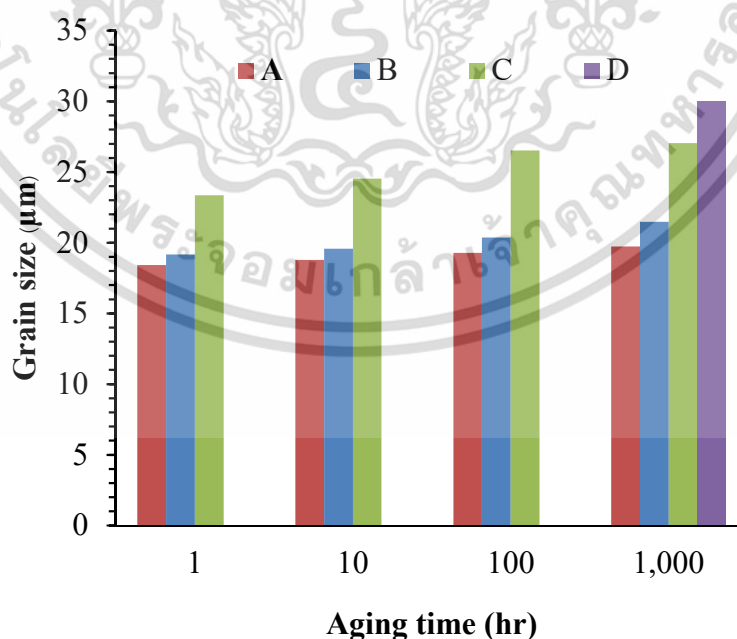


รูปที่ 4.52 โครงสร้างจุลภาคแผ่นรองทองแดงหลังการบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C

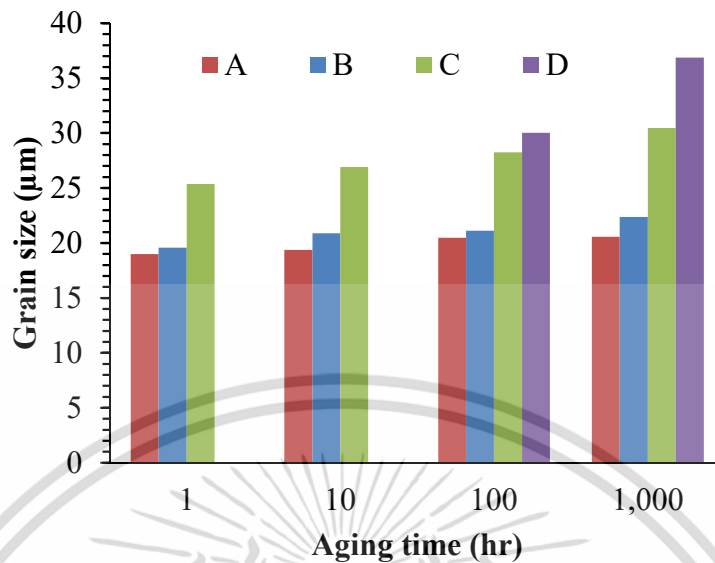
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับข้อมูลขนาดเกรนแต่ละสภาวะการบ่มแสดงไว้ในโครงสร้างจุลภาคในรูปที่ 4.49-4.52 และรูปที่ 4.53-4.54 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและเวลาการบ่มที่อุณหภูมิต่างๆของแต่ละแผ่นรองที่ใช้ในการบ่ม รูปที่ 4.53 จากการบ่มที่อุณหภูมิ 50 °C ขนาดเกรนของแผ่นรองโตขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการบ่มขณะที่เวลา 1,000 hr แผ่นรอง D เดิมเกรนที่โตมากเกิดผลึกใหม่เติมพื้นที่แผ่นรองทำให้ไม่สามารถวัดขนาดเกรนได้ อย่างไรก็ตามสำหรับทองแดงบริสุทธิ์มีจุดหลอมเหลวที่ 1,083 °C หรือ 1,356 K ดังนั้นอุณหภูมิการเกิดผลึกใหม่จะอยู่ที่ประมาณ 0.4  $T_m$  เมื่อ  $T_m$  คือ จุดหลอมละลาย [52] ดังนั้นอุณหภูมิเกิดผลึกใหม่จะอยู่ที่ 269.4 °C ( $1,356 \times 0.4 = 542.4$  K) ถึงแม้ทองแดงบริสุทธิ์จะมีอุณหภูมิการเกิดผลึกใหม่ที่สูงกว่าอุณหภูมิการบ่มที่ใช้ในการทดลองก็ตาม แต่เนื่องจากระยะเวลาการบ่มที่ยาวนานจึงทำให้เกรนที่โตมากเกิดผลึกขึ้นมาใหม่ได้อีกครั้ง เนื่องจากผลของความร้อนระหว่างการบ่ม พลังงานความเครียดในเกรนที่เก็บไว้จากการจัดเรียงตัวของเกรนนำไปสู่การเกิดผลึกใหม่ แต่อย่างไรก็ตามการคืนตัวและการเจริญเติบโตของเกรนจะนำไปสู่การลดพลังงานความเครียดที่เก็บไว้ได้เช่นกัน [143]

รูปที่ 4.54 การบ่มที่ 75 °C พบพฤติกรรมการแปรรูปของเกรนใกล้เคียงกับการบ่มที่ 50 °C สำหรับแผ่นรอง A, B และ C เมื่อเปรียบเทียบกับเกรนมีขนาดโตกว่าที่อุณหภูมิ 50 °C เพียงเล็กน้อย อย่างไรก็ตามแผ่นรอง B ที่ก่อนการบ่มถึงแม้มีความเครียดตกค้างอยู่สูงและจากงานวิจัยที่ผ่านมารายงานว่าเกรนสามารถเจริญเติบโตได้ดีจากความเครียดที่มีอยู่สูงนั้น [144] แต่การเจริญเติบโตที่พบเป็นไปตามรูปแบบเดิมของขนาดเกรนก่อนบ่ม คือ  $B < C$  เนื่องจากก่อนบ่มแผ่นรอง C มีเกรนที่โตกว่าแผ่นรอง B มาก สำหรับแผ่นรอง D การเปลี่ยนแปลงของเกรนที่โตมากสามารถเกิดผลึกใหม่ได้ตั้งแต่วเวลา 100 hr และเกรนเจริญเติบโตขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1,000 hr ดังนั้นการเกิดผลึกใหม่ทำให้แผ่นรอง D มีความเครียดสูงได้อีกครั้งและหลังการเจริญเติบโตของเกรนจึงทำให้มีขนาดที่ใหญ่กว่าเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นรอง A, B และ C

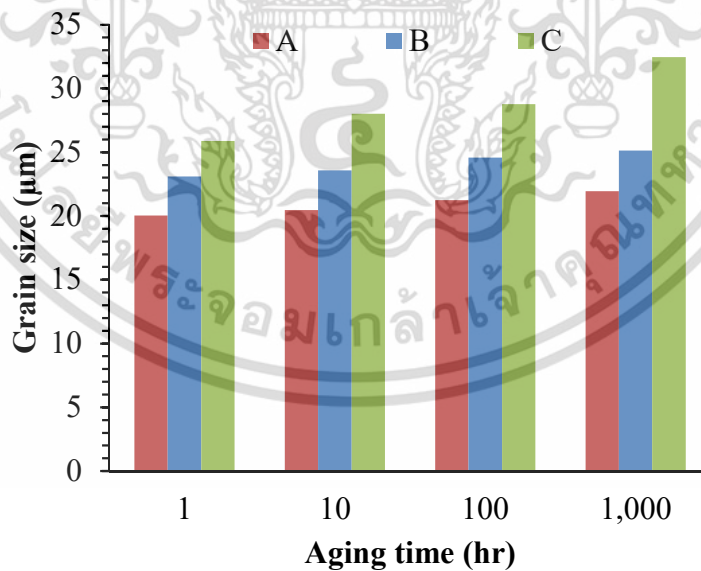


รูปที่ 4.53 ขนาดเกรนของแผ่นรองหลังการบ่มที่ 50 °C



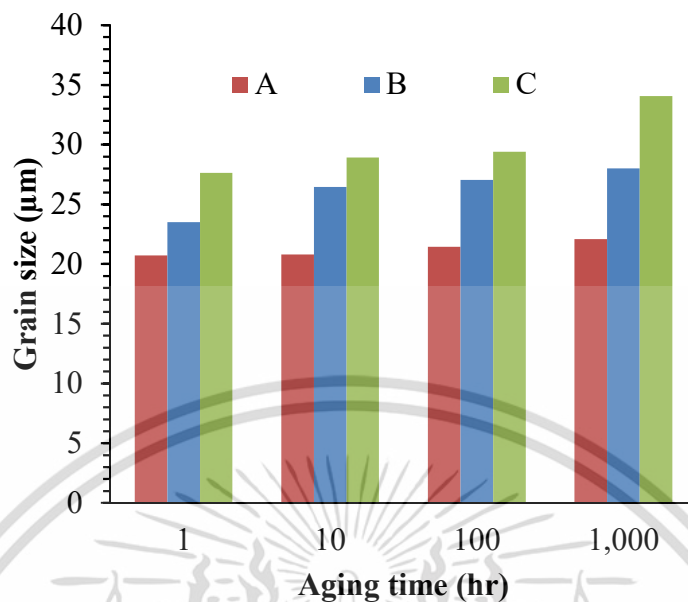
รูปที่ 4.54 ขนาดเกรนของแผ่นรองหลังการบ่มที่ 75 °C

การบ่มที่ 100 และ 125 °C แสดงดังรูปที่ 4.55 และ 4.56 ตามลำดับ ผลที่ได้แตกต่างกับทั้งสองอุณหภูมิการบ่มที่ผ่านมาในส่วนของแผ่นรอง D เนื่องจากหลังการบ่มขนาดเกรนสำหรับทุกเวลามีขนาดโตมากกว่ามาตรฐานกำหนด เนื่องจากอุณหภูมิการบ่มที่สูงและระยะเวลาที่นานจึงทำให้เกรนสามารถกลับมาโตมากได้อีกครั้ง



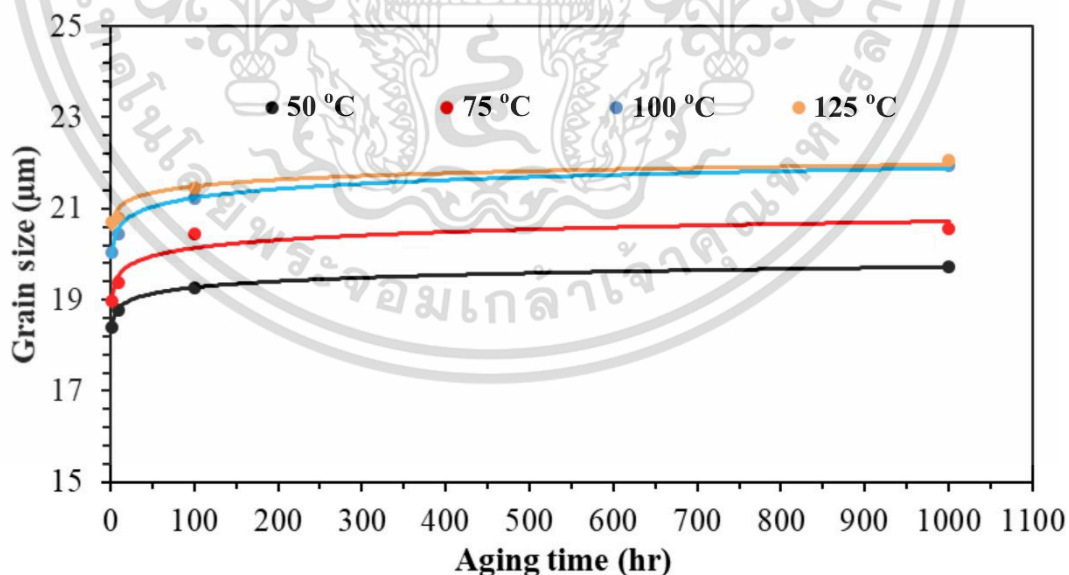
รูปที่ 4.55 ขนาดเกรนของแผ่นรองหลังการบ่มที่ 100 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



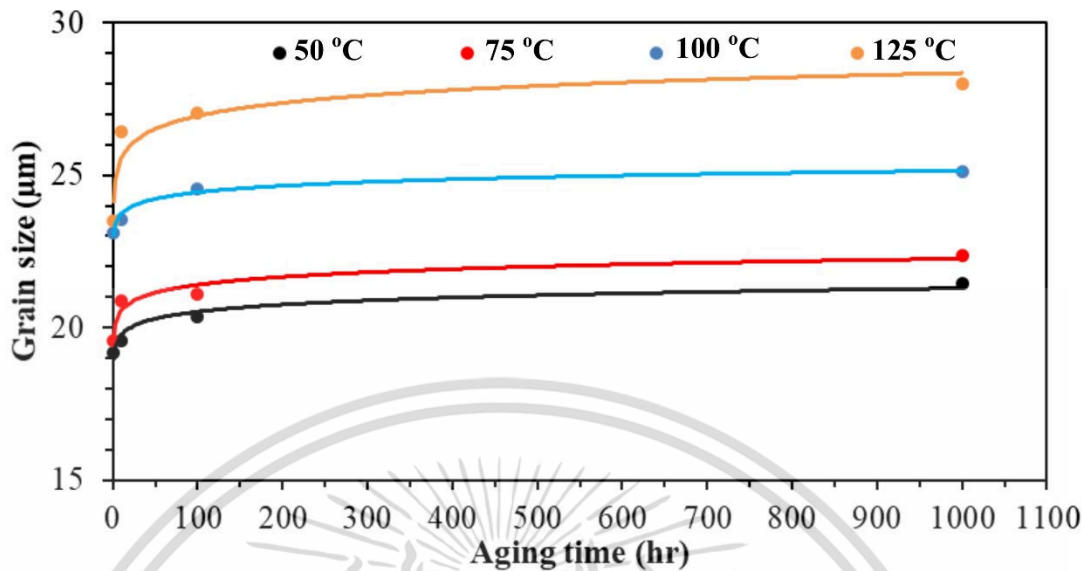
รูปที่ 4.56 ขนาดเกรนของแผ่นรองหลังการบ่มที่ 125 °C

ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน เวลาการบ่ม แผ่นรองและอุณหภูมิการบ่มแสดงดังรูปที่ 4.57-4.60 สำหรับแผ่นรอง A, B, C และ D ตามลำดับ รูปแบบการเจริญเติบโตมี 2 ลักษณะ คือ ในช่วง 1-100 hr มีพฤติกรรมการเจริญเติบโตในลักษณะเส้นโค้ง แต่เมื่อเพิ่มเวลาการบ่มมากกว่า 100 hr พฤติกรรมการเจริญเติบโตของเกรนเปลี่ยนเป็นแบบเส้นตรง

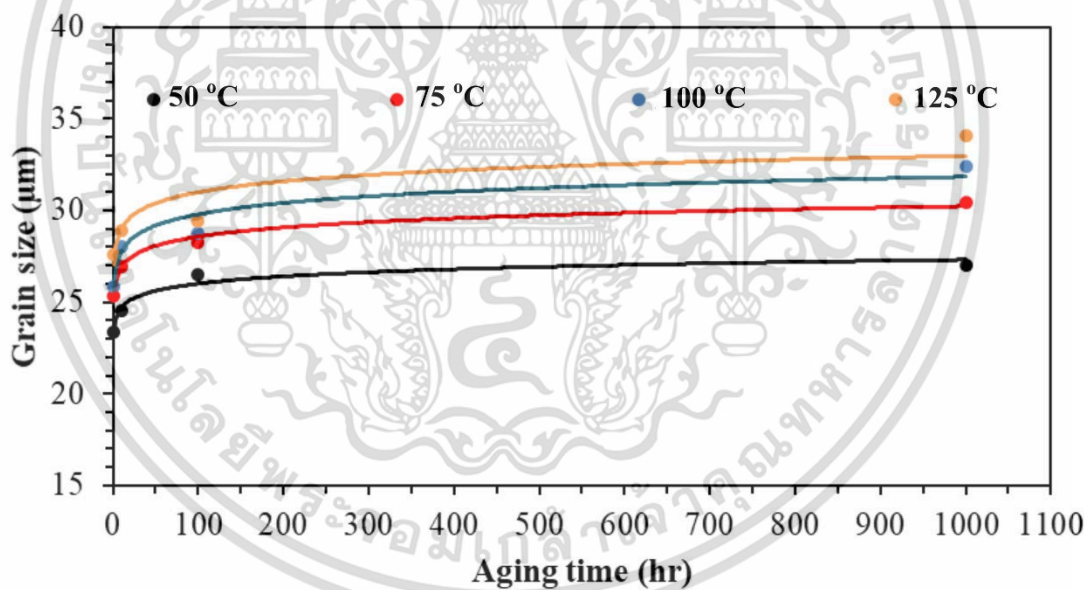


รูปที่ 4.57 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรน เวลาการบ่มของแผ่นรอง A

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

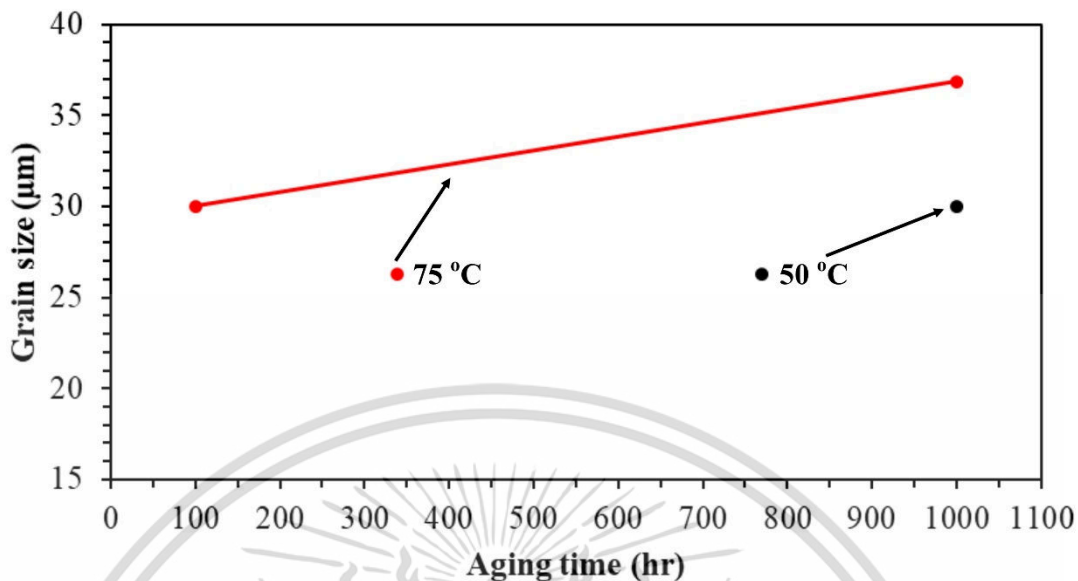


รูปที่ 4.58 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรน เวลาการบ่มของแผ่นรอง B



รูปที่ 4.59 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรน เวลาการบ่มของแผ่นรอง C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.60 ความสัมพันธ์ของขนาดเกรน เวลาการบ่มของแผ่นรอง D

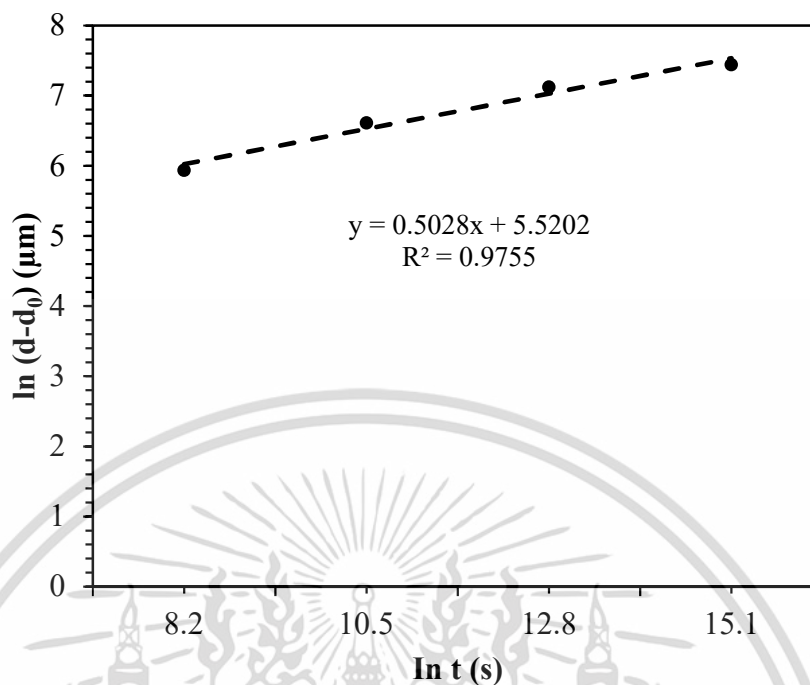
สำหรับการเจริญเติบโตของเกรนโลหะบริสุทธิ์ในการบ่มความสัมพันธ์ของขนาดเกรนเฉลี่ยและเวลาการบ่มแสดงได้ดังสมการที่ (4.9) สำหรับค่า  $N$  หรือ Exponent of grain growth ที่มีรายงานไว้กล่าวว่าจะขึ้นอยู่กับความบริสุทธิ์ของโลหะ อุณหภูมิการบ่ม และลักษณะโดยรวมของเกรนหรือโครงสร้างจุลภาคในการจัดเรียงตัว (Texture) [145] ขณะนำสมการที่ (4.10) มาพล็อตระหว่าง  $\ln(d-d_0)$  และ  $\ln t$  สามารถหาความชัน (Slope) หรือ  $N$  ได้ ตัวอย่างการหาค่าเลขชี้กำลังแสดงดังรูปที่ 4.61 จากแผ่นรอง A และสำหรับค่า  $N$  ที่อุณหภูมิต่างๆของแต่ละแผ่นรองในการทดลองแสดงได้ดังตารางที่ 4.10

$$d - d_0 = kt^N \quad (4.9)$$

$$\ln(d - d_0) = \ln k + N \ln t \quad (4.10)$$

เมื่อ  $d$  คือ ขนาดเกรนเฉลี่ยหลังบ่ม  $d_0$  คือ ขนาดเกรนก่อนการบ่ม  $k$  คือ ค่าคงที่  $t$  คือ เวลาบ่ม และ  $N$  คือ เลขชี้กำลัง หรือ Exponent of grain growth

เมื่อพิจารณาค่า  $N$  เกรนมีความเสถียรและเติบโตอย่างช้าๆเมื่อเพิ่มอุณหภูมิต่ำกว่า  $N$  จะเข้าใกล้ 0.5 และอยู่ในสถานะที่ไม่เสถียรได้เช่นกันเมื่อค่า  $N$  ลดลงเข้าใกล้ 0.1 [146] ขณะที่ค่า  $N$  เข้าใกล้ 2.0 ถือว่าเป็นแบบฉบับกระบวนการเจริญเติบโตของเกรนที่มีรูปแบบสม่ำเสมอ (Classical uniform grain growth process) ป่งบอกถึงกระบวนการโตแบบสม่ำเสมอที่เกิดขึ้นโดยขอบเกรนส่วนโค้ง (Grain boundary curvature) [147, 148]



รูปที่ 4.61 ตัวอย่างการหาค่า N ของแผ่นรอง A ที่ 50 °C

จากการทดลองค่า N มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจากการบ่มที่ 50 °C โดยแผ่นรอง C > B > A (เกรนมีความเสถียรและเติบโตเร็วขึ้น) อย่างไรก็ตามแผ่นรอง D ไม่สามารถคำนวณได้เนื่องจากเกิดการเปลี่ยนแปลงและวัดขนาดเกรนได้เฉพาะที่ 1,000 เท่านั้น สำหรับที่ 75 °C เกรนมีความเสถียรมากกับแผ่นรอง B และค่า N ลดลง สำหรับแผ่นรองอื่นๆ เข้าใกล้สภาวะที่ไม่เสถียร การบ่มที่อุณหภูมิสูง 100 และ 125 °C เกรนโตเร็วขึ้นแต่ปรากฏว่าไม่มีความเสถียรหรือรูปแบบเกรนสม่ำเสมอเมื่อพิจารณาจากค่า N

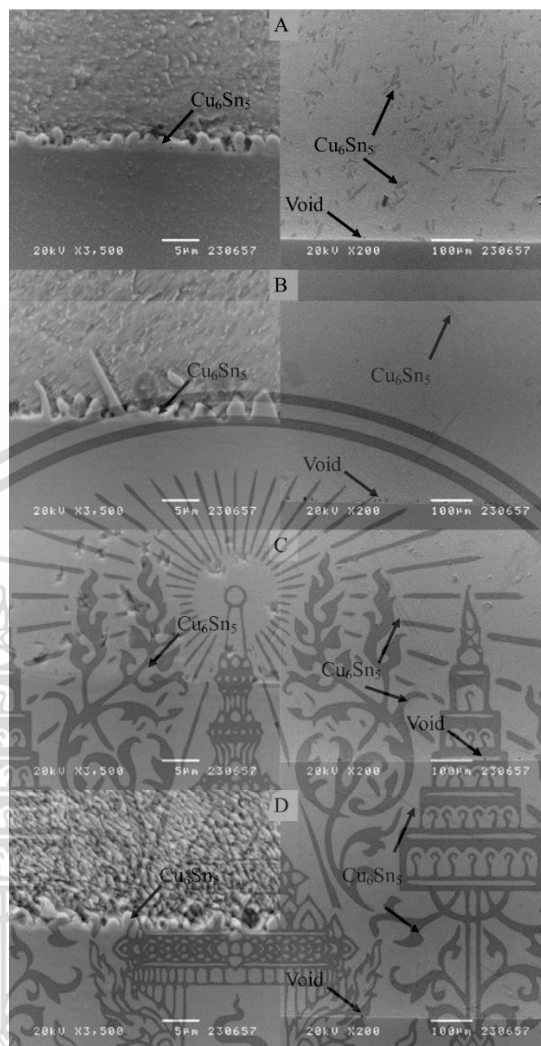
อย่างไรก็ตามระหว่างการเพิ่มอุณหภูมิค่า N เพิ่มหรือลดลงได้เช่นกัน ซึ่งพบเช่นกันกับงานวิจัยที่ผ่านมา เช่น การอบอ่อนทองแดงที่ 400-600 °C ค่า N มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น (2.63, 2.69 และ 2.75) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิ 700 °C ค่า N ลดลงมีค่า 2.00 ซึ่งเหมือนกับการเจริญเติบโตของเกรนในอุดมคติ [149, 150] แต่การลดลงของค่า N เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นมีนัยยะบ่งบอกถึงการลดลงของการเกิดผลึกใหม่จากการคืนตัวและการโตของเกรนในกรณีนี้ [149] เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่ผ่านมาในช่วงอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับการทดลอง เช่น การให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 - 200 °C เป็นเวลา 0-3,000 min กับเงิน (Ag) ผสมและเงินบริสุทธิ์มีค่า N อยู่ในช่วง 0.19-0.28 ทองคำ (Au) มีค่า N = 0.30 และในลวดทองแดงเคลือบผิวมีค่า N ประมาณ 0.38 [145] แสดงให้เห็นผลที่ได้มีความสอดคล้องกันกับการทดลองนี้

อย่างไรก็ตามสำหรับโครงสร้างจุลภาคหลังการบัดกรีหรือก่อนการบ่มแสดงดังรูปที่ 4.62 พบว่าเกิดเฉพาะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ที่ระหว่างพื้นผิวแผ่นรองทองแดงและโลหะบัดกรีซึ่งมีความหนาเท่ากับ 0.83, 1.94, 1.91 และ 1.24 μm สำหรับแผ่นรอง A, B, C และ D ตามลำดับ นอกจากนั้นพบช่องว่าง (Void) ที่ระหว่างรอยต่อลดลงจากเกรนแผ่นรองที่โตขึ้นซึ่งเห็นได้ชัดเจนกับแผ่นรอง B, C และ D ที่ผ่านการอบอ่อนมา และโครงสร้างจุลภาคของรอยต่อหลังการบ่มแสดงดังรูปที่ 4.63-4.66

ตารางที่ 4.10 ค่า N ที่สภาวะต่างๆจากการทดลอง

Aging temperature (°C)	Substrates	N	Linear equation and R <sup>2</sup>
50	A	0.50	$y = 0.5028x + 5.5202$ $R^2 = 0.9755$
	B	0.76	$y = 0.7639x + 4.8838$ $R^2 = 0.9882$
	C	1.03	$y = 1.0304x + 4.5949$ $R^2 = 0.8503$
	D	-	-
75	A	0.35	$y = 0.354x + 6.5365$ $R^2 = 0.9197$
	B	0.50	$y = 0.5047x + 6.2176$ $R^2 = 0.8694$
	C	0.39	$y = 0.392x + 7.3505$ $R^2 = 0.9853$
	D	0.20	$y = 0.2059x + 10.103$ $R^2 = 1.0000$
100	A	0.22	$y = 0.2286x + 7.361$ $R^2 = 0.9949$
	B	0.37	$y = 0.1375x + 8.1961$ $R^2 = 0.9798$
	C	0.38	$y = 0.3862x + 7.5663$ $R^2 = 0.957$
	D	-	-
125	A	0.14	$y = 0.1441x + 7.7042$ $R^2 = 0.9387$
	B	0.21	$y = 0.2125x + 8.3376$ $R^2 = 0.8247$
	C	0.27	$y = 0.2773x + 8.0755$ $R^2 = 0.8960$
	D	-	-

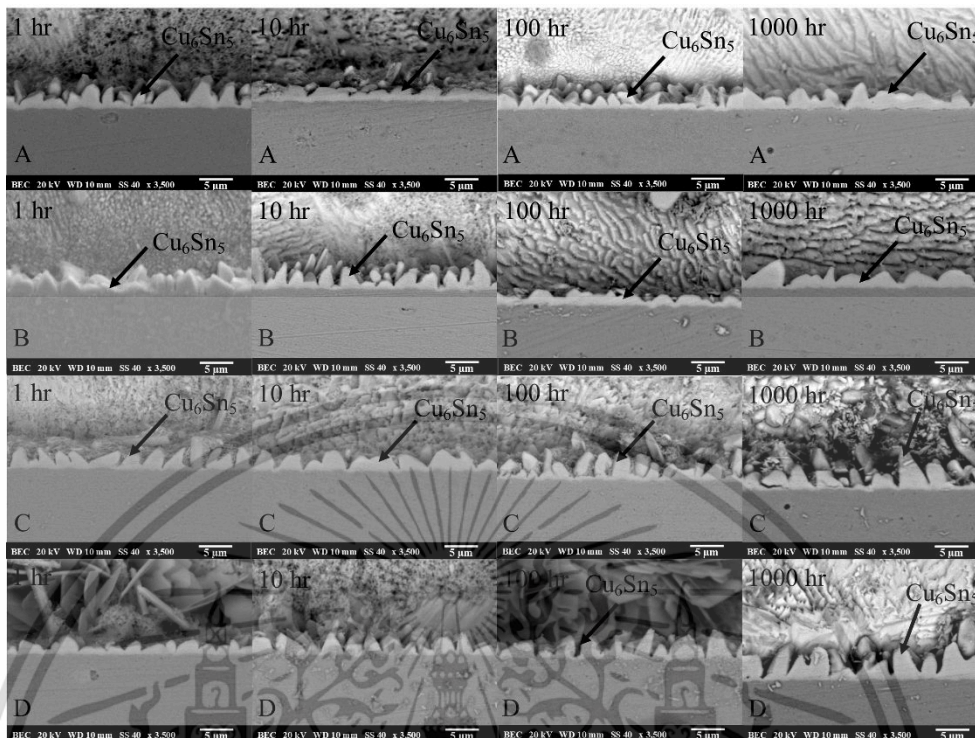
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



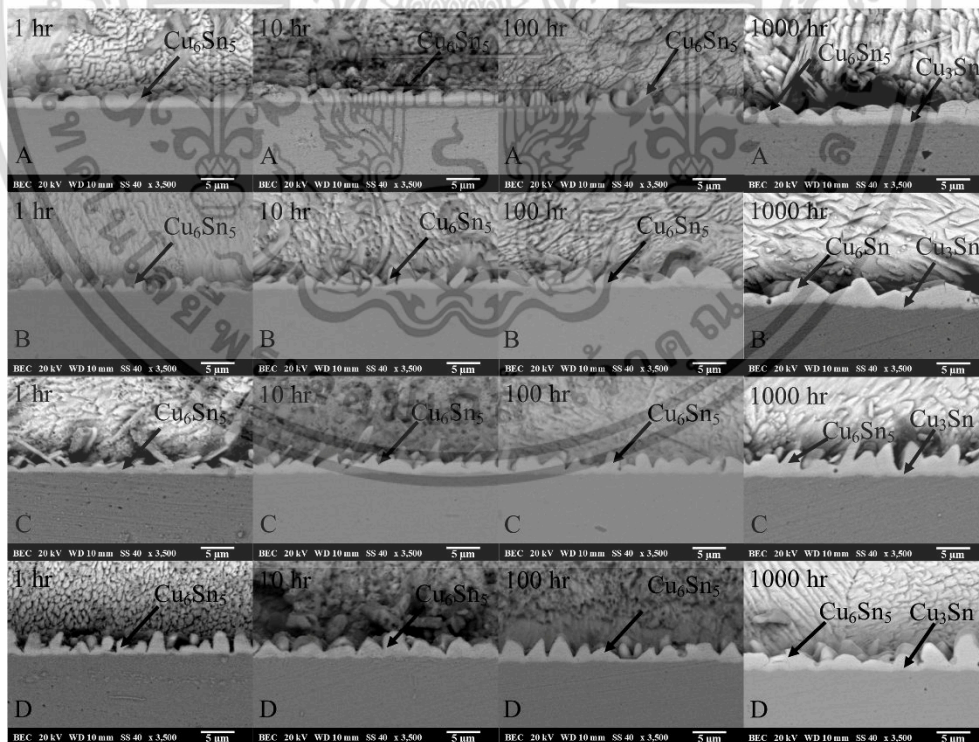
รูปที่ 4.62 ภาพถ่าย SEM ของตัวอย่างก่อนการบ่ม

การบ่มที่ 50 °C รูปที่ 4.64 เกิดเฉพาะ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่ระหว่างพื้นผิวโลหะบัดกรีและแผ่นรองทุกเวลาการบ่ม เวลาในการบ่มที่สูงขึ้นทำให้ IMC มีแนวโน้มหนาขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเมื่อบ่มที่ 75 °C เฉพาะที่เวลาการบ่ม 1,000 hr เกิด IMC ชนิดใหม่ขึ้น คือ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ระหว่างแผ่นรองและชั้น  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  (รูปที่ 4.64) แต่สำหรับการบ่มที่ 100 °C พบว่า  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  สามารถเกิดขึ้นได้ทั้งที่เวลา 100 และ 1,000 hr เช่นเดียวกันกับการบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C

สำหรับตัวอย่างผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  หลังการบ่มแสดงดังรูปที่ 4.67 จากการบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C ที่เวลา 1,000 hr จากการใช้แผ่นรอง D โดยพบ  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  มีองค์ประกอบทางเคมีของ Cu เท่ากับ 50.20 At.% (Cu = 35.05 wt.%) และ Sn เท่ากับ 49.80 At.% (Sn = 64.95 wt.%) สำหรับชั้น  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  พบองค์ประกอบทางเคมีของ Cu เท่ากับ 72.20 At.% (Cu = 58.16 wt.%) และ Sn เท่ากับ 27.80 At.% (Sn = 41.84 wt.%)

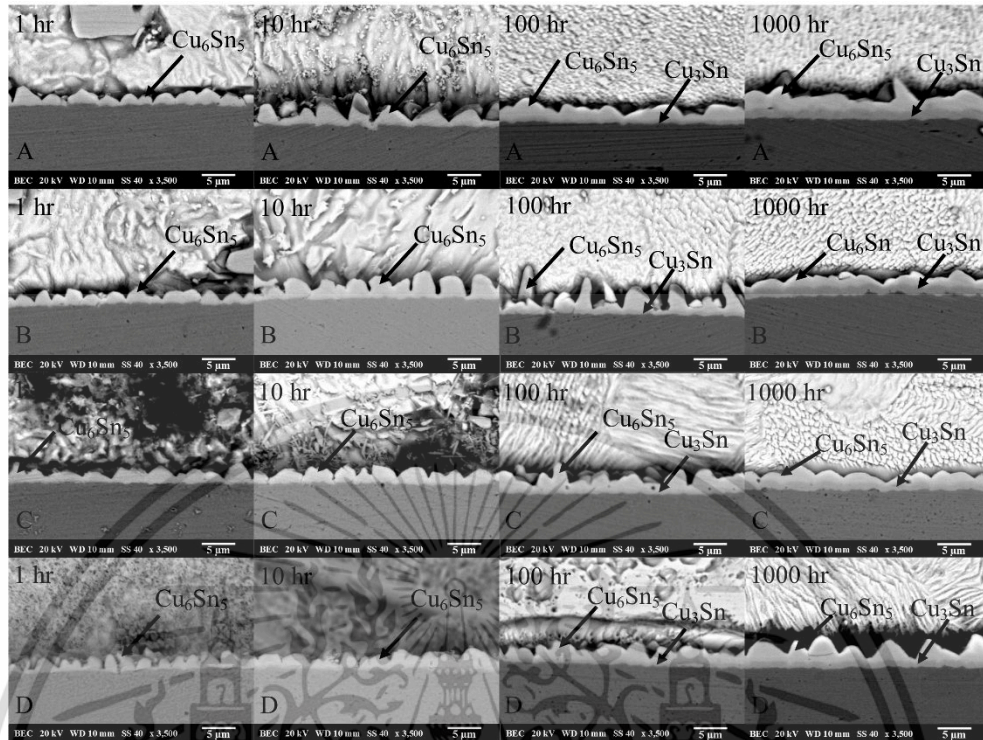


รูปที่ 4.63 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการป้อนที่อุณหภูมิ 50 °C

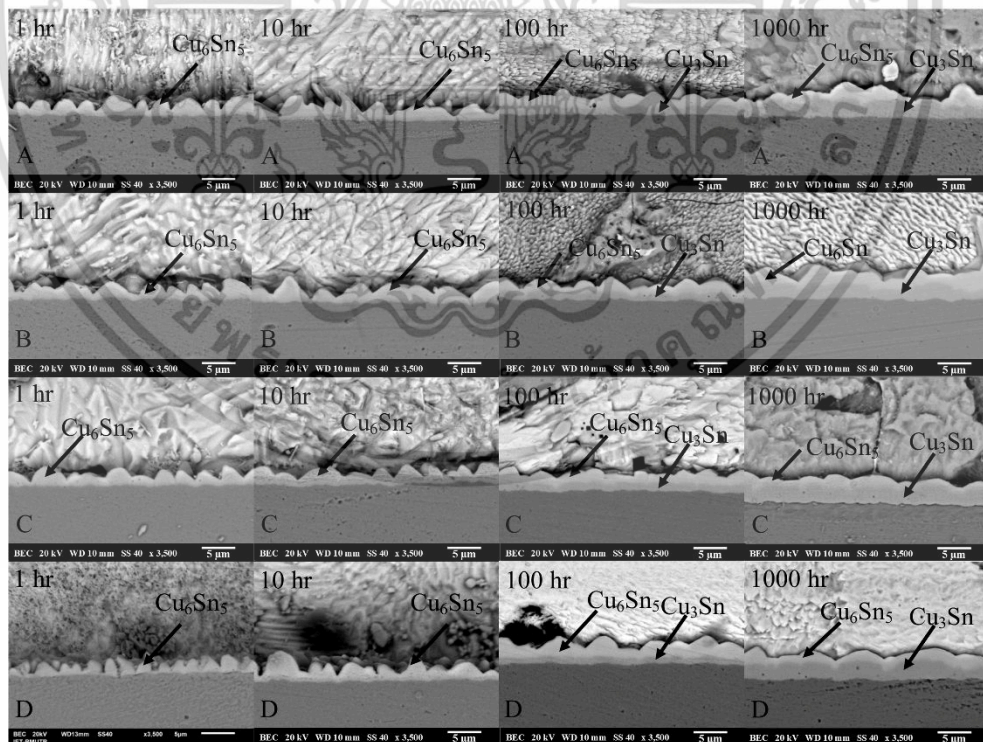


รูปที่ 4.64 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการป้อนที่อุณหภูมิ 75 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

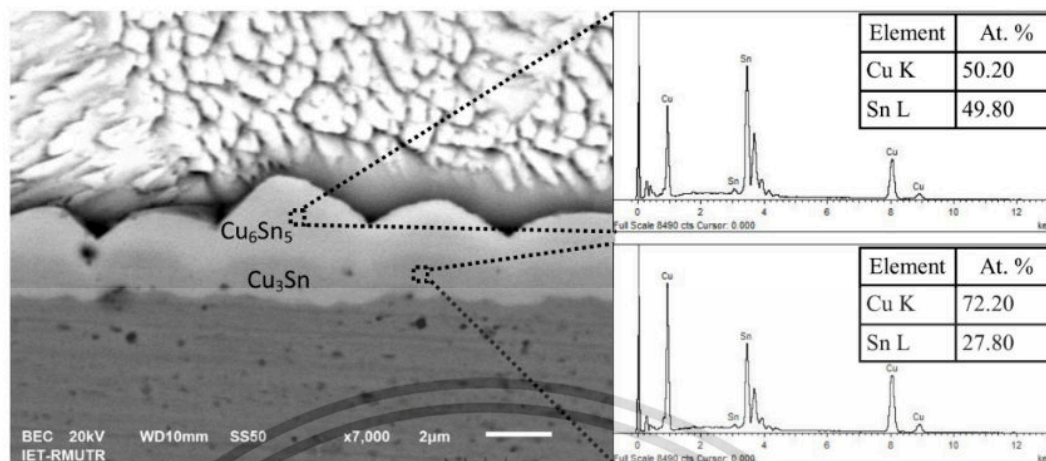


รูปที่ 4.65 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการบัดที่อุณหภูมิ 100 °C



