Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(In,Bi) Dörtlü Kurşunsuz Lehim Alaşımlarının Islatma Özelliklerinin Cu Altlık Üzerinde İncelenmesi

Program Kodu: 3001

Proje No: 117M083

Proje Yürütücüsü:
Dr. Öğr. Üyesi Ahmet Mustafa ERER

Araştırmacı(lar):
Doç.Dr.Yunus TÜREN

Danışman(lar):

Bursiyer(ler):
Okan UYANIK

ŞUBAT 2019
KARABÜK

ÖNSÖZ

Bu projedeSn-3Ag-0,5Cu yakın ötektik üçlü kurşunsuz lehim alaşımına belirlenen oranlarda Bizmut (Bi) ve İndiyum (In) ilaveleri yapılarak Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(In,Bi) (x = 0,5, 1 ve 2 %ağr.) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımları (Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5Bi (SAC-0,5Bi), Sn-2Ag-0,5Cu-1Bi (SAC-1Bi), Sn-1Ag-0,5Cu-2Bi (SAC-2Bi), Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5In (SAC-0,5In), Sn-2Ag-0,5Cu-1In (SAC-1In), Sn-1Ag-0,5Cu-2In (SAC-2In)) üretilmiştir. Üretilen 6 farklı kurşunsuz lehim alaşımlarının mikroyapı, yüzey arayüzey etkileşimlerinin yanı sıra ıslatma özellikleri, 250, 280 ve 310 ºC sıcaklıklarda, bakır (Cu) altlık üzerinde argon (Ar) ortamında incelenmiştir. Projenin amacı halen endüstride kullanılan kurşunsuz lehimlere alternatif olabilecek ve bunun yanı sıra üretim maliyeti bakımından daha uygun kurşunsuz lehimler üreterek ülkemiz endüstrisi ve ekonomisine katkıda bulanabilmektir. Bu kapsamda yaptığımız çalışmalar TÜBİTAK tarafından, 3001 Başlangıç Ar-Ge Projeleri destekleme programı 117M083 numaralı proje ile desteklenmiştir.

TÜBİTAK

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ i
İÇİNDEKİLER iii
ŞEKİLLERLER iv
TABLOLAR vi
ÖZET vii
ABSTRACT viii
1.GİRİŞ 1
2. GEREÇ ve YÖNTEM 2
2.1. Sıvı Metal Alaşımının Katı Yüzeyi Islatabilirliği 2
2.1.1 Islatma Açısı 2
2.1.2 Islatma Açısının Endüstriyel Uygulamaları 4
2.1.3. Sessile Drop Metodu Kullanılarak Islatma Açısı Ölçümü 5
2.1.4 İlerleme ve Gerileme Islatma Açıları 6
2.1.5 Yüzey Pürüzlülüğü ve Islatma Açısı Arasındaki İlişki 7
3. DENEYSEL PROSEDÜR 9
3.1. Kurşunsuz Lehim Alaşımlarının Üretim Süreci 9
3.1.1. Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(Bi,In) Dörtlü Kurşunsuz Lehim Alaşımlarının Üretim Süreci ve Cu (Bakır) Altlığın Hazırlanışı 9
3.1.2. Deney Düzeneği 11
3.1.3. Deneyin Yapılışı 13
3.1.4. Islatma Açısı Ölçümleri 14
3.1.5 Islatma Açısının Zamana Bağlı Değişim Grafikleri 21
3.1.6 Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntülerinin Analiz Edilmesi 24
3.1.7 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları 53
3.1.8 X Işını Toz Kırınım Yöntemi (XRD) 54
4. BULGULAR VE TARTIŞMA 56
5.SONUÇLAR 64
6.KAYNAKLAR 66

TÜBİTAK

ŞEKİLLERLER

Şekil 1. Katı yüzey üzerindeki sıvı damlasının katı-sıvı, sıvı-gaz ve katı-gaz olmak üzere üç kuvvet ile dengelenmesi (Oguz, 2018)..... 3
Şekil 2.Katı yüzey üzerine düşen sıvı damlanın koordinat sistemi [Bozmaoğlu,2015]. 5
Şekil 3.İlerleyen ve gerileyen ıslatma açıları [Erbil,2006]. 7
Şekil 4. Kurşunsuz lehim alaşımının üretim aşaması. 9
Şekil 5. Parlatma işlemine tabi tutulan Cu altlık malzeme. 11
Şekil 6. a) Elektrik fırını, b) seramik tüp ve c) çelik çubuk. 12
Şekil 7. a) kuartz cam, b) %99,999 saflıkta Ar gazı ve c) step motor. 12
Şekil 8. a) Hızlı çekim yapabilen video kamera ve b) Cu altlık malzeme. 12
Şekil 9. Deney setinin birleştirilmiş hali. 14
Şekil 10. SAC-0,5Bi lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları. 15
Şekil 11. SAC-1Bi lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları. 16
Şekil 12. SAC-2Bi lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları. 17
Şekil 13. SAC-0,5In lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları. 18
Şekil 14. SAC-1In lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları. 19
Şekil 15. SAC-2In lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları. 20
Şekil 16. SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği. 21
Şekil 17. SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği. 22
Şekil 18. SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği. 22
Şekil 19. SAC-0,5In kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği. 23
Şekil 20. SAC-1In kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği. 23
Şekil 21. SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği. 24
Şekil 22. 250 °C'de SAC-0.5In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.....25
Şekil 23. 280 °C'de SAC-0.5In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.....25
Şekil 24. 310 °C'de SAC-0.5In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.....26
Şekil 25. 250 °C'de SAC-1In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 26
Şekil 26. . 280 °C'de SAC-1In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.....27
Şekil 27. 310 °C'de SAC-1In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 27
Şekil 28. 250 °C'de SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 28

Şekil 29. 280 °C'de SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 28
Şekil 30. 310 °C'de SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 29
Şekil 31. 250 °C sıcaklıktaki SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 29
Şekil 32. 280 °C sıcaklıktaki SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 30
Şekil 33. 310 °C sıcaklıktaki SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 30
Şekil 34. 250 °C sıcaklıktaki SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 31
Şekil 35. 280 °C sıcaklıktaki SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 31
Şekil 36. 310 °C sıcaklıktaki SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 32
Şekil 37. 250 °C sıcaklıktaki SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 32
Şekil 38. 280 °C sıcaklıktaki SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 33
Şekil 39. 310 °C sıcaklıktaki SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü. 33
Şekil 40. SAC-0.5In lehim alaşımının 250 °C'de Line-EDX görüntüsü. 35
Şekil 41. SAC-0.5In lehim alaşımının 280°C'de Line-EDX analizi. 36
Şekil 42. SAC-0.5In lehim alaşımının 310°C'de Line-EDX analizi. 37
Şekil 43. SAC-1In lehim alaşımının 250°C'de Line-EDX analizi. 38
Şekil 44. SAC-1In lehim alaşımının 280°C'de Line-EDX analizi. 39
Şekil 45. SAC-1In lehim alaşımının 310°C'de Line-EDX analizi. 40
Şekil 46. SAC-2In lehim alaşımının 250°C'de Line-EDX analizi. 41
Şekil 47. SAC-2In lehim alaşımının 280°C'de Line-EDX analizi. 42
Şekil 48. SAC-2In lehim alaşımının 310°C'de Line-EDX analizi. 43
Şekil 49. SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının 250 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 44
Şekil 50. SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının 280 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 45
Şekil 51. SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının 310 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 46
Şekil 52. SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının 250 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 47
Şekil 53. SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının 280 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 48
Şekil 54. SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının 310 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 49
Şekil 55. SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının 250 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 50
Şekil 56. SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının 280 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 51
Şekil 57. SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının 310 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi. 52
Şekil 58. SAC-0.5In, SAC-1In ve SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımları için DSC analiz grafiği. 53
Şekil 59. SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımlarının DSC analizi. 54
Şekil 60. SAC-0,5In, SAC-1In ve SAC-2In lehim alaşımlarının Cu altlık ile arayüzeyinde oluşan fazlar. 55
Şekil 61. SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi lehim alaşımlarının Cu altlık ile arayüzünde oluşan fazlar. 55

TABLOLAR

Tablo 1. SAC-0.5In, SAC-1In ve SAC-2In XRF analiz sonuçları. 10
Tablo 2. SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi XRF analiz sonuçları. 10
Tablo 3. SAC-0.5In, SAC-1In ve SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımlarının ergimesıcaklıkları.53
Tablo 4. SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının ergimesıcaklıkları. 54

ÖZET

Proje kapsamında Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(In,Bi) (x = %0,5, 1 ve 2 ağırlık) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının (Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5Bi (SAC-0,5Bi), Sn-2Ag-0,5Cu-1Bi (SAC-1Bi), Sn-1Ag-0,5Cu-2Bi (SAC-2Bi), Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5In (SAC-0,5In), Sn-2Ag-0,5Cu-1In (SAC-1In), Sn-1Ag-0,5Cu-2In (SAC-2In)) ıslatma özellikleri, 250, 280 ve 310 ºC sıcaklıklarda, bakır (Cu) altlık üzerinde argon (Ar) ortamında incelenmiştir. Islatma açısı ıslatabilirlik derecesini gösteren önemli bir parametredir. Sessile damla yöntemi ile elde edilen ıslatma açısı değerlerine göre, SAC-0.5Bi, SAC-1Bi, SAC-2Bi, SAC-0,5In, SAC-1In ve SAC-2In dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının ıslatma özelikleri araştırılmış ve kendi aralarında kıyaslanmıştır. Alaşım damlası görüntüleri yüksek hızlı kamera ile çekilmiş, Cu altlık üzerinde elde edilen damlaların ıslatma açılarının (θ) ölçümünde “Corel Draw X5” programı kullanılmıştır. Elde edilen ıslatma açılarının zamana göre değişim grafikleri oluşturulmuştur. Bu grafikler incelendiğinde en düşük ıslatma açısı değerlerinin yüksek sıcaklıklarda ve ergime sıcaklıkları ile orantılı olarak elde edildiği görülmüştür. Kullanılan dörtlü alaşımların içinde en iyi ıslatma özelliklerine SAC-1In ve SAC-1Bi alaşımlarının sahip olduğu belirlenmiştir.

Ergiyen lehim alaşımı damlasının Cu altlık üzerine düşmesi işlemi sırasında, üretilen kurşunsuz lehim alaşımları Cu altlık ile reaksiyona girerek intermetalik bileşikler (IMC) oluşturmaktadır. Yapılan X-ışını kırınım yöntemi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM),diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), enerji dağılımlı X-ışını spektroskopu(EDX) ve X-ray floresansı (XRF) analizlerine göre, Cu_6Sn_5, Cu_3Sn ve gürültü boyutunda $Ag_3(Sn,In,Bi)$ IMC'leri gözlemlenmiştir.

En düşük ıslatma açısı değerleri, 310°C’de SAC-1Bi alaşımı için 35,59°ve SAC-1In için 35,55°olarak ölçülmüştür. Sonuç olarak, SAC-1Bi ve alaşımı, SAC-0,5Bi ve SAC-2Bi alaşımlarına göre daha iyi ıslatma özelliklerine sahip olduğu söylenebilir.

Anahtar Sözcükler: Islatabilirlik, kurşunsuz lehim alaşımı, sessile damla yöntemi, ıslatma açısı.

ABSTRACT

In this study, Sn- (3-x) Ag-0.5Cu-x(In,Bi) (x = 0.5%, 1 and 2 weight) lead-free solder alloys (Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5Bi (SAC-0,5Bi), Sn-2Ag-0,5Cu-1Bi (SAC-1Bi), Sn-1Ag-0,5Cu-2Bi (SAC-2Bi), Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5In (SAC-0,5In), Sn-2Ag-0,5Cu-1In (SAC-1In), Sn-1Ag-0,5Cu-2In (SAC-2In)) wetting properties were examined at different temperatures (250, 280, 310 ^{0}C), copper (Cu)substrate and argon atmosphere. Wetting angle values are an important feature for indicating the degree of wettability. The wetting angle values of SAC-0.5Bi, SAC-1Bi, SAC-2Bi, SAC-0,5In, SAC-1In ve SAC-2In quaternary lead-free solder alloys were measured by using the sessile drop method and the measured values and wetting properties were compared with each other. Drop images of the alloys were displayed with high resolution and high-speed camera, and “Corel Draw X5” program was used to measure the wetting angles (θ) of the drops taken on the Cu substrate. According to the graphs, wetting angle values were decreased with increasing temperature and the lowest wetting angle values were proportional to high temperatures and melting temperatures. SAC-1In the alloy with the best wetting properties has been determined.

While the melted solder alloy falls on the Cu substrate, SAC-0,5 In, SAC-1In, SAC2In solder alloys form intermetallic compounds (IMC) as a result of chemical reactions with Cu substrate. According to results of X-ray diffraction method (XRD), scanning electron microscopy (SEM), differential scanning calorimetry (DSC), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) and X-ray fluorescence (XRF) analysis, Cu_6Sn_5, Cu_3Sn and in noise sized Ag_3(Sn,In,Bi) IMCs were observed.

The lowest wetting angle value were measured as 35,55° at 310 °C for the SAC-1In alloy and 35,59 ° for SAC-1Bi alloy. As a result, it can be said that the wetting properties of SAC-1In and SAC-1Bi alloy are better than other solder alloys.

Keywords: Wettability, lead-free solder alloy, sessile drop method, contact angle.

1.GİRİŞ

Lehimler, 400 ºC'nin altında sıvılaşma sıcaklıkları olan eriyebilir alaşımlar olarak adlandırılır. Lehim bağlantıları elektriksel, mekanik ve termal olmak üzere üç ana fonksiyonu yerine getirir. Aynı zamanda, birbirine bağlanan iletken malzemelere mekanik olarak destek olmaktadır. Elektronik devrelerdeki elemanlara düşen yük arttıkça, sistemin performansının etkilenmesini önleyen devre elemanları ile birlikte ısı dağılımı işlevine de hizmet eder. Elektronik ürünlerin başarılı ve sağlıklı bir şekilde çalışması, bu minik ve çok sayıdaki lehimlerin, ürünün ömrü boyunca, çok farklı kullanım koşullarında sağladığı güvenilir bağlantılara bağlıdır. Elektronik endüstrisinin başlangıcından itibaren lehim bağlantıları öncelikle kalay (Sn) ve kurşun (Pb) alaşımlarından yapılmıştır. Elektronik endüstrisinde kullanılan lehim alaşımları için Pb-Sn lehim alaşımı çok önemli bir malzemedir, ancak Pb toksik bir elementtir ve çevre ve insanlar üzerinde çok ciddi olumsuz etkileri vardır (Song ve Wu, 2006). Sn-Pb lehiminde bulunan kurşunun neden olduğu hasar için alternatif lehimler dikkate alınmalıdır.

Son yirmi yıldır, bilim insanları, kurşunlu lehimlerin çevreye zararlı olmasından dolayı onların yerini alabilecek kurşunsuz lehimleri belirlemek için büyük çaba göstermektedirler. Bu çalışmalar Avrupa'da, Avrupa Birliği (AB) sağlığa zararlı maddelerin kısıtlanması (RoHS) ve atık elektriksel ve elektronik cihazlar (WEEE) direktifleri ile desteklenmektedir. Pek çok ikili ve üçlü kurşunsuz lehim sistemlerinin analizlerine dayanarak, bunların içinden iki alaşım grubunun, kurşunlu lehimlerin yerini alabilecek potansiyelinin olduğu düşünülmektedir. Birinci grup, farklı metallerin ilavesiyle kalay, gümüş (Ag), bakır (Sn-Ag-Cu (SAC)) sistemine dayanan alaşımlardır (Yu vd., 2007; 2011; Islam vd., 2006).

Bakır (Cu), gümüş (Ag), indiyum (In), antimon (Sb) ve bizmut (Bi) gibi ilaveler içeren kalay-çinko (Sn-Zn) alaşımları ikinci gruptur (Ozyurek, 2016). Kanyalasiri vd. (2009) ile Yoon vd. (2009) yaptıkları çalışmalarında, SAC alaşımı için mekanik ve teknolojik özelliklerin (ıslanabilirlik, aşınma vb.) birçoğunun ötektik Sn-37Pb lehim alaşımının özelliklerine benzer olduğunu göstermektedir. Bunun yanında, gümüş fiyatlarındaki hızlı artış sebebiyle SAC lehim alaşımları üzerinde de çalışma yapmak gereği doğmuştur. Yapılan deneysel analizler sonucunda indiyumun kurşunsuz lehim alaşımlarının ergime sıcaklığını azalttığı görülmüştür. Ayrıca, Sn-In-Ag sistemi özellikle iyi ıslanabilirlik ve özellikle Cu altlık ile çok tatmin edici bir etkileşim ve daha fazla avantaj sunuyor. Temas açıları, ıslanabilirliği anlamak için mükemmel potansiyel faydaya sahiptir (Lee ve Mohamad, 2013; Moon vd., 2000; Kim vd. 2002). İyi lehimleme için, erimiş lehimin altlık üzerine akması veya dağıtılması, uygun bir metalik bağ oluşturmak için önemlidir. Bu nedenle lehim alaşımlarının seçiminde iyi ıslatılabilirlik çok

önemli bir önceliktir. Metalik sıvılar ve katı maddelerin fiziksel özellikleri günümüzdeki modern metalürjide önemli bir yere sahiptir (Omaç vd., 2017). Bir metal alaşım eriyiği ile yüksek ergime sıcaklığına sahip olan katı madde veya malzeme yüzeyi arasındaki temas sırasında birçok fiziksel ve kimyasal etkileşimler meydana gelmektedir. Bu nedenle lehimlenebilme ya da lehimlenebilirlik bu özelliklere doğrudan bağlıdır. Lehimlenebilirlik, iki yüzeyin ıslatılabilirliğine bağlıdır ki bu elektronik aletlerin üretim verimliliği ve güvenilirlikleri için önemlidir. Islanabilirlik iki önemli faktör ile karakterize edilebilir. Bunlar temas durumundaki açı derecesi ve ıslatma oranıdır. Temas (Islatma) açısı bir sıvı tarafından bir yüzeyin ıslatma ya da ıslatabilirlik derecesinin bir ölçümüdür (Moser vd., 2008; 2009; Yu vd., 2011). Islatma çalışmalarındaki en büyük zorluk tekrarlanabilir sonuçların elde edilmesidir. Bu da esas olarak temas açısının hassasiyetine bağlıdır. Bunun sonucu olarak ıslatma konusundaki etkiler yoğun olarak tartışılmaktadır (Huang vd., 2000; Kamal vd., 2005; Yu ve Wang, 2008).

Bu çalışmada, geleneksel Sn-3Ag-0,5Cu (SAC305) kurşunsuz lehim alaşımına belirli % ağırlıklarda (%0,5, 1 ve 2) ayrı ayrı (In) toprak elementler ilave edilerek, eklenen (In) oranında Ag oranı düşürülmüş ve üç farklı (Sn-(3-X)Ag-0,5Cu-xIn (Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5(In), Sn-2Ag-0,5Cu-1(In) ve Sn-1Ag-0,5Cu-2In dörtlü (SAC-(In)) kurşunsuz lehim alaşımları üretilmiştir. SAC-(In) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımının önceden belirtilen sıcaklıklarda (250, 280 ve 310 °C), elektrik ve elektronik endüstrisinde yaygın olarak kullanılan bakır (Cu) altlık üzerinde sessile damla yöntemi kullanılarak, ıslatma özellikleri incelenmiştir. Dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının üretildikten sonra alaşımı oluşturan metal elementlerinin oranını belirlemek için XRF analizleri ile incelenmiştir. İlave edilen (In) oranında Ag miktarındaki azalmanın SAC305 kurşunsuz lehim alaşımının ıslatma özelliklerine etkisi araştırılmış ve özelliklerinin geliştirilmesi hedeflenmiştir. Diğer yandan alaşımdaki gümüş miktarını azalttıktan ve azalan gümüş miktarı kadar indiyum ekledikten sonra ortaya çıkabilecek mikroyapı özellikleri araştırılmıştır. Bu nedenle Sn-2.5 (ağr.%) Ag-0.5 (ağr.%) Cu-0.5 (ağr.%) (SAC-0.5In) lehim alaşımı ıslatılabilirlik, mikroyapılar ve intermetalik bileşikler için test edilmiştir.

2. GEREÇ ve YÖNTEM

2.1. Sıvı Metal Alaşımının Katı Yüzeyi Islatabilirliği

2.1.1 Islatma Açısı

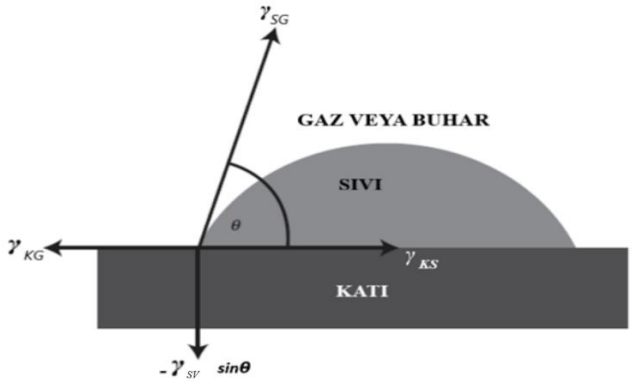
Yüzey serbest enerjisi düşük olan polimer gibi katı yüzeylerin gerilimleri fazın elastik ve yapışkan kısıtlamaları sebebiyle dolaylı yöntemlerin kullanılmasını gerektirir. Bu nedenden dolayı katı yüzey gerilimleri doğrudan ölçülemez. Herhangi bir sıvı yüzeyde bulunan molekülün

hareketliliği ile katı yüzeydeki molekülün hareketliliğini kıyasladığımızda katı yüzeydeki hareketlilik sıvılara oranla daha düşüktür. Bir sıvı damlasının katı bir yüzey üzerine düşüşü göz önüne alınırsa sıvı damlası; katı-sıvı arasında KS, katı-gaz arasında KG ve sıvı-gaz arasında SG olarak üç farklı ara yüzey gerilimlerinin dengelenmesi ile sıvı damlası ve katı yüzey arasında bir bağıntı kurulabilir.

Islatma açısı θ, sıvı, gaz ve katı yüzey ile üç fazlı bir sistemde sıvı damlasının katı yüzeye tutunması ile oluşan bir temas açısıdır ve ıslatmanın nicel bir ölçüsü olarak tanımlanır. Oluşan bu ıslatma açısı sıvının yüzeyine teğet düzlem ile katı yüzeyin teğet düzlemi arasında oluşur. Sıvıların katı yüzeyi ıslatabilirliği ölçülürken düşük viskoziteye sahip ve uçucu olmayan sıvı damlası kullanıldığında daha güvenilir bir sonuç verir.