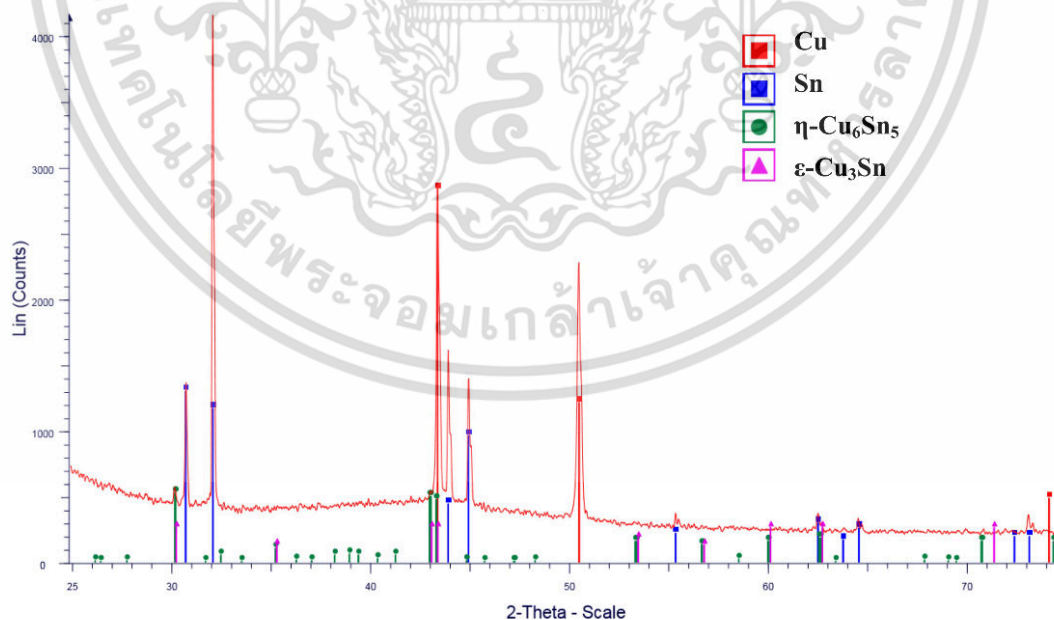
รูปที่ 4.66 ชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับการบัดที่อุณหภูมิ 125 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.67 ผลการตรวจสอบ EDS ของ IMC ที่อุณหภูมิ 125 °C เวลา 1,000 hr

ตัวอย่างการตรวจสอบ XRD ของตัวอย่างเมื่อผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C ที่เวลา 1,000 hr จากการใช้แผ่นรอง D แสดงดังรูปที่ 4.68 โครงสร้างผลึกของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เป็นแบบ Hexagonal เหมือนกัน โดย  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีค่าตัวแปรโครงสร้างผลึก (Lattice parameters)  $a$ ,  $b$  และ  $c$  เท่ากับ 4.200, 4.200 และ 5.090 Å ซึ่งเฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีโครงสร้างแบบ B81 อยู่ในกลุ่มระนาบ (Space group) P63/mmc สำหรับตัวแปรโครงสร้างผลึก  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn แสดงค่า  $a$  และ  $c$  เท่ากับ 2.749 และ 4.322 Å ตามลำดับ



รูปที่ 4.68 ผลการตรวจสอบ XRD ที่อุณหภูมิ 125 °C เวลา 1,000 hr

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.4.2. ความหนาของ IMC หลังการบ่มด้วยความร้อน

ความหนาเฉลี่ยของ IMC ( $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn) ที่ระหว่างรอยต่อจากการใช้แผ่นรองแต่ละแบบและอุณหภูมิการบ่มที่แตกต่างกันแสดงผลดังตารางที่ 4.11-4.14

ตารางที่ 4.11 ความหนาเฉลี่ยของ IMC ที่อุณหภูมิ 50 °C

Substrate	Aging time (h)	IMC Thickness ( $\mu$ m)		
		$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	Total
A	0	-	0.83	0.83
	1	-	1.47	1.47
	10	-	1.73	1.73
	100	-	2.17	2.17
	1,000	-	2.47	2.47
B	0	-	1.94	1.94
	1	-	2.01	2.01
	10	-	2.32	2.32
	100	-	2.37	2.37
	1,000	-	2.49	2.49
C	0	-	1.91	1.91
	1	-	1.97	1.97
	10	-	2.22	2.22
	100	-	2.38	2.38
	1,000	-	2.56	2.56
D	0	-	1.24	1.24
	1	-	1.57	1.47
	10	-	2.19	2.19
	100	-	2.43	2.43
	1,000	-	2.64	2.64

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.12 ความหนาเฉลี่ยของ IMC ที่อุณหภูมิ 75 °C

Substrate	Aging time (h)	IMC Thickness ( $\mu\text{m}$ )		
		$\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$	Total
A	0	-	0.83	0.83
	1	-	2.11	2.11
	10	-	2.25	2.25
	100	-	2.43	2.43
	1,000	0.89	1.84	2.73
	B	0	-	1.94
	1	-	2.20	2.20
	10	-	2.38	2.38
	100	-	2.48	2.48
	1,000	0.58	2.52	3.10
	C	0	-	1.91
	1	-	2.06	2.06
	10	-	2.37	2.37
	100	-	2.42	2.42
	1,000	0.54	2.39	2.93
	D	0	-	1.24
	1	-	2.04	2.04
	10	-	2.24	2.24
	100	-	2.44	2.44
	1,000	0.52	2.07	2.59

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.13 ความหนาเฉลี่ยของ IMC ที่อุณหภูมิ 100 °C

Substrate	Aging time (h)	IMC Thickness ( $\mu\text{m}$ )		
		$\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$	Total
A	0	-	0.83	0.83
	1	-	2.12	2.12
	10	-	2.24	2.44
	100	0.81	1.73	2.54
	1,000	1.33	1.66	2.99
B	0	-	1.94	1.94
	1	-	2.24	2.24
	10	-	2.35	2.35
	100	0.85	1.88	2.73
	1,000	1.39	1.42	2.81
C	0	-	1.91	1.91
	1	-	2.10	2.10
	10	-	2.27	2.27
	100	0.42	1.92	2.34
	1,000	1.02	1.70	2.72
D	0	-	1.24	1.24
	1	-	2.10	2.10
	10	-	2.35	2.35
	100	0.34	2.03	2.37
	1,000	0.95	2.3	3.25

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.14 ความหนาเฉลี่ยของ IMC ที่อุณหภูมิ 125 °C

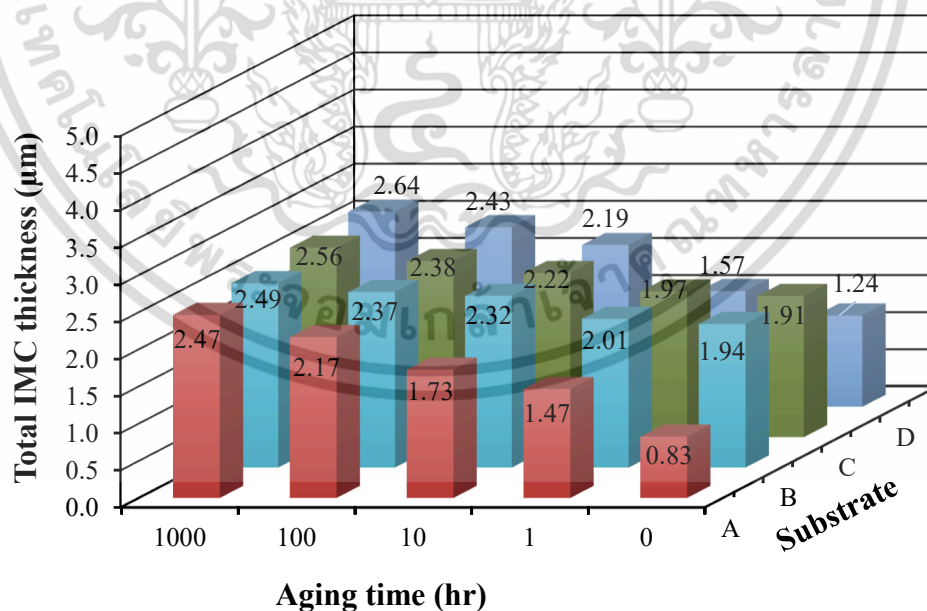
Substrate	Aging time (h)	IMC Thickness ( $\mu\text{m}$ )		
		$\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$	Total
A	0	-	0.83	0.83
	1	-	2.44	2.44
	10	-	2.52	2.52
	100	1.27	1.61	2.88
	1,000	2.35	1.45	3.80
	B	0	-	1.94
	1	-	2.24	2.24
	10	-	2.47	2.47
	100	1.15	1.65	2.80
	1,000	2.13	1.63	3.76
	C	0	-	1.91
	1	-	2.22	2.22
	10	-	2.22	2.22
	100	0.92	1.67	2.59
	1,000	1.98	1.53	3.51
	D	0	-	1.24
	1	-	2.18	2.18
	10	-	2.56	2.56
	100	0.96	1.73	2.69
	1,000	2.12	1.73	3.85

เมื่อเปรียบเทียบรูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC รวมจากการป้อนที่อุณหภูมิ เวลา และแผ่นรองแตกต่างกัน การป้อนที่อุณหภูมิ 50 °C แสดงผลดังรูปที่ 4.69 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคที่ระหว่งรอยต่อของแผ่นรองและโลหะบัดกรีพบเฉพาะ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  เช่นเดียวกับการบัดกรีหรือก่อนการป้อน หลังการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บัตกรีแผ่นรอง A มีการเจริญเติบโตของ IMC น้อยกว่าแผ่นรองอื่นๆ การเจริญเติบโตของแผ่นรอง B > C > D เนื่องจากอิทธิพลของความเค้นตกค้างที่มีอยู่ในแผ่นรองทำให้ขนาดเกรนไม่มีผลต่อการเจริญเติบโต ถึงแม้บ่มด้วยเวลา 10 hr ลักษณะการเจริญเติบโตของ IMC ยังมีรูปแบบการเจริญเติบโตแบบเดิม นั้น แสดงให้เห็นว่าเวลาและอุณหภูมิในการบ่มยังไม่สามารถเปลี่ยนแปลงรูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC จากอิทธิพลของความเครียดตกค้างที่มีอยู่ในแผ่นรองได้ เมื่อบ่มที่ 100-1,000 hr การเจริญเติบโตของ IMC โตได้อย่างรวดเร็วสำหรับแผ่นรอง A แต่ยังคงมีการเจริญเติบโตที่น้อยกว่าแผ่นรองอื่นๆเช่นเดิม และมีความหนาแน่นน้อยกว่าแผ่นรอง B เพียงเล็กน้อย นอกจากนั้นในช่วงเวลาดังกล่าว (100-1,000 hr) เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปแบบการเจริญเติบโต คือ  $D > C > B > A$  แสดงให้เห็นเวลาการบ่มที่สูงขึ้นส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปแบบการเจริญเติบโตสามารถทำลายอิทธิพลของความเครียดตกค้างที่มีอยู่ในแผ่นรองได้ เนื่องจาก IMC มีการเจริญเติบโตตามเกรนของแผ่นรองที่โตขึ้น

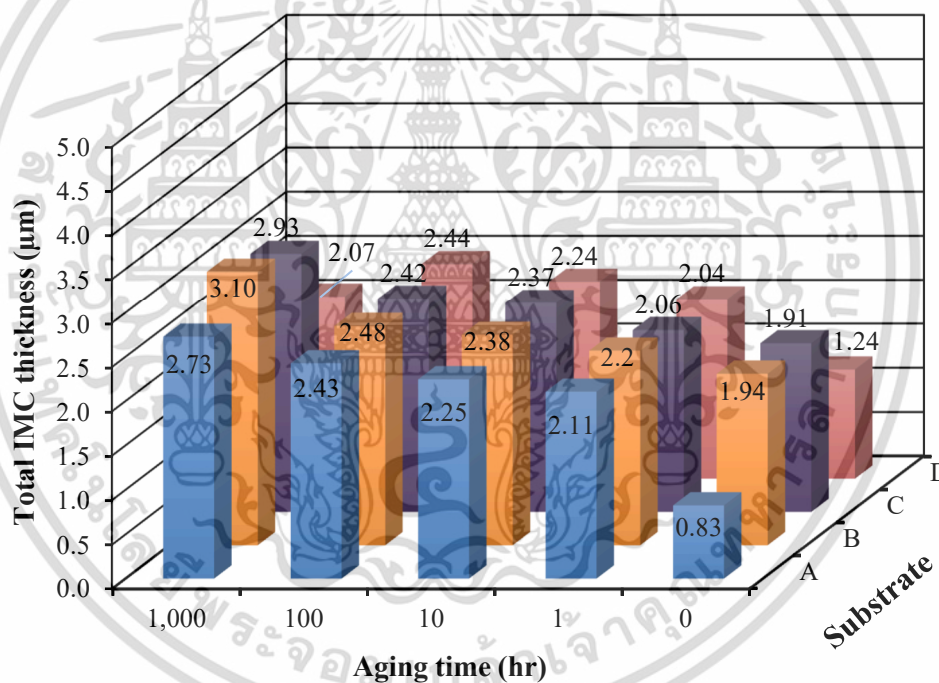
อย่างไรก็ตามผลจากกระบวนการทางความร้อนในหัวข้อที่ 4.3 ส่งผลให้ความเค้นตกค้างในแผ่นรองลดลงจนทำให้ความเค้นตกค้างในแผ่นรองมีอยู่น้อยได้หลังจากกระบวนการทางความร้อน โดยเฉพาะแผ่นรอง D ดังนั้นการควบคุมการแพร่ด้วยขอบเกรนขณะบ่มด้วยความร้อนจึงมีอิทธิพลกับการเจริญเติบโตของ IMC มากกว่าผลของความเค้นตกค้างในแผ่นรองที่มีอยู่ได้ซึ่งพิจารณาได้จาก (1) แนวโน้ม IMC หนาขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการบ่มและ (2) ความหนาของ IMC ที่เพิ่มขึ้นเมื่อเกรนโตขึ้นจากการบ่มที่เวลา 100-1,000 hr ถึงแม้แผ่นรอง D จากการบ่มที่ 1,000 hr มีการเปลี่ยนแปลงจากเกรนที่โตมากกลับมาเกิดเป็นเกรนขนาดเล็กอีกครั้งจากการเกิดผลึกใหม่ระหว่างการบ่มเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นรอง C ที่เวลาเดียวกันผลก็ยังมีขนาดเกรนที่โตกว่าแผ่นรอง C



รูปที่ 4.69 ความหนารวมจากการบ่มที่ 50 °C

จากการเพิ่มอุณหภูมิการบ่มที่ 75 °C รูปที่ 4.70 ทุกแผ่นรองพบ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> จากการบ่มที่ 1-100 hr เช่นเดียวกับที่การบ่ม 50 °C เมื่อเพิ่มเวลาการบ่มเป็น 1,000 hr ทุกแผ่นรองปรากฏ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ขึ้นมาใหม่ระหว่างแผ่นรองทองแดงและ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> (Cu/ $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn/ $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>/Solder) ความหนาของ IMC รวมมีแนวโน้มหนามากกว่าการบ่มที่อุณหภูมิ 50 °C ยกเว้นแผ่นรอง D ที่ 1,000 hr เนื่องจาก  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่เกิดขึ้นมาใหม่รวมการเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนของแผ่นรองที่เกิดผลึกใหม่ขึ้นมาอีกครั้งจึงทำให้ IMC หนาน้อยกว่าที่ 50 °C ซึ่งเป็นช่วงเริ่มเกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จึงทำให้ความหนารวมลดลง

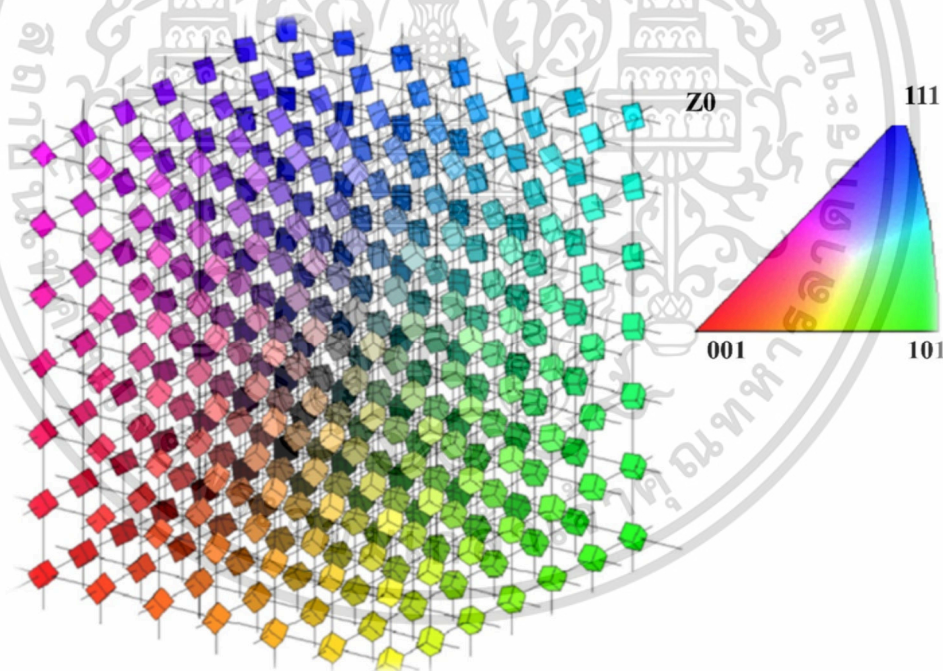
อย่างไรก็ตามการบ่มที่ 1-10 hr แต่ละแผ่นรองยังมีแนวโน้มการเจริญเติบโตในรูปแบบเดิมคือ B > C > D แต่แผ่นรอง D จะมี IMC ที่หนาน้อยกว่าแผ่นรอง A (D < A) ต่างกับในสภาวะการการบ่มที่ 50 °C ผลของอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้การเจริญเติบโตของ IMC จากแผ่นรอง A โตได้อย่างรวดเร็วและแตกต่างกับแผ่นรอง B เพียงเล็กน้อย ขณะแผ่นรอง D มีการเปลี่ยนแปลงจากเกรนที่โตมากกลับมาเกิดเป็นเกรนขนาดเล็กอีกครั้งจากการบ่มที่ 100 hr ซึ่งเกิดขึ้นเร็วกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการบ่มที่ 50 °C



รูปที่ 4.70 ความหนารวมจากการบ่มที่ 75 °C

ถึงแม้มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรอง D จากการบ่มที่ 100 hr แผ่นรอง D จะมี IMC ที่หนามากกว่าแผ่นรอง A (D > A) เหมือนกับในสภาวะการบ่มที่ 50 °C กรณีที่เกรนที่โตมากกลับมาเกิดเป็นเกรนขนาดเล็กเช่นกันเนื่องจากเกิดเฉพาะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เหมือนกัน แต่อย่างไรก็ตามการเพิ่มเวลาการบ่มที่ 1,000 hr นอกจากเกรนที่โตมากกลับมาเกิดเป็นเกรนขนาดเล็กแล้วที่สภาวะนี้ยังเกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ขึ้นมาใหม่และทำให้แผ่นรอง D มี IMC ที่หนาน้อยกว่าแผ่นรอง A (D < A) แตกต่างกับการเปลี่ยนแปลงเกรนที่โตมากกลับมาเกิดเป็นเกรนขนาดเล็กในกรณีการการบ่มที่ 50 °C เวลา 1,000 hr และที่ 75 °C

เวลา 100 hr เนื่องจากการเกิดขึ้นมาใหม่ของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ระหว่างแผ่นรองทองแดงและ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> โดยปกติ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จะมีเกรนขนาดเล็กกว่า  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ระหว่างการเกิดขึ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn การแพร่ระอคมของทองแดงจะกระทบต่อการเกิดปฏิกิริยาในช่วงแรกของการเกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ขึ้นมาใหม่และเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จะมีทิศทางการเจริญเติบโตไปทางขอบของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มากกว่าฝั่งแผ่นรองทองแดง [150] จึงทำให้  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีความหนาลดลงในช่วงแรกและมีผลกับการเจริญเติบโตของ IMC เมื่อเปรียบเทียบกับ การเกิดขึ้นของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เพียงชั้นเดียว อีกทั้งพบว่า  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นได้ง่ายกับทองแดงที่มีการจัดเรียงตัวของเกรนในระนาบ (001) มากกว่า (111) เพราะผลึกแผ่นรองและ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีความชอบในการจัดเรียงตัวของเกรน [151] การเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จึงเกี่ยวข้องกับ การแพร่ของอะตอมจากผลึกของทองแดงโดยตรง เนื่องจากระนาบที่ต่างกันทำให้พลังงานพื้นผิวมีค่าที่ต่างกันและพบว่าระนาบ (001) และ (111) มีพลังงานพื้นผิวเท่ากับ 0.57 และ 0.45 eV โดยระนาบที่มีพลังงานพื้นผิวต่ำการแพร่ของอะตอมเพื่อส่งเสริมการเติบโตจึงเกิดขึ้นได้ง่าย [150] ดังเมื่อพิจารณาการเกิดขึ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn และเกรนของแผ่นรองจากผล EBSD รูปที่ 4.48 ในหัวข้อ 4.4.1 พบว่า เกรนที่โตมากที่สุดที่เกรนส่วนใหญ่เป็นสีแดงซึ่งพบว่า มีการจัดเรียงตัวในระนาบ (001) เช่นกัน รูปที่ 4.71 แสดงระนาบและการจัดเรียงตัวของผลึก ดังนั้นการบ่มด้วยระยะเวลาที่ยาวจึงทำให้ IMC เจริญเติบโตได้ดีสอดคล้องกับงานวิจัยของ Shang และคณะ [151]

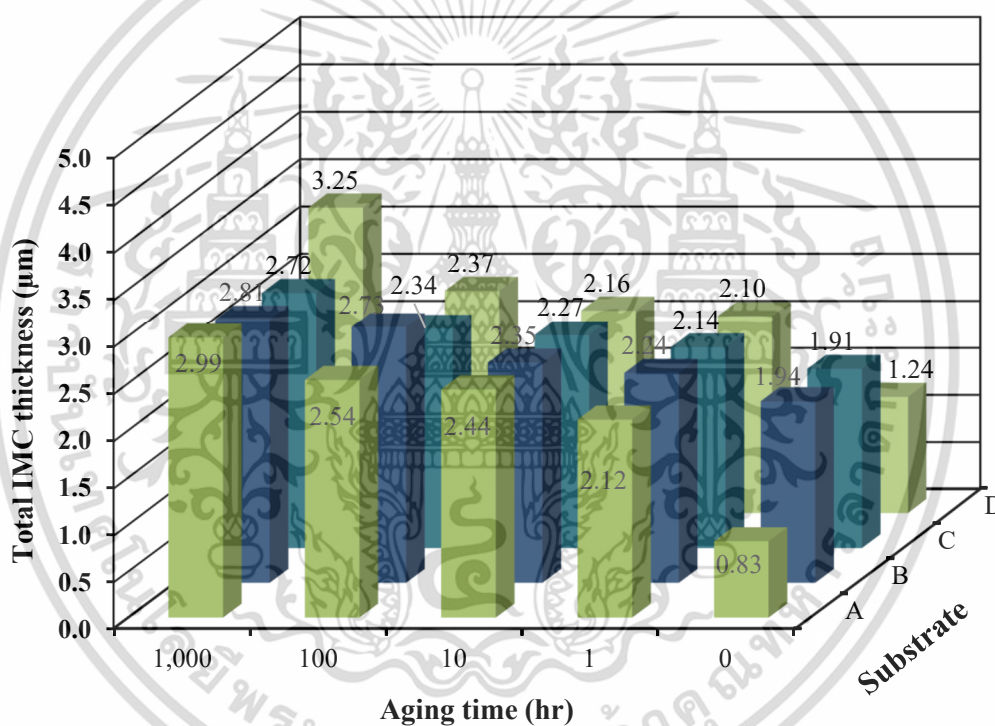


รูปที่ 4.71 ผล IPF แสดงระนาบและการจัดเรียงตัวของผลึก

การบ่มที่ 100 °C รูปที่ 4.72 ช่วงเวลาบ่มสั้นๆ ที่เวลา 1-10 hr ทุกแผ่นรองพบ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ความหนาของ IMC ที่พบจากแผ่นรองคือ B>C>D แต่ D < A เช่น (มีรูปแบบเหมือนกับที่ 75 °C) เนื่องจากชอบเกรนที่มีอยู่ในแผ่นรองส่งเสริมการแพร่จากอุณหภูมิการบ่ม ที่สภาวะนี้ปรากฏ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ระหว่างแผ่นรอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และโลหะบัดกรีเร็วกว่าที่อุณหภูมิ 75 °C โดย  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นที่เวลา 100 และ 1,000 hr เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิ ความหนาของ IMC ต่างกันเมื่อปรากฏ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่เวลา 100 hr เกิด IMC ที่มีความหนารวม (A > D) ซึ่งเป็นช่วงเริ่มเกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ทำให้  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีความหนาลดลง แต่ที่เวลา 1,000 hr ทั้ง  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn และ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เติบโตอย่างรวดเร็วทำให้แผ่นรอง D เกิด IMC ที่มีความหนารวม (D>A) แสดงให้เห็นถึงการแพร่ของอะตอมจากแผ่นรอง D เกิดขึ้นได้มากกว่า A ทั้งที่แผ่นรอง D มีขนาดเกรนที่โตมาก เนื่องจากการเกิดขึ้นและเจริญเติบโตที่มากของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn บนแผ่นรองทองแดงในระนาบ (001) และส่งเสริมการแพร่ของอะตอมทองแดงไปยัง  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> จึงทำให้ชั้น IMC รวมโตอย่างรวดเร็วเช่นกันในสภาวะนี้ สอดคล้องกับสภาวะการบ่มที่ 50 °C เวลา 1,000 hr จากการทำลายอิทธิพลของความเครียดตกค้างในแผ่นรอง

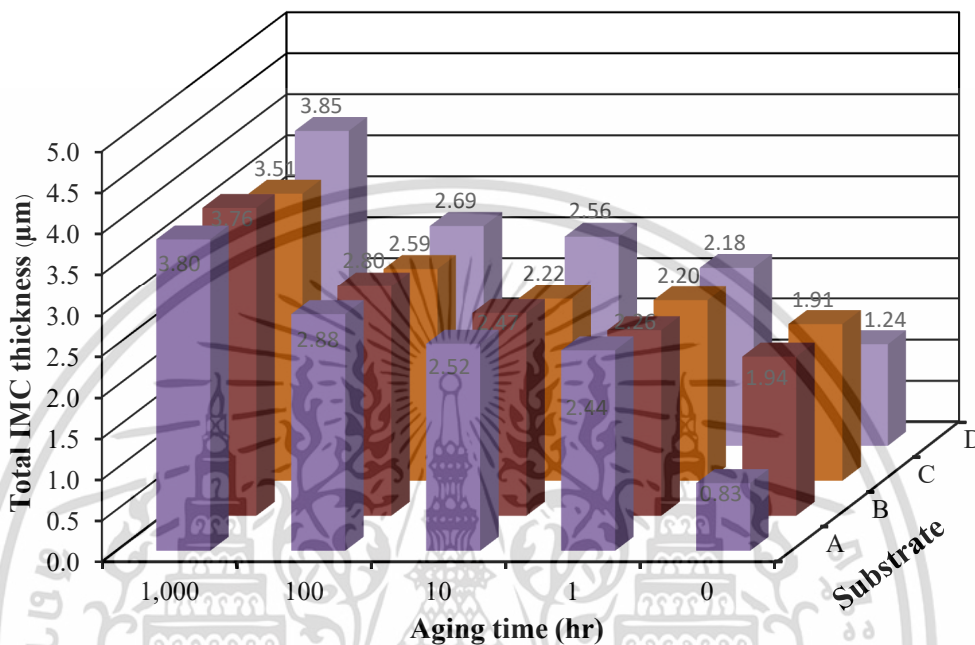


รูปที่ 4.72 ความหนารวมจากการบ่มที่ 100 °C

ความหนารวมจากการบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C รูปที่ 4.73 ซึ่งเป็นอุณหภูมิสูงสุดที่ใช้ในการทดลอง ที่อุณหภูมินี้ปรากฏ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ระหว่างแผ่นรองและโลหะบัดกรีที่เวลา 100 และ 1,000 hr เช่นเดียวกับการบ่มที่ 100 °C รูปแบบความหนาของ IMC ที่เวลาการบ่ม 1 hr พบว่า A>B>C>D การเจริญเติบโตของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีรูปแบบการเจริญเติบโตควบคุมด้วยขอบเกรนในช่วงเวลาสั้นๆของการบ่ม เนื่องจาก IMC มีแนวโน้มเจริญเติบโตตามเกรนที่โตขึ้น ขณะเพิ่มเวลาเป็น 10-1,000 hr การเจริญเติบโตเฉพาะ A, B และ C มีรูปแบบการเจริญเติบโตควบคุมด้วยขอบเกรนเช่นกัน แต่สำหรับ D มีการเจริญเติบโตอย่างรวดเร็ว แสดงให้เห็นว่าเกรนที่โตทำให้เกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn บนแผ่นรองทองแดงที่มีเกรนโตรวมกับการบ่มที่อุณหภูมิสูง

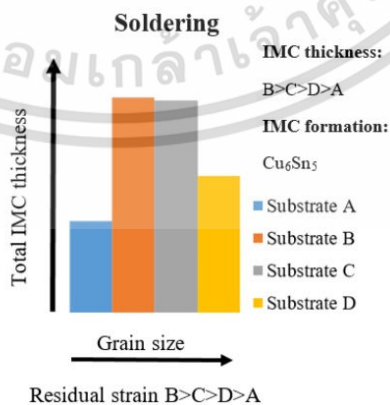
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

IMC จึงเจริญเติบโตได้ดี ถึงแม้มีรูปแบบการเจริญเติบโตไม่เป็นไปตามการควบคุมการแพร่ด้วยขอบเกรน สำหรับการควบคุมการเจริญเติบโตของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  จากการคำนวณและเปรียบเทียบสัมประสิทธิ์การแพร่ รายงานไว้ในหัวข้อ 4.4.3



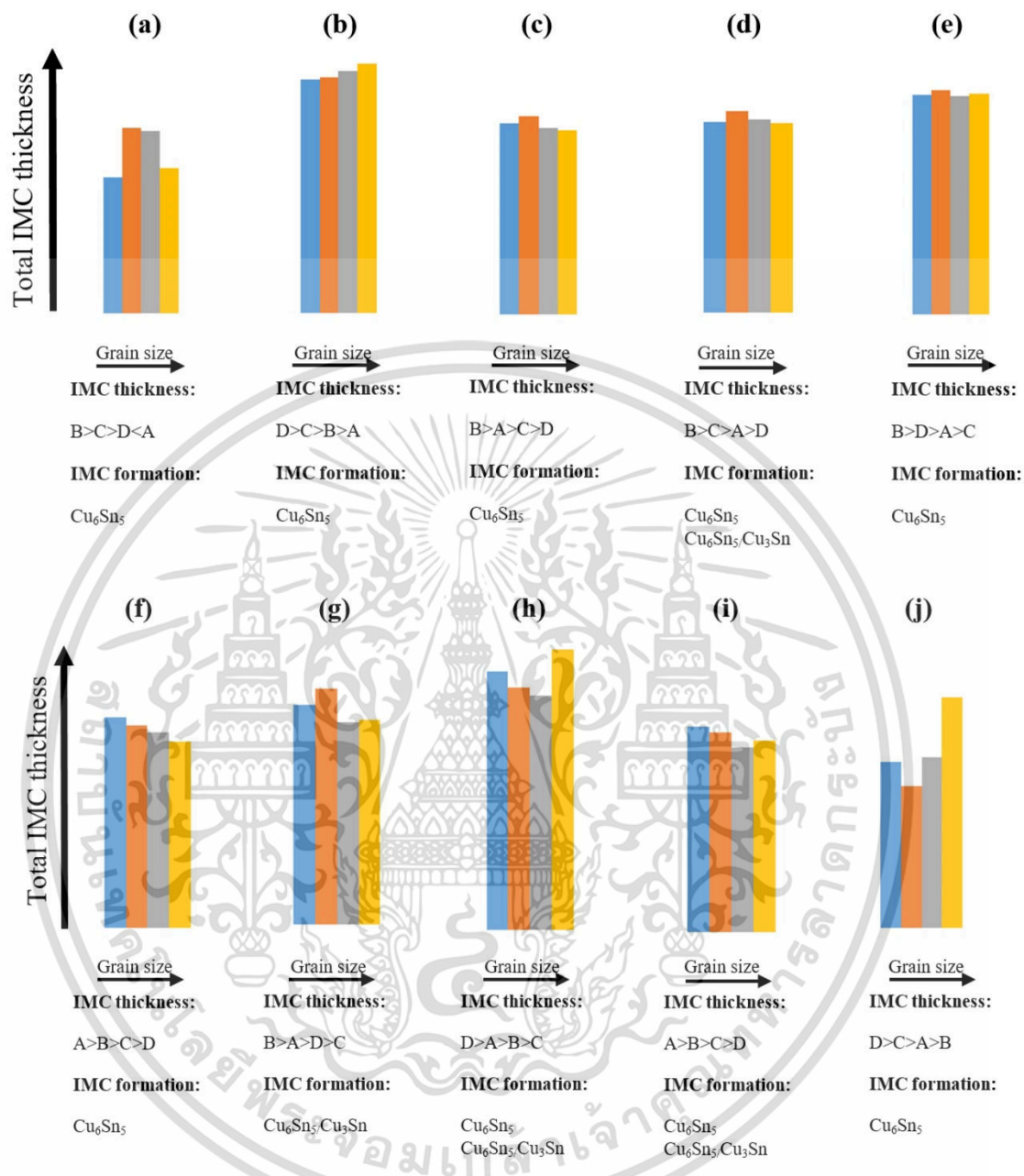
รูปที่ 4.73 ความหนาแน่นจากการบ่มที่ 125 °C

โดยสรุปรูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC ที่ระหว่างพื้นผิวหลังจากการบัดกรีแสดงดังรูปที่ 4.74 และจากการบ่มแสดงดังรูป 4.75 หลังการบ่มสามารถแบ่งรูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC ที่เกิดขึ้นระหว่างรอยต่อจากการบ่มได้ 10 รูปแบบ ((a)-(j)) และข้อมูลสรุปภายใต้การบ่มที่สภาวะต่างๆของ IMC รวมแสดงดังตารางที่ 4.14



รูปที่ 4.74 รูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC หลังการบัดกรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.75 รูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC หลังการการบ่ม

จากรูปที่ 4.75 การเจริญเติบโตของ IMC รวมจากการบ่มที่อุณหภูมิต่ำ 50 °C มี 2 รูปแบบ คือ (a) และ (b) โดยที่รูปแบบ (a) การเจริญเติบโตจะถูกควบคุมโดยความเครียดตกค้างที่มีอยู่ในแผ่นรอง เหมือนกับสภาวะการบัดกรี เกิดขึ้นที่เวลาการบ่ม 1 และ 10 hr เมื่อเพิ่มเวลาการบ่มเป็น 100 และ 1,000 hr เปลี่ยนรูปแบบการเจริญเติบโตเป็นรูปแบบ (b) เกิดขึ้นโดยอิทธิพลของการควบคุมการแพร่ผ่านเกรน เนื่องจาก IMC โตตามเกรนของแผ่นรองที่โตขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่อุณหภูมิ 75 °C การเจริญเติบโตของ IMC รวม มี 3 รูปแบบ คือ (c), (d) และ (e) สำหรับรูปแบบ (c) จะมีความคล้ายกันมากกับแบบ (a) และเกิดขึ้นที่เวลาสั้นๆ เนื่องจากการเจริญเติบโตของ IMC ควบคุมโดยความเครียดตกค้างจากแผ่นรองสังเกตได้จากแผ่นรอง B, C และ D ที่ยังมีแนวโน้มการเจริญเติบโตในรูปแบบเดิม ส่วนผลที่แตกต่างกันคือ แผ่นรอง A มีการเจริญเติบโตที่เร็วขึ้นและมีความหนา มากกว่า D ( $A > D$ ) เมื่อมีอุณหภูมิเป็นตัวกระตุ้นนั้นอาจทำให้เกิดความเครียดตกค้างในแผ่นรอง A เพิ่มขึ้น ในสภาวะนี้เช่นเดียวกับแผ่นรอง B เดิมที่ผ่านการอบอ่อนจึงเป็นสาเหตุให้มีการเจริญเติบโตของ IMC ที่สูงขึ้น สำหรับรูปแบบ (d) พบเฉพาะที่การบ่ม 10 และ 1,000 hr ต่างจากแบบ (c) เฉพาะแผ่นรอง A เนื่องจากระหว่างการบ่มแผ่นรอง D มีการเปลี่ยนแปลงจากเกรนที่โตมากกลับมาเกิดเป็นเกรนขนาดเล็กอีกครั้งดังนั้นทำให้การเจริญเติบโตของ IMC เปลี่ยนไปและโตกว่า IMC ที่เกิดบนแผ่นรอง C อย่างไรก็ตามที่ 1,000 hr พบ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีรูปแบบการเจริญเติบโตแบบ (f) คือ ขนาดเกรนแผ่นรองที่โตขึ้นทำให้ความหนาของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ลดลงในช่วงเริ่มเกิด ดังนั้นการเกิดขึ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จึงเกี่ยวข้องกับการแพร่ของขอบเกรนจากการบ่มที่อุณหภูมิต่ำ สำหรับแผ่นรอง D เกรนที่โตมากกลับมาเกิดเป็นเกรนขนาดเล็กอีกครั้งเช่นกันและมีขนาดเกรนที่โตกว่าการบ่ม 100 hr โดย IMC ที่เกิดบนแผ่นรอง D ไม่โตกว่าแผ่นรอง C ในสภาวะนี้เนื่องจากผลของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่เริ่มเกิดขึ้นมาใหม่

การบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C การเจริญเติบโตของ IMC รวมมี 4 รูปแบบแต่ละเวลาการบ่มมีรูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC รวมที่แตกต่างกัน คือ แบบ (d), (f), (g) และ (h) สำหรับการบ่มที่เวลา 1, 10, 100 และ 1,000 hr ตามลำดับ ผลจากความเครียดตกค้างจากแผ่นรองมีผลกับการเจริญเติบโตของ IMC เฉพาะเวลาบ่ม 1 hr เนื่องจากการเจริญเติบโตตามรูปแบบ (d) เหมือนกับที่การบ่มที่อุณหภูมิ 75 °C เมื่อเวลาการบ่มเพิ่มขึ้น 10 hr การเจริญเติบโตของ IMC เปลี่ยนไปแบบ (f) การเจริญเติบโตของ IMC บนแผ่นรอง  $A > B > C > D$  ดังนั้นขนาดเกรนแผ่นรองที่โตขึ้นทำให้ความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ลดลงเป็นผลมาจากการลดเส้นทางการแพร่ของขอบเกรนทำให้การแพร่ลดลง อย่างไรก็ตามเมื่อบ่มที่ 100 hr การเจริญเติบโตเป็นไปตามรูปแบบ (g) ซึ่งมีลักษณะคล้ายกันกับแบบ (h) ที่ 1,000 hr เนื่องจากเกิด  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ระหว่างการบ่ม สำหรับ 1,000 hr การเจริญเติบโตของ IMC รวม ของแผ่นรอง A และ D โตขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อเปรียบเทียบกับ 100 hr อย่างไรก็ตาม รูปแบบการเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ทั้งสองเวลาที่เกิดขึ้นมีรูปแบบเดียวกัน คือ แบบ (c)

เมื่อบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C การเจริญเติบโตของ IMC รวมมี 3 รูปแบบ คือ (f), (h) และ (i) ทั้ง 3 รูปแบบ การเจริญเติบโตของ IMC รวมบนแผ่นรอง A, B และ C มีรูปแบบที่เหมือนกัน คือ  $A > B > C$  แสดงให้เห็นการลดความหนาของ IMC เมื่อเกรนของแผ่นรองโตขึ้น รูปแบบดังกล่าวเกิดได้เร็วขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการบ่มเมื่อเปรียบเทียบกับที่ 100 °C โดยรวมรูปแบบการเจริญเติบโตแตกต่างกันจากแผ่นรอง D คือ การบ่ม 1 hr เกิด  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ที่มีความหนาน้อยกว่าแผ่นรองอื่นๆ เมื่อเพิ่มเวลาการบ่มเป็น 10 hr ขึ้น  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีการเจริญเติบโตอย่างรวดเร็วจากการแพร่ผ่านเนื้อเกรนและทำให้มีความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ใกล้เคียงกับการแพร่ผ่านขอบเกรนของแผ่นรอง A เมื่อเพิ่มเวลาบ่มที่ 100 hr เกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ขึ้นมาใหม่ทำให้ IMC รวมบนแผ่นรอง D เติบโตได้ช้าลงเล็กน้อยขณะที่แผ่นรองอื่นๆการเจริญเติบโตของขึ้นรวมยังคงเพิ่มมากขึ้น นั้นเป็นเพราะการแพร่ผ่านเนื้อเกรนของแผ่นรอง D ที่มีแนวโน้มลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นรอง A และ B ที่มีการแพร่ผ่านขอบเกรน สำหรับที่เวลา 1,000 hr ถึงแม้เกิด  $\epsilon$ -

$\text{Cu}_3\text{Sn}$  และมีการเจริญเติบโตไม่เป็นไปตามการควบคุมของขอบเกรนของแผ่นรอง D แต่มีการเจริญเติบโตอย่างรวดเร็วของการบ่มที่อุณหภูมิสูงและเวลานานจึงทำให้การเจริญเติบโต IMC เกิดขึ้นได้ดีถึงแม้แผ่นรองมีขอบเกรนอยู่น้อยและมีความหนาแตกต่างกันน้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นรอง A สำหรับการเจริญเติบโตของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ที่เกิดขึ้นทั้งสองเวลามีรูปแบบ (h) เหมือนกัน สรุปรูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC รวมทั้งสภาวะต่างๆแสดงดังตารางที่ 4.15

ตารางที่ 4.15 รูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC รวม

Model	Aging temperature ( $^{\circ}\text{C}$ )	Aging time (hr)	IMC formation
(a)	50	1, 10	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
(b)	50	100, 1,000	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
(c)	75	1	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
(d)	75	10	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
	75	1,000	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5 + \epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$
	100	1	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
(e)	75	100	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
(f)	100	10	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
	125	1	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
(g)	100	100	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5 + \epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$
(h)	100	1,000	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5 + \epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$
	125	10	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$
	125	1,000	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5 + \epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$
(i)	125	100	$\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5 + \epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$
(j)	-	-	-

ความหนาของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่สภาวะต่างๆแสดงดังตารางที่ 4.16 การบ่ม  $50^{\circ}\text{C}$  เวลา 1 และ 10 hr การเจริญเติบโตจากแผ่นรอง  $B > C > D$  โดยแผ่นรอง A มีความหนาน้อยกว่าแผ่นรองอื่นๆ ดังนั้นจึงมีพฤติกรรมการเจริญเติบโตแบบ (a) และที่เวลา 100 และ 1,000 hr การเจริญเติบโตมีพฤติกรรมแบบ (b) ความหนาของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  จากแผ่นรอง  $D > C > B > A$

การบ่มที่  $75^{\circ}\text{C}$  เวลา 1 hr มีพฤติกรรมการเจริญเติบโตแบบ (c) จากแผ่นรอง A มีความหนาของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  เจริญเติบโตได้เร็วและมีชั้นที่หนากว่าแผ่นรอง D หรือพัฒนามาจากแบบ (a)