Katı yüzey ile sıvı damla arasındaki θ ıslatma açısı ne kadar düşük olursa o kadar iyi yayılma eğilimi sergilemiş, θ ıslatma açısı ne kadar yüksek olursa o kadar kötü bir yayılma eğilimi sergilemiştir. Bu tanıma göre θ ıslatma açısı 90°'den küçük ise katı maddenin yüzeyini ıslattığı anlamına gelir. Islatma açısının sıfır ve sıfıra yakın olması tam ıslatma olduğunun bir göstergesidir. Eğer θ ıslatma açısının 90°'den büyük olduğu durumda ise sıvı damlasının katının yüzeyini ıslatmadığını ifade eder.

Katı madde düşük enerjili yüzeye sahip olduğu durumda yüzey, sıvı moleküllerinin birbirine uyguladıkları çekim kuvvetinden daha az bir kuvvetle sıvı moleküllerini çekeceğinden dolayı, katı yüzeye tutunan sıvı molekülleri sıvı yüzeyinden daha zayıf bir çekim kuvvetine sahiptir (Oguz, 2018).



Şekil 1. Katı yüzey üzerindeki sıvı damlasının katı-sıvı, sıvı-gaz ve katı-gaz olmak üzere üç kuvvet ile dengelenmesi (Oguz, 2018).

Islatma açısı ilk olarak 1805 yılında Thomas Young tarafından tanımlanmıştır. Üç kuvvetin dengesi sonucu ortaya çıkan terimler; γ_{KS} katı ve sıvı ara yüz gerilimi, γ_{KG} katı ve gaz arasındaki ara yüz gerilimi ve γ_{SG} sıvı ve gaz arasındaki ara yüz gerilimini ifade eder. Bu denge sonunda oluşan eşitlik bize Young denklemini verir (Eşitlik 1).

$$\gamma_{KG} = \gamma_{KS} + \gamma_{SG} \cos\theta \qquad 1)$$

Eşitlik 3.1'deγ yüzey gerilimi veya yüzey serbest enerjisi olarak adlandırılır. Eğer $[\gamma_{KG} > (\gamma_{KS} + \gamma_{SG})]$ yüksek enerjili bir katı varlığını gösteriyorsa, Young denkleminde bulunan θ ıslatma açısı $(\theta = 0)$ a denk gelen $(\cos\theta = 1)$ eşitliği sıvının katı yüzey üzerinde tamamen yayıldığı anlamına gelir. Bu üç kuvvet, katı maddenin yüzeyinde oluşan $(-\gamma_{SG} \sin\theta)$ kuvveti ile dengelenmiştir (Oguz, 2018).

2.1.2 Islatma Açısının Endüstriyel Uygulamaları

Katı ve sıvı maddeler arasında oluşan etkileşimler birçok endüstriyel uygulamada fiziksel ve kimyasal etkileşimlerin anlaşılmasında önemli bir rol oynamaktadır. Cam metal, deri-kumaş gibi farklı bileşenler arasındaki yapışma olayı ve altlık malzemenin üzerinde yüzey üzerine yayılan yapışkan malzemenin ıslanması, ıslatma (temas) açısı ile belirlenir. θ ıslatma açısının belirlenmesi boya ve kaplama endüstrisi açısından da büyük önem taşımaktadır.
Aynı zamanda inşaat ve otomotiv endüstri alanında ıslatma açısı yardımı ile katı yüzeyin ara yüzey gerilimini optimize etmek gerekmektedir. Örneğin; baskı sürecinde yer alan tüm malzemelerin optimum baskı kalitesini elde etmek için katı maddenin yüzeyinin belirli bir yüzey serbest enerjisine sahip olması gerektiğinden dolayı baskı işlemi boyunca çoğu aşamada ıslatma açısının ölçülmesine ihtiyaç vardır.

Tekstil endüstri alanındaki halı ipliğinden cerrah önlüklerine kadar birçok şey, tekstil malzemesine uygulanan leke önleyici kaplamalar gibi yüzey işlemleri, kumaşların ıslanabilme ve yıkanabilme özelliği ve hidrofobikliği ıslatma açısının ölçümleri ile sağlanabilir.

Tıp, ilaç ve kozmetik endüstrileri alanında bulunan araştırma ve kontrol laboratuvarlarında ıslatma açısı kullanılmaktadır. Tek kullanımlık lensler, diş protezleri gibi materyallerin oluşması için yüzey modifiyeli biyolojik malzemeler kullanılmaktadır. Fakat bunlar biyolojik anlamda uyumlu olup insan vücudu tarafından reddedilmemelidir. Bu sebeplerden dolayı ıslatma açısı biyo uyumluluk incelemelerinde de önemli bir yere sahiptir (Oguz, 2018).

2.1.3. Sessile Drop Metodu Kullanılarak Islatma Açısı Ölçümü

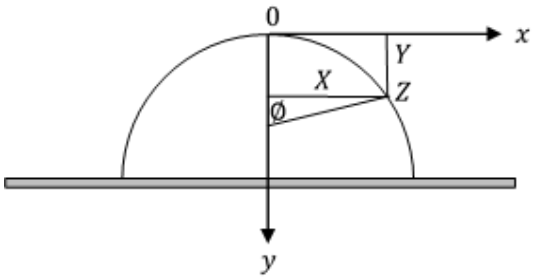
Katı bir yüzey üzerine damlayan sıvı damlasının zamanla değişimi söz konusu olup bu değişimi inceleyerek ıslatma açısı ölçülebilir. Sıvı damlanın yerçekimi kuvveti etkisi içindeki sıvı yüzeyi ile ilişkisi Eşitlik2'de ifade edilmiştir (Samiappan, 2013).

$$\frac{1}{\frac{r_m}{b}} + \frac{\sin \emptyset}{\frac{x}{b}} = 2 + \frac{z}{b}\frac{(\rho_2 - \rho_1) r_m B^2}{\gamma_{SG}} \quad (2)$$

Eşitlik 2'de yer alan r_m meridyen kısmın düz yüzeyine denk gelen eğim yarıçapını, b en yüksek seviyedeki damlanın sahip olduğu yarıçapı ifade etmektedir.

$$b = R_1 = R_2 \quad (3)$$

$\frac{(\rho_2 - \rho_1) r_m B^2}{\gamma_{SG}}$ifadesi ise sıvı-gaz ikili sistemin sahip olduğu yoğunluk farkı yani β dır. g yerçekimi ivmesini, x ve z sıvı damla yüzeyi üzerindeki herhangi bir noktayı ifade eder.



Şekil 2.Katı yüzey üzerine düşen sıvı damlanın koordinat sistemi [Bozmaoğlu,2015].

Bu denklemler dahilinde katı altlığın yüzeyi ile sıvı damlanın ara yüzeyi arasında bir eğimi yani ıslatma açısı hesaplanabilir. Sessile drop yöntemi sıvı ve gaz fazları arasındaki etkileşimden kaynaklanan yüzey gerilimi γ_{SG} ve ıslatma açısı θ değerini hesaplamamıza kolaylık sağlar. Eşitlik 3.10'da integral işlemi yapılırsa tam sonuca ulaşılabilir. Bu sonucun en keskin çözümleri Bashforth ve Adams'ın yaptığı çalışmalarda bulmuş olduğu hesaplamaların çizelgeleri kullanılmaktadır. Bu durumda yüzey gerilimi γ Eşitlik 4'de verilen bağıntı ile hesaplanabilir (Samiappan, 2013).

$$\gamma = \frac{g r_m b^2}{\beta} \quad (4)$$

Bashforth ve Adams'ın çizelgelerinde belirtilen x_1, x_2 ve ∅ koordinatları yardımıyla b ve β belirlenebilir. Genellikle $\theta = 90°$ olduğu durumda tercih edilen ∅ değeri ile x ve z koordinatlarının ölçüm değerleri bulunur.

Aynı şekilde sıvı damlası katı altlığın yüzeyi ile temas ettiği andaki sıvı yüzeyinin üzerinden bir teğet çizilerek ıslatma (temas) açısı Eşitlik 5 kullanılarak hesaplanabilir.

$$\tan\theta = \frac{2ha}{a^2 - h^2} \tag{5}$$

Sıvı damlasının yüzeyinden teğet çizme yöntemi dışında küresel şekildeki damlanın formülü Eşitlik 6 kullanılarak temas açısı hesaplanabilir.

$$\cos\theta = 1 - \frac{3\pi h^2}{3\vartheta - \pi h^3} \tag{6}$$

Bu eşitliklerde kullanılan h değeri damlanın maksimum yüksekliğini, a değeri ise katı altlık üzerinde temas eden küresel damlanın çevre uzunluğunun yarıçapını ifade eder. Damlanın hacmi büyük ise damlanın yüzeyine teğet çizilen eğim değeri ihmal edilerek Eşitlik 7 kullanılarak temas açı ölçümü hesaplanabilir.

$$\cos\theta - \frac{\rho_2 g h}{2\gamma_{SG}} \tag{7}$$

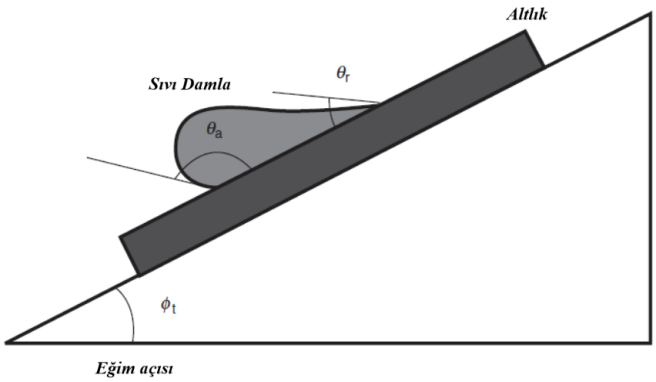
Sessile drop yöntemi kullanılarak ergimiş sıvı-katı ıslatma işleminin ölçümü ve hesaplanması diğer yöntemlere göre daha güvenilirdir. Katı-sıvı ara yüz fazları için kullanılan materyalin küçük bir parçasının kullanılması, sıvı damlanın kapalı bir ortamda damlatılarak damla ile temas edilmemesi ve bu damlama esnasında dijital kamera kullanılarak sadece görüntü yardımıyla ölçümlerin yapılması, kullanılan numunenin tekrar ısıtılması veya işlem yapılmaya ihtiyaç duyulmaması bu metodun seçilmesinin avantajları arasındadır (Samiappan, 2013).

2.1.4 İlerleme ve Gerileme Islatma Açıları

Bir sıvının katı yüzey ile temas etmesi sonucunda oluşan ıslatma açısı dengeli bir durum için geçerlidir. Yani küresel bir şekli tamamlayacak biçimde katı yüzeyin üzerine damlayan sıvının sağ ve sol eğimlerinin dengeli olması gerekir. Eğer bu durum söz konusu değil ise yani sağ ve sol taraftaki sıvı damlanın hacimleri farklı ise ıslatma açısı belirlenirken başka bir yol izlenir. Bu

açılar katı altlığın düz bir zemin üzerinde olmaması veya altlık üzerindeki yüzeyin her yerinin farklı pürüzlülük değerine sahip olmasından kaynaklı olabilir. Bu ıslatma açıları ilerleyen θ_a ve gerileyen θ_rıslatma açısı olmak üzere iki şekilde ifade edilir. Yüzey pürüzlülüğü arttıkça ilerleyen ve gerileyen ıslatma açıları arasındaki fark büyük olur. Bu koşullar altında denge temas açısı Eşitlik 9'da ifade edilmiştir.

$$\cos\theta_e = (\cos\theta_a + \cos\theta_r)/2 \quad (9)$$



Şekil 3.İlerleyen ve gerileyen ıslatma açıları [Erbil,2006].

Reaktif sistemlerde ıslatma işlemi esnasında katı yüzey üzerindeki sıvı damlacık buharlaşırsa ıslatma açısı θ_a dan $\theta_r$ye geriler. Gerileyen ıslatma açısında sıvı damla denge alanından daha geniş bir yüzey alanında katı altlık malzeme ile temasa geçer. Bu esnada katı madde temas esnasında sıvı madde ile tepkimeye girer ve tepkimeye girmiş olan maddenin ıslatma açısı ölçülebilir.

Reaktif olmayan sistemler gözlemlendiğinde sıvının katı yüzeyi ıslatmadığı durumlar gözlemlenmekte ve ıslatma açısı katı-sıvı, sıvı-gaz, katı-gaz üç ara yüzey fazının dengesine bağımlı olmaktadır. Böyle sistemlerde ıslatma açısı neredeyse çok çabuk bir şekilde dengeye gelerek sıvının yayılması daha yavaş bir şekilde olmaktadır (Yang vd., 2016).

2.1.5 Yüzey Pürüzlülüğü ve Islatma Açısı Arasındaki İlişki

İdeal bir kat maddenin yüzeyi atomik olarak düz ve kimyasal olarak homojen bir yapıya sahiptir. Ancak gerçek hayatta böyle bir ideal yüzeye sahip materyal bulmak mümkün değildir. Çünkü tüm gerçek katı maddelerin yüzeyleri, yüzey pürüzlülüğüne sahip olup belirli bir dereceye kadar üzerlerinde yabancı madde varlığına bağlı olarak kimyasal alanda heterojendir. Gerçek

arayüzey alanının plan alanına oranı olarak adlandırılan yüzey pürüzlülüğü Atomik Kuvvet Mikroskopisi (AFM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) gibi çeşitli spektroskopik metotlarla ve katı altlık madde üzerindeki sıvı damlalarının ilerleme ve gerileme ıslatma açısı ölçülerek belirlenebilir.

Katı madde tamamen veya tek bir kristal yapıya sahip olsa bile üzerinde birden fazla farklı yüzey olabilir. Metalik, kovalent ve iyonik kristal tek bir dev kristal olarak kabul edilir. Bir katı kristal yapısının atomları bulunduğu yerlere sabitlenmiştir. Arayüzey oluştuğunda bulundukları yerlere yerleşip burada kalırlar ve bu durumda katı maddenin yüzeyinde aynı özelliklerde olan iki atomun ya da molekülün bulunmamasına sebep olabilir. Kristalde meydana gelen kusurlar kristalin sahip olduğu yoğunluğu ve ısı kapasitesini çok az bir şekilde etkiler fakat mekanik mukavemeti ve elektrik iletkenliğini ciddi derecede değiştirir. Metal maddenin yüzeyi üzerinde yüzey atomlarının konum ve bağlantı çeşitleri açısından birçok olası türü vardır. Metal dışındaki malzemeler için atomdan atoma kadar çeşitlilik gösteren arayüz yapısı yükseklikler ve boşlukların oluşması ile daha da büyük olması gerekir (Yang vd., 2016).

Islanabilirlik bir katı altlığın herhangi bir sıvı damla ile kaplanabilmesi olayıdır. Bu sıvı madde herhangi bir şarta gerek kalmadan altlık malzemeye yayılabilir. Sıvı orijinal sıvıyı yerinden oynatarak katı madde yüzeyinde hareket edebilir. Fakat sıvı-sıvı ve katı-sıvı ara yüz etkileşimleri arasında ıslatma açısı dengeye geldiğinde hareketi ve yayılması durur. Bu durum sıvı damla ile katı altlık malzeme yüzeyinde ıslanmanın büyüklüğünü gösterir.

Dolayısıyla ıslanabilirlik katı materyalin yüzeyine tutunan sıvı damlasının ıslatma açısı ölçülerek hesaplanabilir. Yüzey lekelerinin etkisi ya da diğer materyallerin adsorbe edilmesi ihmal edildiğinde katı maddenin yüzeyinin ıslanabilme özelliği yüzeyin kimyasal yapısı ile yüzey pürüzlülüğünden ileri gelen sebeplerden dolayı yüzey enerjisine bağlıdır.

Katı ile sıvı yüzeyler arasındaki ıslatma açısının dengeli bir temas açısı haline gelmesi için kullanılacak ifade Eşitlik 10'da verilmiştir.

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{KG} - \gamma_{KS}}{\gamma_{SG}} \tag{10}$$

Bir sıvının sahip olduğu yüzey alanı sıvının en önemli karakteristiklerinden biridir ve sıvının düzlemindeki geometrik alan ile belirlenebilir. Bir katı maddenin yüzeyi pürüzlü ise görülen ara yüz alanı düz yüzeyin ara yüz alanından r katı kadar gerçek arayüzey alanına sahiptir (Samiappan, 2013).

3. DENEYSEL PROSEDÜR

3.1. Kurşunsuz Lehim Alaşımlarının Üretim Süreci

3.1.1. Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(Bi,In) Dörtlü Kurşunsuz Lehim Alaşımlarının Üretim Süreci ve Cu (Bakır) Altlığın Hazırlanışı

Deneyde kullanmak üzere SAC-0,5 (Bi,In) üretmek için 96,5g Sn, 2,5g Ag, 0,5g Cu, 0,5g In-Bi; SAC-1 (Bi,In) üretmek için 96,5g Sn, 2,0g Ag, 0,5g Cu, 1,0g In-Bi; SAC-2 (Bi,In) üretmek için 96,5g Sn, 1,0g Ag, 0,5g Cu, 2,0g In-Bi olmak üzere elementler 6 farklı oranda hazırlanarak bir potada eritilmiş ve kalıba dökümleri yapılmıştır. Alaşımlar hazırlanırken elementlerin uygun oranlarda karışabilmesi için hassas terazi kullanılmış ve döküm işlemi yapılırken oksitlenmenin engellenmesi için argon (Ar) gazı atmosferinde döküm işlemi yapılmıştır.

Üretilen yeni dörtlü Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(Bi,In) (x = %0,5; 1,0 ve 2,0) kurşunsuz lehim alaşımları indüksiyon fırınında 450℃'de 3 saat boyunca Argon (Ar) gazı ortamında ergitildi ve döküm kabına alındı. Alaşımlar daha sonra homojenizasyon işlemine tabi tutuldu. Bunun için 180℃'de 48 saat boyunca bekletildi. Bu sayede alaşımın içindeki Sn, Ag, Cu ve Bi-In atomlarının sadece belli yerlerde toplanması engellenip, her yere homojen olarak dağılması sağlanmıştır. Fırından çıkarılan alaşımlar soğuk suyun içine atılarak şoklama yapılması sağlanmış ve bu sayede atomların homojen olarak dağıldığı yerde kalması amaçlanmıştır.



Şekil 4. Kurşunsuz lehim alaşımının üretim aşaması.

İşlemlerin sonunda her biri 100g olmak üzere toplam 6 tane SAC-0,5(Bi,In), SAC-1,0(Bi,In) ve SAC-2,0(Bi,In) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımları üretilmiştir. Bu işlemden sonra alaşım numuneleri Karabük Üniversitesi Malzeme Araştırma ve Geliştirme Merkezi (MARGEM) Laboratuvarı'nda "RIGAKU ZSX Primus II" cihazı kullanılarak X-ışını floresansı (XRF) analizine tabi tutuldu. Aşağıdaki tablolarda elde edilen XRF sonuçları gösterilmiştir. XRF sonuçları hazırlanan alaşımların yüzdelerinin kabul edilebilir hata payında olduğunu göstermiştir.

Tablo 1. SAC-0.5In, SAC-1In ve SAC-2In XRF analiz sonuçları.

Alaşımlar	**Al**(%)	**Cu**(%)	**Ag**(%)	**In**(%)	**Pb**(%)	**Cd**(%)	**Sn**(%)
SAC-0,5In	0,0319	0,4312	2,6569	0,5421	0,000	0,0876	96,2235
SAC-1In	0,0302	0,4363	2,0822	0,9940	0,0217	0,0839	96,3202
SAC-2In	0,0344	0,5380	1,0196	2,0013	0,0414	0,0815	96,2632

Tablo 2. SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi XRF analiz sonuçları.

Alaşımlar	**Sn (%)**	**Ag (%)**	**Cu (%)**	**Bi (%)**	**Al (%)**	**Fe (%)**	**Pb (%)**
SAC-0.5Bi	96,2206	2,6841	0,4173	0,4554	0,504	0,0212	0,0080
SAC-1Bi	96,4783	2,0100	0,4790	0,8330	0,0491	0,0164	0,0000
SAC-2Bi	96,7855	1,0252	0,2329	1,7932	0,0402	0,0225	0,0000

Deneyde alaşımların damlatılacağı yüzey olarak %99,85 saflıktaki elektrolit Cu altlık elektrik ve elektronik endüstrisinde yaygın olarak lehimlemeye maruz bırakılmasından dolayı tercih edildi ve Boskay Metal A.Ş. atölyelerinde 12x8x3mm boyutlarında hazırlandı. Hazırlanan Cu altlıklar KBÜ Teknoloji Fakültesi Metal Laboratuvarı'nda bakalit malzeme ile kaplandı. Bakalit ile kaplanan Cu altlığın alaşım damlasının düşeceği yüzeyi 400, 600, 800, 1000 ve 1200 mesh'lik zımparalar yardımıyla zımparalandı. Zımparalama işleminin ardından Cu altlıkların yüzeylerinin minimum düzeyde pürüzlü olabilmesi için, 6, 3 ve 1µm elmas pasta kullanılarak parlatma işlemi gerçekleştirildi.



Şekil 5. Parlatma işlemine tabi tutulan Cu altlık malzeme.

Parlatma işlemi yapılmasının nedeni Wenzel denklemlerine göre yüzey pürüzlülüğü arttıkça ıslatma daha kolay hale gelir. Hazırlanan alaşımların ıslatma özelliklerinin incelenebilmesi için Cu altlıkların yüzeylerinin ıslatılmasının zor olması ve sadece hazırlanan alaşımların ıslatma özelliklerinin incelenmesi gerekmektedir.

3.1.2. Deney Düzeneği

Düzeneği meydana getiren temel parçalar aşağıda sıralanmıştır.

1. 300x300x200mm boyutlarında elektrik fırını,
2. Dış çapı 15,60 mm, iç çapı 11,10 mm ve boyu 279 mm olan seramik tüp,
3. Çapı 6,8 mm ve boyu 300 mm olan çelik çubuk, çapı 11,7 mm ve boyu 38 mm olan çelik uç,
4. Dış çapı 24,72 mm, iç çapı 21,70 mm ve boyu 450 mm olan kuartz cam tüp,
5. %99,999 saflıkta Argon gazı,
6. 1 hp gücünde step motor,
7. Hızlı çekim yapabilen video kamera (Casio Pro EX-F1 600 fps),
8. 12x18x3 mm boyutlarında Cu altlık malzeme.



(a) (b) (c)

Şekil 6. a) Elektrik fırını, b) seramik tüp ve c) çelik çubuk.



(a) (b) (c)

Şekil 7. a) kuartz cam, b) %99,999 saflıkta Ar gazı ve c) step motor.



(a) (b)

Şekil 8. a) Hızlı çekim yapabilen video kamera ve b) Cu altlık malzeme.