ที่เวลา 10 hr การเจริญเติบโตแบบ (d) จากการโตของแผ่นรอง C ที่มากกว่า A ที่เวลา 100 hr มีพฤติกรรมแบบ (e) เนื่องจาก  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  เจริญเติบโตได้เร็วจากการเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนของแผ่นรอง แต่อย่างไรก็ตามสำหรับการบ่มที่ 1,000 hr พฤติกรรมการเจริญเติบโตของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  เปลี่ยนไปเป็นแบบ (a) อีกครั้งเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนของแผ่นรอง D และการเกิด  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ขึ้นมาใหม่จึงทำให้  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  มีความหนาที่ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับที่ 100 hr

ที่อุณหภูมิ 100 °C เวลา 1 และ 10 hr พฤติกรรมการเจริญเติบโตของ IMC เป็นแบบ (c) และ (e) ตามลำดับ โดยรวมเกิดจากการเปลี่ยนความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> จากแผ่นรอง A ที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วหลังบ่มที่ 10 hr ขณะบ่มที่ 100 hr เป็นแบบ (b)  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> โดดตามเกรนแผ่นรองที่โตขึ้น อย่างไรก็ตามที่ 1,000 hr พฤติกรรมการเจริญเติบโตเป็นแบบ (i) เนื่องจาก  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีความหนาลดลงจากการเกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ทำให้มี  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ที่ใกล้เคียงกับ A แต่ก็น้อยกว่าแผ่นรอง B และ D อย่างไรก็ตามการเจริญเติบโต  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ทำให้  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีแนวโน้มลดลงซึ่งเกิดทั้งที่ 100 และ 1,000 hr

ที่อุณหภูมิ 125 °C การเจริญเติบโตของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีรูปแบบที่เหมือนกับการเจริญเติบโตของ IMC รวม การบ่มที่เวลา 1, 10 และ 100 hr มีพฤติกรรมการเจริญเติบโตของ IMC แบบ (f), (h) และ (i) ขณะที่เวลา 1,000 hr มีรูปแบบพฤติกรรมการเจริญเติบโตแบบ (h) โดยรวมการเกิดขึ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ไม่ส่งผลให้ความหนา  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ลดลงจากการบ่มที่อุณหภูมิสูงซึ่งแตกต่างกับการบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C

ตารางที่ 4.16 รูปแบบการเจริญเติบโตของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>

Model	Aging temperature (°C)	Aging time (hr)	IMC formation
(a)	50	1, 10	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
	75	1,000	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
(b)	50	100, 1,000	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
	100	100	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
(c)	75	1	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
(d)	75	10	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
	100	1	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
(e)	75	100	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
(f)	100	10	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
	125	1	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
(g)	-	-	-
(h)	125	10	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
	125	1,000	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
(i)	125	100	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>
(j)	100	1,000	$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>

รูปแบบการเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn แสดงดังตารางที่ 4.17 การบ่มที่อุณหภูมิ 75 °C พบ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นเฉพาะที่ 1,000 hr การเจริญเติบโตมีรูปแบบ (f) โดย  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นและเจริญเติบโตได้ง่ายกับแผ่นรอง A และมีแนวโน้มความหนาลดลงเมื่อเกรนแผ่นรองโตขึ้น การบ่มที่ 100 °C การเจริญเติบโตเกิดขึ้นตามรูปแบบ (c) และที่ 125 °C การเจริญเติบโตโตเป็นไปตามรูปแบบ (i)

ตารางที่ 4.17 รูปแบบการเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn

Model	Aging temperature (°C)	Aging time (hr)	IMC formation
(a)	-	-	-
(b)	-	-	-
(c)	100	100, 1,000	$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn
(d)	-	-	-
(e)			
(f)	75	1,000	$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn
(g)	-	-	-
(h)	-	-	-
(i)	125	100, 1,000	$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn
(j)	-	-	-

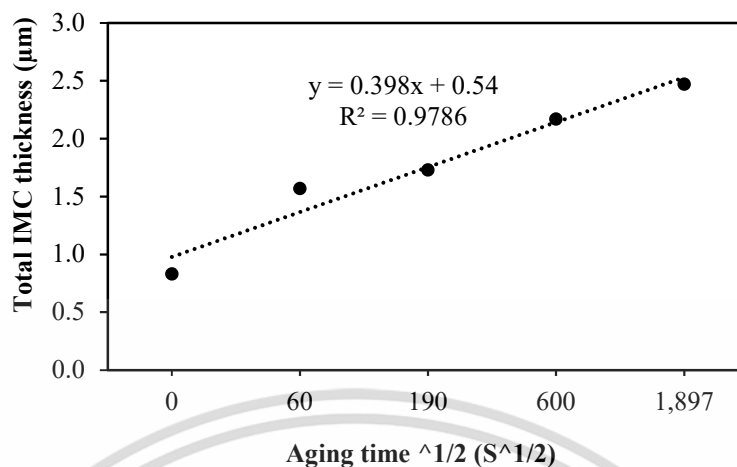
#### 4.4.3 สัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC จากการบ่มด้วยความร้อน

โดยทั่วไปการเพิ่มความหนาของ IMC ระหว่างการบ่มด้วยความร้อนเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วซึ่งการเพิ่มอัตราการเติบโตมีสาเหตุมาจาก (1) เส้นทางการแพร่ผ่านขอบเกรนและเนื้อเกรน (2) การแพร่ที่เกิดขึ้นได้เร็วของอะตอมทองแดงเนื่องจากการเกิดขึ้นของความเค้นและความเครียดในโครงสร้างจุลภาคจากกระบวนการทางความร้อนที่สูง [152] ในเบื้องต้นรูปแบบการเจริญเติบโตของ IMC ภายใต้อุณหภูมิการบ่มสามารถแสดงความสัมพันธ์ของการเจริญเติบโต (ความหนาของ IMC) และเวลาการบ่มได้จากสมการที่ (4.11) ดังนั้นกระบวนการแพร่ในสภาวะของแข็งความหนาของชั้น IMC ที่ถูกควบคุมโดยคู่ควบการแพร่ซึ่งเป็นฟังก์ชันของเวลา ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่หรือ D สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (4.12) จากการพล็อตความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ IMC กับรากที่สองของเวลาในการบ่มของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn +  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>) ตัวอย่างสำหรับแผ่นรอง A แสดงดังรูปที่ 4.76 และข้อมูลการทดลองอื่นแสดงไว้ในภาคผนวก ข สำหรับตารางที่ 4.18-4.20 สรุปค่า D ของ IMC รวม,  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ตามลำดับ

$$h = h_0 + kt^n \quad (4.11)$$

$$h = h_0 + \sqrt{Dt} \quad (4.12)$$

เมื่อ  $h$  คือ ความหนาของ IMC ที่เวลาการบ่ม  $t$  ขณะที่  $h_0$  คือ ความหนาเริ่มต้น (หลังการบัดกรี)  $k$  คือ ค่าคงที่อัตราการเจริญเติบโตของ IMC และ  $n$  คือ เลขยกกำลังของเวลา



รูปที่ 4.76 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ IMC รวมกับเวลาการบ่มของแผ่นรอง A ที่ 50 °C

ตารางที่ 4.18 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC รวม

Temperature ( $^{\circ}\text{C}$ )/(K)	Substrate	Slope	D ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )	D ( $\text{m}^2/\text{s}$ )
50/323	A	0.398	0.158404	1.584E-07
	B	0.146	0.021316	2.132E-08
	C	0.171	0.029241	2.924E-08
	D	0.366	0.133956	1.339E-07
75/348	A	0.412	0.169744	1.700E-07
	B	0.260	0.067600	6.760E-08
	C	0.240	0.057600	5.760E-08
	D	0.310	0.096100	9.610E-08
100/373	A	0.474	0.224676	2.247E-07
	B	0.233	0.054289	5.429E-08
	C	0.182	0.033124	3.312E-08
	D	0.429	0.184041	1.840E-07
125/398	A	0.638	0.407044	4.070E-07
	B	0.418	0.174724	1.747E-07
	C	0.359	0.128881	1.289E-07
	D	0.573	0.328329	3.283E-07

ตารางที่ 4.19 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>

Temperature (°C)/(K)	Substrate	Slope	D (mm <sup>2</sup> /s)	D (m <sup>2</sup> /s)
50/323	A	0.398	0.158404	1.584E-07
	B	0.146	0.021316	2.132E-08
	C	0.171	0.029241	2.924E-08
	D	0.366	0.133956	1.340 E-07
75/348	A	0.234	0.054756	5.476E-08
	B	0.144	0.020736	2.074 E-08
	C	0.132	0.017424	1.742E-08
	D	0.206	0.042436	4.244E-08
100/373	A	0.127	0.016129	1.613E-08
	B	0.140	0.019600	1.960 E-08
	C	0.064	0.003600	3.600E-09
	D	0.205	0.042025	4.203E-08
125/398	A	0.041	0.001681	1.681E-09
	B	0.123	0.015129	1.513E-08
	C	0.129	0.016641	1.664E-08
	D	0.053	0.002809	2.809E-09

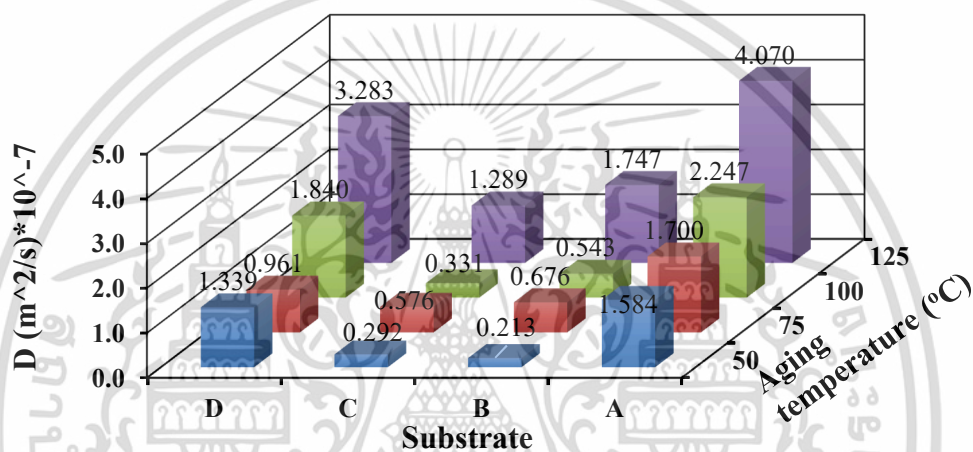
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.20 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn

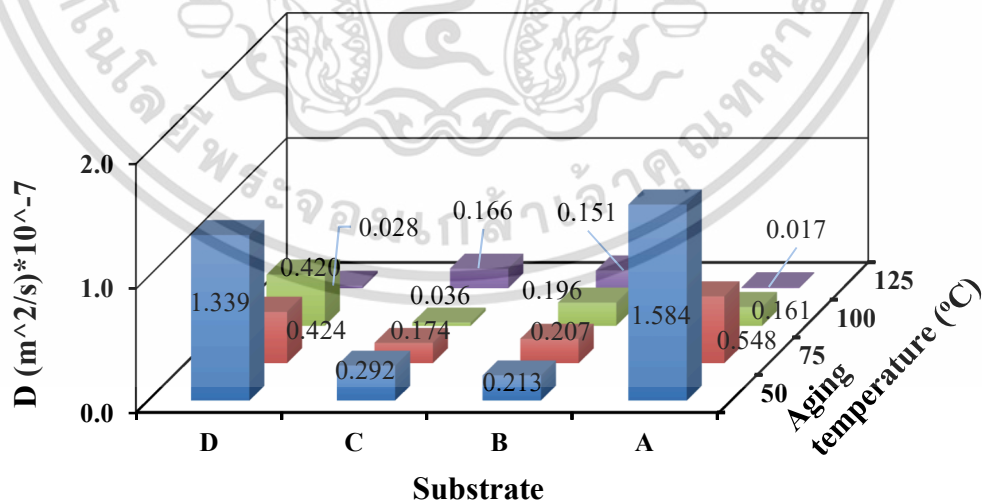
Temperature (°C)/(K)	Substrate	Slope	D (mm <sup>2</sup> /s)	D (m <sup>2</sup> /s)
50/323	A	-	-	-
	B	-	-	-
	C	-	-	-
	D	-	-	-
75/348	A	-	-	-
	B	-	-	-
	C	-	-	-
	D	-	-	-
100/373	A	0.520	0.27040	2.704E-07
	B	0.540	0.29160	2.916E-07
	C	0.600	0.36000	3.600E-07
	D	0.610	0.37210	3.721E-07
125/398	A	1.080	1.16640	11.664E-07
	B	0.980	0.96040	9.604E-07
	C	1.060	1.12360	11.236E-07
	D	1.160	1.34560	13.456E-07

จากการเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังรูปที่ 4.77-4.79 จากรูปที่ 4.77 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn+  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>) แผ่นรอง A ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการบ่ม สำหรับแผ่นรอง B และ C มีรูปแบบที่แตกต่างจากแผ่นรอง A โดยการบ่มที่ 50 และ 75 °C ความหนาของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เพิ่มตามอุณหภูมิการบ่มจึงมีสัมประสิทธิ์การแพร่ที่เพิ่มขึ้นในช่วงนี้ แต่สำหรับการบ่มที่ 100 °C ทั้งแผ่นรอง B และ C มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ลดลง เนื่องจากการเกิดขึ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ขึ้นมาใหม่จึงทำให้  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีความหนาลดลง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการบ่มที่ 125 °C ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของทั้งสองแผ่นรองมีค่าสูงขึ้นเนื่องจากอิทธิพลของอุณหภูมิทำให้  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่เกิดขึ้นเจริญเติบโตได้อย่างรวดเร็ว สำหรับแผ่นรอง D ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่มีแนวโน้มมากกว่าแผ่นรอง B และ C แต่น้อยกว่า A และค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของแผ่นรอง D มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการบ่มยกเว้นที่การบ่ม 75 °C เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรอง และการเกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เฉพาะที่เวลาการบ่ม 1,000 hr จึงทำให้สัมประสิทธิ์การแพร่ของชั้นรวมมีค่าน้อยกว่าที่อุณหภูมิการบ่มอื่นๆ

รูปที่ 4.78 เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> แผ่นรองที่มีโครงสร้างจุลภาคแตกต่างกันมีอิทธิพลต่อการเจริญเติบโตของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มากกว่าผลของอุณหภูมิการบ่ม ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ขึ้นอยู่กับแผ่นรองสอดคล้องกับการรายงานของ Zou และ Zhang กรณีเปรียบเทียบกับแผ่นรองต่างชนิดระหว่างทองแดงและเงิน [153] ขณะรูปที่ 4.79 เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ซึ่งมีข้อมูลเฉพาะที่ 100 และ 125 °C ที่สามารถนำมาคำนวณผลได้เนื่องจากที่ 50 °C ไม่มีการเกิดขึ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn และที่ 75 °C เกิดขึ้นเฉพาะที่ 1,000 hr จึงไม่สามารถคำนวณได้เช่นกัน ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่ 100 °C มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่น้อยกว่าการบ่มที่อุณหภูมิ 125 °C แสดงให้เห็นอุณหภูมิบ่มที่สูงทำให้  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เจริญเติบโตได้เร็ว

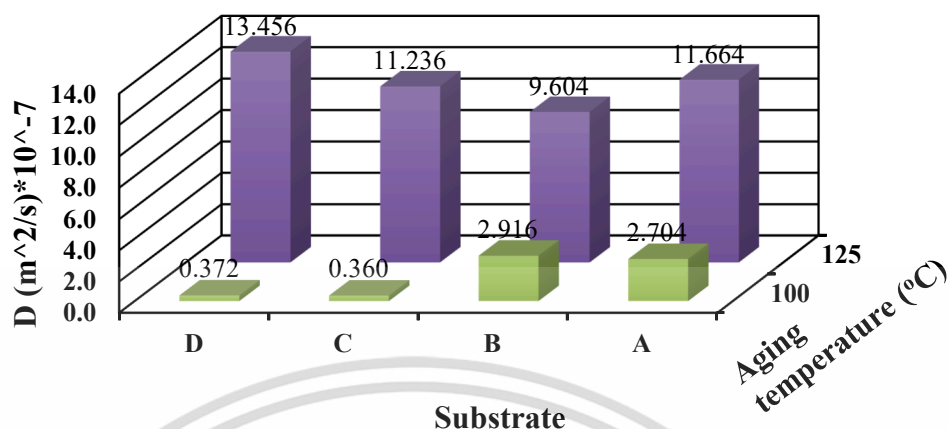


รูปที่ 4.77 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn+  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>)



รูปที่ 4.78 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>

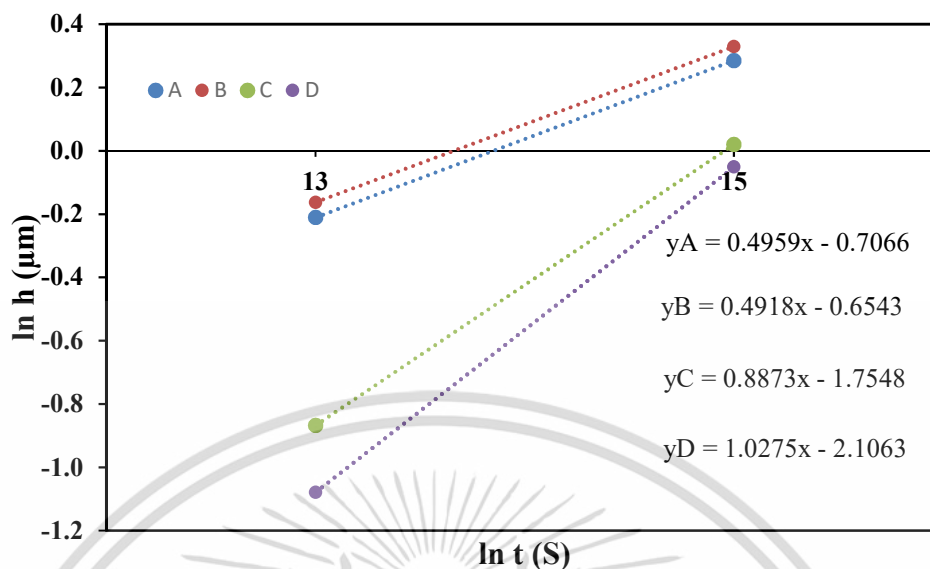
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



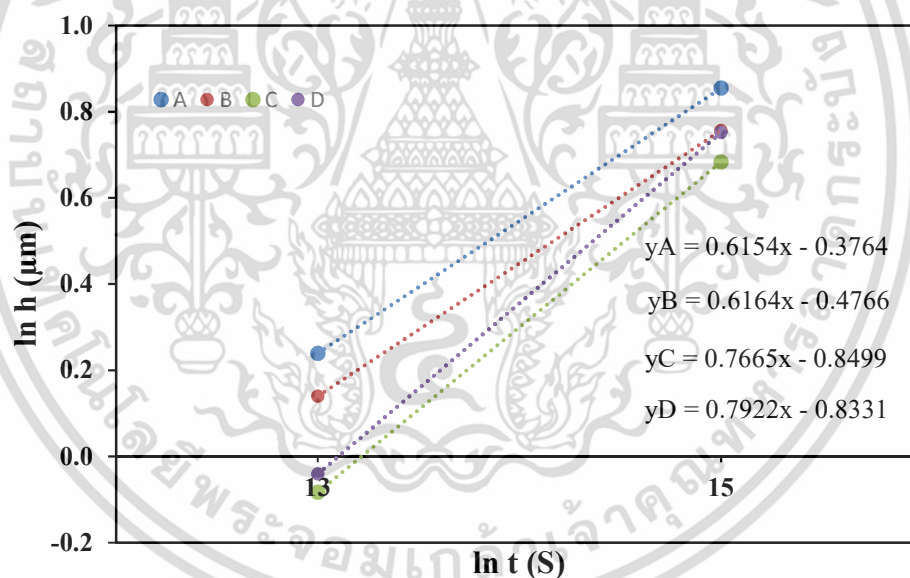
รูปที่ 4.79 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn

จากการทดลองค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn +  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>) อยู่ในช่วง  $0.292 \times 10^{-7}$  ถึง  $4.070 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีค่าอยู่ในช่วง  $0.036 \times 10^{-7}$  ถึง  $1.584 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s และค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีค่าอยู่ในช่วง  $0.372 \times 10^{-7}$  ถึง  $13.456 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s ในงานวิจัยของ Bader และคณะ [154] จากการบ่มที่ 157 °C พบว่า  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่  $0.32 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับการทดลอง อย่างไรก็ตามชั้น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่สูงกว่า  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> สอดคล้องกับงานวิจัยของ Mei และคณะ [155] พบว่า  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เท่ากับ  $0.00184 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s และ  $0.0548 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s ตามลำดับ อย่างไรก็ตามขนาดเกรนที่แตกต่างกันของแผ่นรอง จากการบ่มที่เวลานานและอุณหภูมิที่สูงทำให้แผ่นรองที่มีเกรนละเอียดเปลี่ยนโครงสร้างจุลภาคและเกิดเกรนแบบ Columnar ซึ่งทำให้การเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ต่างกันน้อยลง โดยพบค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ใน Thin film (เกรนเล็ก) และ Single crystal (เกรนโต) เท่ากับ  $5.3 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s และ  $8.08 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s ตามลำดับ [156] สอดคล้องกับการบ่มที่ 125 °C ในการทดลองที่ทำให้  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีความแตกต่างกันน้อยลงในแต่ละแผ่นรองที่อุณหภูมิสูง ซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่อยู่ในช่วง  $9.604$ - $13.456 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s

สำหรับการบ่มในสภาวะของแข็ง  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เปลี่ยนไปเกิด  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn กับการบ่มด้วยเวลาหรืออุณหภูมิที่สูง และมีการพบว่า  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ควบคุมการแพร่โดยขอบเกรนเช่นกันเมื่อพิจารณาด้วยค่าเลขยกกำลังของเวลา (n) แต่อย่างไรก็ตามในงานวิจัยของ Sun และคณะไม่ได้ระบุค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ไว้ [157] ปกติการเกิดขึ้นของ IMC ภายใต้การควบคุมของปฏิกิริยาทางเคมีของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เฟสจะมีความหนาแน่นน้อยกว่า 1 μm โดยความหนาที่ใกล้เคียงกันหรือมากกว่า 1 μm จะเป็นการควบคุมการเจริญเติบโตโดยการแพร่ [13] ดังนั้นเพื่อพิสูจน์การเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่มีการรายงานไว้ต่างกัน สำหรับการควบคุมทั้งการแพร่ด้วยขอบเกรนและปฏิกิริยาทางเคมีของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ในการทดลองสามารถพิจารณาได้จากความสัมพันธ์จาก  $\ln h$  และ  $\ln t$  เพื่อแสดงค่า n จากสมการเส้นตรง รูปที่ 4.80 และ 4.81 แสดงความสัมพันธ์จากการเกิดขึ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จากอุณหภูมิการบ่มที่ 100 และ 125 °C ตามลำดับ



รูปที่ 4.80 ความสัมพันธ์ของ  $\ln h$  และ  $\ln t$  ที่อุณหภูมิการบ่ม 100 °C



รูปที่ 4.81 ความสัมพันธ์ของ  $\ln h$  และ  $\ln t$  ที่อุณหภูมิการบ่ม 125 °C

กรณีการบ่มที่ 100 °C แผ่นรอง A มีค่า  $n$  เข้าใกล้  $1/2$  ดังนั้นเฟส  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ควบคุมการเจริญเติบโตด้วยเนื้อเกรน (มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เท่ากับ  $2.704 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ ) เช่นเดียวกับแผ่นรอง B ค่า  $n$  เข้าใกล้  $1/2$  จึงเป็นปรากฏการณ์การควบคุมการเจริญเติบโตด้วยเนื้อเกรนเช่นกัน (ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เท่ากับ  $2.916 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ ) สำหรับแผ่นรอง C และ D มีค่า  $n$  เข้าใกล้ 1 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เท่ากับ  $3.600 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  และ  $3.721 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  ตามลำดับ

อย่างไรก็ตามการบ่มที่ 125 °C กลไกการเจริญเติบโตของเฟส  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn บนแผ่นรอง A และ B มีค่า  $n$  มากกว่า 1/2 เล็กน้อย (มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่อยู่ในช่วง  $11.664 \times 10^{-7}$  และ  $9.604 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s สำหรับ A และ B) ทำให้เกิดการควบคุมการเจริญเติบโตด้วยเนื้อเกรน ขณะที่แผ่นรอง C และ D ค่า  $n$  เข้าใกล้ 1 ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เท่ากับ  $11.236 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s และ  $13.456 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s ตามลำดับ ดังนั้นมีการเจริญเติบโตควบคุมด้วยปฏิกิริยาทางเคมี

#### 4.4.4 พลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ IMC จากการบ่มด้วยความร้อน

ขณะที่ทราบค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของ IMC พลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตที่เป็นฟังก์ชันของอุณหภูมิการบ่มสามารถหาได้จากสมการ

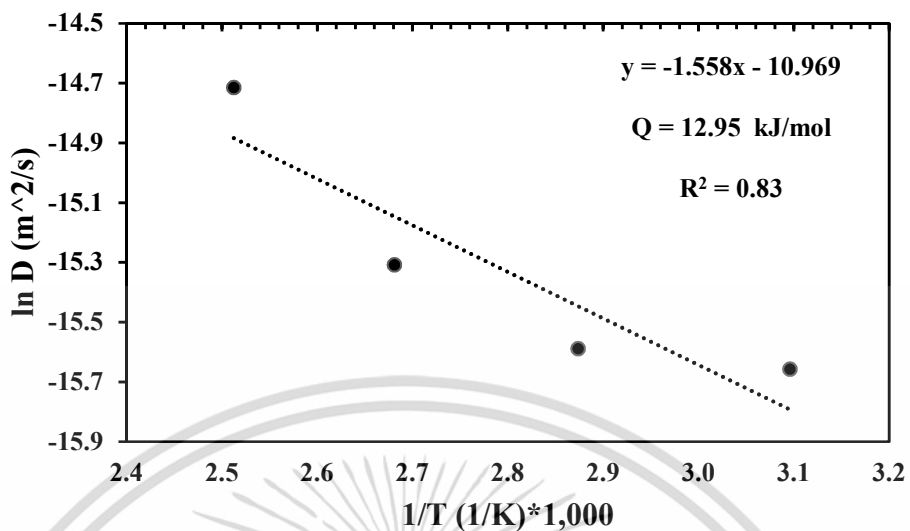
$$D = D_0 e^{-Q/RT} \quad (4.13)$$

เมื่อ  $D_0$  คือ ค่าคงที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิ (m<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)  $Q$  คือ พลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ IMC (J/mol, cal/mol หรือ eV/atom)  $R$  คือ ค่าคงที่ของก๊าซ (8.314 J/mol-K หรือ 1.987 cal/mol-K) และ  $T$  คือ อุณหภูมิสัมบูรณ์ (K)

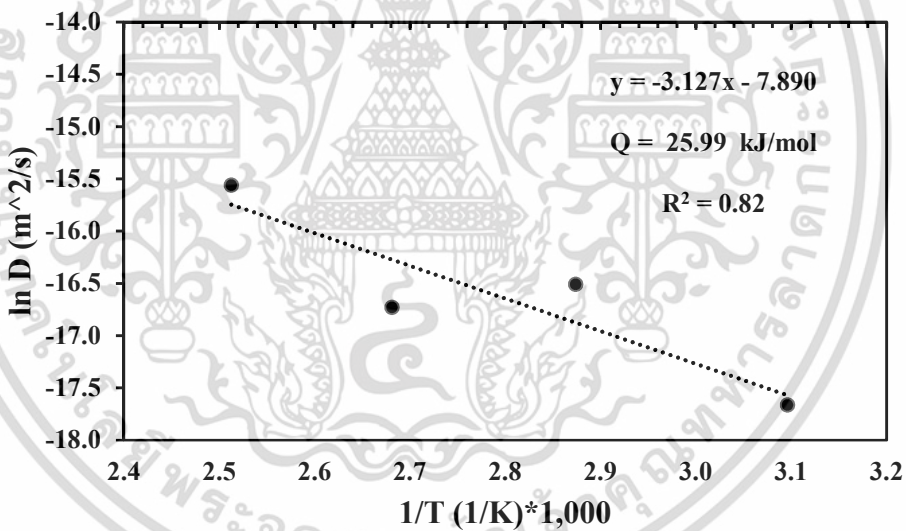
สมการที่ (4.13) เมื่อนำมาใส่ลอการิทึมธรรมชาติดังสมการที่ (4.14) จึงสามารถเขียนในรูปแบบสมการเส้นตรง  $y = a + bx$  ได้

$$\ln D = \ln D_0 - \frac{Q}{R} \left( \frac{1}{T} \right) \quad (4.14)$$

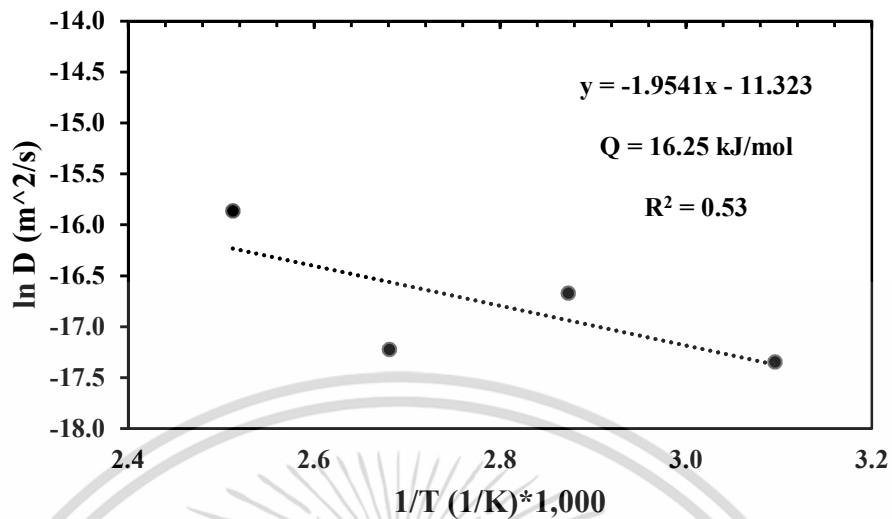
ความสัมพันธ์ระหว่างลอการิทึมธรรมชาติของสัมประสิทธิ์การแพร่ ( $\ln D$ ) กับส่วนกลับของอุณหภูมิสัมบูรณ์ ( $1/T$ ) ความชันของเส้นตรงที่ได้สามารถแสดงพลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ IMC ได้ดังรูปที่ 4.82-4.85 สำหรับ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn +  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>) รูปที่ 4.86-4.89 แสดงพลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และรูปที่ 4.90-4.93 แสดงพลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ของแผ่นรอง A-D ตามลำดับ



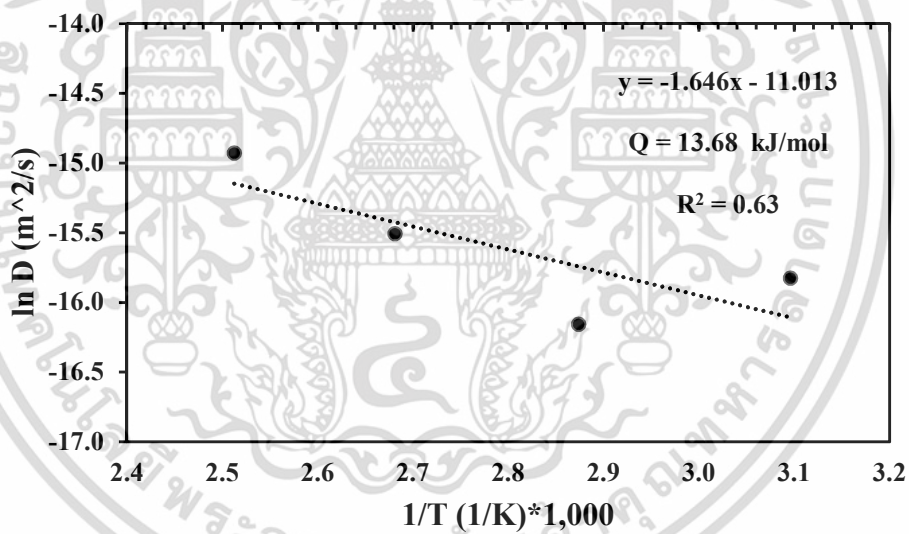
รูปที่ 4.82 พลังงานกระตุ้นของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn+  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>) สำหรับแผ่นรอง A



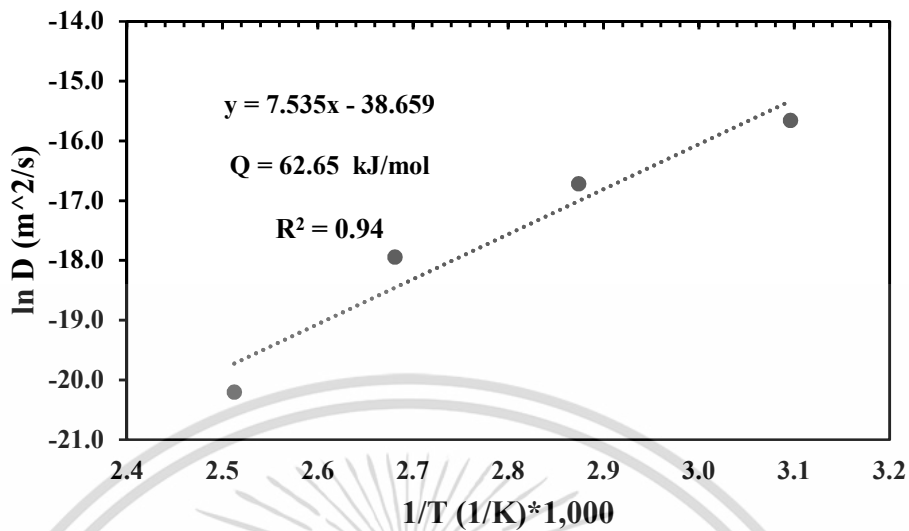
รูปที่ 4.83 พลังงานกระตุ้นของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn+  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>) สำหรับแผ่นรอง B



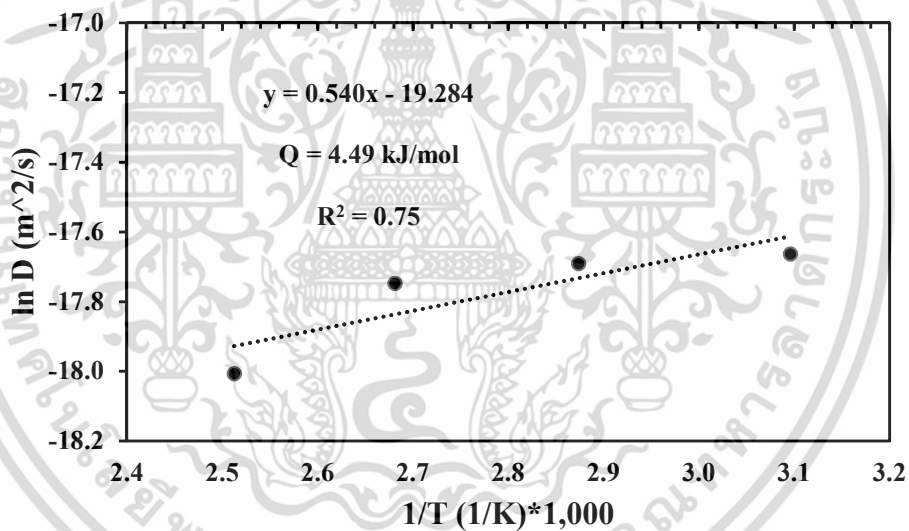
รูปที่ 4.84 พลังงานกระตุ้นของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn+  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>) สำหรับแผ่นรอง C



รูปที่ 4.85 พลังงานกระตุ้นของ IMC รวม ( $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn+  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>) สำหรับแผ่นรอง D

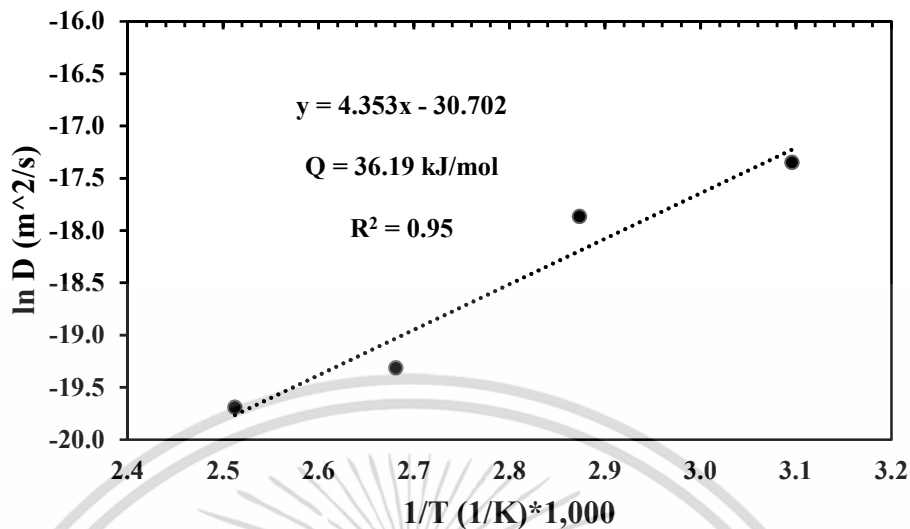


รูปที่ 4.86 พลังงานกระตุ้นของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  สำหรับแผ่นรอง A

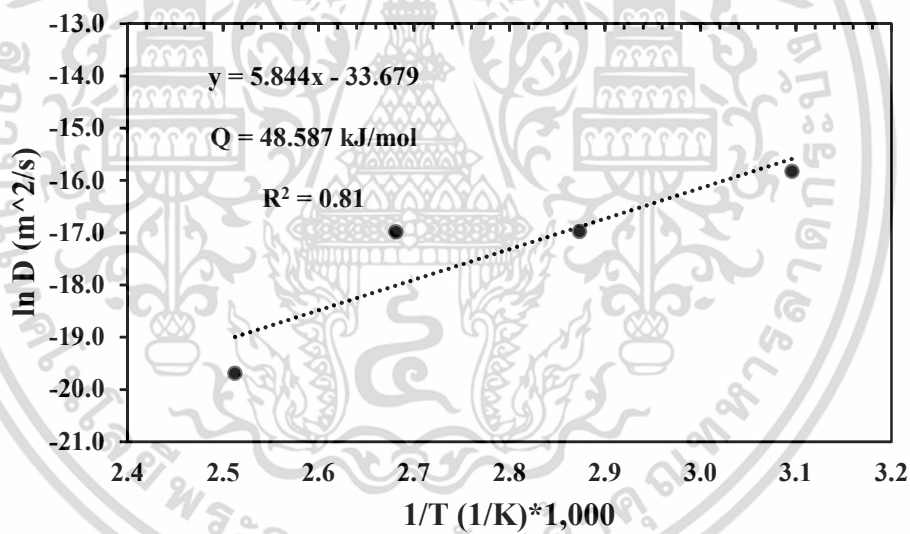


รูปที่ 4.87 พลังงานกระตุ้นของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  สำหรับแผ่นรอง B

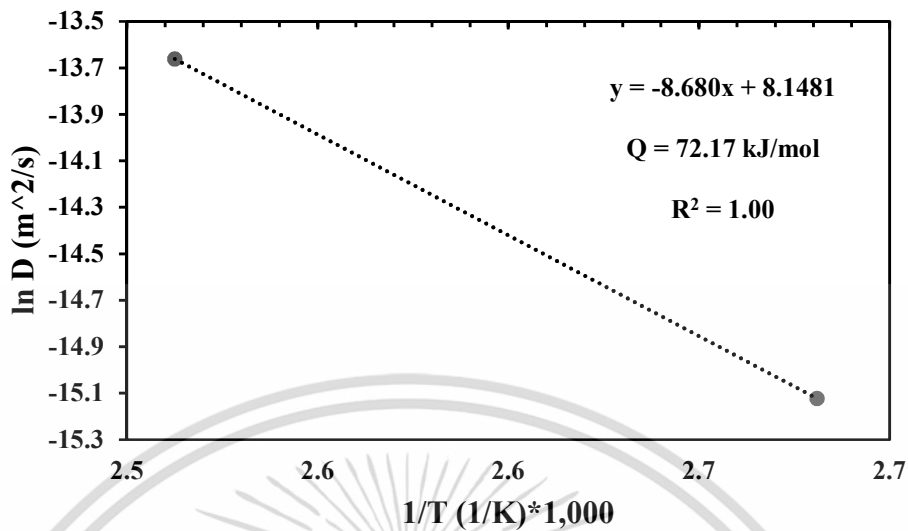
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



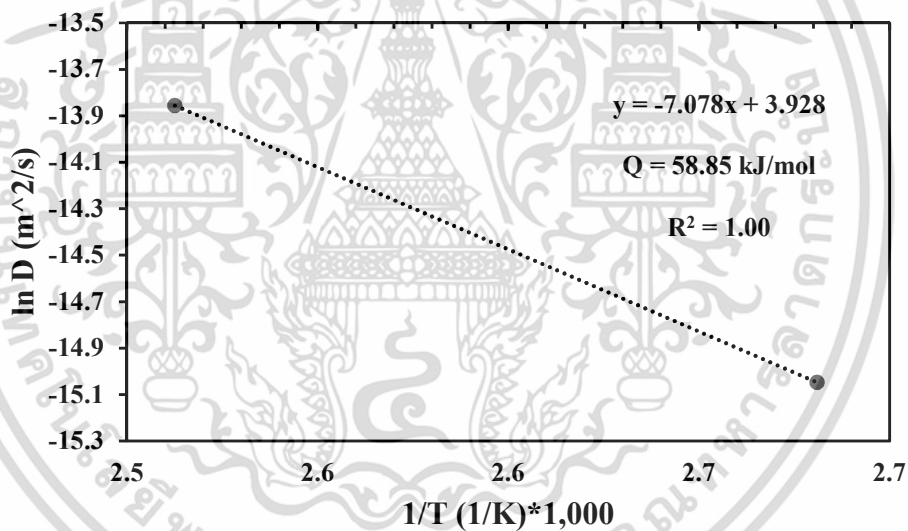
รูปที่ 4.88 พลังงานกระตุ้นของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  สำหรับแผ่นรอง C



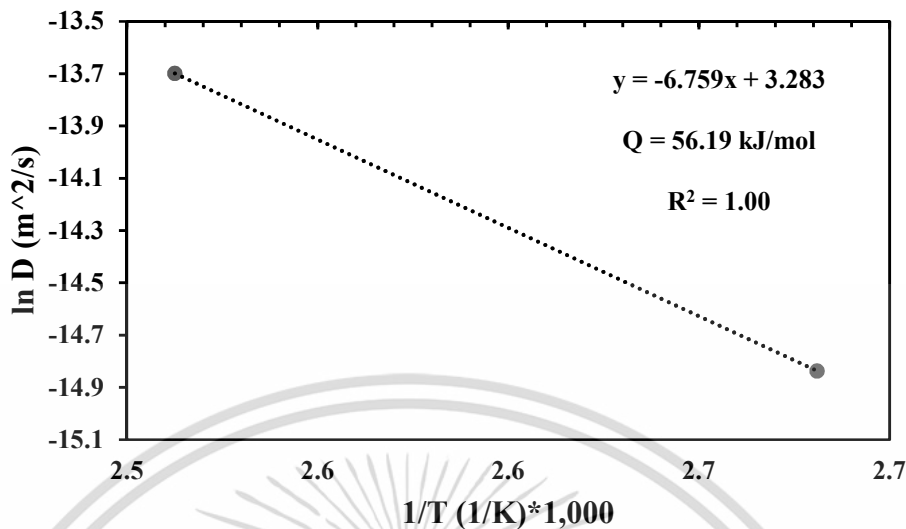
รูปที่ 4.89 พลังงานกระตุ้นของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  สำหรับแผ่นรอง D



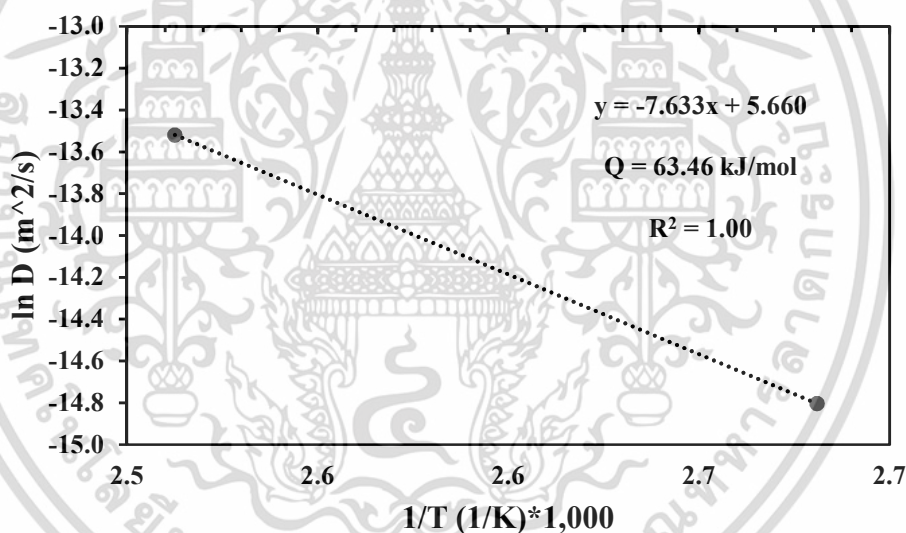
รูปที่ 4.90 พลังงานกระตุ้นของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  สำหรับแผ่นรอง A



รูปที่ 4.91 พลังงานกระตุ้นของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  สำหรับแผ่นรอง B



รูปที่ 4.92 พลังงานกระตุ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn สำหรับแผ่นรอง C



รูปที่ 4.93 พลังงานกระตุ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn สำหรับแผ่นรอง D

ตารางที่ 4.21 สรุปพลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ IMC ที่เกิดขึ้นจากแผ่นรองที่ต่างกัน สำหรับพลังงานกระตุ้นที่ต่ำบ่งชี้ว่าการเกิดขึ้นของเฟสและเจริญเติบโตเกิดขึ้นได้ง่าย โดยการแพร่ผ่านจุดบกพร่องของโครงสร้างจุลภาค (Structural defects) เช่น ขอบเกรนและดิสโลเคชัน [154, 155] ผลจากการทดลองจึงแสดงให้เห็นการเกิดขึ้นและเจริญเติบโตของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เป็นไปตามรูปแบบความเครียดตกค้างเริ่มต้นที่มีอยู่ในแผ่นรองทองแดง หลังการบ่มพบพลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของแผ่นรอง B < C < D < A สำหรับ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นภายหลัง  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และเกิดขึ้นเฉพาะหลังการบ่ม เมื่อพิจารณาพลังงานกระตุ้นพบว่า IMC เกิดขึ้นได้ง่ายกับแผ่นรอง C, B, D และ A ตามลำดับ ถึงแม้โดยปกติในทองแดงหลายผลึกนิวเคลียสของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นได้ง่ายตามขอบเกรนและจุดบกพร่องของแผ่นรองที่มี

อยู่ [151] แต่สำหรับแผ่นรอง A และ D ผลจากการเกิด  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ได้ยากจึงทำให้  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นได้ยากเช่นกัน ดังนั้นโครงสร้างจุลภาคของทั้งสองแผ่นรองมีช่องว่างขนาดเล็กและขอบเกรนที่ลดลงตั้งแต่เริ่มต้นใช้ในขณะบัดกรีจึงทำให้การเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นได้ยากเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นรองอื่น ถึงแม้แผ่นรอง D จะมีการเกิดผลึกใหม่บ้างในบางอุณหภูมิและเวลาแต่โดยรวมโครงสร้างจุลภาคที่เกิดเกรนขึ้นมาใหม่มีเกรนที่โตกว่าแผ่นรอง A และ B ดังนั้นพลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ IMC จึงขึ้นอยู่กับแผ่นรองเนื่องจากความแตกต่างของขนาดเกรนและสิ่งเจือปนที่มีอยู่ สิ่งเหล่านี้จึงส่งผลให้อัตราการแพร่ของทองแดงในแผ่นรองมีปริมาณแตกต่างกัน [156, 157]

ในมุมมองความแตกต่างของปริมาณพลังงานกระตุ้นยังบ่งบอกถึงความเสถียรทางอุณหพลศาสตร์กับพลังงานกระตุ้นที่ต่ำ ตัวอย่างเช่น ถ้าพลังงานกระตุ้นของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> น้อยกว่าพลังงานกระตุ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn แสดงให้เห็นการเกิด  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีความเสถียรมากกว่า  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn [152, 158] ซึ่งทุกแผ่นรองในการทดลองพบพลังงานกระตุ้นของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีค่าน้อยกว่าพลังงานกระตุ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn

ตารางที่ 4.21 พลังงานกระตุ้นของ IMC และแผ่นรอง

IMC	Q (kJ/mol)			
	Substrate A	Substrate B	Substrate C	Substrate D
Total	12.95	25.99	16.25	13.68
$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	62.65	4.49	36.19	48.59
$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	72.17	58.85	56.19	63.46

อย่างไรก็ตามงานวิจัยที่ผ่านมาสำหรับโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu มีการวิจัยไว้ค่อนข้างน้อยดังนั้นจึงยากที่จะเปรียบเทียบกับผลของพลังงานกระตุ้นที่เกิดขึ้นในสภาวะการบ่ม สำหรับโลหะบัดกรีชนิดเดียวกันพบจากงานวิจัยของ Noh และคณะ [159] ซึ่งรายงานหลังการบัดกรี โดย  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีพลังงานกระตุ้นสำหรับดีบุก (Sn) เท่ากับ 94.53 kJ/mol โลหะบัดกรี Sn-0.7Cu เท่ากับ 68.42 kJ/mol และ Sn-3.0Cu มีค่าเท่ากับ 72.66 kJ/mol แสดงให้เห็น Sn-3.0Cu เกิด  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ได้ง่ายกว่าดีบุกแต่ยากกว่า Sn-0.7Cu อย่างไรก็ตามจากสภาวะการทดลองที่แตกต่างกันทำให้ผลที่ได้ต่างกับในการทดลองนี้เล็กน้อยกรณีเปรียบเทียบกับผลจากแผ่นรอง A เนื่องจากเป็นแผ่นรองก่อนปรับปรุงโครงสร้างจุลภาค สำหรับตารางที่ 4.22 แสดงพลังงานกระตุ้นจากงานวิจัยที่ผ่านมา

เมื่อเปรียบเทียบการบัดกรีและการบ่มกับดีบุกบริสุทธิ์สำหรับแผ่นรองที่เหมือนกันกับการทดลองนี้หรือแผ่นรอง A งานวิจัยสองกลุ่มของ Gagliano และคณะ [160] จากการบัดกรีและการบ่มในงานของ Vianco และคณะ [161] มีพลังงานกระตุ้นเท่ากับ 13.4 kJ/mol และการบ่มเท่ากับ  $35.0 \pm 9$  kJ/mol ซึ่งใกล้เคียงกับในการทดลองที่มีพลังงานกระตุ้นของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ในช่วง 4.49-62.65 kJ/mol สำหรับพลังงานกระตุ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ทั้งสองงานที่รายงานไว้มีค่าแตกต่างกันน้อยมากถึงแม้มีสภาวะการทดลองที่ต่างกันมีค่าเท่ากับ 29.2 และ  $29.0 \pm 4$  kJ/mol แต่ผลต่างจากการทดลองนี้พอสมควรโดยค่า

พลังงานกระตุ้นของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn จากจากแผ่นรอง A เท่ากับ 72.17 kJ/mol แสดงให้เห็น  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ในการทดลองเกิดขึ้นได้ยากกว่างานวิจัยที่ผ่านมา

ตารางที่ 4.22 พลังงานกระตุ้นจากงานวิจัยที่ผ่านมา

Solder Alloy	Copper type	Soldering method	Aging temp.	Reaction time	IMC type	Q (kJ/mol)	Refs.
Sn	oxygen-free, Cu	Sandwich type	250-325 °C	30-4000 m	Total	17.50	[160]
					$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	13.40	
					$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	29.20	
Sn	oxygen-free, Cu	Dip soldering: 260 °C, 5s	70-205 °C	1-400 day	Total	53.00±9	[161]
					$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	35.00±16	
					$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	29.00± 4	
Sn-0.7Cu	Cu-OSP surface finish	Reflow	75, 125, 155 °C	24, 240, 480 hr	Total	27.29	[163]
Sn-0.7Cu	Printed circuit board (PCB)	Reflow 227 °C	70, 100, 150 °C	20, 100, 200, 500 hr	Total	66.00	[162]
					$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	72.00	
					$\epsilon$ -Cu <sub>3</sub> Sn	59.00	
Sn-9Zn	Printed circuit board (PCB)				$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	7.40	

กรณีโลหะบัดกรี Sn-0.7Cu ในงานวิจัยของ Said และคณะ [163] จากการใช้แผ่นรอง Cu-OSP surface finish (FR4 substrate) พลังงานกระตุ้นรวมเท่ากับ 27.29 kJ/mol ขณะที่ในการทดลองแผ่นรอง A มีพลังงานกระตุ้นเท่ากับ 12.95 kJ/mol อย่างไรก็ตามจากการใช้แผ่นรอง Cu-plated printed circuit board (PCB) ในงานวิจัยของ Siewert และคณะ [162] รายงานไว้มีพลังงานกระตุ้นหลังการบ่มเท่ากับ 66, 72 และ 59 kJ/mol สำหรับ IMC รวม,  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ตามลำดับ จากทั้งสองงานวิจัยที่ผ่านมาถึงแม้ทดลองที่สภาวะใกล้เคียงกันแต่ความแตกต่างของแผ่นรองทำให้พลังงานกระตุ้นรวมต่างกันมากเช่นกัน ในการทดลอง IMC รวมและ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> มีค่าน้อยกว่า แต่สำหรับ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีค่าที่

มากกว่าแสดงให้เห็นว่า  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  ในการทดลองเกิดขึ้นและเจริญเติบโตได้ยากกว่าสำหรับแผ่นรอง C และ D

อย่างไรก็ตามในการทดลองพลังงานกระตุ้นมีค่าต่ำที่สุดพบได้ในกรณีการเจริญเติบโตของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่เกิดขึ้นกับแผ่นรอง B ซึ่งมีค่าเพียง 4.49 kJ/mol และพบ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  ระหว่างรอยต่อ PCB และ Sn-9Zn มีค่าเท่ากับ 7.40 kJ/mol [162] นอกจากนี้การจำลองการบ่มที่ระหว่างรอยต่อของ InCu ที่ 77 °C (350 K) มีพลังงานกระตุ้นเท่ากับ 7.48 kJ/mol โดยพลังงานกระตุ้นที่ต่ำเนื่องจากเกิด IMC ที่โตสมบูรณ์ได้จากช่วงเวลาการบ่มสั้นๆหรือเจริญเติบโตได้เร็วอย่างรวดเร็ว [164]

สุดท้ายนี้สำหรับการเลือกใช้แผ่นรองทองแดงในกรณีพิจารณาถึงการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ IMC ระหว่างรอยต่อจึงควรเลือกแผ่นรองแบบ A เนื่องจากมีการเจริญเติบโตของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  ที่มีความเสถียรและที่สำคัญ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  และ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  เจริญเติบโตได้ยากเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นรองอื่นๆ



## บทที่ 5

# สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการทดลอง

#### 5.1.1 ผลของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีที่มีต่อเฟส IMC ระหว่างรอยต่อ

จากการศึกษาผลกระทบของปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีที่มีความเข้มข้นของดีบุกที่มีต่อการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ แสดงให้เห็นว่า  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เกิดขึ้นเป็นเฟสแรกและตามมาด้วย  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่ระหว่าง  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>/Cu ขณะเวลาบัดกรีเพิ่มขึ้นจาก 240-480 s เฟสสารประกอบเชิงโลหะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal กลไกการเจริญเติบโตของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> แบ่งเป็นสองช่วง คือ ช่วงแรกใช้เวลาการบัดกรี 10-120 s โลหะบัดกรีทั้ง 3 ชนิด (Sn-0.7Cu, Sn-1.0Cu และ Sn-3.0Cu) มีกลไกควบคุมการเจริญเติบโตที่เหมือนกัน คือ การควบคุมการแพร่ด้วยขอบเกรน และช่วงที่สองเวลาการบัดกรีที่ 248-480 s มีกลไกควบคุมการแพร่ด้วยเนื้อเกรน สำหรับ Sn-0.7Cu และ Sn-1.0Cu ในขณะที่ Sn-3.0Cu ควบคุมด้วยปฏิกิริยาทางเคมี อย่างไรก็ตาม  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ที่เกิดขึ้นทุกโลหะบัดกรีมีกลไกควบคุมการแพร่ด้วยเนื้อเกรนเหมือนกัน ดังนั้นปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรีและเวลาการบัดกรีมีผลต่อการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะอย่างมีนัยสำคัญ และค่าสัมประสิทธิ์การแพร่มีความสัมพันธ์กับปริมาณทองแดงในโลหะบัดกรี โดยค่าสัมประสิทธิ์การแพร่มีค่ามากเมื่อโลหะบัดกรีมีปริมาณทองแดงเพิ่มขึ้นส่งผลให้ชั้นสารประกอบเชิงโลหะเจริญเติบโตได้ดี

#### 5.1.2 อิทธิพลของเวลาบัดกรีที่มีต่อความสามารถในการเปียกและการเกิด IMC ระหว่างโลหะบัดกรี Sn-3.0Cu และแผ่นรอง

จากการตรวจสอบอิทธิพลของเวลาในการบัดกรีที่มีต่อความสามารถในการเปียกในรูปแบบของมุมสัมผัสและเฟสสารประกอบเชิงโลหะระหว่างโลหะบัดกรี การเพิ่มเวลาการบัดกรีมีผลอย่างมีนัยสำคัญกับการเปลี่ยนแปลงมุมสัมผัสและเฟสสารประกอบเชิงโลหะ กรณีมุมสัมผัส เวลาการบัดกรีที่เพิ่มขึ้นทำให้มุมสัมผัสของโลหะบัดกรีลดลง จากการบัดกรีที่ 10 s มีมุมสัมผัสเท่ากับ 48.83° ซึ่งมีการเปียกที่พอใช้ ขณะที่เพิ่มเวลาการบัดกรีที่ 20-480 s มีมุมสัมผัสอยู่ในช่วง 8.26-30.35° พบว่ามีการเปียกเกิดขึ้นได้ดีสำหรับชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่ระหว่างพื้นผิวพบเฟส  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn โดยที่  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn เกิดขึ้นเมื่อใช้เวลาในการบัดกรีที่นาน ความหนาแน่นของเฟสสารประกอบเชิงโลหะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการบัดกรี และสัมพันธ์กับการลดลงของมุมสัมผัส ดังนั้นเวลาในการบัดกรีเป็นพื้นฐานสำหรับการควบคุมความสามารถในการเปียกและการเกิดขึ้นของเฟสสารประกอบเชิงโลหะในกระบวนการบัดกรี และจำเป็นต้องมีการกำหนดให้เหมาะสมเพื่อพัฒนาสมรรถนะโดยรวมของโลหะบัดกรีที่ใช้สำหรับอุณหภูมิสูง เช่น Sn-3.0Cu

### 5.1.3 ผลของแผ่นรองที่มีต่อความสามารถในการเป็ยกและการเกิด IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu

สำหรับผลของแผ่นรองที่มีผลต่อความสามารถในการเป็ยก การเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะของโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่ว Sn-3.0Cu ผลจากการทดลองแสดงให้เห็น การจัดเรียงตัวของเกรนและความเครียดตกค้างของแผ่นรองไม่มีอิทธิพลต่อความสามารถในการเป็ยกของโลหะบัดกรี การกระจายตัวของโลหะบัดกรีมีรูปแบบการกระจายตัวที่ไม่แน่นอน การเป็ยกที่ดีของโลหะบัดกรีเกิดขึ้นภายใต้เวลาการบัดกรีที่ 40, 60 และ 120 s ซึ่งมีมุมสัมผัสอยู่ในช่วง  $30.19 - 40.67^\circ$  หลังการบัดกรีทุกเวลาพบชั้นสารประกอบเชิงโลหะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal เพียงอย่างเดียวที่ระหว่างพื้นผิวโลหะบัดกรีและทุกแผ่นรองทองแดง นอกจากนี้พฤติกรรมของการเจริญเติบโตของชั้นสารประกอบเชิงโลหะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นกับการเพิ่มเวลาการบัดกรี และมีความสัมพันธ์กับ MOS และความเครียดตกค้าง โดย MOS และความเครียดตกค้างที่มีค่ามากในแผ่นรองทำให้เกิดชั้นสารประกอบเชิงโลหะที่มีความหนา ซึ่งเป็นตัวแปรที่สำคัญในการควบคุมความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะ และสามารถนำผลจากการวิจัยควบคุมความหนาของชั้นสารประกอบเชิงโลหะสำหรับอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ได้

### 5.1.4 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการบ่มด้วยความร้อนที่มีต่อการเจริญเติบโตของ IMC ในระบบ Sn-3.0Cu/Cu

ผลการบ่มด้วยความร้อนสามารถเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของแผ่นรองทองแดงและส่งผลกระทบต่อการแพร่ จากการบ่มที่ 50 °C ทุกสภาวะการบ่มพบเฉพาะ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> เมื่อเพิ่มอุณหภูมิบ่มที่ 75 °C ปรากฏ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ระหว่าง  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> และแผ่นรองเฉพาะที่เวลา 1,000 hr อุณหภูมิการบ่มที่สูงขึ้น 100 และ 125 °C เฟส  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ปรากฏได้ตั้งแต่การบ่มที่เวลา 100 hr ในทุกแผ่นรอง พลังงานกระตุ้นการเจริญเติบโตของ IMC รวมอยู่ในช่วง 12.95-25.99 kJ/mol สำหรับ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> อยู่ในช่วง 4.49-62.65 kJ/mol และ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn มีค่า 56.19-72.17 kJ/mol โดยการเจริญเติบโตของ IMC ที่ระหว่างโลหะบัดกรีและแผ่นรองเกิดขึ้นได้ดีกับแผ่นรองแบบ A และสามารถยับยั้งการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn ได้ดี

## 5.2 ข้อเสนอแนะและแนวทางการศึกษาในอนาคต

ควรมีการศึกษาเชิงลึกเพิ่มเติมเกี่ยวกับการจัดเรียงตัวของเกรนในแผ่นรอง ความเครียดตกค้างในแผ่นรองที่เกิดขึ้นในสภาวะการบ่มด้วยความร้อน (Thermal aging) เพื่อพิจารณาถึงผลที่สัมพันธ์กับการเกิดขึ้นและการเจริญเติบโตของ IMC ซึ่งในวิทยานิพนธ์นี้ไม่ได้ศึกษาไว้เนื่องจากข้อจำกัดด้านเงินทุนและความพร้อมของเครื่องมือโดยเฉพาะ EBSD ซึ่งการทราบผลดังกล่าวเป็นสิ่งสำคัญที่สามารถเชื่อมโยงไปสู่พฤติกรรมของการเจริญเติบโตตลอดจนความเชื่อถือได้ของรอยต่อบัดกรี

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Ouyang F.Y., and Su Y.P. "Growth kinetic of  $Ag_3Sn$  intermetallic compound in micro-scale Pb-free solder alloys under a temperature gradient." **Journal of Alloys and Compounds**, vol. 655, 2016. pp. 155–164.
- [2] Zhang Q.K., Long W.M., and Zhang Z.F. "Growth behavior of intermetallic compounds at Sn–Ag/Cu joint interfaces revealed by 3D imaging." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 646, 2015. pp. 405–411.
- [3] Nishikawa H., and Iwata N. "Formation and growth of intermetallic compound layers at the interface during laser soldering using Sn–Ag Cu solder on a Cu Pad." **Journal of Materials Processing Technology**. vol. 215, 2015. pp. 6–11.
- [4] Alam S. N., Mishra P., and Kumar R. "Effect of ag on Sn-Cu and Sn-Zn lead free solders." **Materials Science- Poland**. vol. 33, 2015. pp. 317–330.
- [5] Koo J., Chang J., Lee Y.W., Hong S.J., Kim K.S., and Lee H.M. "New Sn–0.7Cu-based solder alloys with minor alloying additions of Pd, Cr and Ca." **Journal of alloys and compounds**. vol. 608, 2014. pp. 126–132.
- [6] Rizvi M.J., Bailey C., Chan Y.C., Islam M.N., and Lu H. "Effect of adding 0.3 wt% Ni into the Sn–0.7 wt% Cu solder: Part II. Growth of intermetallic layer with Cu during wetting and aging." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 438, 2007. pp. 122–128.
- [7] Sharif A., and Chan Y.C. "Dissolution kinetics of BGA Sn–Pb and Sn–Ag solders with Cu substrates during reflow." **Materials Science and Engineering: B**. vol. 106, 2004. pp. 126–131.
- [8] Laurila T., Vuorinen V., and Kivilahti J.K. "Interfacial reactions between lead-free solders and common base materials." **Materials Science and Engineering: R: Reports**. vol. 49, 2005. pp. 1–60.
- [9] Sujana G.K., Haseeb A.S.M.A., and Afif A.B.M. "Effects of metallic nanoparticle doped flux on the interfacial intermetallic compounds between lead-free solder ball and copper substrate." **Materials Characterization**. vol. 97, 2014. pp. 199–209.
- [10] Fürtauer S. "Investigation of relevant phase diagrams for high temperature solder materials: The binary systems Cu-Sn and Cu-Sb." [Online]. Available : [http://othes.univie.ac.at/10616/1/2010-07-16\\_0404429.pdf](http://othes.univie.ac.at/10616/1/2010-07-16_0404429.pdf). 2010.
- [11] Kim K.S., Kim J.H., and Han S.W. "The effect of postbake treatment on whisker growth under high temperature and humidity conditions on tin-plated Cu substrates." **Materials Letters**. vol. 62, 2008. pp. 1867–1870.

- [12] Li Y.J., and Chen C. "Growth of  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  intermetallic compounds on (111)-, (100)-, and randomly-oriented copper films." 42–44. In: *Microsystems, Packaging, Assembly and Circuits Technology Conference (IMPACT), IMPACT 2016 11th International Conference*. IEEE. 2016.
- [13] Abdelhadi O.M., and Ladani L. "IMC growth of Sn-3.5Ag/Cu system: Combined chemical reaction and diffusion mechanisms." *Journal of Alloys and Compounds*. vol. 537, 2012. pp. 87–99.
- [14] Shen J., Chan Y.C., and Liu S.Y. "Growth mechanism of  $\text{Ni}_3\text{Sn}_4$  in a Sn/Ni liquid/solid interfacial reaction." *Acta Materialia*. vol. 57, 2009. pp. 5196–5206.
- [15] Schaefer M., Fournelle R.A., and Liang J. "Theory for Intermetallic Phase Growth Between Cu and Liquid Sn-Pb Solder Based on Grain Boundary Diffusion Control." *Journal of Electronic Materials*. vol. 27, 1998. pp. 1167–1176.
- [16] Bhat K.N., Prabhu K.N., and Satyanarayan. "Effect of reflow temperature and substrate roughness on wettability, IMC growth and shear strength of SAC387/Cu bonds" *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. vol. 25, 2014. pp. 864–872.
- [17] Ma H.R., Wang Y.P., Chen J., Ma H.T., and Zhao N. 2017. "The effect of reflow temperature on IMC growth in Sn/Cu and Sn0.7Cu/Cu solder bumps during multiple reflows" 1402–1405. In: 2017 **18<sup>th</sup> International Conference on Electronic Packaging Technology**.
- [18] Zhu Z., Ma H., Shang S., Ma H., Wang Y., and Li X. "Effect of polycrystalline Cu microstructures on IMC growth behavior at Sn/Cu soldering interface" *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 1–8. <https://doi.org/10.1007/s10854-019-01966-x>. 2019.
- [19] Cao K., Tan K., Lai C., and Zhang L. "Solder joints reliability with different Cu plating current density in Wafer Level Chip Scale Packaging (WL CSP)." 819–823 In: *Electronic Packaging Technology & High Density Packaging, 2009. ICEPT-HDP'09. International Conference*. IEEE.
- [20] Abbaschian R., and Reed-Hill R.E. *Physical metallurgy principles*. Cengage Learning. 2008.
- [21] Lee P.T., Wu Y.S., Lin P.C., Chen C.C., Hsieh W.Z., and Ho C.E. "High-speed Cu electrodeposition and its solderability." *Surface and Coatings Technology*. vol. 320, 2017. pp. 559–567.
- [22] Wang J.M., Wang K.J., and Duh J.G. "Cu Substrates with Different Grain Sizes." *Journal of Electronic Materials*. vol. 40, 2011. pp. 1549–1555.

- [23] Huang M.L., and Yang F. "Size effect model on kinetics of interfacial reaction between Sn-xAg-yCu solders and Cu substrate." **Scientific reports**. vol. 4, 2014. pp. 1–9.
- [24] Shen P., Yin Z., Yang J., Sun J., Jiang Z., and Jiang Q. "Wetting of Cu substrates with micrometer and nanometer grains by molten Sn-3.5Ag-0.7Cu alloy." **Surface and Interface Analysis**. vol. 42, 2010. pp. 1681–1684.
- [25] Liu W., Zhang L., and Shang J.K. "Role of wetting front in dewetting of liquid solder drop on Cu thin films." **Journal of Materials Science and Technology**. vol. 26, 2010. pp. 200–205 .
- [26] Yin L., Chauhan A., and Singler T.J. "Reactive wetting in metal/metal systems: Dissolutive versus compound-forming systems." **Materials Science and Engineering: A**. vol. 495, 2008. pp. 80–89.
- [27] Gleiter, H. 1989. "Nanocrystalline materials." **Progress in Materials Science**. 33 : 223–315.
- [28] Narayan S., and Prabhu K.N., "Reactive wetting, evolution of interfacial and bulk IMCs and their effect on mechanical properties of eutectic Sn-Cu solder alloy." **Advances in Colloid and Interface Science**. vol. 166, 2011. pp. 87–118.
- [29] Arenas M.F., and Avoff V.D. "Contact angle measurements of Sn-Ag and Sn-Cu lead-free solders on copper substrates." **Journal of Electronic Materials**. vol. 33, 2004. pp. 1452–1458.
- [30] Gornakova A.S., Straumal B.B., Tsurekawa S., Chang L.S., and Nekrasov A.N. "Grain boundary wetting phase transformations in the Zn-Sn and Zn-in systems." **Reviews on Advanced Materials Science**. vol. 21, 2009. pp. 18–26.
- [31] Rabkin E., and Snapiro I., "Wetting of the low-angle grain boundaries." **Acta Materialia** vol. 48, 2000. pp. 4463–4469.
- [32] Siewert T.A., and Handwerker C.A. **Test Procedures for Developing Solder Data**. NIST. 2002.
- [33] Chang C.C., Lin W.Y., Wang W.Y., and Kao C.R. "The effects of solder volume and Cu concentration on the consumption rate of Cu pad during reflow soldering." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 492, 2010. pp. 99–104.
- [34] Lu Y., Ma L., Li S.Y., Zuo W., J. Z.Q., and Ding M. "Effect of Cu element addition on the interfacial behavior and mechanical properties of Sn9Zn-1Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> soldering 6061 aluminum alloys: First-principle calculations and experimental research." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 765, 2018. pp. 128–139.
- [35] Shang S., Kunwar A., Yao T., Ma H., and Wang Y. "Geometrical effects on growth

- kinetics of interfacial intermetallic compounds in Sn/Cu joints reflowed with Cu nanoparticles doped flux." **Thin Solid Films**. vol. 669, 2019. pp. 198–207.
- [36] Wang Y.W., Lin Y.W., and Kao C.R. "Inhibiting the formation of microvoids in  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  by additions of Cu to solders." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 493 : 2010. pp. 233–239.
- [37] Liu W., Wang C., and Sun L. "Effect of Cu addition in Sn-containing solder joints on interfacial reactions with Au foils." **International Conference on Electronic Packaging Technology & High Density Packaging**. IEEE. 2009. pp. 642–645.
- [38] Šebo P., Švec P., Janičkovič D., and Štefánik P. "Wetting of copper by lead-free Sn-Cu solder and shear strength of Cu-Cu joints." **Materials Engineering**. 16 : 22–25.
- [39] Zang L. Yuan Z., Xu H., and Xu B. "Wetting process and interfacial characteristic of Sn-3.0Ag-0.5Cu on different substrates at temperatures ranging from 503 K to 673 K." **Applied Surface Science**. vol. 257, 2011. pp. 4877–4884.
- [40] Zhao Z., Wang C., Li M., and Wang L. "Nd:YAG laser surface treatment of copper to improve the wettability of Sn3.5Ag solder on copper." **Surface and Coatings Technology**. vol. 200, 2005. pp. 2181–2186.
- [41] Chauvet E., Paraskevas K., Eric A.J., Baptiste G., Dierk R., Catherine T., Jean B., Rémy D., Benjamin V., Stéphane A., and Guilhem. "Hot cracking mechanism affecting a non-weldable Ni-based superalloy produced by selective electron Beam Melting." **Acta Materialia**. vol. 142, 2018. pp. 82–94.
- [42] Straumal B.B., Bokshstein B.S., Straumal A.B., and Petelin A.L. "First observation of a wetting phase transition in low-angle grain boundaries." **JETP Letters**. vol. 88, 2008. pp. 537–542.
- [43] Sharif A., Chan Y.C., and Islam R.A. "Effect of volume in interfacial reaction between eutectic Sn-Pb solder and Cu metallization in microelectronic packaging." **Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology**. vol. 106, 2004. pp. 120–125.
- [44] Yang Y., Li Y., o Lu H., Yu C., and Chen J. "Interdiffusion at the interface between Sn-based solders and Cu substrate." **Microelectronics Reliability**. vol. 53, 2013. pp. 327–333.
- [45] Yu D.Q., and Wang L. "The growth and roughness evolution of intermetallic compounds of Sn-Ag-Cu/Cu interface during soldering reaction." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 458, 2008. pp. 542–547.
- [46] Yang M., Li M., and Wang C. "Interfacial reactions of eutectic Sn3.5Ag and pure tin solders with Cu substrates during liquid-state soldering." **Intermetallics**. vol. 25,

2012. pp. 86–94.
- [47] Yang M. Li M., and "Wang L. "Growth behavior of  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  grains formed at an  $\text{Sn}_{3.5}\text{Ag}/\text{Cu}$  interface." **Materials Letters**. vol. 65, 2011. pp. 1506–1509.
- [48] Meng G., Takemoto T., and Nishikawa H. "Correlations between IMC thickness and three factors in  $\text{Sn}-3\text{Ag}-0.5\text{Cu}$  alloy system." **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**. vol. 17, 2007. pp. 686–690.
- [49] นิวัฒน์ มุณีแก้ว, ธิติพัทธ์ ลิ้มกุล และภรณ์ชัย กัลยาศิริ. 2554. "การเกิดปฏิกิริยารอยต่อระหว่างโลหะบัดกรีไร้สารตะกั่วกลุ่ม  $\text{SnAgCu}$  และโลหะพื้นทองแดง." **วารสารการเชื่อมไทย**. ฉบับที่ 54 ม หน้า 36–46.
- [50] Indium Solder Alloy Directory. [Online]. Available : [http://www.nortec.co.il/image/users/82719/ftp/my\\_files/int/solder\\_alloy\\_directory\\_brochure\\_97720\\_r2\(1\).pdf?id=3723725](http://www.nortec.co.il/image/users/82719/ftp/my_files/int/solder_alloy_directory_brochure_97720_r2(1).pdf?id=3723725). (5 August 2019).
- [51] Association C (1992) A Guide to Working With Copper and Copper Alloys. In: *Metallic Materials Specification Handbook*. Springer US, Boston, MA, pp 94–170.
- [52] อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ (IC และ PCB). [Online]. Available : [http://www2.diw.go.th/Standard/Web/pane\\_files/Industry25.asp](http://www2.diw.go.th/Standard/Web/pane_files/Industry25.asp). (5 August 2019).
- [53] Printed circuit board. [Online]. Available : <http://www.madehow.com/Volume-2/Printed-Circuit-Board.html>. (5 August 2019).
- [54] Copper Foil Manufacturing. [Online]. Available : <https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=ktn&NM=352>. (5 August 2019).
- [55] Groover M.P. **Fundamentals of modern manufacturing, Material processing and Systems**. 4<sup>th</sup> Edition. JOHN WILEY & SONS, INC. 2010.
- [56] Ryan C. "**Printed Circuits boards**." [Online]. Available : <http://www.technologystudent.com/pcb/solder1.htm>. (6 May 2019).
- [57] Dissertation A. "Experimental study and modeling of metal dissolution and intermetallic compound growth during soldering." The Graduate Faculty of The University of Akron. 2007.
- [58] Humpston G., and Jacobson D.M. **Principles of soldering**. ASM international. 2004.
- [59] Strauss R. **SMT Soldering Handbook**, Newnes. Oxford. 1998.
- [60] Okamoto H., Schlesinger M.E., and Mueller E. **Alloy Phase Diagrams**. ASM Handbook. 1992.
- [61] Callister W.D. **Fundamentals of Materials Science and Engineering**. John Wiley & Sons, Inc. 2001.
- [62] Adams B.L. "Grain Boundary Property Determination through Measurement of Triple Junction Geometry and Crystallography." 165–175. Int Conf on Grain Growth and

- Recrystallization. 2006.
- [63] Andrew W. **Diffusion Processes in Advanced Technological Materials**. NORWICH, NEW YORK, U.S.A. 2005.
- [64] Quantitative Metallography. In: Imaging and Microscopy. [Online]. Available : <http://lib.znate.ru/docs/index-108086.html>. (5 August 2019).
- [65] Quantitative microscopy. [Online]. Available : <http://home.iitk.ac.in/~sangals/virtualLab/micro>. (5 August 2019). [scopyExperiments/microscopyLaboratoryExperiment-2.html](http://home.iitk.ac.in/~sangals/virtualLab/micro). (5 August 2019).
- [66] E112-12 (2012) Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. ASTM International E112-12:1-27. doi: 10.1520/E0112-10.1.4
- [67] Carlsson K. "Light Microscopy - Physics of Biomedical Microscopy. **Biomedical & X-ray Physics**. [Online]. Available : <https://www.kth.se/social/files/542d1251f27654bf2492088/Compendium.Light.Microscopy.pdf>. 2007. (5 August 2019).
- [68] Hitachi-Hitech (2014) Let's Familiarize Ourselves with the SEM! 83.
- [69] Fredrik J. 2012. "Development of a quantitative method for grain size measurement using EBSD." Master of Science Thesis, Department of Materials Science and Engineering Royal Institute of Technology.
- [70] สมบูรณ์ โอตรวรรณะ. 2557. "การใช้เทคนิค Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD) ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของชิ้นส่วนอะลูมิเนียมอัลลอย ที่ขึ้นรูปจากการหล่อด้วยแรงดันสูง" **MTECT**. 42-48.
- [71] Electron Backscatter Diffraction (EBSD). [Online]. Available : [https://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/ebsd.html](https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/ebsd.html). (30 June 2019).
- [72] Representing textures. [Online]. Available : <http://www.ebsd.com/popup/polefigure.htm>. (30 June 2019).
- [73] Microstructure Visualization in SEM. [Online]. Available : <http://www.ebsd.com/solving-problems-with-ebsd/microstructure-visualization-in-sem>. (30 June 2019).
- [74] Grain Size and Grain Boundary Characterisation in SEM. Available : <http://www.ebsd.com/solving-problems-with-ebsd/grain-size-and-grain-boundary-characterisation-in-sem>. (30 June 2019).
- [75] สตรีรัตน์ กำแพงแก้ว โอคัต. **เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เบื้องต้น**. พิมพ์ครั้งที่ 1. สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2556.
- [76] JIS Z 3198-3. "**Test methods for lead-free solders- Part 3 : Methods for spread.**" First English edition. Translated and Published by Japanese Standards Association. 2003.
- [77] Wu C.M.L., Yu D.Q., Law C.M.L., and Wang L. "Properties of lead-free solder alloys

- with rare earth element additions." **Materials Science and Engineering R: Reports**. vol. 44, 2004. pp. 1–44.
- [78] Ma H., and Kunwar A. "Effect of initial Cu concentration on the IMC size and grain aspect ratio in Sn-xCu solders during multiple reflows." **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**. vol. 29, 2018. pp. 602–613.
- [79] Hu X., Li T., and Min Z. "Interfacial reaction and IMC growth between Bi-containing Sn 0.7Cu solders and Cu substrate during soldering and aging." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 582, 2014. pp. 341–347.
- [80] Yao P. LiX., Liang X., Yu B., Jin F., and Li Y. "A study on interfacial phase evolution during Cu/Sn/Cu soldering with a micro interconnected height." **Materials Characterization**. vol. 131, 2017. pp. 49–63.
- [81] Flanders D.R. Jacobs E.G., and Pinizzotto R.F. "Activation energies of intermetallic growth of Sn-Ag eutectic solder on copper substrates." **Journal of Electronic Materials**. vol. 26, 1997. 1997. pp. 883–887.
- [82] Park M.S., and Arróyave R. "Formation and Growth of Intermetallic Compound  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  at Early Stages in Lead-Free Soldering." **Journal of Electronic Materials**. vol. 39, 2010. pp. 2574–2582.
- [83] Park M.S., and Arróyave R. "Concurrent nucleation, formation and growth of two intermetallic compounds ( $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ ) during the early stages of lead-free soldering." **Acta Materialia**. vol. 60, 2012. pp. 923–34.
- [84] Choi W.K., and Lee M.H., "Prediction of primary intermetallic compound formation during interfacial reaction between Sn-based solder and Ni substrate." **Scripta Materialia**. vol. 46, 2002. pp. 777–781.
- [85] Zainal A. Yarmo M.A., Aziz F.H.A., Sulaiman M.Y.M., Ahnad B., Ismail K.N., and Rejab N.A. **X-ray and related techniques**. Trans Tech Publications Ltd. 2010.
- [86] Yu C., Lu H., and Li H. "Effect of Zn addition on the formation and growth of intermetallic compound at Sn-3.5wt% Ag/Cu interface." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 460, 2008. pp. 594–598.
- [87] Wang Y., Chu D.T., and Tu K.N. "Porous  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  Formation in Cu-Sn IMC-Based Micro-Joints." 439–446. 2016. **IEEE 66<sup>th</sup> Electronic Components and Technology Conference (ECTC)**. IEEE.
- [88] Tang W.M., He A.Q., and Ivey D.G. "Solid state interfacial reactions in electrodeposited Cu/Sn couples." **Transactions of nonferrous metals society of China**. vol. 20, 2010. pp. 90–96.
- [89] Wang F., Huang Y., Zhang Z., and Yan C. "Interfacial Reaction and Mechanical

- Properties of Sn-Bi Solder joints." **Materials**. vol. 10, 2017. pp. 920.
- [90] Schaefer M., Fournelle R.A., and Llang J. "Theory for Intermetallic Phase Growth Between Cu and Liquid Sn-Pb Solder Based on Grain Boundary Diffusion Control." **Journal of Electronic Materials**. vol. 27, 1998. pp. 1167–1176.
- [91] Deng X., Piotrowski G., and Williams, J.J. "Influence of initial morphology and thickness of  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  intermetallics on growth and evolution during thermal aging of Sn-Ag solder / Cu joints." **Journal of Electronic Materials**. vol. 32, 2003. pp. 1403–1413.
- [92] Yao Y., Zhou J., Xue F., and Chen X. "Interfacial structure and growth kinetics of intermetallic compounds between Sn-3.5Ag solder and Al substrate during solder process." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 682, 2016. pp. 627–633.
- [93] Yin Z., Fenglian S., and Liu Y. "Growth kinetics of IMC at the solid Cu/liquid Sn interface." **Soldering and Surface Mount Technology**. vol. 30, 2018. pp. 145–52.
- [94] Lee J.H., and Kim Y.S. "Kinetics of Intermetallic Formation at Sn-37Pb/Cu Interface During Reflow Soldering" **Journal of Electronic Materials**. vol. 31, 2002. pp. 576–583.
- [95] Yao Y. Zhou J., Xue F., and Chen X. "Interfacial structure and growth kinetics of intermetallic compounds between Sn-3.5Ag solder and Al substrate during solder process." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 682, 2016. pp. 627–633.
- [96] Park M.S., Stephenson M.K. Shannon C., Diaz L.A.C., Hudspeth K.A., Gibbons S.L., Saldana J.M., and Arro'yave. "Experimental and computational study of the morphological evolution of intermetallic compound ( $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ ) layers at the Cu/Sn interface under isothermal soldering conditions" **Acta Materialia**. 60 : 5125–5134.
- [97] Görlich J., and Schmitz G. "On the mechanism of the binary Cu/Sn solder reaction." **Applied Physics Letters**. vol. 86, 2005. pp. 5125–5134.
- [98] Takaku Y., Liu X.J., Ohnuma I., Kainuma R., and Ishida K. "Interfacial reaction and morphology between molten Sn base solders and Cu Substrate" **Materials Transactions**. vol. 45, 2004. pp. 646–651.
- [99] Ma H. Ma H., Kunwar A., Shang S., Wang Y., Chen J., Huang M., and Zhao N. "Effect of initial Cu concentration on the IMC size and grain aspect ratio in Sn-xCu solders during multiple reflows." **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**. vol. 29, 2018. pp. 602–613.
- [100] Novak T. "Solderability Dependence on Surface Roughness." [Online]. Available : <https://dSPACE5.zcu.cz/bitstream/11025/536/1/novak.pdf>. 2009. (31 June 2019).
- [101] Chen Y.Y. "Effect of substrate surface roughness on the wettability of Sn-Bi solders."