3.1.3. Deneyin Yapılışı

Deneysel çalışmalara geçmeden önce düzeneği oluşturan bütün parçaların temizlenerek hazır hale getirilmesi yapılan çalışmanın sağlığı açısından oldukça önemlidir. Çünkü lehimleme esnasında deney setinin her bir parçasından kaynaklanabilecek oksit oluşumu deneyi olumsuz yönde etkileyebilir. Üretilen Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5(Bi,In), Sn-2Ag-0,5Cu-1(Bi,In) ve Sn-1Ag-0,5Cu-2(Bi,In) alaşımlarından her bir deney için yaklaşık 1,4g kütleye sahip parçacıklar kesildi. Lehim alaşımının ergitilerek damlaması için bir ucu kapalı ve yaklaşık 1mm çapında bir deliğe sahip olan seramik tüp içerisine yerleştirildi. Ergiyen metal lehim alaşımının damlaması için baskı yapmak sureti ile çelik çubuk üzerine monte edilmiş çelik uç seramik tüpün içerisinde malzemeye temas etmeyecek şekilde bırakıldı. Bakalit ile kaplı Cu altlık kıl testere ile kesilerek çıkartıldı ve lehimin damlatılacağı yüzey alümina malzemesi yardımıyla oksitlerden temizlendi.

Cu altlık temizlendikten sonra Şekil 9'da gösterilen deney setinin içerisinde grafit tabanı üzerine yerleştirildi. Lehim alaşımı konulan seramik tüp Cu altlık üzerinde yaklaşık 1cm aralıklı olacak şekilde deney düzeneğinde kuartz camın içerisine konuldu. Bu düzenek hazırlanırken damlanın Cu altlık üzerine düşeceği yer fırının içerisinde ortalanarak bırakıldı. Kuartz camın altında ve üstünde yüksek saflıkta argon gazının dolaşabilmesi için gerekli aparatlar yardımıyla argon tüpü ile bağlantısı sağlandı. Max.1200 fps değerinde çekim yapabilen bir dijital kamera yardımıyla damla görüntüsünü almak için kamera en uygun yere yerleştirildi. Böylece deney başlamaya hazır hale getirildi.

Gerekli kontroller sağlanarak düzenek kurulduktan sonra yüksek saflıktaki argon gazı ilk önce alt uçtan 10dk boyunca daha sonra da üst uçtan 20dk boyunca dolaşması sağlandı. 30dk'lık bu süre dolduktan sonra fırın istenilen sıcaklık (250, 280 ve 310°C) değerine ayarlandı ve lehimin ergimesi beklendi. Fırının sağ ve sol iki bölmesi olduğundan dolayı sağ ve sol termo çiftlerinin ayarlanan sıcaklık değerini gösterdiği denge sıcaklığının eşitlenmesi için 30dk kadar beklendi. Deneyin başlamışından 60dk sonra lehim alaşımı ergimiş bir şekilde damlamaya hazır hale geldi ve ucu step motoruna bağlı olan çelik demir step motoru sayesinde belirli bir frekansta dönemsi sağlandı. Bu sırada dijital kamera ile video kaydı alındı. Lehim alaşımı sıvı bir şekilde Cu altlık üzerine damlatıldığı andan itibaren 10dk'lık bir video kaydı yapıldı. Tüm bu işlemler tamamlandıktan sonra deney düzeneği kapatılarak işlem sonlandırıldı. Video kaydındaki 5, 10, 15, 30, 60, 90, 120, 150 ve 300. saniyelerdeki ekran görüntüleri alınarak kaydedildi. Bilgisayarda "Corel Draw" çizim programı kullanılarak lehim alaşımının Cu altlık üzerindeki ıslatma açısı ölçüldü ve kaydedildi.

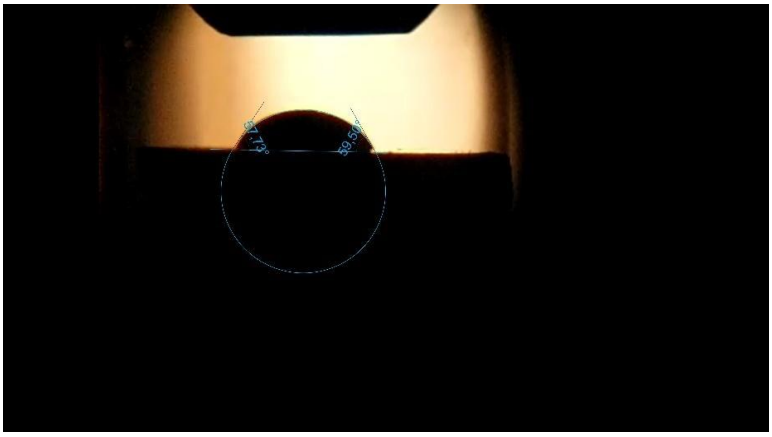


Şekil 9. Deney setinin birleştirilmiş hali.

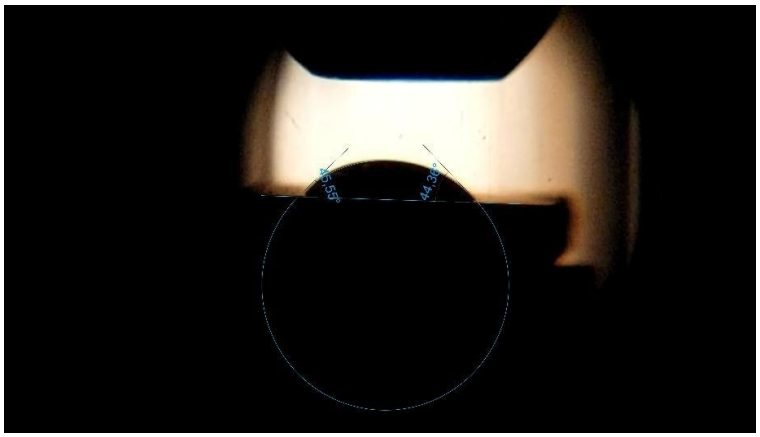
3.1.4. Islatma Açısı Ölçümleri

Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(Bi,In) (x = %0,5; 1,0 ve 2,0) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımı her malzeme için 250, 280 ve 310 °Csıcaklıklarda Cu altlık malzeme üzerine damlatılarak altlık ile alaşım arasındaki ıslatma açısı değerleri “Corel Draw X5” programı ile ölçüldü.

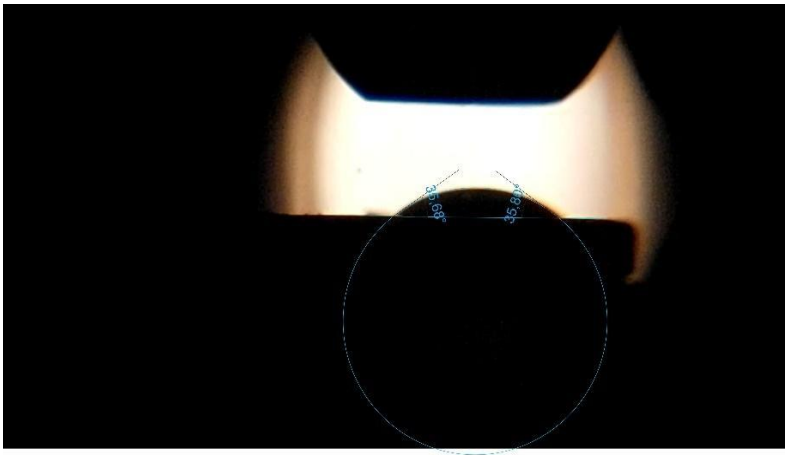
Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(Bi,In) (x = %0,5; 1,0 ve 2,0) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımı her malzeme için 250, 280 ve 310 °C sıcaklıklarda Cu altlık malzeme üzerine damlatılarak altlık ile alaşım arasındaki ıslatma açısı değerleri “Corel Draw X5” programı ile ölçüldü.



(a)

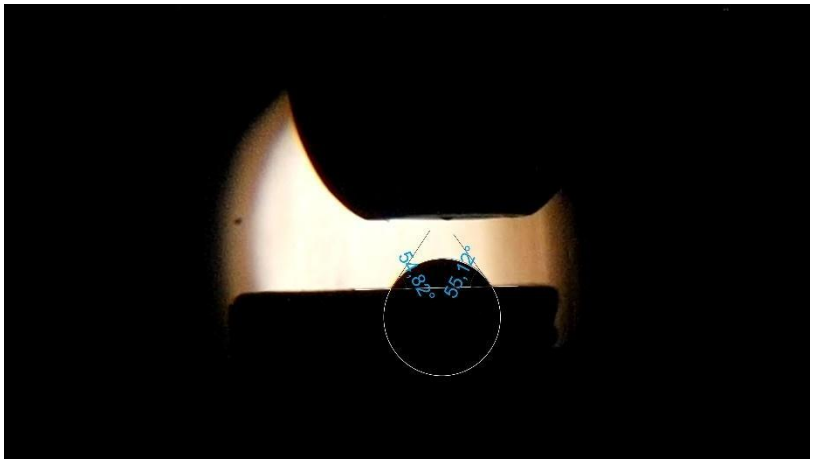


(b)

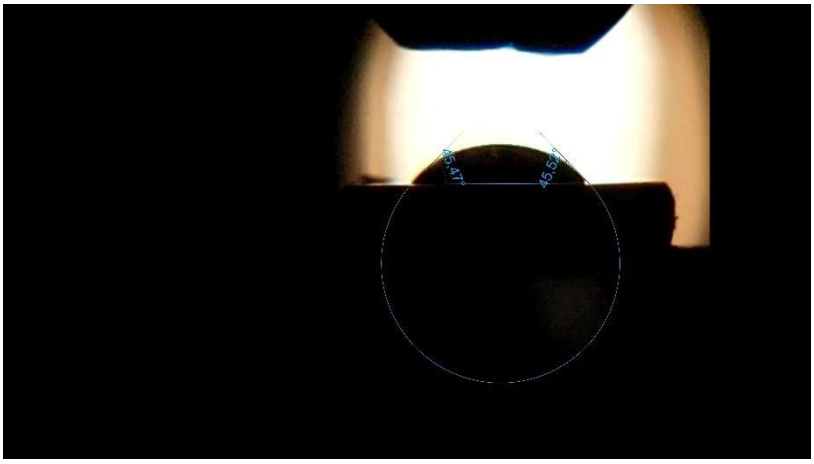


(c)

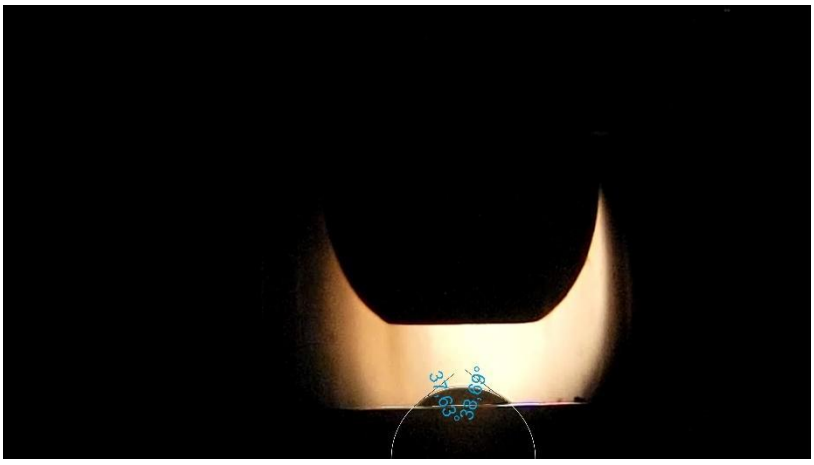
Şekil 10. SAC-0,5Bi lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları.