- Journal of Materials Science: Materials in Electronics.** vol. 11, 2000. pp. 279–283.
- [102] Lin, L. Hui S., Lu G., Wang S.L., Wang X.D., and Lee D.J. "Molecular dynamics study of high temperature wetting kinetics for Al/NiAl and Al/Ni<sub>3</sub>Al systems: Effects of grain boundaries." **Chemical Engineering Science.** vol. 174, 2017. pp. 127–135.
- [103] Wang X., Han J., Guo F., Ma L., and wang Y. 2017. "Effects of POSS on the interfacial reactions between Sn-3.5Ag solders and Cu substrates during soldering." 1000–1005. **18<sup>th</sup> International Conference on Electronic Packaging Technology (ICEPT).** IEEE.
- [104] Yin Z., Sun F., and Guo M. "The fast formation of Cu-Sn intermetallic compound in Cu/Sn/Cu system by induction heating process." **Materials Letters.** vol. 215, 2018. pp. 207–210.
- [105] Fürtauer S., Li D., Cupid D., and Flandorfer H. "The Cu-Sn phase diagram, Part I: New experimental results." **Intermetallics.** vol. 34, 2013. pp. 142–147.
- [106] Mookam N., Tunthawiroon P., and Kanlayasiri K. "Effects of copper content in Sn-based solder on the intermetallic phase formation and growth during soldering." 12008. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.** 361. IOP Publishing. 2018.
- [107] Zhang J., Xu K., and He, J. 1999. "Effects of grain orientation on preferred abnormal grain growth in copper films on silicon substrates." **Journal of materials science letters.** vol. 18, 1999. pp. 471–473.
- [108] Kestens L.A.I., and Pirgazi H. "Texture formation in metal alloys with cubic crystal structures." **Materials Science and Technology.** vol. 32, 2016. pp. 1303–1315.
- [109] Marro J. "Tunable Copper Microstructures in Blanket Films and Trenches Using Pulsed Electrodeposition." Clemson University, JMarro@clemson.edu. 2016.
- [110] Okada, A. et. al. 1976 " Effects of the Rolling Procedures on the Recrystallization of Copper" **Trans. JIM.** 17 : 497-502.
- [111] Ho C.E., Chen C.C., Lu M.K., Lee Y.W., and Wu Y.S. "In-situ study on the self-annealing behavior of electroplated Cu through the cantilever method, XRD, and EBSD." **Surface & Coatings Technology journal.** vol. 303, 2016. pp. 86–93.
- [112] Akbarpour M.R., Farvizi M., and Kim H.S. "Microstructural and kinetic investigation on the suppression of grain growth in nanocrystalline copper by the dispersion of silicon carbide nanoparticles." **Materials and Design.** vol.119, 2017. pp. 311–318.
- [113] Field D.P., Bradford L.T. Nowell M.M., and Lillo T.M. "The role of annealing twins during recrystallization of Cu." **Acta Materialia.** vol. 55, 2007. pp. 4233–4241.
- [114] Yadav D., and Bauri R. "Development of Cu particles and Cu core-shell particles reinforced Al composite." **Materials Science and Technology.** vol. 31, 2015. pp.

- 494–500.
- [115] Bozzolo N., Agnoli A., Souai N., Brnachi M., and Loge E.E. "Strain Induced Abnormal Grain Growth in Nickel Base Superalloys." **Materials Science Forum**. vol, 753. 2013. pp. 321–324.
- [116] Glushko O., and Cordill M.J., "The driving force governing room temperature grain coarsening in thin gold film." **Scripta Materialia**. vol. 130, pp. 42–45.
- [117] Jastrzebski Z.D. **The Nature and Properties of Engineering Materials**. 2nd ED" Wiley, Inc.1977.
- [118] Takayama Y., Szpunar J.A., and Kato H. "Analysis of Intragranular Misorientation Related to Deformation in an Al-Mg-Mn Alloy." **Materials Science Forum**. vol. 495–497, 2005. pp. 1049–1054.
- [119] Wedi A., Baither D., and Schmitz G. "Contact angle and reactive wetting in the SnPb/Cu system." **Scripta Materialia**. vol. 64, 2011. pp. 689–692.
- [120] Eustathopoulos N., Nicholas M.G., and Drevet B. **Wettability at high temperatures**, Pergamon Materials Series, vol. 3, 1999.
- [121] Seo B.K., Kim, M., and Kim D.H. "Re-derivation of Young's Equation, Wenzel Equation, and Cassie-Baxter Equation Based on Energy Minimization." In: Mahmood Aliofkhazraei (Eds.), **Surface Energy**. 2015. pp. 1–22.
- [122] Webb III, E.B. Hoyt J.J, and Grest G.S., and Heinde D.R. "Atomistic simulations of reactive wetting in metallic systems." **Journal of Materials Science**. vol. 40, 2005. pp. 2281–2286.
- [123] Yost F.G., and Toole E.J. "Metastable and equilibrium wetting states in the Bi-Sn system." **Acta mater**. vol. 46, 1998. pp. 5143–5151.
- [124] Zou C., Sunb X., Xub C., Lia X., Xiaoa S., Denga H., Gaob F., and Hu W. "Wetting characteristics of lithium droplet on iron surfaces in atomic scale: A molecular dynamics simulation." **Computational Materials Science**. vol. 149, 2018. pp. 435–441.
- [125] Yang J., Shen P., Yin Z., n Sun J., and Jiang, Q. "Wetting of microcrystalline and nanocrystalline Ni substrates by molten Sn–3.5 Ag–0.7 Cu alloy." **Materials Letters**. vol. 64, 2010. pp. 2454–2457.
- [126] Prabhu K.N. "Wetting behavior of lead-free solders on copper substrates." **Materials Science Forum**. vol. 710, 2013. pp. 569–574.
- [127] Lin H., Lu J.L., Liu C.M., Chen C., Tu K.N., Chen D., and Kuo J.C. "Microstructure control of unidirectional growth of  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> in microbumps on <111> oriented and nanotwinned Cu." **Acta Materialia**. vol. 61, 2013. pp. 4910–4919.

- [128] Chi Won., Lee J.G., J Suganuma K., and Mori H. "Interfacial Microstructure between Sn-3Ag-xBi Alloy and Cu Substrate with or without Electrolytic Ni Plating." **Journal of Electronic Materials**. vol. 32, 2003. pp. 52–62.
- [129] Lee B.J., Hwang N.M., and Lee H. "Prediction of interface reaction products between Cu and various solder alloys by thermodynamic calculation." **Acta Materialia**. vol. 45, 1997. pp. 1867–1874.
- [130] Zhang R., Tian Y., Liu B., and Hang C. "Growth mechanism of Cu-Sn full IMC joints on polycrystalline and single crystal Cu substrate." 2013. **14th International Conference on Electronic Packaging Technology**, ICEPT. pp. 1276–1279.
- [131] Idris S.R.A., Kim m., and Kim D.H. "Effect of Flux onto Intermetallic Compound Formation and Growth." 1-3. MATEC Web of Conferences 74. **The 3<sup>rd</sup> International Conference on Mechanical Engineering Research (ICMER 2015)**.
- [132] Mookam N. and Kanlayasiri K. 2018 "Influences of soldering time on wettability and intermetallic phase between Sn-3.0Cu solder and copper substrate." 1024. MATEC Web of Conferences 192. **ICEAST 2018**.
- [133] An T., and Qin F. "Effects of the intermetallic compound microstructure on the tensile behavior of Sn3.0Ag0.5Cu/Cu solder joint under various strain rates." **Microelectronics Reliability**. vol. 54, 2014. pp. 932–938.
- [134] Roghayeh M., and Mina M. "Effect of grain boundary misorientation on the apparent diffusivity in nanocrystalline aluminum by atomistic simulation study." **Journal of Applied Physics**. vol. 124, 2018. pp. 1–11.
- [135] Yu H., Wanga L., Chaic L., Lie J., Lue L., Godbole A., Wange H., and Kong C. "High thermal stability and excellent mechanical properties of ultrafinegrained high-purity copper sheets subjected to asymmetric cryorolling." **Materials Characterization**. vol. 153, 2019. pp. 34–45.
- [136] Aghamiri S.M.S., Ukai S., Oono N., Kasada R., Noto H., Hishinuma Y., and Muroga T. "Recrystallization of cold rolled oxide dispersion strengthened copper during room temperature annealing." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 798, 2019. pp. 187–193.
- [137] Singh B.N., Eldrup M., Zinkle S.J., and Golubov S.I. "On grain-size-dependent void swelling in pure copper irradiated with fission neutrons." **Philosophical Magazine**. vol. 82, 2002. pp. 1137–1158.
- [138] Lvanov, L., Markovich, D., Stuparevich, L., and Guskovich, D. "Effect of degree of cold work and annealing temperature on the microstructure and properties of cold drawn copper wires and tubes." **Material Science**. vol. 19, 1996. pp. 131–138.

- [139] Morozova A., Dolzhenko A., Odnobokova M., Zhilyaev A., Belyakov A., and Kaibyshev. R., "Annealing behavior and kinetics of primary recrystallization of copper." *Defect and Diffusion Forum*. vol. 385, 2018. pp. 343–348.
- [140] Nye A., Leff A.C., Barr C.M., and Taheri M.L. "Direct observation of recrystallization mechanisms during annealing of Cu in low and high strain conditions." **Scripta Materialia**. vol. 146, 2018. pp. 308–311.
- [141] Humphreys F.J., and Hatherly M., "Recrystallization and Related Annealing Phenomena." 2<sup>nd</sup> Edition. Pergamon. 2004.
- [142] Korn M., Lapovok R., Bohner A., Hoppel H.W., and Mughrabi H. "Bimodal grain size distributions in UFG materials produced by SPD – their evolution and effect on the fatigue and monotonic strength properties." **Kovove Mater**. vol. 49, 2011. pp : 51–63.
- [143] Kadri S.J., and Hartwig K.T., "Recrystallized Grain Size in Severely Deformed Pure Copper." **Materials Science Forum**. vol. 503. 2006. pp. 349-354.
- [144] Han S.Z., "Grain growth in ultrafine grain sized copper during cyclic deformation." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 615, 2014. pp. 578–589.
- [145] Chuang C.H., Tsai C.H., Lin Y.C., and Lin H.J. "Effects of Current Stressing on the Grain Structure and Mechanical Properties of Ag-Alloy Bonding Wires with Various Pd and Au Contents." **Metals**. vol. 6 2016. pp. 1-13.
- [146] Ko Y.G., and Hamad K. "Analyzing the thermal stability of an ultrafine grained interstitial free steel fabricated by differential speed rolling." **Materials Science & Engineering A**. vol. 726, 2018. pp. 32–36.
- [147] Park K.T., Kwon H.J., Kim W.J., and Kim Y.S. "Microstructural characteristics and thermal stability of ultrafine grained 6061 Al alloy fabricated by accumulative roll bonding process." **Materials Science and Engineering A**. vol. 316, 2001. pp. 145–152.
- [148] Zhu K.N., Ruan Q., and Godfrey A. "The kinetics of grain growth in near-micrometre grain size copper produced by spark plasma sintering. **Materials Science and Engineering**. vol. 89, 2015. pp. 1–6.
- [149] Akbarpour M.R., and Kim H.S., "Microstructure, grain growth, and hardness during annealing of nanocrystalline Cu powders synthesized via high energy mechanical milling." **Materials & Design**. vol. 83, 2015. pp. 644–650.
- [150] Chen S., Tseng K.K., Tong Y., Li W., Tsai C.W., Yeh J.W., and Liaw P.K. "Grain growth and Hall-Petch relationship in a refractory HfNbTaZrTi high-entropy alloy." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 795, 2019. pp. 19–26.

- [151] Shang P.J., Liu Z.Q. Pang X.Y., Li D.X., and Shang J.K. "Growth mechanisms of  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  on polycrystalline and single crystalline Cu substrates." **Acta Materialia**. vol. 57, 2009. pp. 4697–4706.
- [152] Tan A.T., Tan A.W., and Yusof F. "Influence of nanoparticle addition on the formation and growth of intermetallic compounds (IMCs) in Cu/Sn–Ag–Cu/Cu solder joint during different thermal conditions." **Science and Technology of Advanced Materials**." vol. 16, 2015. pp. 1-18.
- [153] Zou H.F., and Zhang Z.F. "Solid-state and liquid-state interfacial reactions between Sn-based solders and single crystal Ag substrate." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 469, 2009. pp. 207–214.
- [154] Bader S., Gust W., and Hieber H. "Rapid for formation of intermetallic compounds by interdiffusion in the Cu-Sn and Ni-Sn systems." **Acta Metallurgica Materialia**. vol. 43 1995. pp. 329-337.
- [155] Mei Z., Sunwoo A.J., and Morri J.W. "Analysis of Low-Temperature Intermetallic Growth in Copper-Tin Diffusion Couples." **Metallurgical and Materials Transactions A**. vol. 23, 1992. pp. 857-864.
- [156] Dreyer K.F., Neils K., Chromik R.R., Grosman D., and Cotts E.J. "Calorimetric study of the energetics and kinetics of interdiffusion in Cu/ $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  thin-film diffusion couples." **Applied Physics Letters**. vol. 67, 1995. pp. 2795-2797.
- [157] Sun L., Chen M.H., and Zhang L. "Microstructure evolution and grain orientation of IMC in Cu- Sn TLP bonding solder joints." **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 786, 2019. pp. 677–687.
- [158] Mookam N., and Kanlayasiri K. "Evolution of Intermetallic Compounds between Sn–0.3Ag–0.7Cu Low-silver Lead-free Solder and Cu Substrate during Thermal Aging." **Journal of Materials Science and Technology**. vol. 28, 2012. pp. 53–59.
- [159] Noh B.I., "Study on Wettability of Sn-Xwt%Cu Solder." **Journal of KWJS**. vol. 25, 2007. pp.78-83.
- [160] Gagliano R.A., and Fine M.E. "Thickening Kinetics of Interfacial  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  Layers during Reaction of Liquid Tin with Solid Copper." **Journal of Electronic Materials**. vol. 32 , 2003. pp.1441-1447.
- [161] Vianco P.t., Rejent A., and Hlava P.F. "Solid-State Intermetallic Compound Layer Growth Between Copper and 95.5Sn-3.9Ag-0.6Cu Solder." **Journal of Electronic Materials**. vol. 33, 2004. pp. 991-1004.
- [162] Siewert T.A., Madeni J.C., and Liu S. "Formation and Growth of Intermetallics at the Interface between Lead-free Solders and Copper Substrates." In Proceedings of the

- APEX Conference on Electronics Manufacturing. vol. 23, 2003. pp. 583-594.
- [163] Said R.M., Salleh M. Ramli M., and Saud N. "Growth Kinetic of Sn-0.7Cu-0.05Ni Solder Paste Subjected to Isothermal Aging." **Solid State Phenomena**. vol. 280, 2018. pp. 163-168.
- [164] Falat T., and Platek B. "Growth of intermetallic compound between indium-based thermal interface material and copper substrate: molecular dynamics simulations." **Materials Science-Poland**. vol. 33, 2015. pp. 445-450.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**2018 9TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON  
MECHATRONICS AND MANUFACTURING  
PHUKET ISLAND, THAILAND / JAN 27-29, 2018**



Accepted papers will be published in conference proceedings, and will be indexed by **Ei Compendex** and **Scopus**.

**CALL FOR PAPER**

Materials Science and Engineering  
Materials Properties, Measuring Methods and Applications  
Methodology of Research, and Analysis and Modelling  
Materials Manufacturing and Processing  
MEMS, NANO, and Smart Systems-on-Chip  
Energy Systems  
Mechatronics, Automation and Signal Processing

**SUBMISSION DEADLINE: SEPTEMBER 15, 2017**

WELCOME TO VISIT: **WWW.ICMM.ORG**

Conference Secretary: **Ms. Jenny Chow**  
Contact Email: **icmm@asr.org**  
Tel: **+1-617-229-6820**

• PLEASE DISSEMINATE THIS FLYER TO YOUR FRIENDS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## PAPER • OPEN ACCESS

## Effects of copper content in Sn-based solder on the intermetallic phase formation and growth during soldering


To cite this article: N Mookam *et al* 2018 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **361** 012008

View the [article online](#) for updates and enhancements.

## Related content

- [Direct bonding for dissimilar metals assisted by carboxylic acid vapor](#)  
Jenn-Ming Song, Shang-Kun Huang, Masatake Akaike *et al.*
- [Corrosion Behaviour of Sn-based Lead-Free Solders in Acidic Solution](#)  
J Nordarina, H Z Mohd, A M Ahmad *et al.*
- [The liquid structure of Sn-based lead-free solders and the correlative effect in liquid-solid interfacial reaction](#)  
Ning Zhao, Xuemin Pan, Haitao Ma *et al.*





**IOP ebooks™**

Bringing you innovative digital publishing with leading voices to create your essential collection of books in STEM research.

**Start exploring the collection - download the first chapter of every title for free.**

This content was downloaded from IP address 203.158.222.28 on 16/08/2018 at 03:17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## Effects of copper content in Sn-based solder on the intermetallic phase formation and growth during soldering

N Mookam, P Tunthawiroon and K Kanlayasiri

Department of Industrial Engineering, Faculty of Engineering,  
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

Email: niwat\_ie@hotmail.com

**Abstract.** This research has studied the effects of copper contents in the Sn-based solder (i.e. Sn-0.7Cu, Sn-1.0Cu, and Sn-3.0Cu) on the intermetallic phase formation and the growth during soldering. In the experiments, reflow soldering was performed at 350 °C with the Cu substrate by using three solders for various soldering times of 10, 20, 40, 60, 120, 240 and 480 s. XRD data have shown that the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phases with hexagonal crystal structure were present between the solder and the substrate. The presence of  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phase was found only when the substrate was soldered for at least 240 s. The Cu content in solder had significant effects on the intermetallic growth with long term soldering time. In addition, the diffusion coefficient was correlated to the Cu content in the solder.

### 1. Introduction

Copper (Cu) is widely used as an electrical conductor in circuit boards, due to its high electrical and thermal conductivity [1]. Solder alloy is used to connect the electronic devices onto the Cu substrate. Among tin (Sn)-based solder systems, the Sn-Cu solder is considered as the most promising candidate to replace the Sn-Pb solder compared to other solders because of their low melting temperature and favorable properties [2]. In soldering processes, where a solder is in contact with a Cu substrate, there are phenomena involving the development of a nucleus and the subsequent formation and the growth of intermetallic compound (IMC). Hence, the reaction between the Cu and Sn components in an equilibrium state induces the IMC beginning to form at the interface of the solder and substrate [3, 4].

It is well known that the Cu-Sn soldering system has two interfacial phases which are Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and Cu<sub>3</sub>Sn phases [5]. At lower temperatures, the crystal phase of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> is monoclinic. However, this  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase can transform to hexagonal  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase with higher temperature [6]. The  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase transforms from the hexagonal to monoclinic during the cooling procedure. In terms of  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phase, the crystal structure is a hexagonal sphere packing with A3 structure type [7]. Besides, there are phase transitions from A3 structure to the D019 structure during quenching process from high temperature. Furthermore, the  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phase has an orthorhombic structure which develops during the solidification process of the Cu-Sn alloy. As the  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phase is often described as an orthorhombic crystal system due to orthorhombic unit cell, and thus constitutes to the hexagonal structure [7, 8].

The microstructure and reaction interface changes were influenced by increasing the ratio of Cu to solder [9]. Higher Cu compositions in the solder assist the formation and increase the growth of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> instantly [10, 11]. Typically, IMCs are less ductile which is related to their low thermal and low electrical conductivity. The low ductility (i.e. brittleness) of the IMCs contributes to the fatigue

lifetime reduction of solder joints. In other words, the presence the growth of IMCs has an impact on the reliability of solder joints [12, 13]. Nonetheless, the formation and growth of IMC at the interface are influential of various factors, including the solder alloy and reflow conditions [14]. Despite several studies on the concentration of the Cu in the solder, the effects of a higher concentration of Cu in the solder have not been shown, especially with 3.0 wt.% of Cu in the Sn-based solder. The aim of this study is to investigate the effects of Cu contents in the Sn-based solder on the IMC formation and the growth during reflow soldering.

## 2. Experiment

### 2.1. Materials and methods

The experiments were carried out using Sn-based solder with 0.7, 1.0 and 3.0 wt% of Cu, termed Sn-0.7Cu, Sn-1.0Cu and Sn-3.0Cu respectively. The solder bar was casted to have a diameter of 6.5 mm and a thickness of 1.24 mm (JIS Z3198-3). The Cu substrates with purity of 99.99% (JIS H3100) were 0.2 mm thick and 25×30 mm. Prior to reflow soldering, the substrate was cleaned using dilute HCl acid and flux (RC-15SH RMA (15%)) was droplets onto the substrate. For the soldering process, the substrate was placed onto a hot plate followed by the solder. Next, the temperature was increased to 350 °C for 10, 20, 40, 60, 120, 240 and 480 s respectively. After soldering, samples were mounted and polished respectively. The polished surface was etched with a solution containing of 93% ethanol, 5% nitric acid and 2% HCl. Samples were then analysed with the following techniques. Firstly, scanning electron microscopy (SEM, JEOL; JSM-5800LV) was used to verify the microstructure and intermetallic phases. Secondly, an energy dispersive spectroscopy (EDS, OXFORD INSTRUMENTS, X-Max) was used to determine the chemical compositions of the IMCs. Finally, X-ray diffraction (XRD, Bruker, D8-Discover) was carried out to analyze the crystal and lattice structure parameters of IMCs.

## 3. Results and Discussion

### 3.1. Intermetallic phase formed during soldering

During reflow soldering, the Cu substrate is in contact with solder bringing about the prediction of the IMCs generated from the Sn-Cu binary phase diagram. As a result, two intermetallic layers which are  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  phase are clearly visible at the temperature of 350 °C in the soldering process while other Cu-Sn IMCs, such as  $\text{Cu}_{10}\text{Sn}_3$  and  $\text{Cu}_{41}\text{Sn}_{11}$ , are found at the higher temperature [6]. The IMCs of  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  were introduced by the reaction between the Sn atoms from the solder and Cu atoms from the substrate [15, 16] which can be explained by Equations (1)-(2):



The diffusion of atomic species, Sn and Cu passing through the interface results in the formation of the first  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  layer followed by the  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  layer adjacent to the Cu substrate [17]. Meanwhile, the  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  could react with Sn atoms to form  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  [18]. According to Equation (3), Sn is released in liquid state. However, it was reported that  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ , which is a kinetically favorable phase, is unstable with Cu, but  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ , as a thermodynamically steady phase, is stable with Cu. Thus, if there is free Cu in the system,  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  tends to decompose. This can occur by two ways, either by adding Cu or by subtracting Sn from  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ . The chemical reactions converting  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  to  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  are shown in Equations (4)-(5) [18, 19].





Nevertheless, addition of Cu by Equation (4) results in a  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  layer between the  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  layer and the Cu substrate where the Cu atom refers to the dissolved substrate [20]. Thus,  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  forms first and  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  forms later at the  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5/\text{Cu}$  interface. In the aspect of the depletion of Sn from  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  in Equation (5), the Sn tends to diffuse to the side of Cu to form  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$ . However, there must be a sink for Sn or the presence of a nearby Cu to attract Sn. From previous research, many phenomena occurred which were related to the  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  and associated with the size of the IMC. Thus, we shall discuss and conclude with the thickness of IMC details.

The SEM observation was carried out to study the formation of IMCs at various soldering times and solder compositions as shown in Figure 1. In the experiment, similar IMC formation was found between solder and Cu substrate. Two types of IMCs ( $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$ ) were found at the interface. However,  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  was found only when the Cu substrate has been soldered for longer soldering times (240 s and 480 s), while  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  was found at other soldering conditions (10 s-120 s).



Figure 1. IMCs found at various soldering conditions.

The chemical composition of both IMCs was determined via EDS analysis as illustrated in Figure 2. The findings indicated that Cu contents of the  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  phase range from 51.11 at.% to 52.77 at.%, the region of  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  an elemental content of 70.74 at.% to 73.38 at.% Cu and respective Sn is found. The confirmation of phase formation was determined via XRD analysis as illustrated in Figure 3. From the XRD pattern of the specimen, the Cu phase is  $\alpha\text{-Cu}$  which consists of a face-centered cubic structure, and the solder is  $\beta\text{-Sn}$  which adopts a body centered tetragonal structure. The crystal structure of both  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  is hexagonal. The a, b and c lattice parameters of  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  were 4.200, 4.200 and 5.090 angstrom. The  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  phase conforms to a B81 structure and a space group of P63/mmc. The lattice parameters of  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  displays the a and b were 2.749 and 4.322 angstrom respectively. However,  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  did not transform to  $\eta'\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  during the cooling period of the reflow.

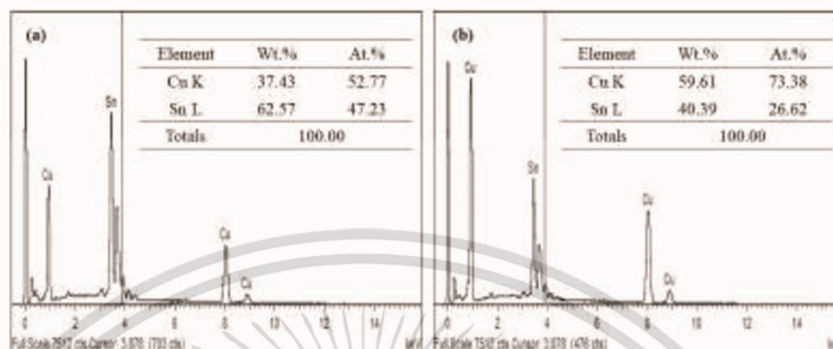


Figure 2. EDS spectrum for Sn-3.0Cu: (a)  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and (b)  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn.

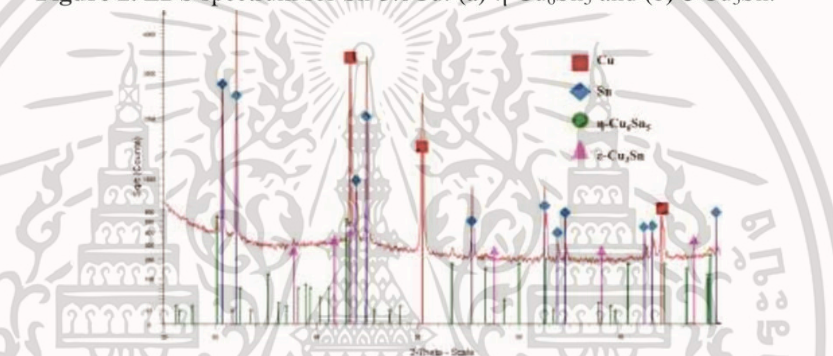


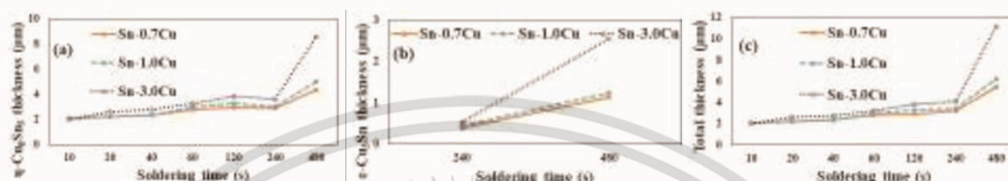
Figure 3. XRD pattern of specimen soldered at 480 s for Sn-3.0Cu.

### 3.2. Thickness of intermetallic compound

The thickness of IMCs at different soldering conditions was also examined, the results are shown in Figure 4. The findings indicated that with a soldering time of 10 s there is no difference in the thickness of  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> layer, Figure 4 (a). Due to the short soldering time, the supply of Cu and Sn atoms to their corresponding interfaces was composed of two parts, released from substrate or solder, and the decomposition of IMC phase. Following soldering at 20-40 s, the thickness of the IMC of both solders between Sn-0.7Cu and Sn-1.0Cu were not different, since both solders have slightly different Cu compositions. In contrast, the thickness behavior of Sn-3.0Cu solder was different, the thickness of  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> at the interface was significantly higher than those in the Sn-0.7Cu/Cu and Sn-1.0Cu/Cu. As the soldering time extended from 60 s to 120 s, the IMC thickness increased as a function of reflow time and Cu content. The Cu atoms can also diffuse from the substrate into solder through the intermetallic layer, and then react with Sn atoms to form huge Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> precipitates within the solder matrix. However, Cu atoms from substrate and solder not only reacted with Sn atoms diffused to promote the continuous growth of  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> layer [21]. Nevertheless, evidence of the transition from  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> to  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn according to Equation (4) was not found.

At a soldering time of 240 s,  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> tends to decompose, indicated by a reduced thickness of the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>. The Sn could diffuse through the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> to react with Cu, it formed the  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phase. Moreover,  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> tended to decompose due to subtracting Sn from  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>, as illustrated by Equation (5). Thus, experiments have found that  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> forms firstly and is followed by  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn at the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>/Cu interface after a certain period of soldering. Figure 4 (b) illustrate the thicknesses of  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn layers when soldered at 240 and 480 s. The  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn thickness tended to increase with the expansion of the Cu content and soldering time. In addition, Cu is the dominant diffusing species in the  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn layer. Therefore, Cu atoms diffuse through the  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn layer and react with the existing  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> to form the  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn growth, as expressed in Equation (4). Thus, the formation and growth of  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn agrees with Equations (5) and (4) respectively. In addition, the  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn will grow at the

expense of the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase. The total thickness of the intermetallic layer is the sum of the thicknesses of  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn and  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> layers as shown in Figure 4(c). The enhancement in the thickness of one phase proportionally reduces the thickness of the other phases in order; consequently, the growths of  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn are interrelated.



**Figure 4.** Thickness of IMCs: (a)  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>, (b)  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn, and (c)  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> +  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn.

### 3.3. Calculation of diffusion coefficients

The growth of the intermetallic compounds during soldering condition can be expressed by the Equation:

$$Y = Y_0 + \sqrt{Dt} \quad (6)$$

where  $Y_0$  is the thickness of the intermetallic compound at  $t = 0$ ,  $D$  is the diffusion coefficient. The value of  $D^{1/2}$  could be determined from the slope of plot between the thickness of the intermetallic layer ( $Y$ ) and the square root of soldering time ( $t^{1/2}$ ).

Table 1 presents the comparison of the effective diffusion coefficients of the IMCs for Sn-0.7Cu/Cu, Sn-1.0Cu/Cu and Sn-3.0Cu/Cu solder joints. It was observed that the diffusion coefficient was correlated to the Cu content in the solder. Since the diffusion coefficients for the  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn of this study were higher than the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>. Due to the formation and growth of  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phase is the sum of the product of Equations (4) and (5), and  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phase increases in thickness at the expense of  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase.

**Table 1.** Effective diffusion coefficients of intermetallic compound.

Solders	Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub> ( $\mu\text{m}^2/\text{s}$ )	Cu <sub>3</sub> Sn ( $\mu\text{m}^2/\text{s}$ )
Sn-0.7Cu	0.15340	0.370
Sn-1.0Cu	0.20410	0.395
Sn-3.0Cu	0.40785	1.010

The finding indicates that the intermetallic phase is fast for the formation and growth with increment of Cu content in solder. The higher Cu content of solder promotes Cu diffusion flux in bulk solder, and promotes nucleation of the interface. Nucleation of the interface can come from both new combination and pre-existing clusters to form IMC [22]. Moreover, the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> growth at the solder/ $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> interface was promoted due to the larger amount and size of Cu-Sn clusters. In summary, this study demonstrates the effects of differences in Cu content on the growth of IMC, which can be used as a guide for the selection of solder alloys in Sn-based solder.

## 4. Conclusions

This research studied the effects of Cu content in the Sn-base solder on the formation and growth of IMCs. XRD results showed  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase forms first followed by  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn at the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>/Cu interface. As soldering time increased from 240 s to 480 s, the intermetallic phase of the joint transformed from a single  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase to coexisting  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and  $\epsilon$ -Cu<sub>3</sub>Sn phase. However, the Cu content in the solder had significant effects on the IMC growth with the long-term soldering time. The diffusion coefficient was correlated to the Cu content in the solder. The diffusion coefficient of the solder joints is high when the Cu content in the solder increases.

## References

- [1] So W W, Choe S, Chuang R and Lee C C. 2000 An effective diffusion barrier metallization process on copper Thin Solid Films vol 376 pp 164-169.
- [2] Alam S N, Mishra P and Kumar R. 2015 Effect of Ag on Sn–Cu and Sn–Zn lead free solders Materials Science-Poland vol 33 pp 317-330.
- [3] Sharif A, Chan Y C and Islam R A, 2004 Effect of volume in interfacial reaction between eutectic Sn–Pb solder and Cu metallization in microelectronic packaging Materials Science and Engineering vol 106 pp 120-125.
- [4] Park M S, and Arro'yave R 2012 Concurrent nucleation, formation and growth of two intermetallic compounds ( $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ ) during the early stages of lead-free soldering Acta Materialia vol 60 pp 923-934.
- [5] Ramli, M I I, Saud N, Salleh M M A A and Derman M N and Said R M 2016 Effect of  $\text{TiO}_2$  additions on Sn-0.7Cu-0.05Ni lead-free composite solder Microelectronics Reliability vol 65 pp 255-264.
- [6] Okamoto H, Schlesinger M E and Mueller E M. Alloy Phase Diagrams. ASM Handbook Volume 3.
- [7] Sang X, Du K and Ye H 2009 An ordered structure of  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  in Cu–Sn alloy investigated by transmission electron microscopy Journal of Alloys and Compounds vol 469 129-136.
- [8] Dibritz S, Hauffe W and Kurt R 1997 Investigation of the Three-Dimensional Microstructure of Cu–Sn(Pb) Diffusion Zones by Means of Ion Beam Sputtering, Scanning Electron Microscopy and Lattice Source Interferences Mikrochim Acta vol 125 pp 3-12.
- [9] Hwang C-W and Sukanuma K 2004 Effect of Cu Addition to Sn–Ag Lead-Free Solder on Interfacial Stability with Fe-42Ni Materials Transactions vol 45 pp 714-720.
- [10] Rizvi M J, Lu H and Bailey C 2009 Modeling the diffusion of solid copper into liquid solder alloys. Thin Solid Films vol 517 1686-1689.
- [11] Yuan Y, Li D, Guan Y, Seifert H J and Moelans N 2016 Investigation of the diffusion behavior in Sn-xAg-yCu/Cu solid state diffusion couples Journal of Alloys and Compounds vol 686 pp 794-802.
- [12] Yang Y, Li Y, Lu H, Yu C and Chen J, 2013 Interdiffusion at the interface between Sn-based solders and Cu substrate Microelectronics Reliability vol 53 pp 327-333.
- [13] Li Q and Chan Y C 2013 Growth kinetics of the  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  phase and void formation of sub-micrometre solder layers in Sn–Cu binary and Cu–Sn–Cu sandwich structures Journal of Alloys and Compounds vol 567 pp 47-53.
- [14] Li J F, Agyakwa P A and Johnson C M 2012 Effect of trace Al on growth rates of intermetallic compound layers between Sn-based solders and Cu substrate Journal of Alloys and Compounds vol 545 pp 70-79.
- [15] Hu X, Li Y and Min Z 2014 Interfacial reaction and IMC growth between Bi-containing Sn0.7Cu solders and Cu substrate during soldering and aging Journal of Alloys and Compounds vol 582 pp 341-347.
- [16] Yao P, Li X, Liang X, Yu B, Jin F and Li Y. 2017 A study on interfacial phase evolution during Cu/Sn/Cu soldering with a micro interconnected height Materials Characterization vol 131 pp 49-63.
- [17] Flanders D R, Jacobs E G and Pinzotto R F 1997 Activation Energies of Intermetallic Growth of Sn–Ag Eutectic Solder on Copper Substrates Journal of Electronic Materials vol 26 pp 833-887.
- [18] Yu C, Lu H and Li S 2008 Effect of Zn addition on the formation and growth of intermetallic compound at Sn–3.5 wt% Ag/Cu interface Journal of Alloys and Compounds vol 460 pp 594-598.
- [19] Wang Y, Chu D T and Tu K-N. 2016 Porous  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  formation in Cu–Sn IMC-based micro-joints IEEE 66th Electronic Components and Technology Conference pp 439-446.
- [20] Tang W-M, He A-Q, Liu Q and IVEY D G 2010 Solid state interfacial reactions in

- electrodeposited Cu/Sn couples. *Trans Nonferrous Met. Soc. China* vol 20 pp 90-96.
- [21] Wang F, Huang Y, Zhang Z and Yan C 2017 Interfacial Reaction and Mechanical Properties of Sn-Bi Solder joints. *Materials*, 10, 920; doi:10.3390/ma10080920.
- [22] Haitao M, Haoran M, Anil K, Shengyan S, Yunpeng W, Jun C, Mingliang H and Ning Z Effect of initial Cu concentration on the IMC size and grain aspect ratio in Sn-xCu solders during multiple reflows *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* DOI 10.1007/s10854-017-7952-9.

#### Acknowledgements

The authors would like to express sincere gratitude to King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)'s Faculty of Engineering for the financial support.





The poster for the 4<sup>th</sup> International Conference on Engineering, Applied Sciences and Technology (ICeast 2018) is a vibrant collage. It features a QR code in the top left, a scenic view of a tropical beach with turquoise water and limestone cliffs, and a night cityscape. The central text reads 'iCeast 2018' in a large, stylized font, with 'The 4<sup>th</sup> International Conference on Engineering, Applied Sciences and Technology' below it. The dates 'July 4-7, 2018' and the location 'Swissôtel Resort Phuket Patong Beach, Phuket, Thailand' are prominently displayed. A yellow banner on the left says 'Submission Deadline: February 28, 2018'. Below the main text, a grid lists various engineering disciplines: Industrial Materials Manufacturing Engineering, Mechanical Mechatronics Civil Engineering, Food Chemical Agricultural Engineering, Telecommunications Computer Science Instrumentation and Control Electrical Electronic Telephony, and Robotics. It also mentions 'MATEC Web of Conferences (Indexed by Scopus)' and 'Proceedings Volume in IEEE Xplore Digital Library (Indexed by EI Compendex and Scopus)'. The bottom of the poster features logos for KMITL, IEEE Thailand Section, TCA, ECTI, and other academic institutions.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## Influences of soldering time on wettability and intermetallic phase between Sn-3.0Cu solder and copper substrate

Niwat Mookam and Kannachai Kanlayasiri\*

Industrial Engineering Department, Faculty of Engineering, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok, Thailand

**Abstract.** In this paper, the influences of soldering time on the wettability and intermetallic phase between Sn-3.0Cu lead-free solder and copper substrate were investigated. Reflow soldering was performed at 350 °C under variable soldering times of 10, 20, 40, 60, 120, 240 and 480 s. The results indicated that the wettability and intermetallic growth depend on the soldering time. In addition, the  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  intermetallic phases with a hexagonal crystal structure were found between the lead-free solder and the copper substrate. The growth of intermetallic phases increased with soldering time, and the growth of intermetallic phases remarkably depended on grain boundary diffusion and was volume diffusion-controlled for  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ , respectively.

### 1 Introduction

In the electronic packaging field there is a commitment to quality, and the continuous improvement in developing electronic products also extends to protecting the environment. This often involve which prohibits the use of lead in electronic parts, highlights the requirement of lead-free solder alloys [1]. With the various lead-free solders, Sn-Cu alloy is exposed to the best providing excellent mechanical properties and low cost. Normally, the high-temperature solders are widely used within automotive and energy production industries [2-3]. Sn-3.0Cu alloy is lead-free solder within the high-temperature family suitable for electronics devices.

In the soldering process, a molten solder was contacts with a solid substrate resulting in wetting of the substrate surface. This physical spreading of the solder has several interrelated phenomena such as surface energy, surface tension reduction, interfacial, and chemical reactions [4, 5]. A review of literature also revealed the relationship between the wettability and intermetallic phase formation. The intermetallic phase formation of the interface provides strong wettability [6]. The faster formation rate of intermetallic phase at the interface zone can explain the shorter wetting time [7]. In the work of Wang et al. [8], reported that the intermetallic phase formation can supply driving force for wettability because of the energy relaxation at the interface zone, which promotes the wettability of the solder. However, the phase transformation from  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  to  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  is a process to discharge energy, which may lead to the increase of the wettability due to the surface tensions of the liquid solder changes according to the change of intermetallic compound (IMC) in the soldering process [9]. Arenas and Acoff [10] reported that the correlation between the intermetallic formation and wettability was no explicit interpretation. Thus, limitation of both prior studies has not been shown relationship of wetting and

formation of intermetallic phase, especially with Sn-3.0Cu solder.

This current research investigates the influences of the soldering time on the wettability in term contact angle and the intermetallic phase between Sn-3.0Cu solder and copper substrate. Reflow soldering was then carried out at 350 °C under variable soldering times of 10, 20, 40, 60, 120 and 480 s.

### 2 Experiment

High-temperature Sn-3.0Cu lead-free solder was used in this research. The solidus and liquidus temperatures of this solder are 227 and 309°C, respectively. The solder bar was formed into a cylindrical shape with a diameter of 6.5 mm and thickness of 1.24 mm in accordance with JIS Z3198-3. The substrate was pure copper (99.99%, grade C1100), according to the JIS H3100 standard with thickness 0.2 mm and cut to 25x 30 mm. A confocal laser scanning microscope (CLMS, OLYMPUS, OLS5000) was used to examine microstructures and surface roughness. Substrate grain size was measured following the line-intercept method using OLYMPUS Stream software. The copper surface was cleaned in an HCl solution before fluxing the copper substrate with RC-15SH RMA (15%). A reflow soldering process was followed throughout this research. Copper foil and cylindrical solder rods were soldered using a hot plate at 350°C for times of 10s-480s. After the soldering process, samples were rinsed with ethanol to remove the flux. Wettability of the solders on the foil sheet was tested as the expression of contact angle. Optical microscopy (OM, OLYMPUS, BX 53) was employed to examine the shape of liquid solder spreading over the solid substrate and the contact angle was determined using OLYMPUS Stream software. Microstructure of each specimen after reflow soldering was cut and mounted. Specimens were polished using an argon (Ar) ion beam (IBM, HITACHI, IM 4000

\* Corresponding author: kkkannac@kmitl.ac.th

PLUS). Scanning electron microscopy (SEM, JEOL, JSM-5800LV) was then used to verify the microstructure and intermetallic phases, followed by energy dispersive spectroscopy (EDS, OXFORD INSTRUMENTS, X-Max) to determine chemical compositions of the intermetallic phases. SEM images obtained were used to measure the thickness of the intermetallic phases. X-ray diffraction (XRD, Bruker, D8-Discover) was also carried out to analyze the intermetallic compound structures.

### 3 Results and discussion

#### 3.1 Wettability and contact angle of solder

Surface characteristics and microstructure of the copper substrate play a major role regarding wetting behavior of molten solder. A rough substrate surface improves the wettability in terms of contact angle [11-12]. In addition, grain size (i.e. grain boundary) affects the wetting behavior of molten solder on the substrate. Atomic migrations occur more easily at grain boundaries and increase the free energy of the system which may lead to an increase in wetting kinetics [13]. Fig. 1. demonstrates surface microstructure of the copper substrate before soldering. To examine the grain size number of copper, intercept counting via the test pattern was conducted.



Fig. 1. Surface microstructure of copper substrate.

The grain size number based on the ASTM E112-10 standard was calculated using Equation (1). The original copper substrate exhibited a grain size number of 8.36 for the surface microstructure and was classified as fine grain structure.

$$G = (6.643856 \log \bar{N}_L) - 3.288 \quad (1)$$

Where  $G$  is the grain size number and  $\bar{N}_L$  is the number of grain intersections per unit length.

Surface roughness was measured at the center of the copper substrate. Surface area was  $258.571 \mu\text{m} \times 257 \mu\text{m}$ . Regarding orientation (or direction) analysis, a single-direction was present in the copper substrate due to the rolling process. Examination length was  $258.571 \mu\text{m}$  with

arithmetic mean roughness obtained for the copper substrate at  $0.165 \mu\text{m}$ . After soldering, liquid solder in contact with copper in a solid state is depicted in 2D and 3D as a solder joint in Fig. 2. Contact angle of the solder at different soldering times is shown in Fig. 3. Results indicated that the contact angle decreased with reflow time. Zang et al. [14] defined “good wettability” as a contact angle less than  $40^\circ$  and a contact angle between  $40$  and  $50^\circ$  as “fair wettability”. Average contact angles were in the range  $8.26^\circ$ - $30.35^\circ$  and exhibited good wetting behavior of the solder with soldering times ranging from 20s to 240s. In addition, fair wettability was achieved at less than 10s soldering time with contact angle of  $48.83^\circ$ .

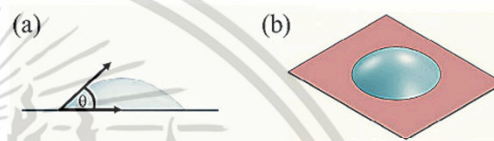


Fig. 2. Schematic of a solder joint; (a) 2D and (b) 3D.

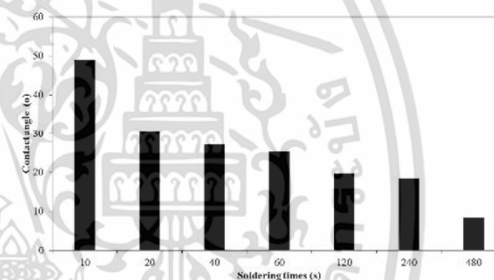


Fig. 3. Contact angle of solder at different soldering times.

#### 3.2 Intermetallic phases

The microstructure and thickness plot of intermetallic phases at different soldering conditions was also examined, as demonstrated in Figures 4 and 5, respectively. To observe the grains of the copper substrate effectively, microstructures were viewed with low magnification and thickness of the intermetallic phases was measured using high magnification. For a given copper substrate, no significant change in grain size of copper substrate was found as soldering time increased. The metal phases found in this experiment were  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ . Under soldering conditions of 240s and 480s, a  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  phase formed between the copper substrate and the  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  phase ( $\text{Cu}/\text{Cu}_3\text{Sn}/\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ ). Generally, increasing thickness of  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  was observed with time. This thickness reduced at 240s, with transformation of  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  to the  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  phase by depletion of Sn which diffused to the Cu side to form a thin phase of  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ . In addition,  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  phase growth was restricted by the  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  phase as fewer Cu atoms diffused from the substrate to the  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  phase [15]. After soldering time of 480s, both  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  and  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  phases showed high growth rates. This occurred as a result of either adding Cu or subtracting Sn from  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ . Meanwhile, addition of Cu

by Cu atom refers to the dissolved substrate [16-17]. Therefore, Cu<sub>3</sub>Sn phase grows rapidly. Elemental compositions of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and Cu<sub>3</sub>Sn were determined by EDS analysis as illustrated in Table 1, and results were consistent with Zuozhu et al. [18]. Crystal structure of the intermetallic phases was hexagonal. The intermetallic phases found in this study were in good agreement with those reported in previous literature [19-20].

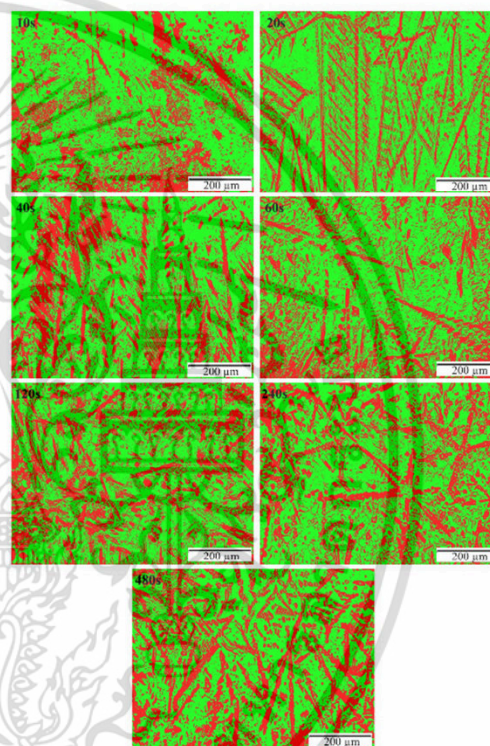
matrix increased with soldering time due to increased nucleation during solder solidification.

**Table 1.** Composition of intermetallic phases.

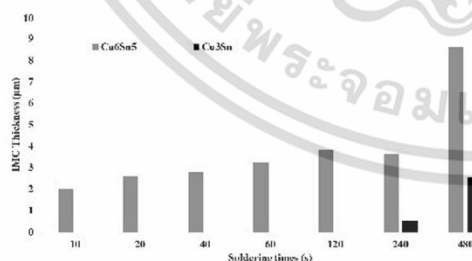
Phase	Cu (at.%)	Sn (at.%)	Ref.
Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	51.11-52.77	Balanced	This study
Cu <sub>3</sub> Sn	70.74-73.38	Balanced	This study
Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>	53.30	44.70	[18]
Cu <sub>3</sub> Sn	74.90	25.1	[18]



**Fig. 4.** SEM microstructure with soldering time.

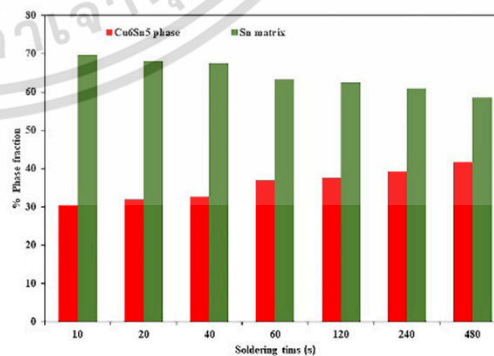


**Fig. 6.** Phase fraction of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> with soldering time.



**Fig. 5.** IMC thickness with soldering time.

Fig. 6 shows the phase fraction of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> in the Sn matrix determined by advanced phase analysis, with results expressed as phase fraction area. Fig. 7 illustrates the percentage of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase in the solder for all time points. Volume fraction of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase in the solder



**Fig. 7.** Percentage of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase in Sn matrix.

Thickness of the intermetallic phase was elucidated by equations (2) and (3).

$$Y = kt^n \quad (2)$$

$$\text{Log } Y = \text{log } k + n \text{ log } t \quad (3)$$

where Y is the thickness of the intermetallic phase, k is the intermetallic growth rate constant, t is the reflow soldering time, and n is the time exponent.

The value of n was determined from the slope of plot between log Y with log t. It is well known that volume of n has a significant effect on the growth rate of the intermetallic phase. When n=1/3, the intermetallic phase growth follows the grain boundary diffusion-controlled; when n=1/2, the intermetallic phase growth follows the volume diffusion-controlled; when n=1, the intermetallic phase growth follows the reaction-controlled [21-23]. The time exponent values for Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and Cu<sub>3</sub>Sn phases were 0.083 and 0.682, respectively. This phenomenon can be explained in terms of the growth rate controlled by grain boundary diffusion and volume diffusion-controlled for Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and Cu<sub>3</sub>Sn phases, respectively. In summary, relationship between the contact angle and intermetallic phase formation resulted from increase of the intermetallic phase during soldering in response to decreasing contact angle.

#### 4. Conclusion

Influence of soldering time on contact angle and intermetallic phase formation during soldering were investigated. Insignificant change in grain size of copper substrate was recorded as soldering time increased. However, increasing soldering time significantly altered contact angle of the solder and intermetallic phases. Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and Cu<sub>3</sub>Sn phases were found at the interface zone. The Cu<sub>3</sub>Sn phase only formed when the reflow time became very long. Total thickness of the intermetallic phase increased with post-soldering time, implying that the mechanisms were controlled via grain boundary and volume diffusion. Thus, soldering time was fundamental for controlling wettability and intermetallic phase formation within the soldering process, and necessary to determine a comprehensive approach to develop overall performance of high-temperature solders.

#### Acknowledgements:

This research was financially supported by Faculty of Engineering, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL).

#### References

1. D.R. Reinoso, *IEEE International Conference on Test* (2005)
2. S. Prabhu, K.N, *Adv. Colloid. Interface. Sci.* **166**, 87–118 (2011)
3. J. Watson, G. Castro. *Analog Dialogue* 46-04 (2012)
4. J. Liang, N. Dariavach, P. Callahan, D. Shangguan, *Mater Trans.* **47**, 317–325 (2006)
5. C. Lei, H. Huang, Y. Huang, Z. Cheng, S. Tang, Y. Du, *Powder Tech.* **301**, 356–359 (2016)
6. L. Zang, Z. Yuan, H. Zhao, X. Zhang, *Mater Lett.* **63**, 2067–2069 (2009)
7. Q. Zeng, J. Guo, X. Gu, X. Zhao, X. Liu, *J. Mater. Sci. Technol.* **26**, 156–162 (2010)
8. H. Wang, F. Wang, F. Gao, X. Ma, Y. Qian, *J. Alloy Comp.* **433**, 302–305 (2007)
9. D.Q. Yu, H.P. Xie, L. Wang, *J. Alloy Comp.* **385**, 119–125 (2004)
10. M. F. Arenas, V. L. Acoff, *J. Electron Mater.* **33**, 1452–1458 (2004)
11. T. Novak, J. Sary, F. Steiner, P. Stejskal, *Electroscope, Conference EDS* (2009)
12. Y.Y. Chen, J.G. Duh, *J. Mater. Sci.* **11**, 279–283 (2000)
13. L. Lin, S. Hui, G. Lu, S-L. Wang, X-D. Wang, D.J. Lee, *Chem Eng Sci.* **174**, 127–135 (2017)
14. L. Zang, Z. Yuan, H. Xu, B. Xu, *Appl Surf Sci.* **257**, 4877–4884 (2011)
15. X. Wang, J. Han, F. Guo, L. Ma, Y. Wang, *International Conference on Electronic Packaging Technology* (2017)
16. C. Yu, H. Lu, S. Li, *J. Alloy Comp.* **460**, 594–598 (2008)
17. Y. Wang, D.T. Chu, K.N. Tu, *IEEE Electronic Components and Technology Conference*, 439–446 (2016)
18. Z. Yin, F. Sun, M. Guo, *Mater Lett.* **215**, 207–210 (2018)
19. S. Fürtauer, D. Li, D. Cupid, H. Flandorfer, *Intermetallics*, **34**, 142–147 (2013)
20. N. Mookam, K. Kanlayasiri, *ICMM, international Conference on Mechatronics and Manufacturing* (2018)
21. M. Schaefer, R.A. Fomelle, J. Liang, *J. Electron Mater.* **27**, 1167–1176 (1998)
22. X. Deng, G. Piotrowski, J.J. Williams, N. Chawlai, *J. Electron Mater.* **32**, 1403–1413 (2003)
23. Y. Yao, J. Zhou, F. Xue, X. Chen, *J. Alloy Comp.* **682**, 627–633 (2016)

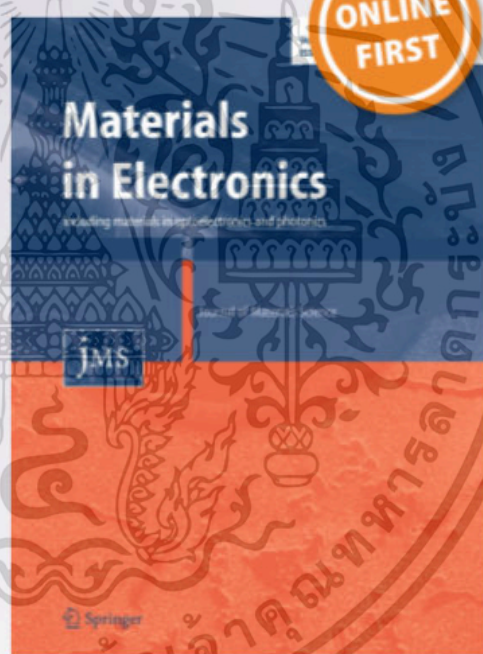
*Effects of substrate annealing on wettability  
and intermetallic compound formation in  
Sn-3.0Cu/Cu systems*

**Niwat Mookam & Kannachai Kanlayasiri**

Journal of Materials Science:  
Materials in Electronics

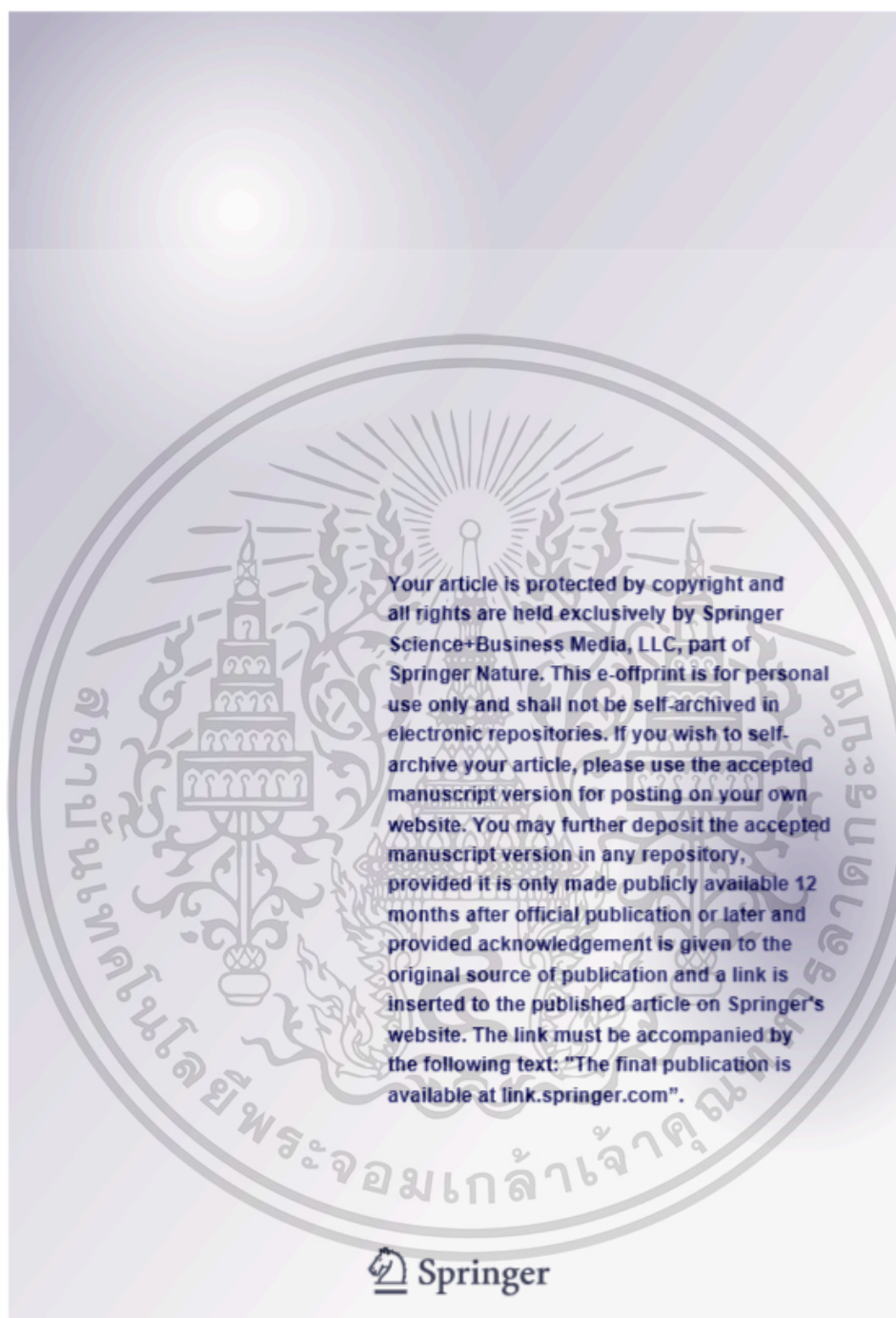
ISSN 0957-4522

J Mater Sci: Mater Electron  
DOI 10.1007/s10854-019-01566-9



 Springer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



## Effects of substrate annealing on wettability and intermetallic compound formation in Sn–3.0Cu/Cu systems

Niwat Mookam<sup>1</sup> · Kannachai Kanlayasiri<sup>1</sup> Received: 31 January 2019 / Accepted: 22 May 2019  
© Springer Science+Business Media, LLC, part of Springer Nature 2019

### Abstract

This paper investigates the effects of Cu substrate annealing on the wettability of Sn–3.0Cu lead-free solder and the subsequent growth of the intermetallic compounds that are formed at the interface between the solder and the substrate. The annealing processes yielded various grain sizes, grain orientations, and residual strains within the substrates. Then, effects of the Cu substrates on the wetting and intermetallic formation were studied via reflow soldering using Sn–3.0Cu lead-free solder. The annealed substrates were compared to an unannealed Cu reference at soldering times of 20, 40, 60 and 120 s. The experimental results demonstrated that the substrate grain orientation, residual strain and grain size exert no influence on the solder wettability. After soldering, only a  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> intermetallic compound was observed in the interfacial layer for both the reference and annealed copper substrates. The thickness of the  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> layer was found to be independent of the substrate grain size but increased as the misorientation angle and the residual strain in the substrate increased.

### 1 Introduction

In the electronics industry, soldering, especially reflow soldering, is a key process in the assembly of electronics devices [1–3]. Due to its functionality and low cost, Sn–Cu alloys are commonly used as lead-free solder in the electronic packaging field [4, 5]. Copper is the most widely used substrate in underbump metallization (UBM) and ball grid arrays (BGAs) [5, 6]. This is because it possesses satisfactory electrical conductivity, easily dissolves into a molten solder during soldering, and the solder-substrate reactions induce an intermetallic compound (IMC) layer to form. The formation of a thin, continuous and uniform IMC layer is desirable for a satisfactory metallurgical bond. However, excessive IMC growth undermines the reliability of solder joints [6–9] due to increased brittleness and higher electrical resistivity [1–3]. In addition, the crystal orientation also affects the formation and growth of the IMC. Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and Cu<sub>3</sub>Sn form on a substrate with a preferred orientation. The lower misfit directions between the IMC and substrate promote intermetallic formation and growth [10–12].

The extents of the interfacial reactions and the IMC growth depend on a variety of factors, e.g., chemical reactions, volume diffusion and grain boundary diffusion [13–15]. Thus, it is operationally feasible to manipulate the IMC's growth behavior through substrate-solder alloy diffusion since it is a function of the substrate grain size [16, 17]. A review of the literature also revealed various phenomena in the IMC's growth behavior that depend on the substrate grain size. Cao et al. and Lee et al. [16, 18] observed that the thickness of the IMC increased with the fine grain size due to the increased diffusion path of the grain boundary, which enhanced the atomic diffusion and the growth rate of the intermetallic phase. Since atomic diffusion through a grain boundary is much faster than through a lattice, it has also been reported that the IMC's growth was reduced by using larger copper grain sizes. This was because of the lower diffusion path of copper atoms along the shortened grain boundary [19, 20]. In contrast, Wang et al. reported that the thickness of the IMC increased as the grain size increased. This was due to the presence of larger substrate grains, which promoted the combination of the chemical reaction and diffusion mechanisms. As the grain boundary of the substrate decreased, the atomic diffusion along the grain boundary also decreased. Thus, the diffusion became slower, thereby resulting in a transition from a diffusion mechanism to a chemical reaction mechanism [20]. The larger substrate grains accelerate the chemical reaction due to the dissolution

✉ Kannachai Kanlayasiri  
kkkannac@kmitl.ac.th

<sup>1</sup> Department of Industrial Engineering, Faculty of Engineering, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

of copper atoms from the substrate into the solder. Hence, an increasing grain size would accelerate a chemical reaction at the interface, thereby resulting in a thicker IMC layer [21].

It has also been reported that the wetting of molten solder on micrometer-grain copper substrate outperformed that on nanocrystalline-grain substrate because due to the grain boundary, more adsorption of impurities takes place, thereby resulting in the reduction of the surface free energy [22]. Moreover, the grain boundary angle plays a crucial role in the stability of the liquid because a higher angle grain boundary (HAGB) with higher energy is more conducive to liquid wetting. A HAGB remains wetted by the liquid at a lower temperature compared to low-angle grain boundaries (LAGBs) [23–27].

This research aims at explaining the effects of the annealed copper substrate on the wettability of Sn–3.0Cu lead-free solder and on the growth of the intermetallic compound. The copper substrate was annealed at 300 °C, 600 °C and 900 °C for 1 h. Then, the electron backscatter diffraction (EBSD) technique was used to ascertain the grain orientation and the residual strain of the copper substrates.

## 2 Materials and procedure

### 2.1 Materials and sample preparation

The substrate that was used in this research was pure copper (99.99%) according to the JIS H3100 standard. The original copper substrate was manufactured via the rolled and half-hard tempering process. The substrate had a thickness of 1.5 mm and was cut into 20 × 10 mm rectangles, which were annealed at 300 °C, 600 °C and 900 °C for 1 h to vary the grain size. After annealing, the copper was polished with #1000 abrasive paper to remove the oxidized surface layer. The copper surface was cleaned in an HCl solution, cleaned in ethanol and air-dried. The surface roughness was evaluated by a surface roughness tester (Mahr, MarSurf PS1) with a cut-off length and scan length of 0.80 and 5.60 mm, respectively. The arithmetic mean roughness ( $R_a$ ) of the original substrate and the substrate annealed at 300 °C, 600 °C, and 900 °C was approximately  $0.058 \pm 4.5 \times 10^{-6}$  μm,  $0.053 \pm 2.0 \times 10^{-6}$  μm,  $0.065 \pm 8.0 \times 10^{-6}$  μm and  $0.064 \pm 32 \times 10^{-6}$  μm, respectively. No significant difference between the surface roughness values was observed.

Sn–3.0Cu (in wt%) commercial lead-free solder from Ultracore Co., Ltd., which is a high-temperature lead-free solder within the alloy family, was used in this work. The weight percentage of the solder was confirmed using an optical emission spectrometer (ALR 3460 Thermo). The solidus and liquidus temperatures of the solder are 227 °C and 309 °C, respectively. Prior to soldering, the solder bar was cast into cylindrical solder rods of 6.5 × 1.24 mm in diameter

and thickness, which were 0.041 cm<sup>3</sup> in volume, according to the JIS Z3198-3: 2003 standard.

Reflow soldering was subsequently conducted at 350 °C using a hot plate. The flux droplets that were applied to the copper substrate were Ultracore flux, RC-15SH RMA (15%). The soldering time varied among 20, 40, 60 and 120 s.

### 2.2 Spreading and contact angle measurements

After soldering, the shape of the liquid solder spreading over the solid substrate was determined by a 3D scanner (GOM, ATOS Core 300). The scanned images were analyzed using the GOM Inspect software to determine the contact angles according to the JIS Z3198-3: 2003 standard.

### 2.3 Microstructure and crystallographic investigation

The substrate samples were ion milled using a HITACHI, IM 4000 PLUS. The grain microstructure was analyzed using an Olympus BX60M optical microscope and the grain size numbers (G) were determined using image-analysis software according to the ASTM E 1382 standard. The grain orientation was determined via electron backscatter diffraction (EBSD) using a HITACHI SU8230 field emission scanning electron microscope (FESEM) that was equipped with an OXFORD EBSD detector. The crystallographic texture of the substrate grains (the grain distribution) was determined based on pole figures (PFs), the grain orientation spread (GOS), misorientation angles (MOS) and the kernel average misorientation (KAM) using Emax Evolution 3.2.

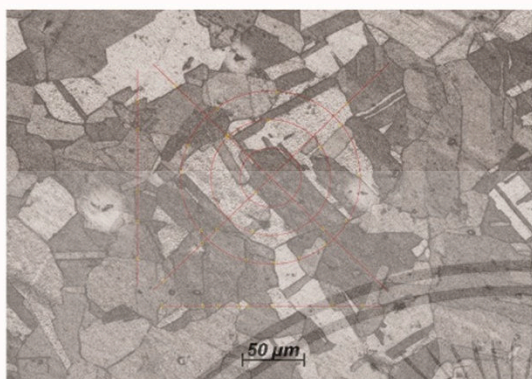
The microstructure of the intermetallic compound (IMC) was determined using an OLYMPUS BX60M optical microscope and a JEOL JSM-5800LV scanning electron microscope (SEM). The IMC chemical composition was analyzed using an OXFORD INSTRUMENTS X-Max energy dispersive spectroscope (EDS). The IMC thickness (growth behavior) was examined based on 3500x SEM images using Image-Pro<sup>®</sup> Express and the IMC lattice structure was analyzed using a Bruker D8-Discover X-ray diffractometer (XRD).

## 3 Results and discussion

### 3.1 Microstructure of the copper substrates

The grain size numbers (G) of the copper substrates were determined via automatic image analysis with the intercept method, as illustrated in Fig. 1. A larger G value corresponds to a smaller grain size. The G value can be calculated via Eq. (1) [28]:

$$G = (6.643856 \log_{10} \bar{P}) - 3.288. \quad (1)$$

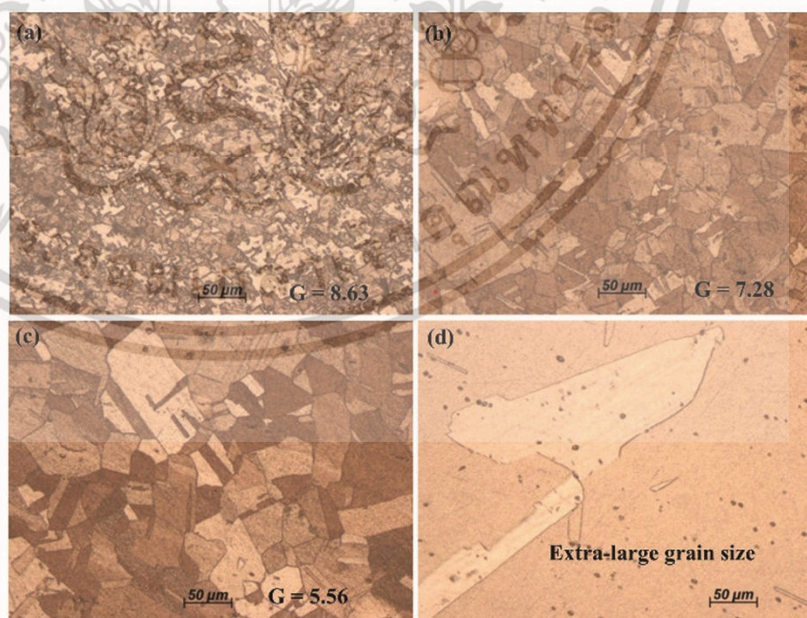


**Fig. 1** Determination of  $G$  using the ASTM E112-10 intercept technique

where  $\bar{P}$  is the number of grain boundary intersections per unit length.

The microstructure images and corresponding  $G$  values of substrates are shown in Fig. 2. The microstructure of the reference Cu substrate (non-annealed) is presented in Fig. 2a, which exhibits a small grain size. Following the annealing treatment, the microstructure was modified as shown in Fig. 2b–d. The  $G$  values of the non-annealed and 300 °C-, 600 °C- and 900 °C-annealed substrates were 8.63, 7.28 and 5.56, respectively. Hence, the increase of the annealing temperature led to an increased grain size. However,

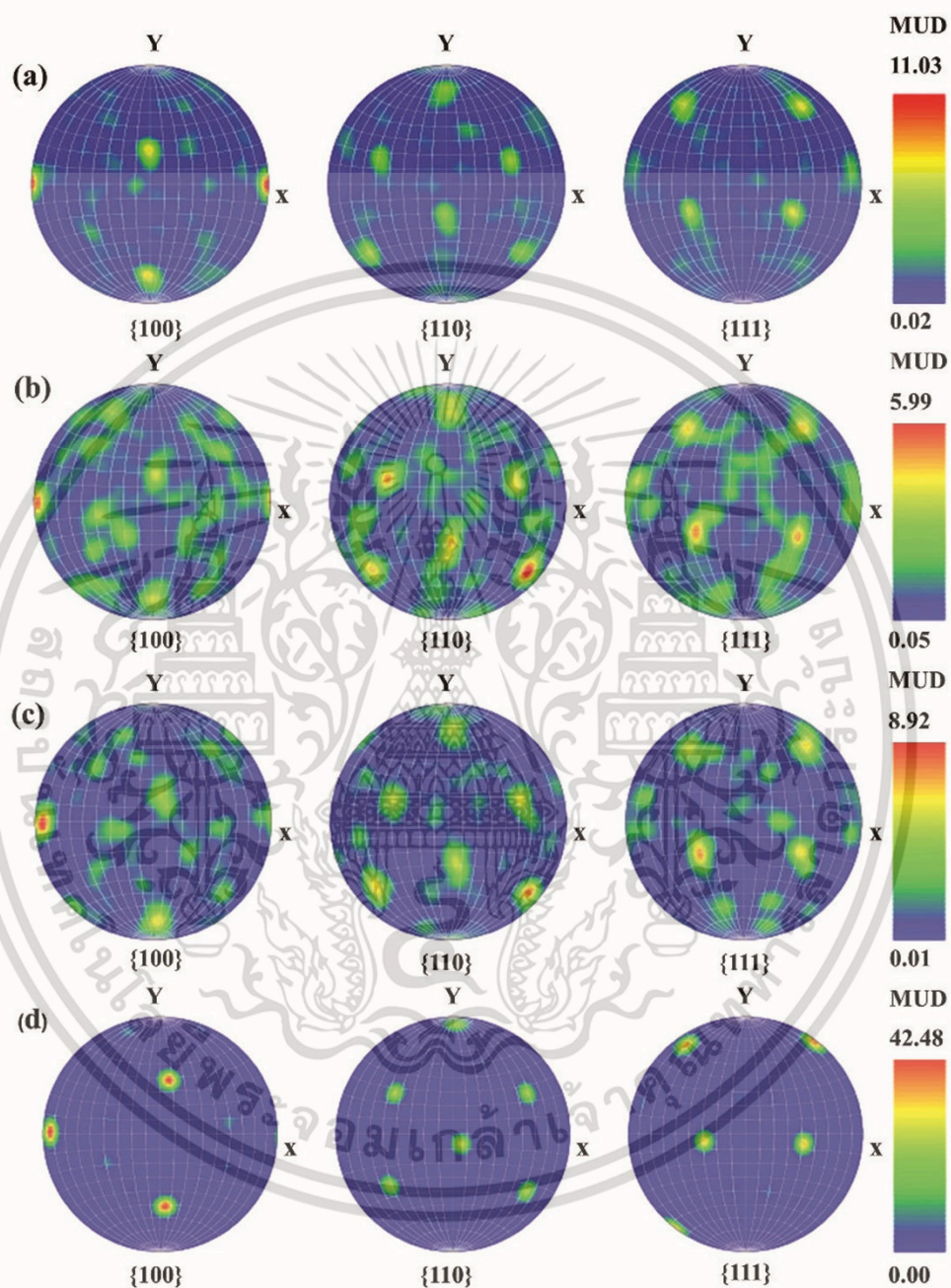
**Fig. 2** Microstructure images of **a** the non-annealed and **b** 300 °C-, **c** 600 °C-, and **d** 900 °C-annealed substrates



the grain size of the 900 °C-annealed substrate exceeded the largest grain size under the ASTM standard [extralarge grain (ELG)].

The crystallographic textures (namely, the grain orientations) of the substrates in terms of multiples of the uniform distribution (MUDs) of PF for the {100}, {110} and {111} cubicle planes are shown in Fig. 3. The maximum MUDs of the non-annealed and 300 °C-, 600 °C- and 900 °C-annealed substrates were 11.03, 5.99, 8.92 and 42.48, respectively. The experimental results demonstrate that the higher annealing temperatures contributed to a larger angle preferred orientation, as evidenced by the higher MUD values. However, recrystallized grain may form in the subsequent stages of copper plate manufacturing processes [29]. The preferred orientation in the deformed substrate depends on the grain size and the annealing temperature. After thermal annealing, fine recrystallized grain was not detected; however, coarsening and growth of the grain were observed. Red regions in the spread of the nonuniform distribution were identified for all planes, thereby leading to the subsequent enhancement of the surface diffusion. Hence, the atoms could readily diffuse across the coarsening-grained substrate.

Interestingly, the orientation distribution became more uniform as the annealing temperature increased. The most red regions were observed with the copper substrate that was annealed at 900 °C, which was found to prefer the orientation of the {100} crystal planes, which are parallel to the X- and Y-axes. In these experiments, the X- and Y-axes



**Fig. 3** Pole figures of **a** the non-annealed and **b** 300 °C-, **c** 600 °C-, and **d** 900 °C-annealed substrates

are defined by the rolling direction (RD) and the transverse direction (TD), respectively.

The grain orientation spread, or GOS, shows the average misorientation angle between each measured point (in a grain) and the average grain orientation. The GOS is used to distinguish between recrystallized and deformed grains. Figure 4a–d illustrate the GOSs of the non-annealed and 300 °C-, 600 °C- and 900 °C-annealed substrates, which have mean GOSs of 2.35°, 3.15°, 3.05° and 0.90°, respectively. A low GOS was realized under higher temperature annealing conditions, where stress relaxation occurred and large crystallized grains formed [30, 31]. In addition, a low GOS was attributable to a decrease in the grain dislocation density and deformation [32]. A lower GOS corresponds to a strain-free grain, while a higher value corresponds to retained deformation (strain) inside the grain [33]. The mean GOS value of the non-annealed substrate was lower than those of substrates with grain coarsening (300 °C and

600 °C). Intragranular misorientations reveal the presence of geometrically necessary dislocations and are indicative of stored energy. This can be interpreted as being almost fully recrystallized [34]. The higher energy dislocations are annihilated first; hence, the remaining dislocations correspond to low-energy configurations. Thus, the subsequent formation of grain structures is composed of low-angle grain boundaries. Therefore, high-temperature annealing outperformed low-temperature annealing in terms of the GOS value due to the lower average misorientation angle. Strong grain coarsening contributes to an increase in the average grain size and decreases in the grain boundary and grain misorientation [35].

However, the grain boundary angle in the microstructure affects the surface energy of the grain boundaries. The energy of a grain boundary increases with the grain boundary angle. Grain boundaries are divided into two main types: low-angle grain boundaries (LAGBs) and high-angle

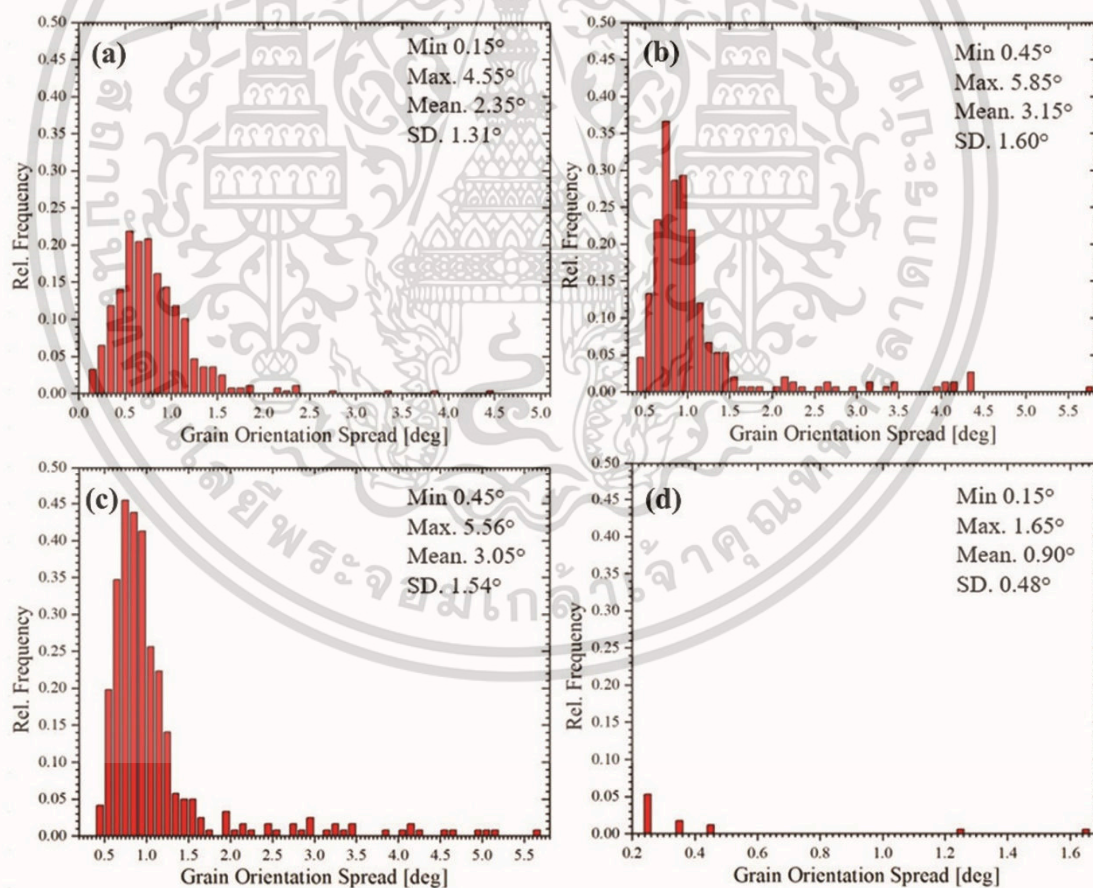


Fig. 4 Grain orientation spreads of the substrates: a the non-annealed and b 300 °C-, c 600 °C-, and d 900 °C-annealed substrates

grain boundaries (HAGBs). If the misorientation angle (MOS) between the grains exceeds  $10^{\circ}$ – $15^{\circ}$ , the resultant grain boundaries are called HAGBs. If the misorientation angle is less than  $10^{\circ}$ , they are called LAGBs [36]. Figure 5 illustrates the grain boundaries of the substrates. The color of each boundary is related to the MOS. Most LAGBs for which the MOS is below  $10^{\circ}$  are colored red. HAGB is indicated by green and blue colors. Green HAGB corresponds to an MOS range of  $10^{\circ}$ – $50^{\circ}$ , while blue HAGB corresponds to an MOS that exceeds  $50^{\circ}$ .

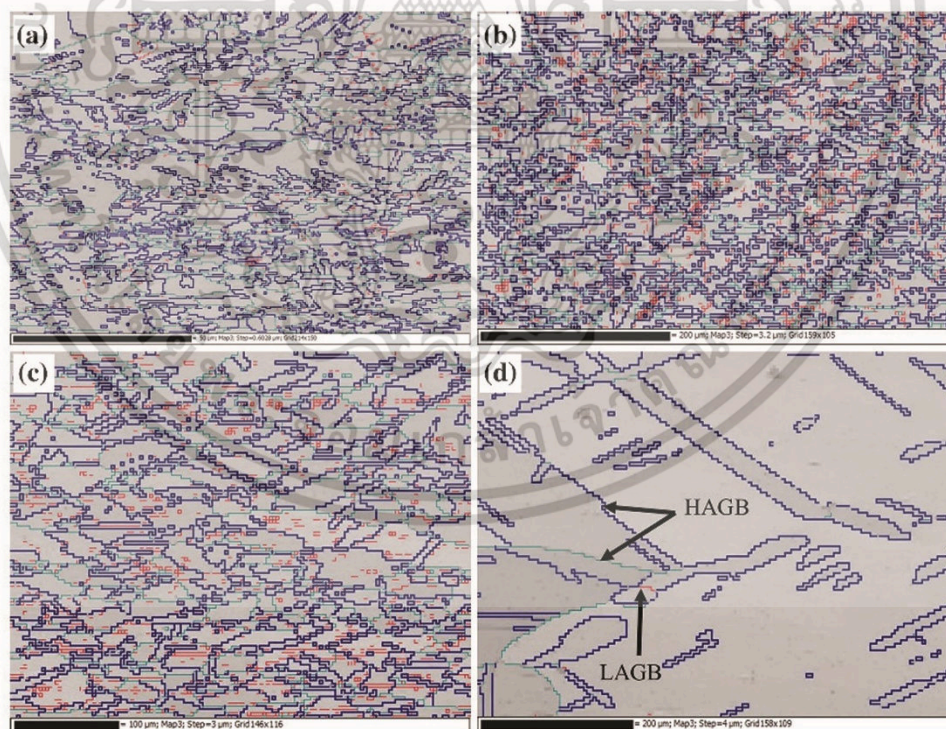
Grain growth occurs in both annealed substrates ( $300^{\circ}\text{C}$  and  $600^{\circ}\text{C}$ ) with large HAGB. The highly misoriented grain (shown in blue) contributed to the high residual strain of the copper substrate, which is consistent with the results of Glushko et al. [35] in that the strain increased with the grain refinement of HAGB. However, annihilation of the HAGB was observed at a high annealing temperature ( $900^{\circ}\text{C}$ ). Grain boundary relaxation occurs with high annealing temperature and a decrease in the grain boundary.