(a)

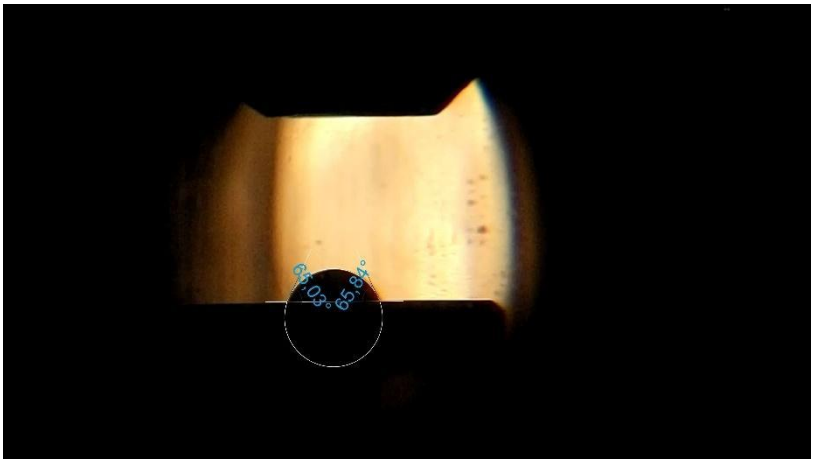


(b)

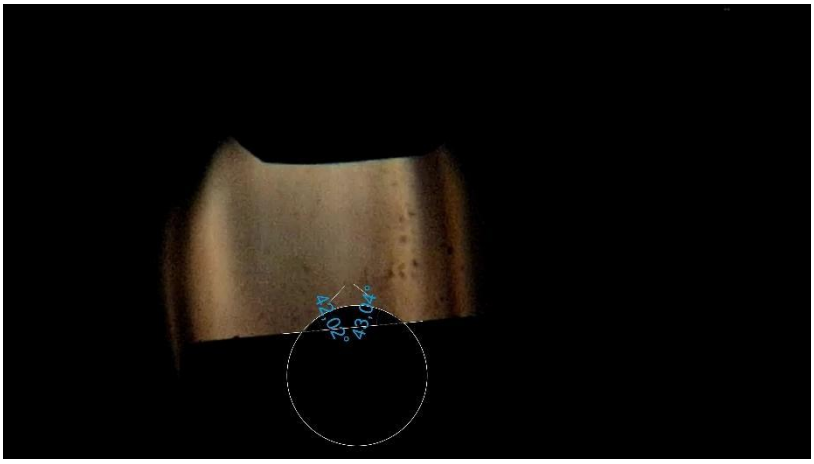


(c)

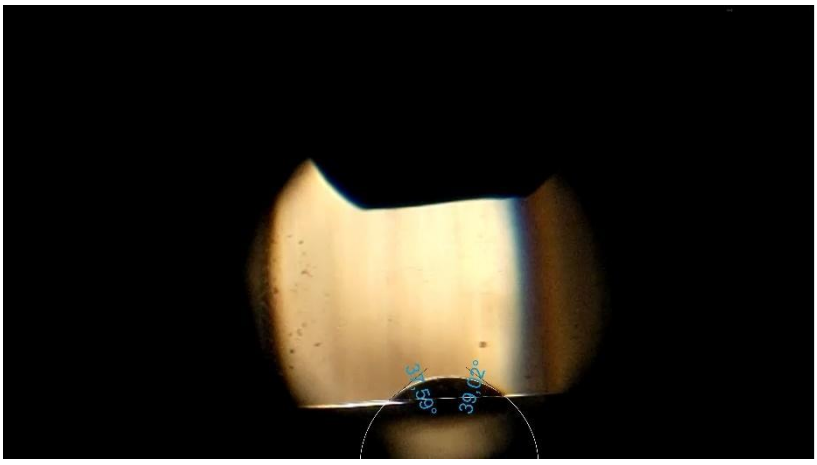
Şekil 11. SAC-1Bi lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları.



(a)

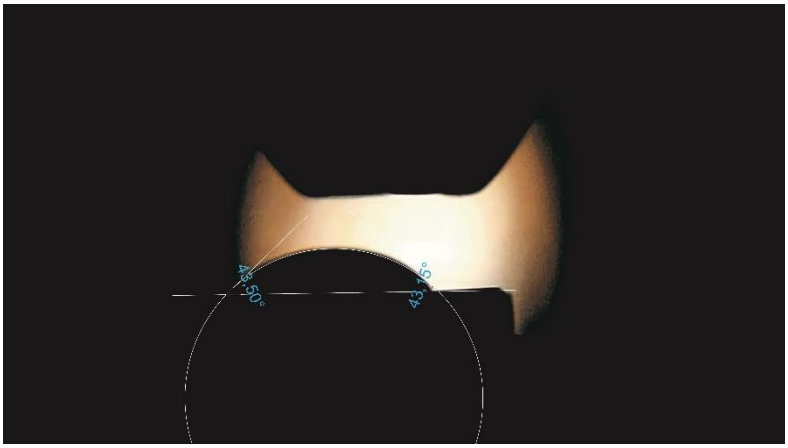


(b)

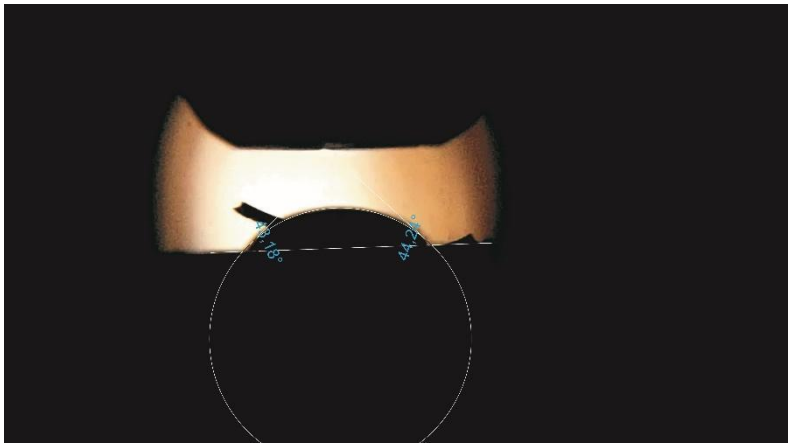


(c)

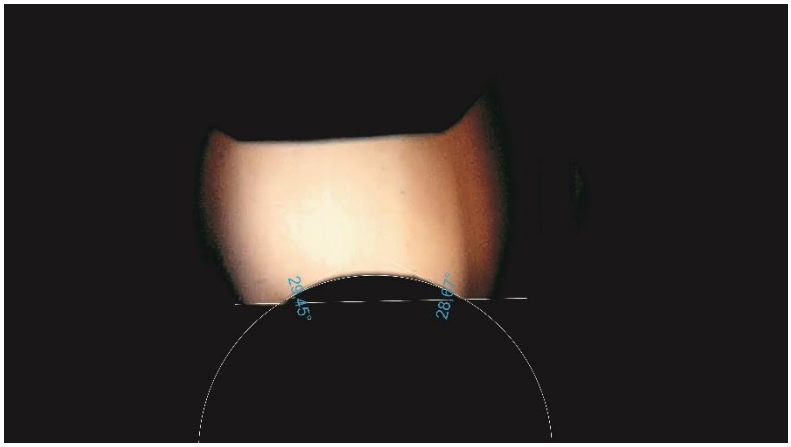
Şekil 12. SAC-2Bi lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları.



(a)

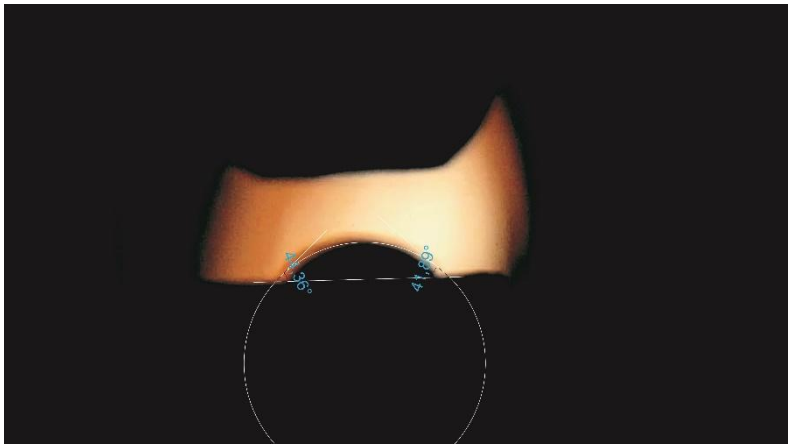


(b)

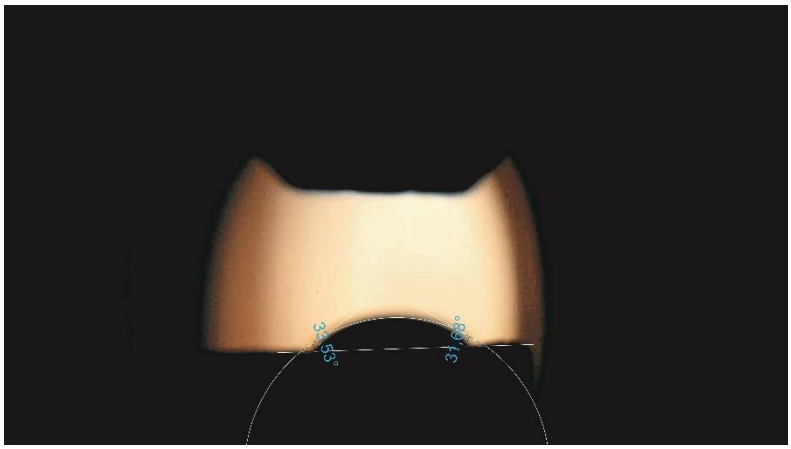


(c)

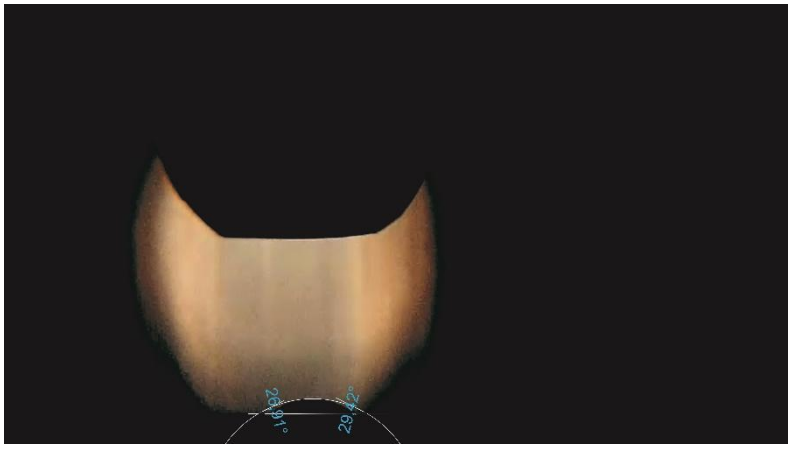
Şekil 13. SAC-0,5In lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları.