The local strain distribution in each grain was evaluated in terms of the kernel average misorientation (KAM). The KAMs for the substrates are plotted in Fig. 6. Higher KAM volumes (shown in green) were observed under the  $300^{\circ}\text{C}$

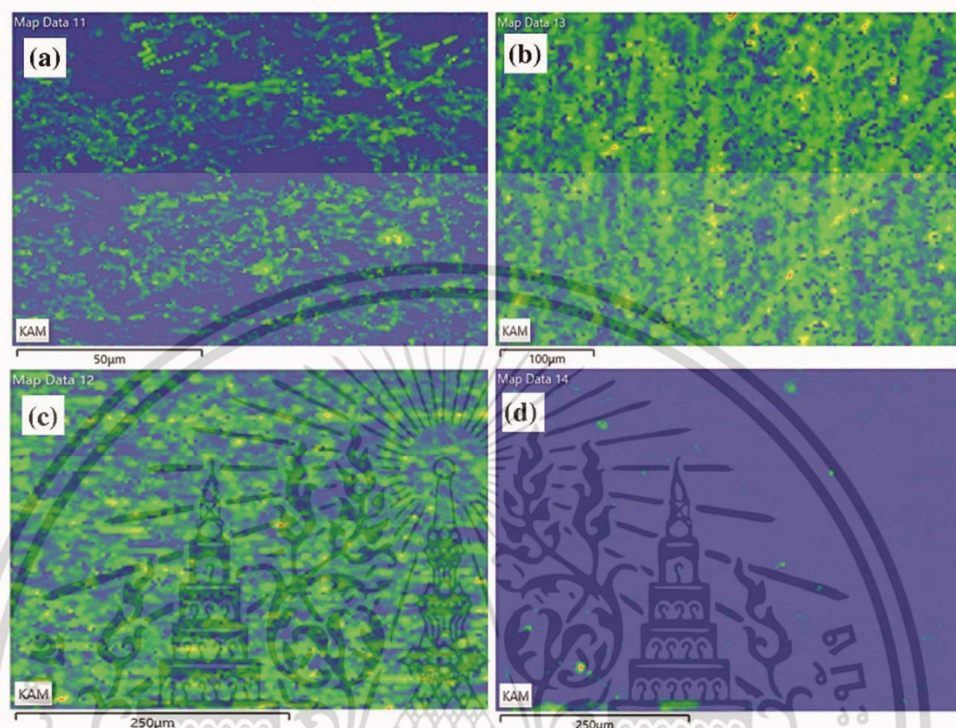
and  $600^{\circ}\text{C}$  conditions, which correspond to higher dislocation density and higher strain compared to the non-annealing condition. At  $300^{\circ}\text{C}$  and  $600^{\circ}\text{C}$ , the larger GOS values and HAGBs were associated with higher strain. Under the  $900^{\circ}\text{C}$  annealing condition, the KAM volume was low, which suggests low dislocation density and strain with the increase in temperature. However, within the non-annealed substrate, strains and dislocation densities were observed that are attributable to residual strain hardening. This hardening occurred during the half-hard tempering process, which is consistent with Ho et al. [30]. Takayama et al. [37] report that the strain energy was lower during the deformation of fine-grained structures, as it is difficult for structures of this type to store energy during the high-temperature deformation. Hence, the strain energy is controlled by the grain dislocation density and deformation. The influence of the GOS and the residual strain also decreased under the preferred orientation.

### 3.2 Spreading and contact angle

The extent of solder spreading was determined by the wetting behavior of the solidified solder on the substrate. During



**Fig. 5** Grain boundaries of the substrates: **a** the non-annealed and **b**  $300^{\circ}\text{C}$ -, **c**  $600^{\circ}\text{C}$ -, and **d**  $900^{\circ}\text{C}$ -annealed substrates



**Fig. 6** Kernel average misorientation (KAM) of **a** the non-annealed and **b** 300 °C-, **c** 600 °C-, and **d** 900 °C-annealed substrates

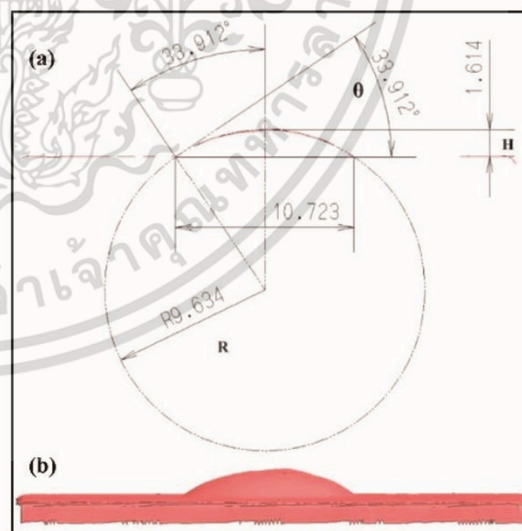
soldering, the reduced surface energy caused the shape of the solder to change [38]. The increased contact area relative to the initial contact area corresponds to the wetting behavior of the solder, namely, the wettability is a function of the surface energy of the solid/liquid interface [39]. The solder wettability is determined by Young's equation:

$$\gamma_{SF} = \gamma_{SL} + \gamma_{LF} \cos \theta_c \quad (2)$$

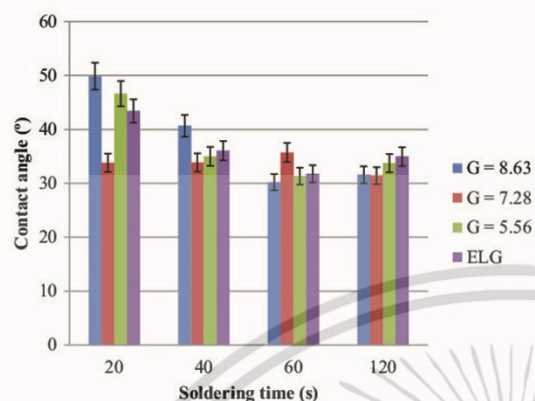
where  $\gamma_{SF}$ ,  $\gamma_{LF}$ , and  $\gamma_{SL}$  are the surface tensions of the substrate/flux, liquid solder/flux, and substrate/liquid solder interfaces, respectively.

The 2D and 3D scan profiles of the postsoldering specimens (600 °C annealing) with a 120-s soldering time are illustrated in Fig. 7.

The wettability of the solder on the copper substrate is determined by the contact angle of the solder on the substrate. Figure 8 illustrates the contact angles ( $\theta$ ) for four soldering times (20, 40, 60, and 120 s) for G values of 8.63, 7.28, 5.56 and ELG for various substrates. For short soldering times (20–40 s), the initial wettability of the solder on small grains ( $G = 8.63$ ) was less than on the large-grain substrate (annealing substrate) since the small grains have grain boundaries that can easily absorb impurities, namely,



**Fig. 7** Scan profiles of the postsoldering specimens (600 °C annealing) with a 120-s soldering time: **a** 2D and **b** 3D



**Fig. 8** Contact angles under four soldering times for G values of 8.63, 7.28, and 5.56 and ELG for the non-annealed and 300 °C-, 600 °C- and 900 °C-annealed substrates, respectively

residual oxygen and molecules. This leads to absorption and segregation on their surfaces/interfaces and residual oxygen results in decreased surface free energy [22]. Consequently, a short soldering time and the LAGB of the substrate provided a narrower spreading of non-annealed substrate than of annealed substrate. Hence, long soldering times (40, 60 and 120 s) resulted in negligible differences in contact angles, as the solder spreading had reached the equilibrium stage.

The relationship between the contact angle ( $\theta$ ) and the solder wettability is as follows: *excellent* wettability for  $0^\circ < \theta < 30^\circ$ ; *satisfactory* wettability for  $30^\circ < \theta < 40^\circ$ ; *fair* wettability for  $40^\circ < \theta < 50^\circ$ ; *poor* wettability for  $50^\circ < \theta < 70^\circ$ ; and *extremely poor* wettability for  $\theta > 70^\circ$  [40, 41]. In this research, long soldering time contributed to decreased contact angles for all the substrate grain sizes. In addition, satisfactory solder wettability ( $30^\circ < \theta < 40^\circ$ ) was realized under soldering times of 40, 60 and 120 s, with contact angles in the range of 30.19–40.67°. However, satisfactory solder

wettability was realized under long soldering times. During the first stage of contact between the liquid solder and a fresh substrate surface, the interface reaction rate is maximal, thereby leading to a rapid decrease in the contact angle. An exception to this is when incomplete melting of the solder affects the solid-phase content (mixture of the solid and liquid phases). An increase in the soldering time enables the solder to melt completely. Dissolution of the copper into the solder modifies the geometry at the triple line and, hence, the interfacial energies are modified. In addition, the contact angle decreases and gradually approaches equilibrium with the decrease in the reaction rate of the system. Thus, a long reaction time and a lower reaction rate lead to the assumption of the equilibrium contact angle. The substrate grain orientation has no effect on the solder wettability. When liquid metal droplets were present on various crystal orientations, they generated very similar wetting process results.

Table 1 presents the relationship between the grain size and the contact angle that was obtained in this study and comparable results from the literature [22, 42]. It is concluded that the findings of this study accord with the related literature, in which comparable time and grain size are reported. However, in this study, the contact angle of the wetting of the solder on the substrate was measured after soldering in the solid-state, while in previous work, the wetting was measured during heating. Hence, the contact angles of the solder may differ slightly between the two studies. Although the wetting was affected by surface roughness of the substrate [43], the surface roughness of copper substrate used in this study was not different. Therefore, the surface roughness did not significantly affect the wetting results.

#### 4 Microstructure of the intermetallic compound

The intermetallic compound that formed between the solder and the substrate was  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ , as determined via EDS, with 51.43–59.30 at.% for Cu and 40.70–48.57 at.% for Sn; the

**Table 1** Contact angles of solder for various substrate grain sizes

Soldering system	Substrate grain size	Initial contact angle	Stable contact angle	Soldering time/temperature	Ref.
Sn-3.0Cu/Cu	18.14 ± 1.15 μm (G = 8.63)	49.88°	30.19–31.57°	20–120 s 350 °C	This work
	28.91 ± 0.39 μm (G = 7.28)	33.78°	31.43–33.78°		
	53.31 ± 1.10 μm (G = 5.56)	46.61°	31.32–33.75°		
	ELG	43.15°	31.73–36.02°		
Sn3.5Ag0.7Cu/Cu	30 ± 10 μm	55°	27–30°	0–25 s 228–284 °C	
Sn3.5Ag0.7Cu/Ni	30 ± 10 μm	70–75°	33–42°	0–1000 s 228–248 °C	[42]

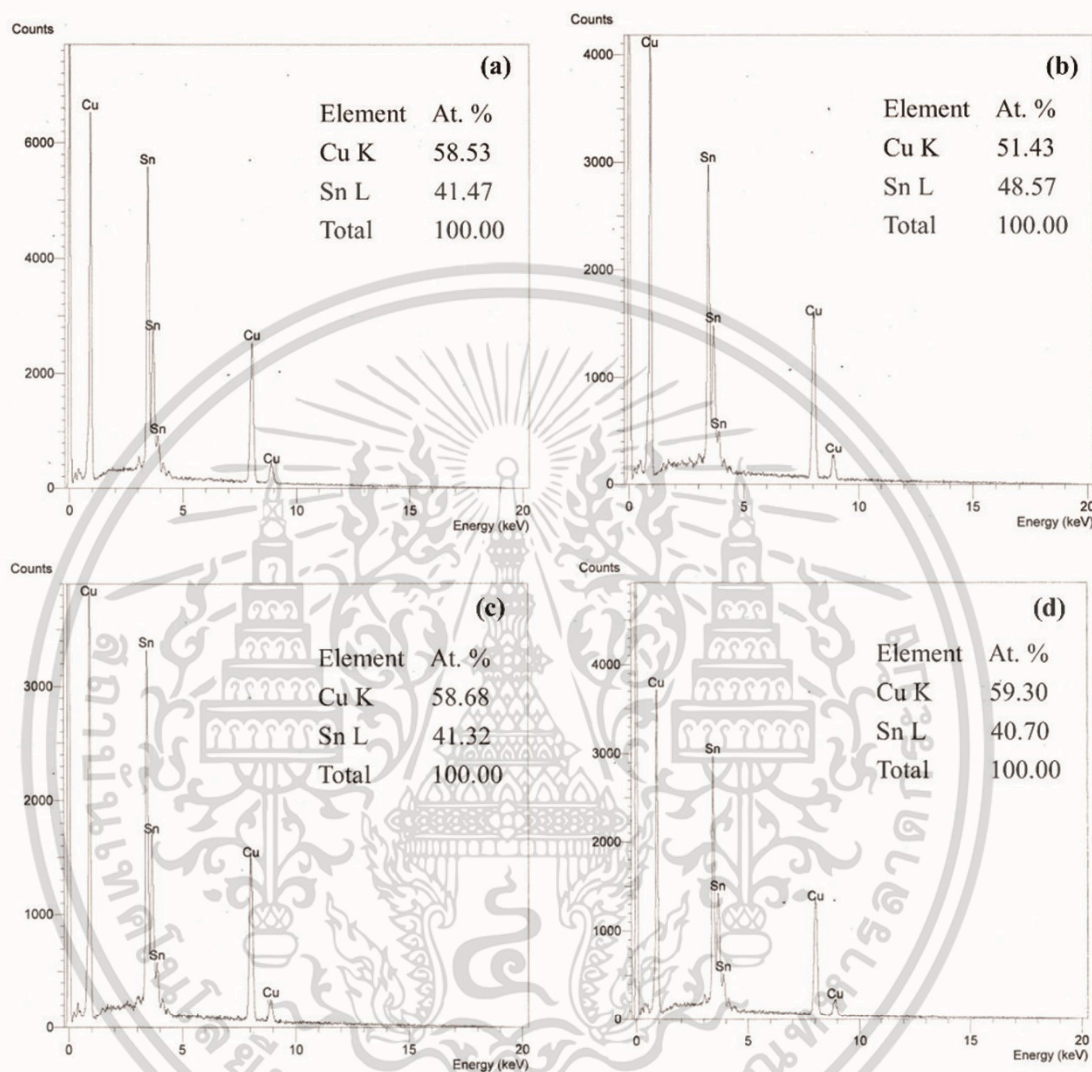
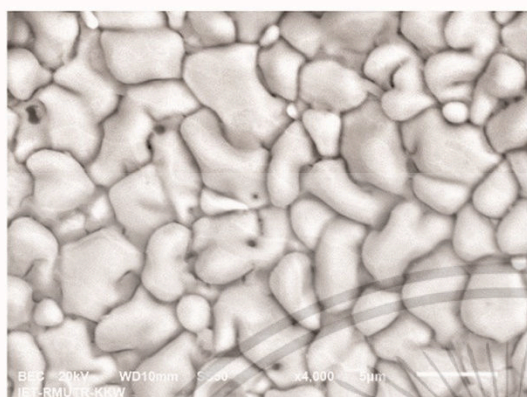


Fig. 9 EDS patterns of the soldered specimens: **a** the non-annealed and **b** 300 °C-, **c** 600 °C-, and **d** 900 °C-annealed substrates

EDS patterns are presented in Fig. 9. This chemical composition is consistent with the  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  phase according to the Sn–Cu phase diagram [44].

According to the XRD analysis, a single-phase hexagonal  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  intermetallic compound ( $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$ ) is present. Lattice parameters *a*, *b* and *c* of  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  were 0.4200, 0.4200 and 0.5090 nm. In addition, the  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  phase conforms to a B8<sub>1</sub> structure and a space group of P63/mmc, which is consistent with Refs. [45, 46]. A top view of the intermetallic phase after solder removal is shown in Fig. 10. The XRD patterns of the substrate specimens

under a 20-s soldering time are presented in Fig. 11. Nevertheless, neither  $\eta'\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$ , which differs from  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  in terms of structure and is often detected at low temperatures, nor  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  was detected. However, it was reported that in the case of the Sn–Cu interface, the first phase ( $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$ ) was found at the solder/Cu interfaces and led to the formation of the  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  phase [23]. It is possible for  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  to form between the stable interfaces of  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$ /Cu. The formation of  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  is more difficult: a longer soldering time is necessary for forming  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  [10, 47–49]. Furthermore,  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  was detected in a prior study at



**Fig. 10** Top-view SEM images of the  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  phase for determination via XRD

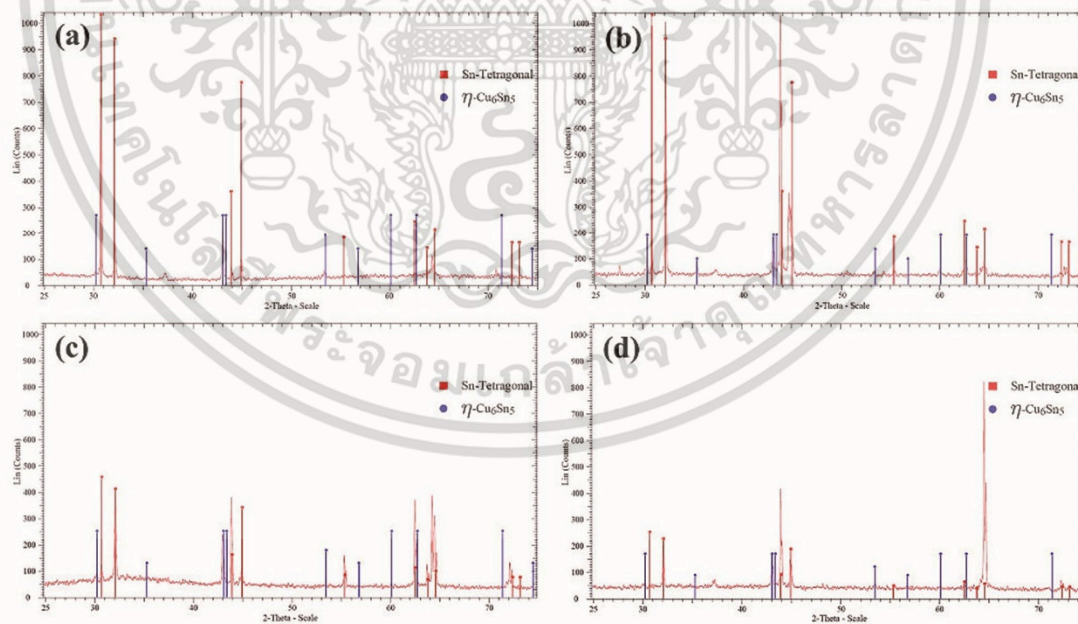
similar compositions and temperature ranges with longer reaction times (240 and 480 s) [49]. Hence, the  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  phase was not transformed into  $\epsilon$ - $\text{Cu}_3\text{Sn}$  under all soldering conditions. The  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  phase that was detected at the interface was of the scallop type.

SEM observation was conducted to study the intermetallic compounds (IMCs) at various soldering times and G

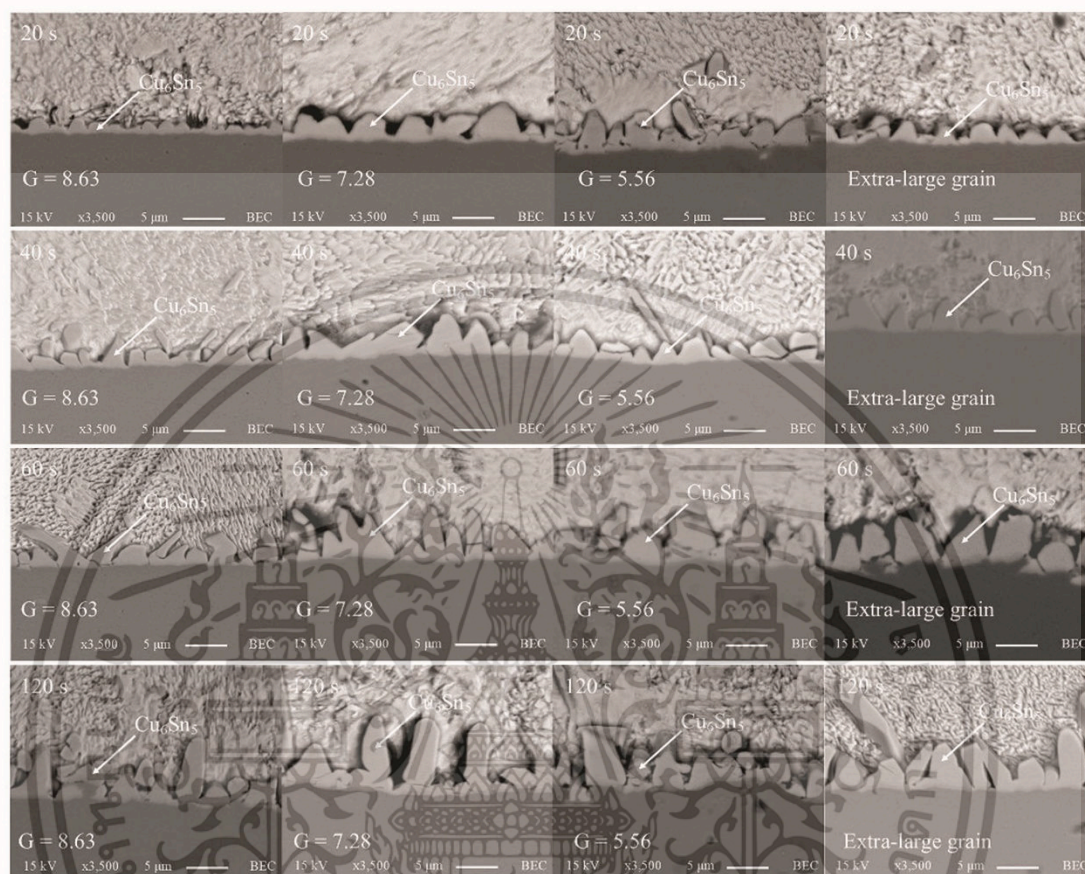
values, as shown in Fig. 12. Each IMC appears to be independent of the substrate grain size, since it depends on the orientation and the residual strain in the grain. The thickness of the IMC phase was found to increase as the misorientation angle and the residual strain in the substrate increase. Furthermore, the substrate grain size had no influence on the kinetics of IMC thickening. As a result of the difference between the G values (namely, between  $G = 8.36$  and ELG), the thickness of the IMC differed slightly. The  $\eta$ - $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  phase forms on the (100) and (111) planes [10]. In this research, a stronger preferred orientation was detected at the (100) plane with a reduction in the formation of regions of nonuniform distribution on the (110) and (111) planes for the original and ELG substrates. Hence, the lower strain and diffusion with the preferred orientation of the substrate reduces the growth of the IMC.

The IMC growth (thickness) under various soldering times and grain sizes is plotted in Fig. 13. The IMC thickness was positively correlated with the soldering time and for the annealed substrate specimens, it was inversely correlated to the grain size. By comparison, the IMC growth of the annealed substrates was higher than that of the non-annealed substrate. This was due to deformed grains causing differences in the residual strain.

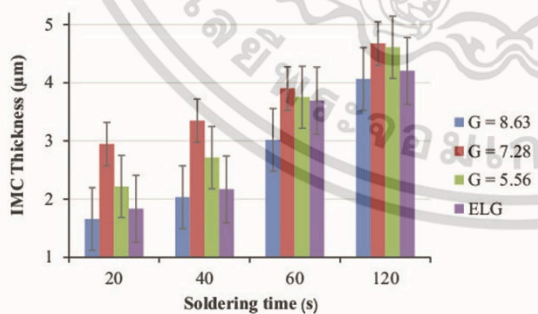
Regarding the trends that were observed in the IMC thickness in this work, it was found that the thickness of the IMC



**Fig. 11** XRD patterns of the soldered specimens under a 20-s soldering time: **a** the non-annealed and **b** 300 °C-, **c** 600 °C-, and **d** 900 °C-annealed substrates



**Fig. 12** SEM images of the intermetallic compound ( $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ ) for four soldering times of 20, 40, 60 and 120 s and G values of 8.63, 7.28, 5.56 and ELG



**Fig. 13** IMC growth (thickness) under variable soldering time and grain size conditions

was independent of the substrate grain size. However, the thickness of the IMC of the original substrate was lower than those of the other substrates. This was because the diffusion of the copper atoms decreased as the residual strain decreased. Thus, the substrate grain size did not affect the kinetics of the IMC thickness. Substrates with high MOS and high residual strain have high energy. As the copper atoms are in an unstable high-energy state, they can easily change positions, thereby leading to improved diffusivity. The thicknesses of the intermetallic compounds increased as the diffusivity of the atom increased [50]. This suggested that the thickness of  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  was independent of the substrate grain size, whereas the IMC depended on the MOS and the strain within the substrate. According to the literature [19–21], various phenomena of the IMC's growth behavior as a function of the substrate grain size have been observed.

However, it was demonstrated in this study that the thickness of the IMC does not necessarily increase with the fine grain size due to the diffusion path of the grain boundary. Due to effect of the residual strain on the grain boundary diffusion, the increase in the residual strain led to increased diffusion.

Larger MOS values are associated with higher diffusivity. In addition, the IMC thickness increased with the MOS and the residual strain. This is consistent with the results of Kim et al. [51], who demonstrated that a larger MOS is associated with larger diffusivity and that atomic diffusion is independent of the grain size. The intermetallic thickness is a function of the misorientation angle and the residual strain of the annealed substrate grain. However, an insignificant change in the substrate grain size was recorded as the soldering time increased [49].

In summary, the research results that are presented here demonstrate that the substrate grain size has no direct influence on the formation and growth of the intermetallic compound (IMC), while the MOS and the residual strain are correlated to the IMC thickness. Thus, the MOS, dislocation density and strain of the substrate are important for controlling the thickness of IMC during the soldering process.

## 5 Conclusions

This research has examined the effects of various copper substrate grain sizes on the contact angle and the spreading of Sn–3.0Cu lead-free solder and on intermetallic compound (IMC) formation and growth. The substrate grain sizes were varied by annealing at 300 °C, 600 °C and 900 °C for 1 h. Four copper substrates were used: a non-annealed reference and 300 °C-, 600 °C- and 900 °C-annealed specimens. Reflow soldering using Sn–3.0Cu lead-free solder was subsequently conducted with the non-annealed and annealed copper substrates at 350 °C under soldering times of 20, 40, 60 and 120 s. The experimental results demonstrated that the substrate grain orientation and strain had no effect on the solder wettability. In addition, the solder spreading exhibited a nonuniform pattern due to a decrease in the interfacial total free energy. Satisfactory solder wettability ( $30^\circ < \theta < 40^\circ$ ) was realized under soldering times of 40, 60 and 120 s for which contact angles in the range of  $30.19^\circ$ – $40.67^\circ$  were observed. The single-phase hexagonal  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  intermetallic compound was present in the interfacial layer between the lead-free solder and the non-annealed and annealed copper substrates. Furthermore, the IMC growth behavior was positively correlated to the soldering time, while the

IMC growth was directly correlated to the MOS and the residual strain.

**Acknowledgments** The authors would like to express sincere gratitude to Faculty of Engineering of King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL) for financial support.

**Data availability** The raw/processed data that are required for reproducing these findings cannot be shared at this time as the data also constitute part of an ongoing study.

## References

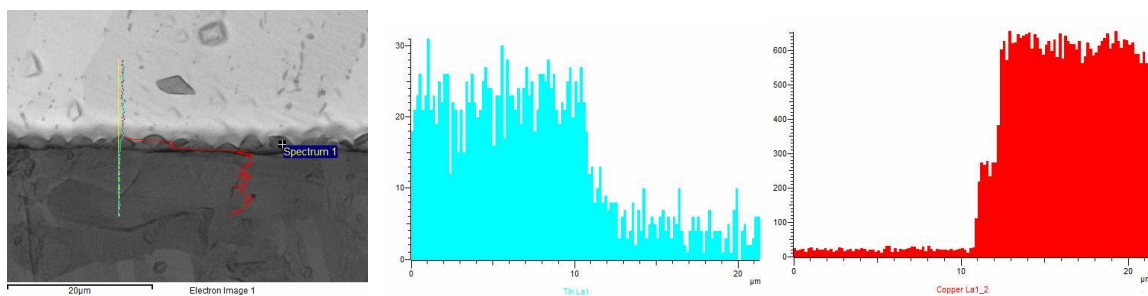
1. F.Y. Ouyang, Y.P. Su, *J. Alloy. Compd.* **655**, 155 (2016)
2. Q.K. Zhang, W.M. Long, Z.F. Zhang, *J. Alloy. Compd.* **646**, 405 (2015)
3. H. Nishikawa, N. Iwata, *J. Mater. Process. Technol.* **215**, 6 (2015)
4. J. Koo, J. Chang, Y.W. Lee, S.J. Hong, K.-S. Kim, H.M. Lee, *J. Alloy. Compd.* **608**, 126 (2014)
5. M.J. Rizvi, C. Bailey, Y.C. Chan, M.N. Islam, H. Lu, *J. Alloy. Compd.* **438**, 122 (2007)
6. A. Sharif, Y.C. Chan, *Mater. Sci. Eng., B* **106**, 126 (2004)
7. T. Laurila, V. Vuorinen, J.K. Kivilahti, *Mater. Sci. Eng.* **49**, 1 (2005)
8. G.K. Sujun, A.S.M.A. Haseeb, A.B.M. Afifi, *Mater. Charact.* **97**, 199 (2014)
9. P.J. Shang, Z.Q. Liu, D.X. Li, J.K. Shang, *J. Electron. Mater.* **38**, 2579 (2009)
10. R. Zhang, Y. Tian, B. Liu, C. Hang, in *2013 14th International Conference On Electronic Packaging Technology (ICEPT)* (IEEE, 2013), pp. 1276–1279
11. J.O. Suh, K.N. Tu, *J. Appl. Phys.* **102**, 1 (2007)
12. K.N. Tu, *Solder Joint Technology* (Springer, New York, 2007)
13. O.M. Abdelhadi, L. Ladani, *J. Alloy. Compd.* **537**, 87 (2012)
14. J. Shen, Y.C. Chan, S.Y. Liu, *Acta Mater.* **57**, 5196 (2009)
15. M. Schaefer, R.A. Fournelle, J. Liang, *J. Electron. Mater.* **27**, 1167 (1998)
16. K. Cao, K. Tan, C. Lai, L. Zhang, in *2009 International Conference on Electronic Packaging Technology & High Density Packaging* (IEEE, 2009), pp. 819–823
17. R. Abbaschian, R.E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles* (Cengage Learning, Boston, 2008)
18. P.T. Lee, Y.S. Wu, P.C. Lin, C.C. Chen, W.Z. Hsieh, C.E. Ho, *Surf. Coat. Technol.* **320**, 559 (2017)
19. Y.J. Li, C. Chen, in *Microsystems, Packaging, Assembly and Circuits Technology Conference (IMPACT), 2016 11th International* (IEEE, 2016), pp. 42–44
20. J.M. Wang, K.J. Wang, J.G. Duh, *J. Electron. Mater.* **40**, 1549 (2011)
21. M.L. Huang, F. Yang, *Sci. Rep.* **4**, 7117 (2014). <https://doi.org/10.1038/srep07117>
22. P. Shen, Z. Yin, J. Yang, J. Sun, Z. Jiang, Q. Jiang, *Surf. Interface Anal.* **42**, 1681 (2010)
23. B.J. Lee, N.M. Hwang, H.M. Lee, *Acta Mater.* **45**, 1867 (1997)
24. E. Chauvet, P. Kontis, E.A. Jägle, B. Gault, D. Raabe, C. Tassin, J.J. Blandin, R. Dendievel, B. Vayre, S. Abed, *Acta Mater.* **142**, 82 (2018)
25. B.B. Straumal, B.S. Bokstein, A.B. Straumal, A.L. Petelin, *JETP Lett.* **88**, 537 (2008)

26. A.S. Gornakova, B.B. Straumal, S. Tsurekawa, L.S. Chang, A.N. Nekrasov, *Rev. Adv. Mater. Sci.* **21**, 18 (2009)
27. E. Rabkin, I. Snapiro, *Acta Mater.* **48**, 4463 (2000)
28. ASTM, in *ASTM International E 112-12* (2012), pp. 1–27
29. L.A.I. Kestens, H. Pirgazi, *Mater. Sci. Technol.* **32**, 1303 (2016)
30. C.E. Ho, C.C. Chen, M.K. Lu, Y.W. Lee, Y.S. Wu, *Surf. Coat. Technol.* **303**, 86 (2016)
31. M.R. Akbarpour, M. Farvizi, H.S. Kim, *Mater. Des.* **119**, 311 (2017)
32. D.P. Field, L.T. Bradford, M.M. Nowell, T.M. Lillo, *Acta Mater.* **55**, 4233 (2007)
33. D. Yadav, R. Bauri, *Mater. Sci. Technol.* **31**, 494 (2015)
34. N. Bozzolo, A. Agnoli, N. Souaï, M. Bernacki, R.E. Logé, *Mater. Sci. Forum* **753**, 321 (2013)
35. O. Glushko, M.J. Cordill, *Scr. Mater.* **130**, 42 (2017)
36. Z.D. Jastrzebski, *The Nature of Properties of Engineering Materials*, 2nd edn. (Wiley, New York, 1987)
37. Y. Takayama, J.A. Szpunar, H. Kato, *Mater. Sci. Forum* **495–497**, 1049 (2009)
38. C.M.L. Wu, D.Q. Yu, C.M.T. Law, L. Wang, *Mater. Sci. Eng.* **44**, 1 (2004)
39. Satyanarayan, K.N. Prabhu, *Adv. Colloid Interface Sci.* **166**, 87 (2011)
40. L. Zang, Z. Yuan, H. Xu, B. Xu, *Appl. Surf. Sci.* **257**, 4877 (2011)
41. A. Wedi, D. Baither, G. Schmitz, *Scr. Mater.* **64**, 689 (2011)
42. J. Yang, P. Shen, Z. Yin, J. Sun, Q. Jiang, *Mater. Lett.* **64**, 2454 (2010)
43. Satyanarayan, K.N. Prabhu, in *National Conference on Challenges in Research & Technology in the Coming Decades (CRT 2013)* (Institution of Engineering and Technology, 2013), pp. 3.31–3.31
44. H. Okamoto, M.E. Schlesinger, E.M. Mueller, *ASM Handbook Volume 3: Alloy Phase Diagrams* (ASM International, 2016)
45. H.W. Lin, C.L. Lu, C.M. Liu, C. Chen, D. Chen, J.C. Kuo, K.N. Tu, *Acta Mater.* **61**, 4910 (2013)
46. H. Chi Won, J.G. Lee, S. Katsuaki, M. Hiroto, J. Electron. Mater. **32**, 52 (2003)
47. N. Mookam, P. Tunthawiroon, K. Kanlayasiri, in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (2018)
48. S.R. A. Idris, N. Farihan, H. Kahar, in *MATEC Web of Conferences*, vol. 74 (2016), pp. 1–3
49. N. Mookam, K. Kanlayasiri, in *MATEC Web of Conferences 192, (2018) ICEAST 2018* (2018), pp. 1–4
50. T. An, F. Qin, *Microelectron. Reliab.* **54**, 932 (2014)
51. K.S. Kim, J.H. Kim, S.W. Han, *Mater. Lett.* **62**, 1867 (2008)

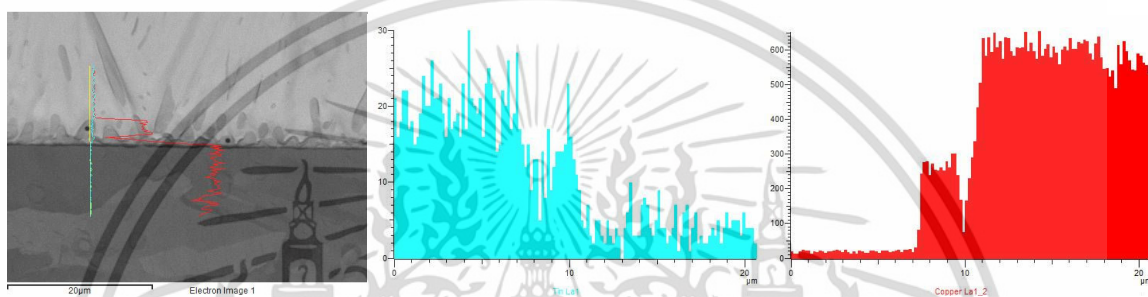
**Publisher's Note** Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



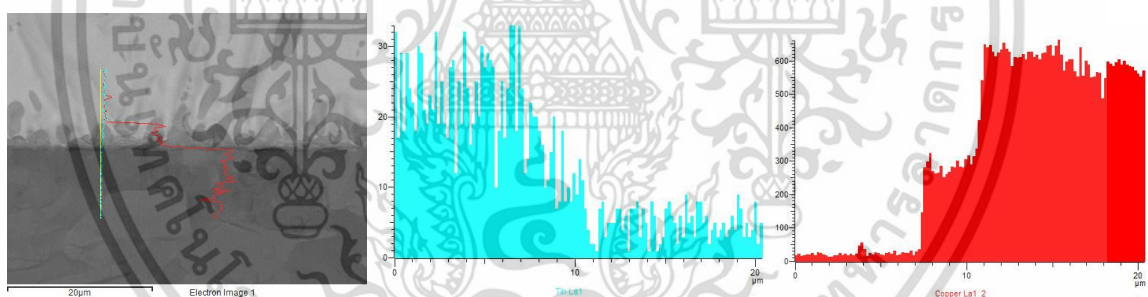
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



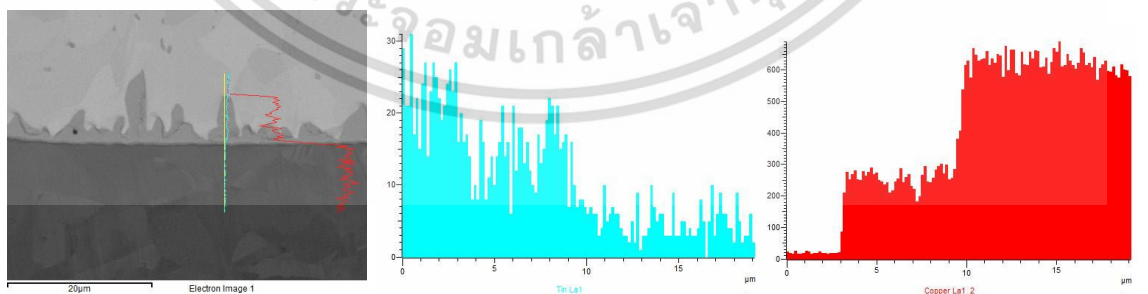
รูปที่ ข.1 โครงสร้างจุลภาคและ Line scan หลังการบัดกรีที่ 10 s



รูปที่ ข.2 โครงสร้างจุลภาคและ Line scan หลังการบัดกรีที่ 20 s

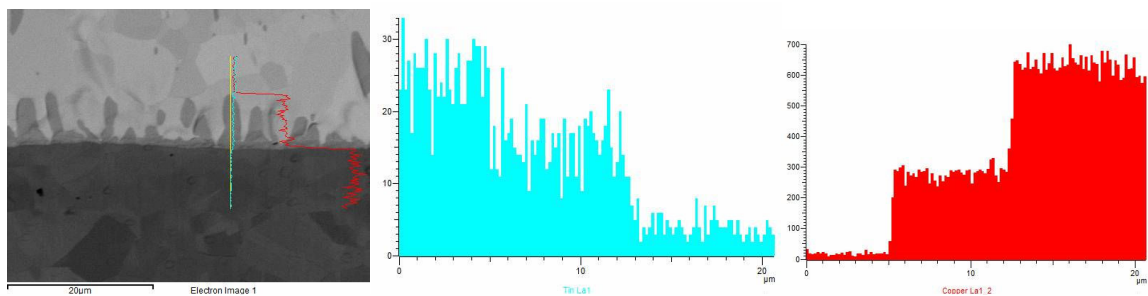


รูปที่ ข.3 โครงสร้างจุลภาคและ Line scan หลังการบัดกรีที่ 40 s

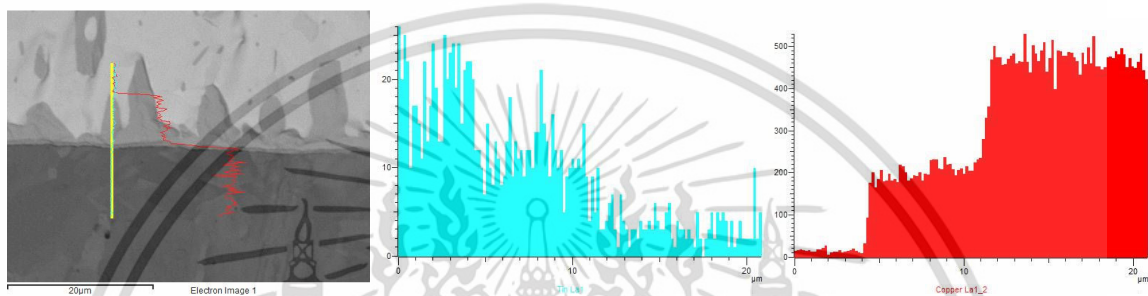


รูปที่ ข.4 โครงสร้างจุลภาคและ Line scan หลังการบัดกรีที่ 60 s

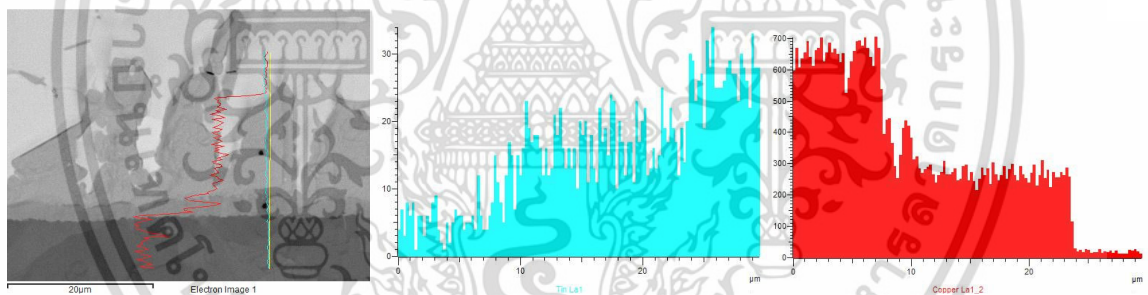
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.5 โครงสร้างจุลภาคและ Line scan หลังการบัดกรีที่ 120 s