(a)

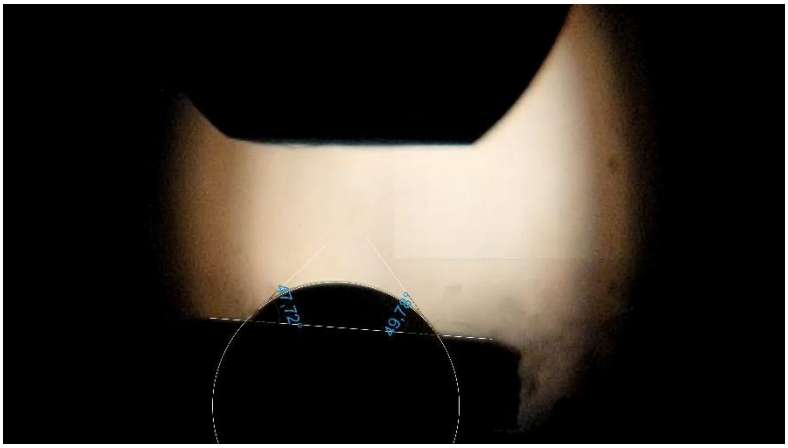


(b)

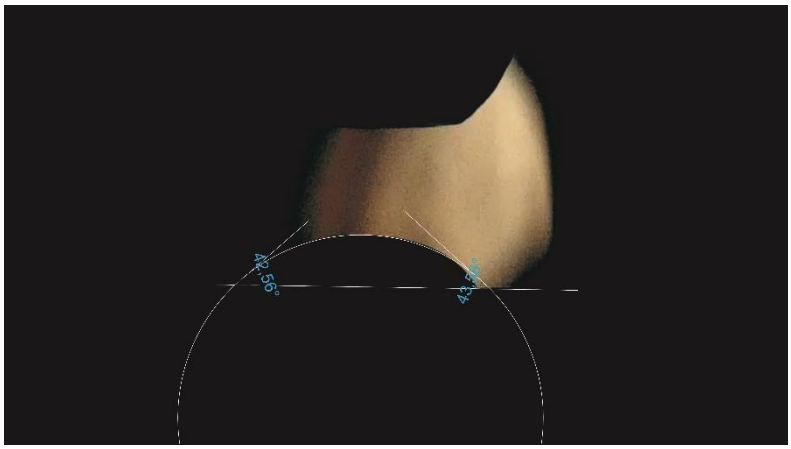


(c)

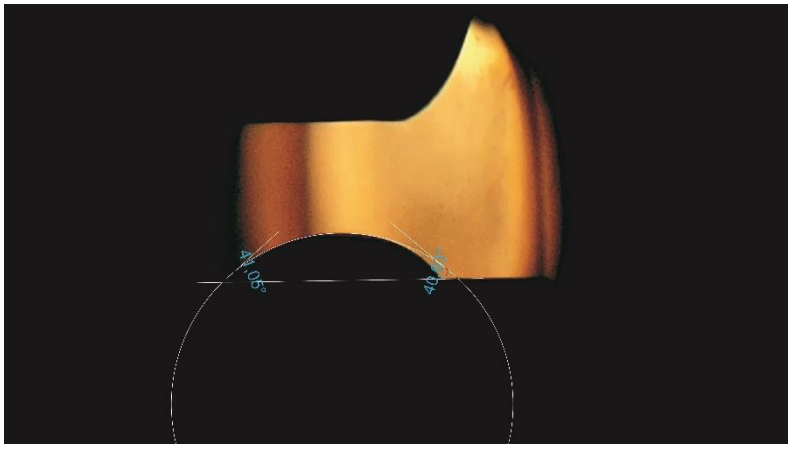
Şekil 14. SAC-1In lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları.



(a)



(b)

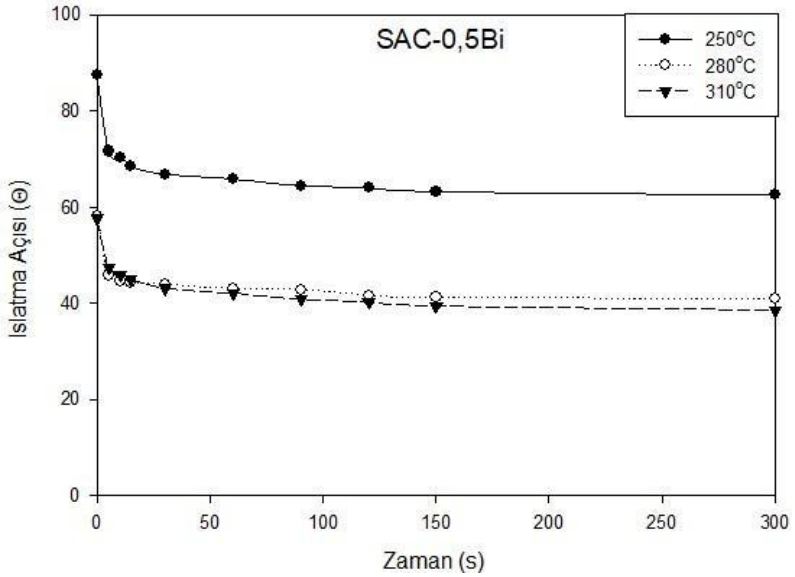


(c)

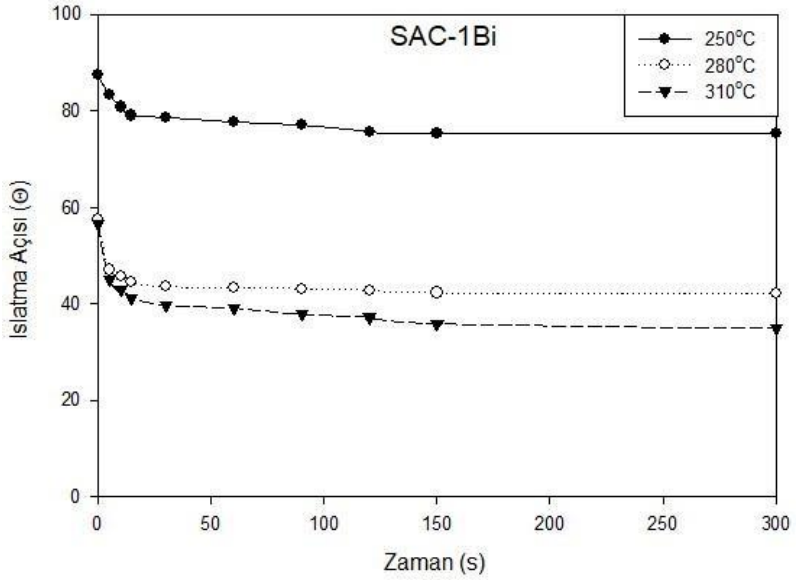
Şekil 15. SAC-2In lehim alaşımının a) 250°C b) 280°C ve c) 310°C sıcaklıklarındaki ıslatma açıları.

3.1.5 Islatma Açısının Zamana Bağlı Değişim Grafikleri

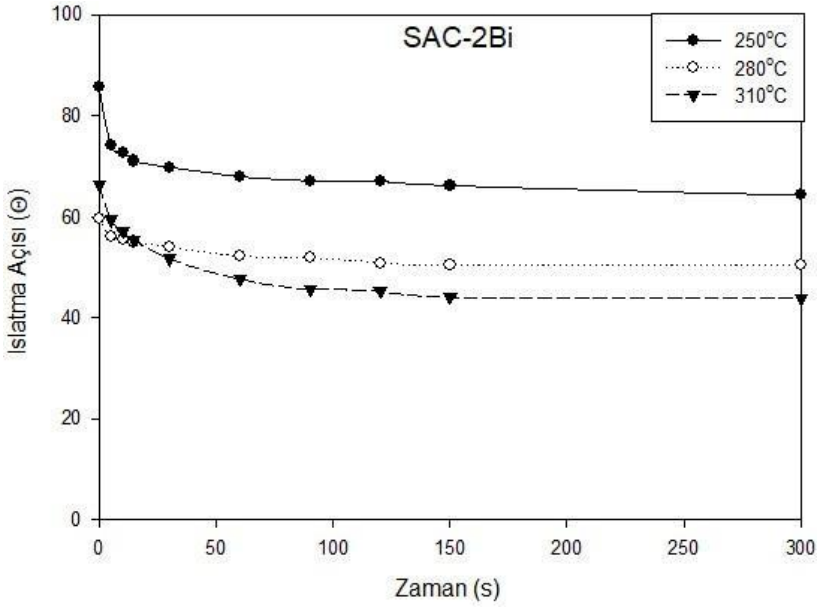
SAC-0,5(Bi,In), SAC-1(Bi,In) ve SAC-2(Bi,In) kurşunsuz lehim alaşımlarının 250, 280 ve 310℃ sıcaklıklardaki ıslatma açısı değerlerinin bilgisayar ortamında “Sigma Plot 12” programı yardımıyla zamana bağlı grafikleri çizdirilmiştir. Her alaşımın kendi arasında 250, 280, 310°C sıcaklıklarda ve her sıcaklık değeri için SAC-0,5(Bi,In), SAC-1(Bi,In), SAC-2(Bi,In) alaşımlarına karşılık ıslatma açı değerleri ölçülmüştür. Islatma açısı-zaman değişim grafiklerinde üstel fonksiyon olarak bir azalma görülmektedir. Damlama sıcaklığı arttıkça ıslatma açısı değerlerinin azalmakta ve değişim eğrilerinin yaklaşık olarak 30.s’de denge durumuna geldiği belirlenmiştir. Alaşım içerisindeki Ag oranı %3’ten %2’ye gerilediğinde ıslatma açısı düşüş eğilimi göstermektedir. Bu düşme ilave edilen In ve Bi elementlerinin yüzey enerjisine yapmış oldukları etkiden dolayı meydana geldiği düşünülmektedir. En düşük ıslatma açısı değerleri 310℃ sıcaklığında SAC-1In ve SAC-1Bi alaşımları için sırasıyla 35,55°, 35,59° elde edilmiştir.



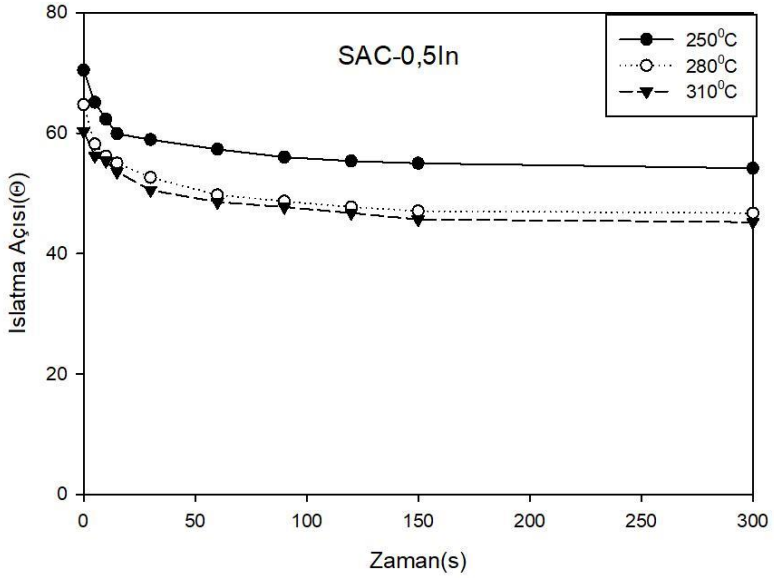
Şekil 16. SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği.