รูปที่ ข.6 โครงสร้างจุลภาคและ Line scan หลังการบัดกรีที่ 240 s

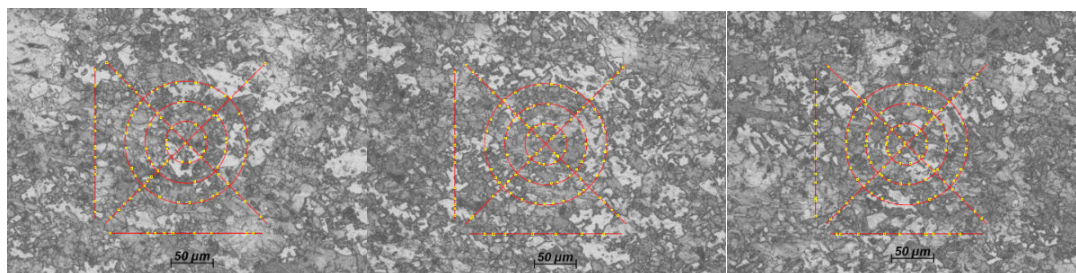


รูปที่ ข.7 โครงสร้างจุลภาคและ Line scan หลังการบัดกรีที่ 480 s

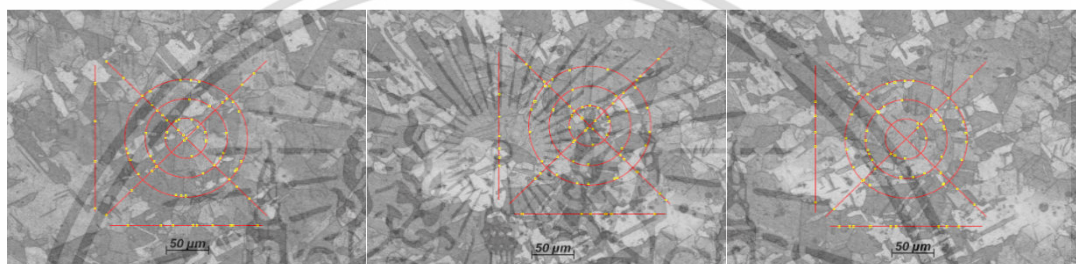
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



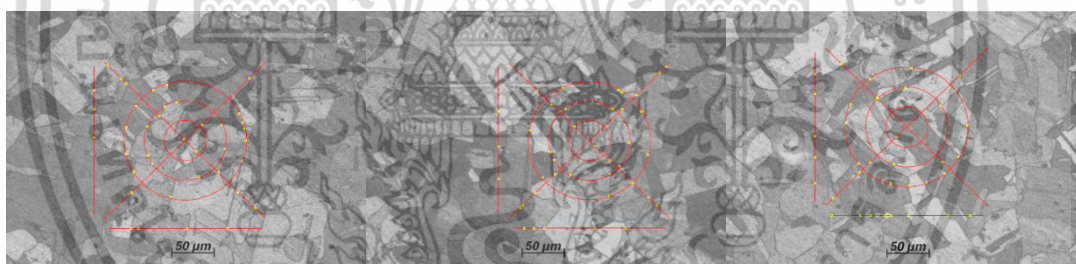
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค.1 การวัดขนาดเกรนแผ่นรองที่ไม่ผ่านการอบอ่อน ( $G = 8.39, 8.68$  และ  $8.83$ )



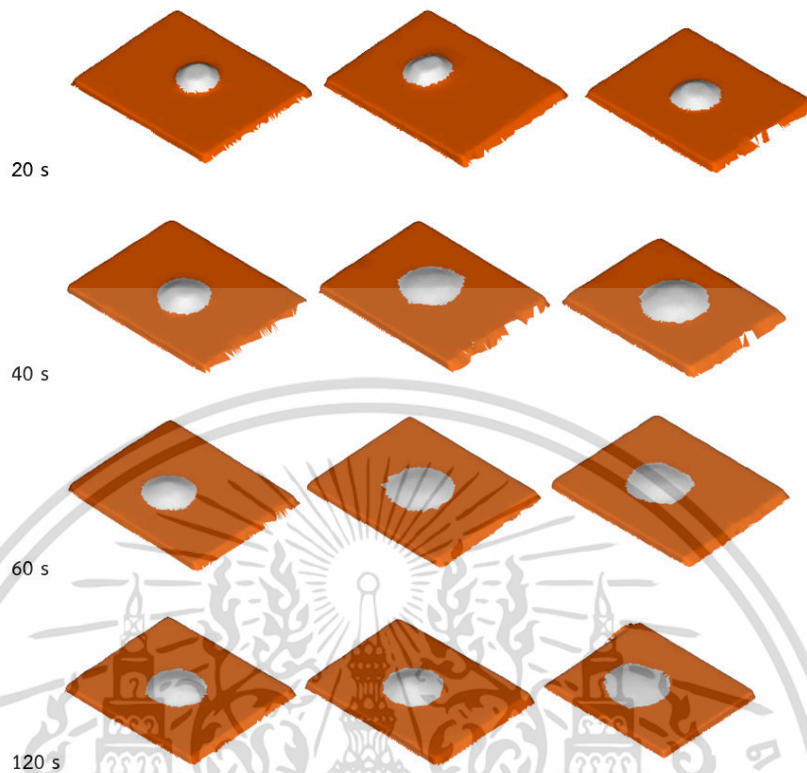
รูปที่ ค.2 การวัดขนาดเกรนแผ่นรองผ่านการอบอ่อนที่  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $G = 7.31, 7.31$  และ  $7.23$ )



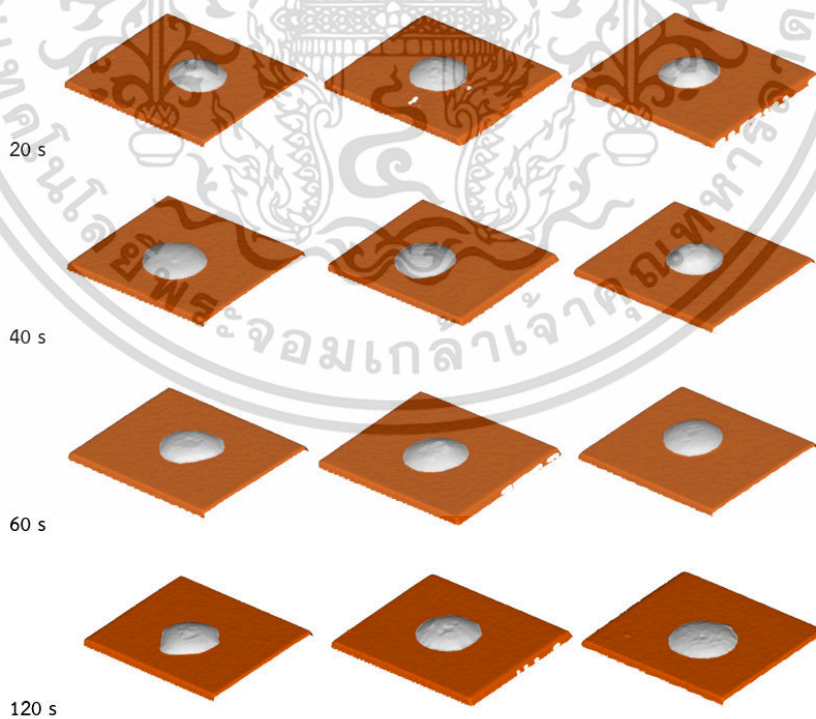
รูปที่ ค.3 การวัดขนาดเกรนแผ่นรองผ่านการอบอ่อนที่  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $G = 5.58, 5.66$  และ  $5.43$ )



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

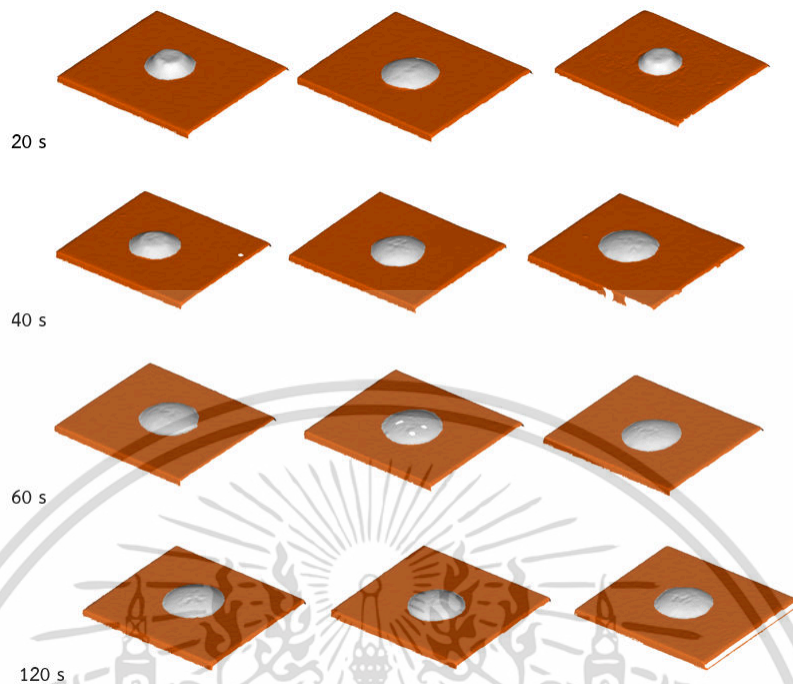


รูปที่ ๑.1 ผลการสแกนโลหะบัดกรีกับโลหะพื้นที่ไม่ผ่านการอบอ่อนที่เวลาแตกต่างกัน

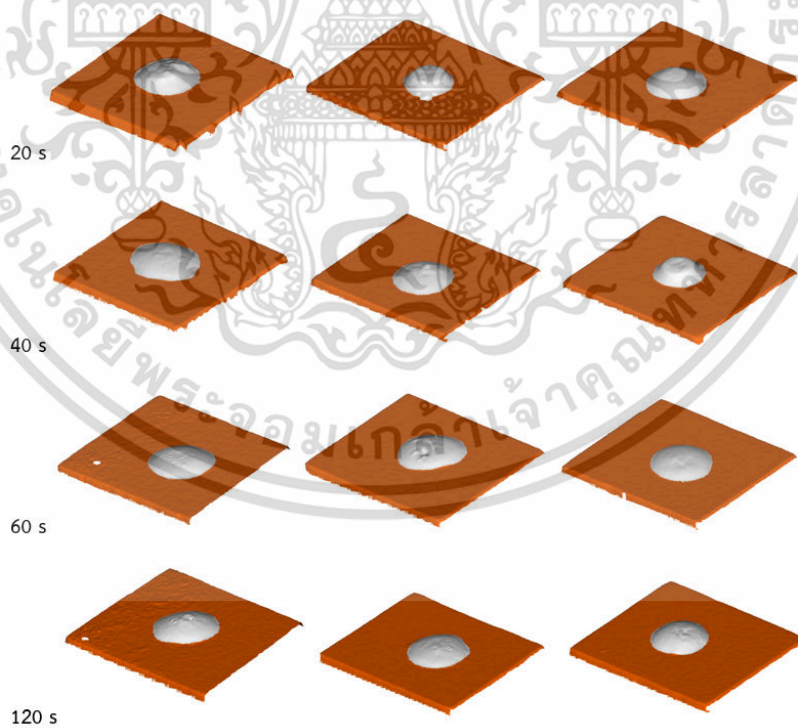


รูปที่ ๑.2 ผลการสแกนโลหะบัดกรีกับโลหะพื้นอบอ่อนที่ 300 °C หลังการบัดกรีที่เวลาแตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๓.3 ผลการสแกนโลหะบัดกรีกับโลหะพื้นอบอ่อนที่ 600 °C หลังการบัดกรีที่เวลาแตกต่างกัน

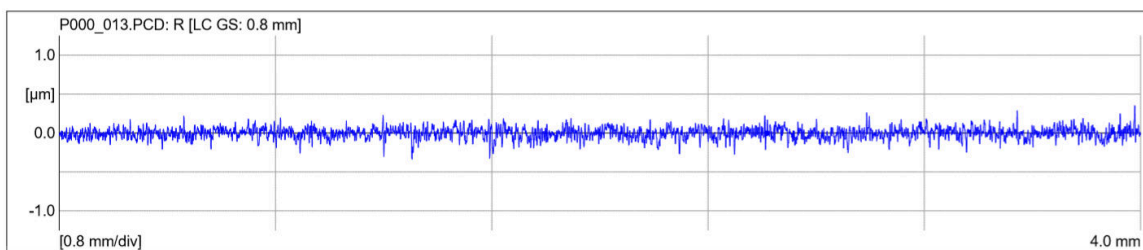


รูปที่ ๓.4 ผลการสแกนโลหะบัดกรีกับโลหะพื้นอบอ่อนที่ 900 °C หลังการบัดกรีที่เวลาแตกต่างกัน

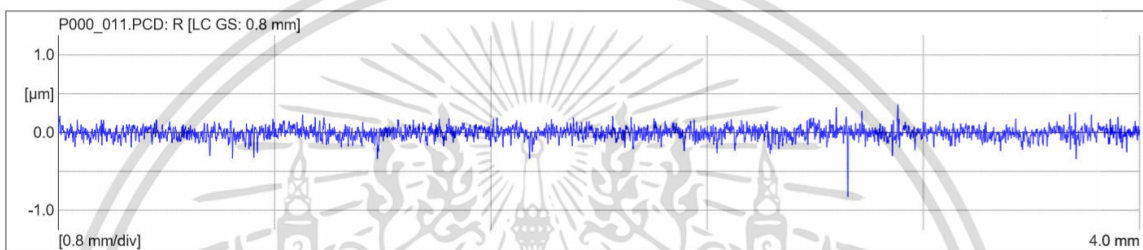
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



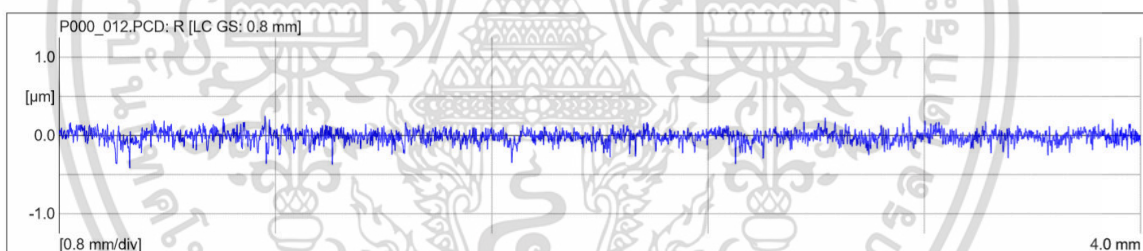
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



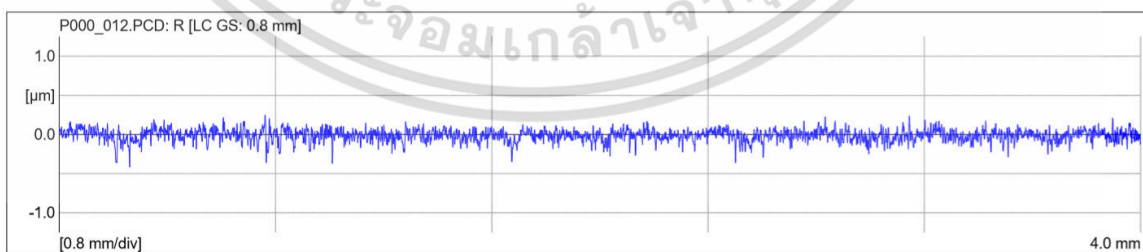
รูปที่ จ.1 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงไม่ผ่านการอบอ่อนชิ้นที่ 1 ( $R_a = 0.056 \mu\text{m}$ )



รูปที่ จ.2 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงไม่ผ่านการอบอ่อนชิ้นที่ 2 ( $R_a = 0.059 \mu\text{m}$ )

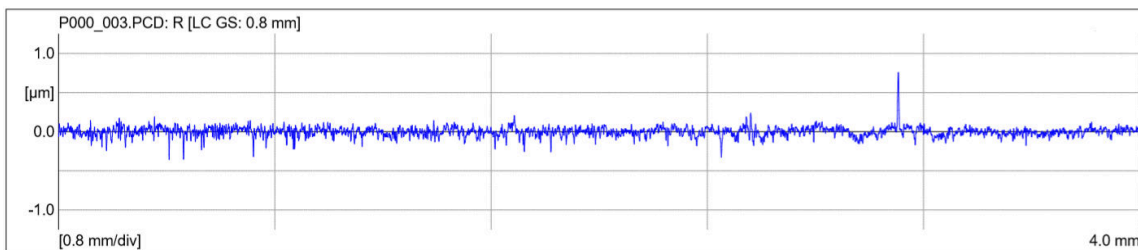


รูปที่ จ.3 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงไม่ผ่านการอบอ่อนชิ้นที่ 3 ( $R_a = 0.053 \mu\text{m}$ )

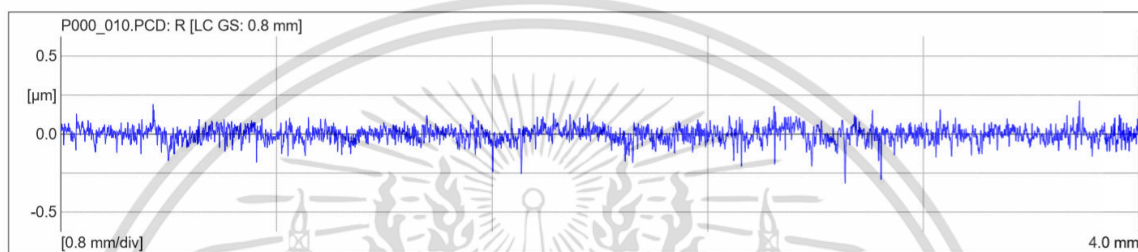


รูปที่ จ.4 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่  $300^\circ\text{C}$  ชิ้นที่ 1 ( $R_a = 0.052 \mu\text{m}$ )

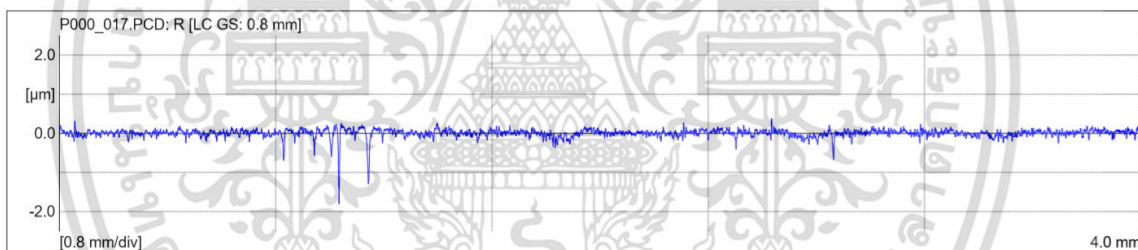
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



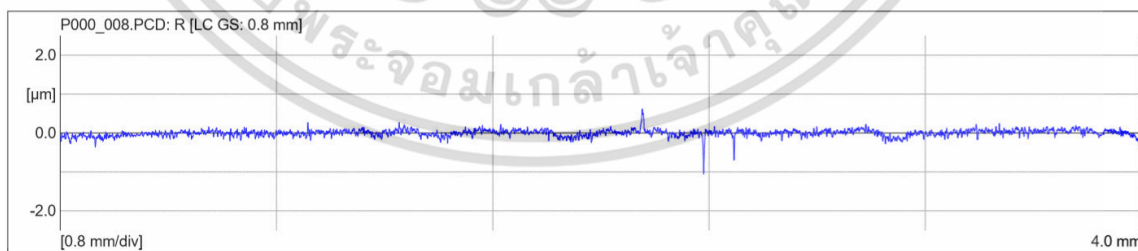
รูปที่ จ.5 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่ 300 °C ชั้นที่ 2 ( $R_a = 0.054 \mu\text{m}$ )



รูปที่ จ.6 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่ 300 °C ชั้นที่ 3 ( $R_a = 0.031 \mu\text{m}$ )

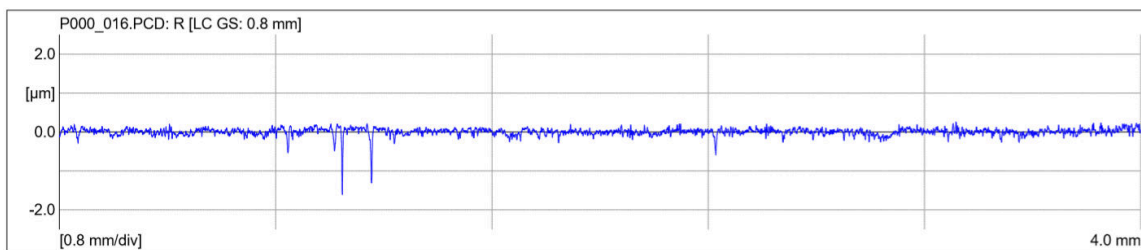


รูปที่ จ.7 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่ 600 °C ชั้นที่ 1 ( $R_a = 0.067 \mu\text{m}$ )

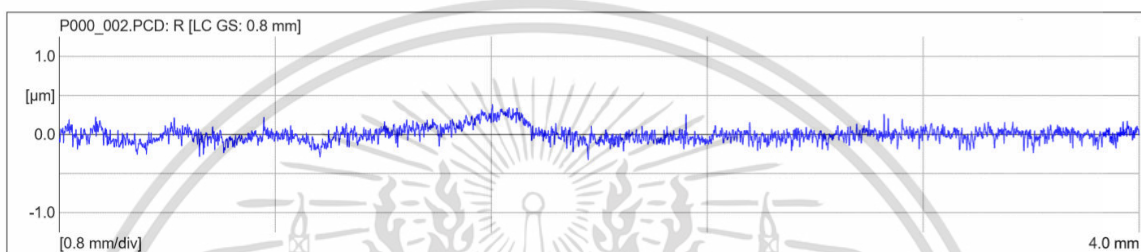


รูปที่ จ.8 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่ 600 °C ชั้นที่ 2 ( $R_a = 0.063 \mu\text{m}$ )

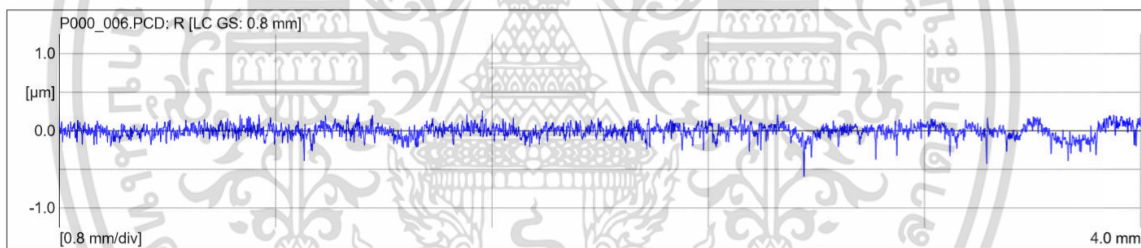
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



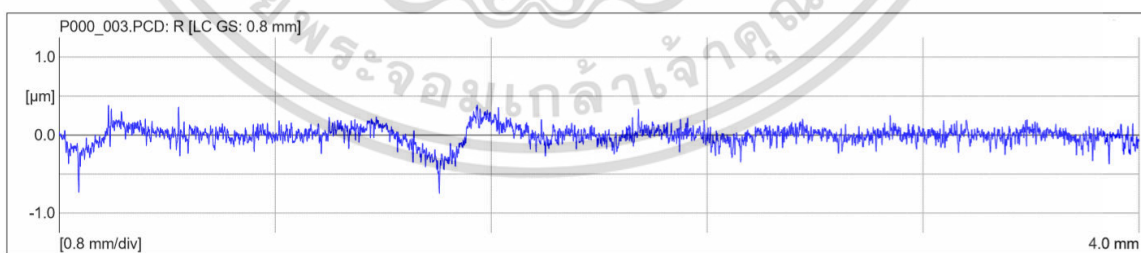
รูปที่ จ.9 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่ 600 °C ชั้นที่ 3 ( $R_a = 0.056 \mu\text{m}$ )



รูปที่ จ.10 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่ 900 °C ชั้นที่ 1 ( $R_a = 0.068 \mu\text{m}$ )



รูปที่ จ.11 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่ 900 °C ชั้นที่ 2 ( $R_a = 0.060 \mu\text{m}$ )



รูปที่ จ.12 ความหยาบผิวแผ่นรองทองแดงผ่านการอบอ่อนที่ 900 °C ชั้นที่ 3 ( $R_a = 0.064 \mu\text{m}$ )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๑.1 การทดสอบ ANOVA ความหยาบผิวของแผ่นรองทองแดง

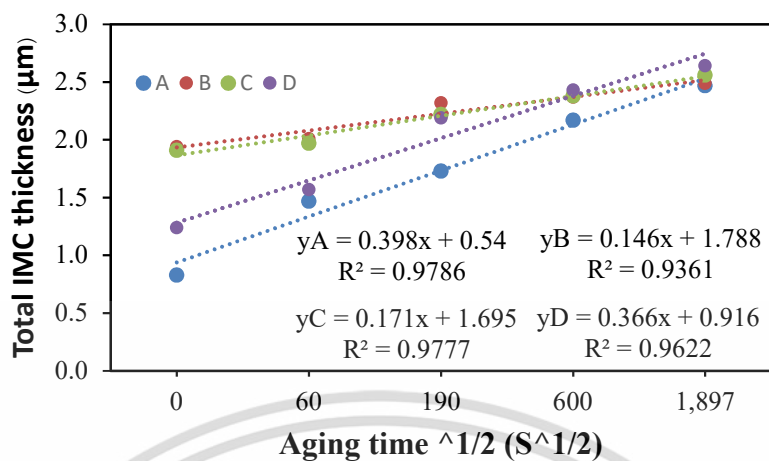
Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F-critical
Between Groups	0.00061	3	0.00020	3.72673	0.06072	4.06618
Within Groups	0.00044	8	0.00005			
Total	0.00060	11				



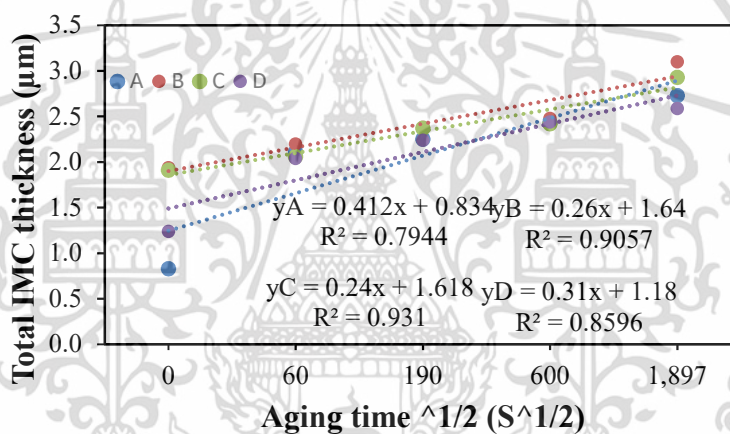
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



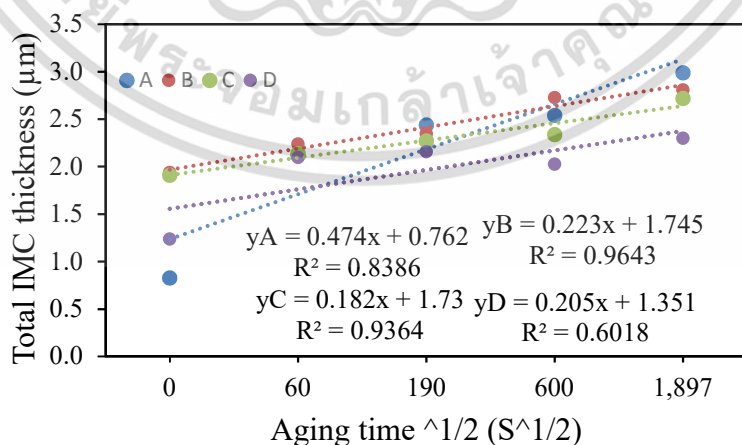
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ IMC รวมกับเวลาการบ่มที่ 50 °C

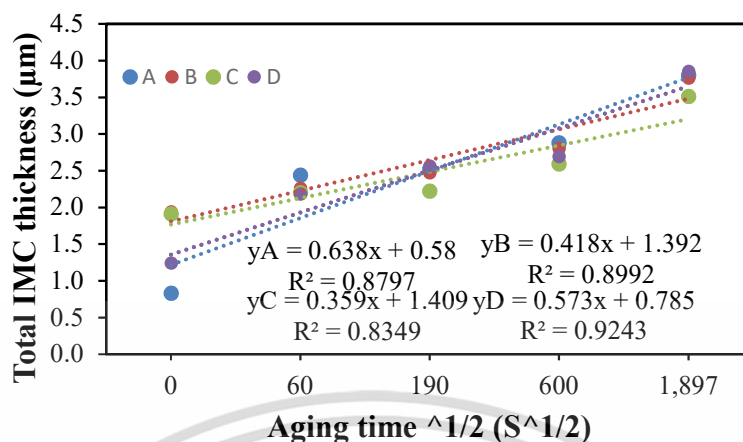


รูปที่ ข.2 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ IMC รวมกับเวลาการบ่มที่ 75 °C

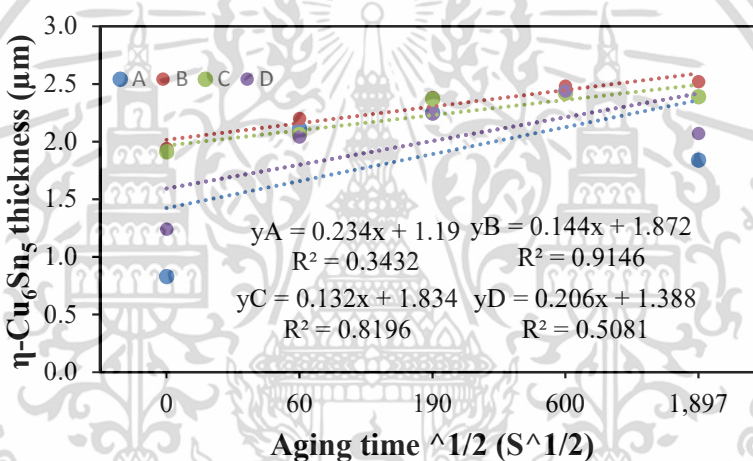


รูปที่ ข.3 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ IMC รวมกับเวลาการบ่มที่ 100 °C

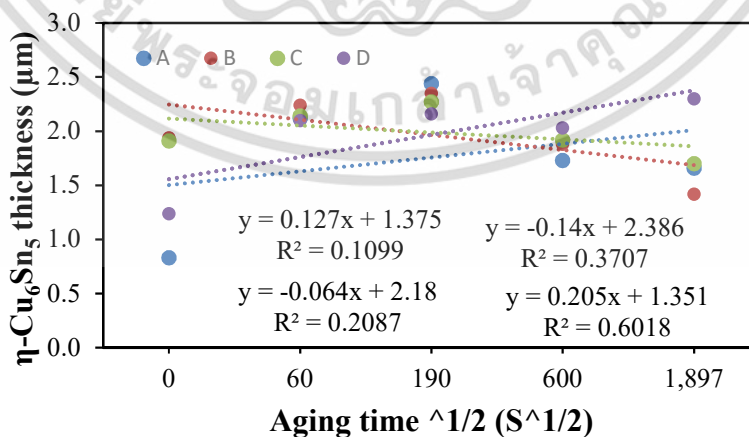
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๔.4 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ IMC รวมกับเวลาการบ่มที่ 125 °C

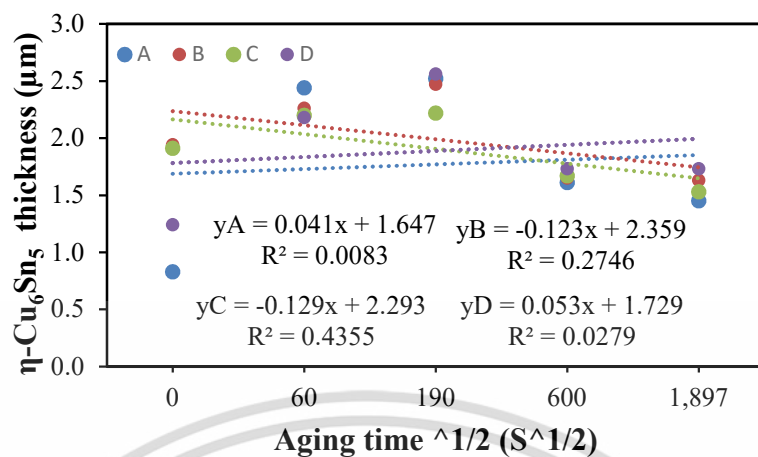


รูปที่ ๕.5 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  กับเวลาการบ่มที่ 75 °C

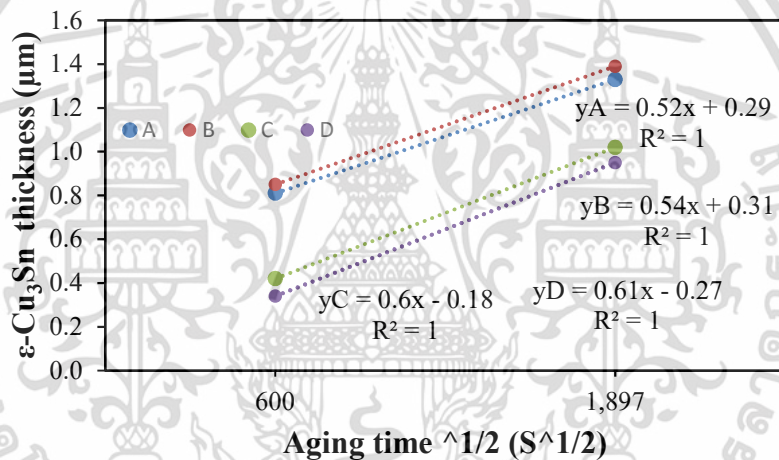


รูปที่ ๕.6 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  กับเวลาการบ่มที่ 100 °C

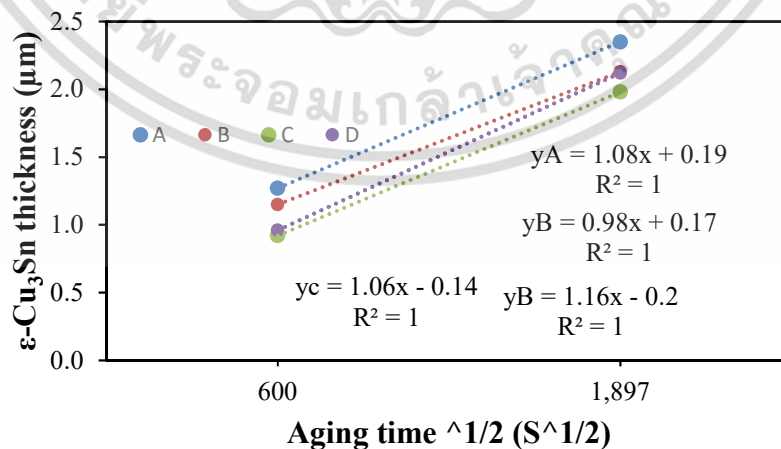
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๗.7 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\eta\text{-Cu}_6\text{Sn}_5$  กับเวลาการบ่มที่ 125 °C



รูปที่ ๗.8 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  กับเวลาการบ่มที่ 100 °C



รูปที่ ๗.9 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ  $\epsilon\text{-Cu}_3\text{Sn}$  กับเวลาการบ่มที่ 125 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>Pattern</b> : 00-002-1225		<b>Radiation</b> = 1.540598		<b>Quality</b> : Deleted		
Cu		<b>2th</b>	<b>i</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>
		43.473	100	1	1	1
		50.375	80	2	0	0
		73.997	80	2	2	0
Copper		89.934	80	3	1	1
		95.577	50	2	2	2
		117.716	20	4	0	0
		136.272	40	3	3	1
		143.974	40	4	2	0
			20	4	2	2
<b>Lattice</b> : Face-centered cubic		<b>Mol. weight</b> = 63.55				
<b>S.G.</b> : Fm-3m (225)		<b>Volume [CD]</b> = 46.93				
<b>a</b> = 3.60700		<b>Dx</b> = 8.994				
		<b>Dm</b> = 8.950				
<b>Z</b> = 4						
<p><b>Deleted and rejected by:</b> Deleted by NBS card.  <b>Melting point:</b> 1083  <b>Color:</b> Red  <b>Data collection flag:</b> Ambient</p>						
Waldo, G., Am. Mineral., volume 20, page 590 (1935)						
<b>Radiation</b> : MoK $\alpha$ 1		<b>Filter</b> : Not specified				
<b>Lambda</b> : 0.70900		<b>d-sp</b> : Not given				
<b>SS/FOM</b> : F9= 9(0.1310,8)						

### รูปที่ ซ.1 ข้อมูลของ Cu

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 00-001-0926		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
Sn		<b>2th</b>	<b>i</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>
		30.699	100	2	0	0
		32.054	80	1	0	1
		44.142	32	2	2	0
Tin		45.068	80	2	1	1
		55.660	24	3	0	1
		62.728	24	1	1	2
		64.179	20	4	0	0
		72.675	16	4	2	0
		79.870	20	3	1	2
		89.934	11	5	0	1
		95.577	8	1	0	3
		98.085	6	5	2	1
		103.630	3	2	1	3
		111.845	6	3	0	3
		119.881	2	3	2	3
		129.980	3	4	1	3
		143.974	2	6	4	0
<b>Lattice</b> : Body-centered tetragonal		<b>Mol. weight</b> = 118.69				
<b>S.G.</b> : I41/amd (141)		<b>Volume [CD]</b> = 107.52				
<b>a</b> = 5.81900		<b>Dx</b> = 7.332				
<b>c</b> = 3.17530		<b>Dm</b> = 7.310				
	<b>Z</b> = 4					
<b>Deleted and rejected by:</b> Deleted by NBS card. <b>Color:</b> Tin-white <b>Melting point:</b> 231.8 <b>Data collection flag:</b> Ambient.						
Hanawalt et al., Anal. Chem., volume 10, page 475 (1938)						
<b>Radiation</b> : MoKa		<b>Filter</b> : Beta				
<b>Lambda</b> : 0.70900		<b>d-sp</b> : Not given				
<b>SS/FOM</b> : F17= 7(0.0840,31)						

## รูปที่ ซ.2 ข้อมูลของ Sn

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 00-002-0713		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
$\eta$ -Cu <sub>6</sub> Sn <sub>5</sub>		<b>2th</b>	<b>i</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>
		30.168	100	1	0	1
		35.165	50	0	0	2
		43.254	100	1	1	0
Copper Tin		43.473	100	1	0	2
Bronze- $\eta$ , syn		53.547	70	2	0	1
<b>Also called:</b> N-bronze		56.783	50	1	1	2
		60.026	100	1	0	3
		62.728	100	2	0	2
		71.403	100			
		74.679	50	0	0	4
		76.809	50	2	0	3
		79.079	100	2	1	2
		79.870	20	1	0	4
		89.829	20			
		89.934	100	1	1	4
		92.093	70	2	1	3
		94.381	70	2	2	0
		102.170	70	3	1	1
		103.630	70	1	0	5
<b>Lattice :</b> Hexagonal		<b>Mol. weight =</b> 974.73				
<b>S.G. :</b> P63/mmc (194)		<b>Volume [CD] =</b> 77.76				
<b>a =</b> 4.20000		<b>Dx =</b> 7.494				
<b>c =</b> 5.09000						
<p><b>Analysis:</b> Contains (wt.%) Sn~60.  <b>General comments:</b> 230-250 Sn atoms and 300-280 Cu atoms; Z~50, Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>, D=8.27.  <b>General comments:</b> Homogeneity at 46 atomic % Sn, Bernal, <i>Nature</i>, <b>122</b> 54 (1928).  <b>General comments:</b> Ordered hexagonal, superlattice of B8.; a=20.95, c=25.43.  <b>General comments:</b> "Cu-rich side of equiatomic composition."  <b>General comments:</b> Mineral occurs at Panasqueira, Beira Beixa, Portugal, Clark, A., <i>Neues Jahrb. Mineral. Monatsh.</i>, 103 (1972).  <b>Reason 'O' quality was assigned:</b> O assigned because average <math>\Delta 2\theta</math> is 0.148.  <b>Deleted and rejected by:</b> Deleted by 47-1575, better pattern; Mayo 1/96.  <b>Data collection flag:</b> Ambient.</p>						
Westgren, Phragmen, <i>Z. Anorg. Allg. Chem.</i> , volume 175, page 80 (1928)						
<b>Radiation :</b> FeK $\alpha$		<b>Filter :</b> Not specified				
<b>Lambda :</b> 1.93730		<b>d-sp :</b> Debye-Scherrer				
<b>SS/FOM :</b> F17= 4(0.1550,27)						

รูปที่ ๓.3 ข้อมูลของ  $\eta$ -Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 00-003-1010		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
Cu <sub>3</sub> Sn		<b>2th</b>	<b>i</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>
		37.768	60	1	0	0
		41.786	80	0	0	2
		43.473	100	1	0	1
Copper Tin		57.559	60	1	0	2
		67.861	60	1	1	0
		77.549	80	1	0	3
		80.678	20	2	0	0
		83.219	60	1	1	2
		84.107	60	2	0	1
		90.998	40	0	0	4
		95.577	40	2	0	2
		103.482	40	1	0	4
		114.479	60	2	0	3
		117.927	40	2	1	0
		122.407	60	2	1	1
		130.857	60			
		136.618	40			
Lattice : Hexagonal		Mol. weight = 309.33				
S.G. : (0)		Volume [CD] = 28.29				
a = 2.74900		Dx = 18.159				
c = 4.32200						
Deleted and rejected by: Delete: similar to 1-1240, Rinn August 17, 1953. Data collection flag: Ambient.						
Jones, Evans., Philos. Mag., volume 4, page 1305 (1927)						
Radiation : CuKα1		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54050		d-sp : Not given				
SS/FOM : F15= 4(0.1780,19)						

#### รูปที่ ๔.4 ข้อมูลของ ε-Cu<sub>3</sub>Sn

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ - นามสกุล	นายนิวัฒน์ มูแก้ม
วัน เดือน ปีเกิด	5 กรกฎาคม 2527 ที่สตูล
ที่อยู่	1148/17 หมู่ที่ 2 ตำบลวังพงก์ อำเภอปราณบุรี ประจวบคีรีขันธ์ 77120
ประวัติการศึกษา	2551 วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง 2553 วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ประสบการณ์การทำงาน	2559 - ปัจจุบัน ตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิศวกรรมอุตสาหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์ วิทยาเขตวังไกลกังวล 2553 - 2559 ตำแหน่ง อาจารย์สาขาวิชาเทคโนโลยีวิศวกรรมอุตสาหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์ วิทยาเขตวังไกลกังวล 2559 - 2561 รองคณบดีฝ่ายวิจัยและบริการวิชาการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี ราชมงคลรัตนโกสินทร์ วิทยาเขตวังไกลกังวล 2556 - 2558 ตำแหน่ง หัวหน้าสาขาวิชาเทคโนโลยีวิศวกรรมอุตสาหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์ วิทยาเขตวังไกลกังวล
ผลงานทางวิชาการ	N. Mookam, P. Tunthawiroon, K. Kanlayasiri, Effects of copper content in Sn-based solder on the intermetallic phase formation and growth during soldering, in: The 9th International Conference on Mechatronics and Manufacturing, Jan 27-29, Phuket, Thailand, 2018. N. Mookam, K. Kanlayasiri, Influences of soldering time on wettability and intermetallic phase between Sn-3.0Cu solder and copper substrate, in: The 4th International Conference on Engineering, Applied Sciences and Technology, July 4-7, Phuket, Thailand, 2018. N. Mookam, K. Kanlayasiri, 2019. Effects of substrate annealing on wettability and intermetallic compound formation in Sn-3.0Cu/Cu Systems, Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 30: 12087-12099.