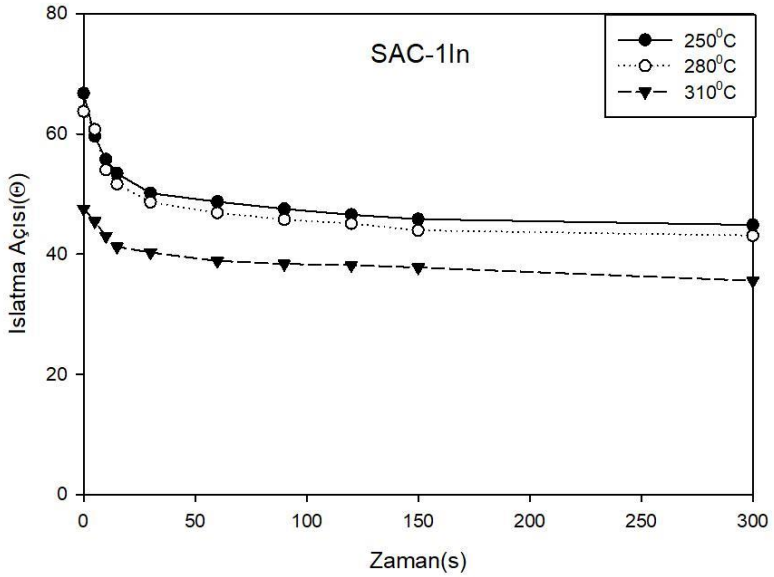
Şekil 17. SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği.



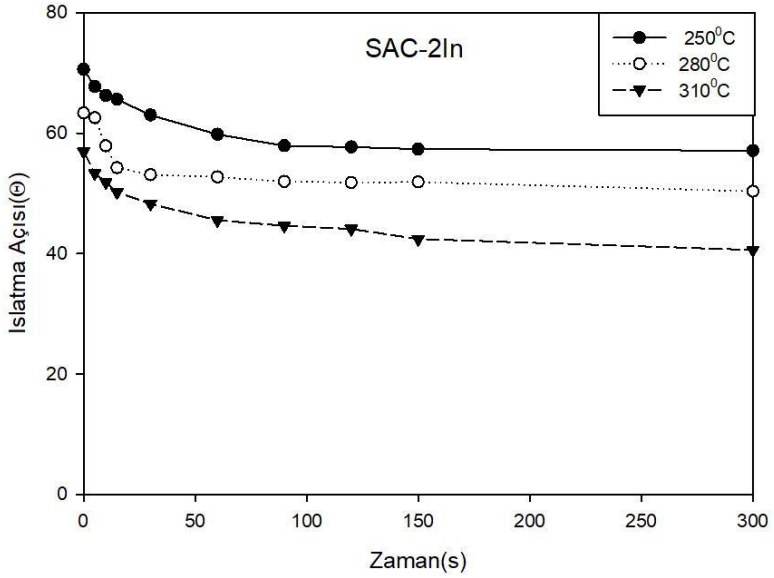
Şekil 18. SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği.



Şekil 19. SAC-0,5In kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği.



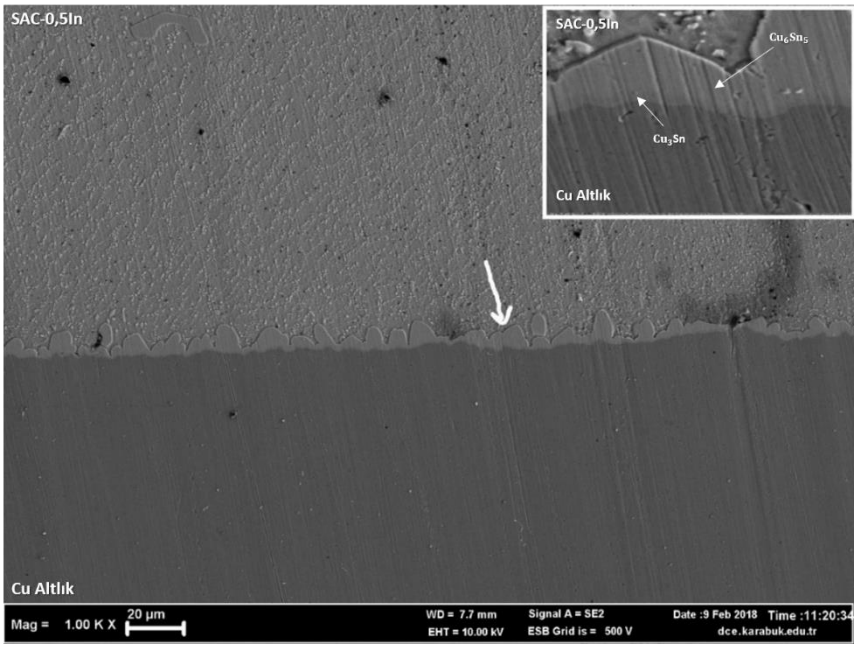
Şekil 20. SAC-1In kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği.



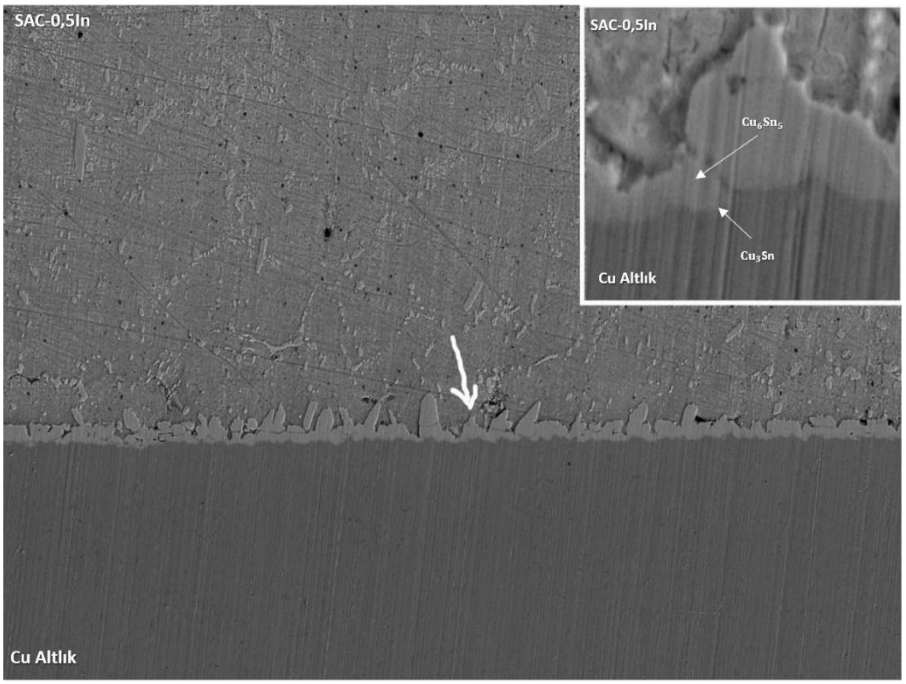
Şekil 21. SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımının sıcaklık-zaman grafiği.

3.1.6 Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntülerinin Analiz Edilmesi

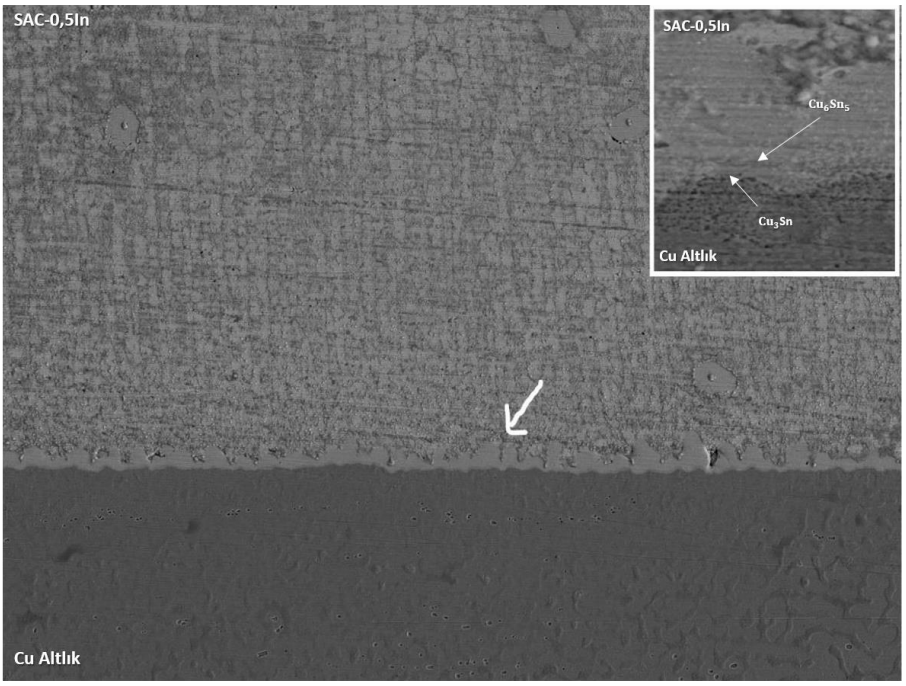
Kurşunsuz lehim alaşımları ile Cu altlık arasında gerçekleşen etkileşimler ve SAC-In/Cu arayüzeyinde oluşan fazları tespit etmek için Karabük Üniversitesi MARGEM Laboratuvarları'nda SEM ve EDX analizleri yapılmıştır. Bu analizler için "CARL ZEISS ULTRA PLUS GEMINI FESEM" cihazı kullanılmıştır. Bu cihazlar yüksek çözünürlükte yalıtkan, yarıiletken ve iletken malzemelerin mikroyapı özellikleri ile bir yüzeyin yapısal haritasının çıkarılması ve EDX detektörü ile kantitatif ve kalitatif analizlerin yapılması gibi teknik özelliklere sahiptir.



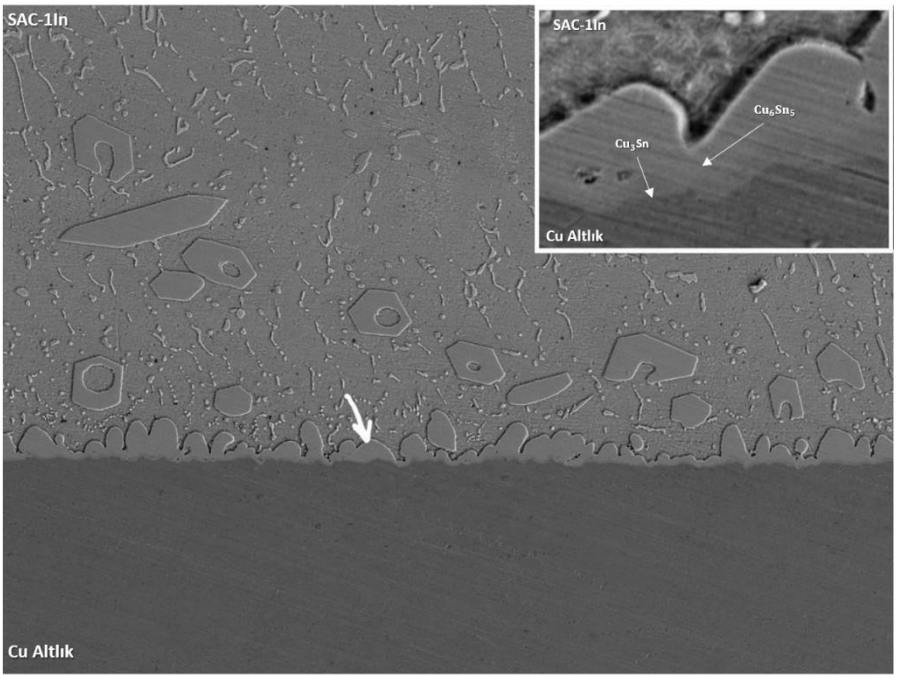
Şekil 22. 250 °C'de SAC-0.5In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



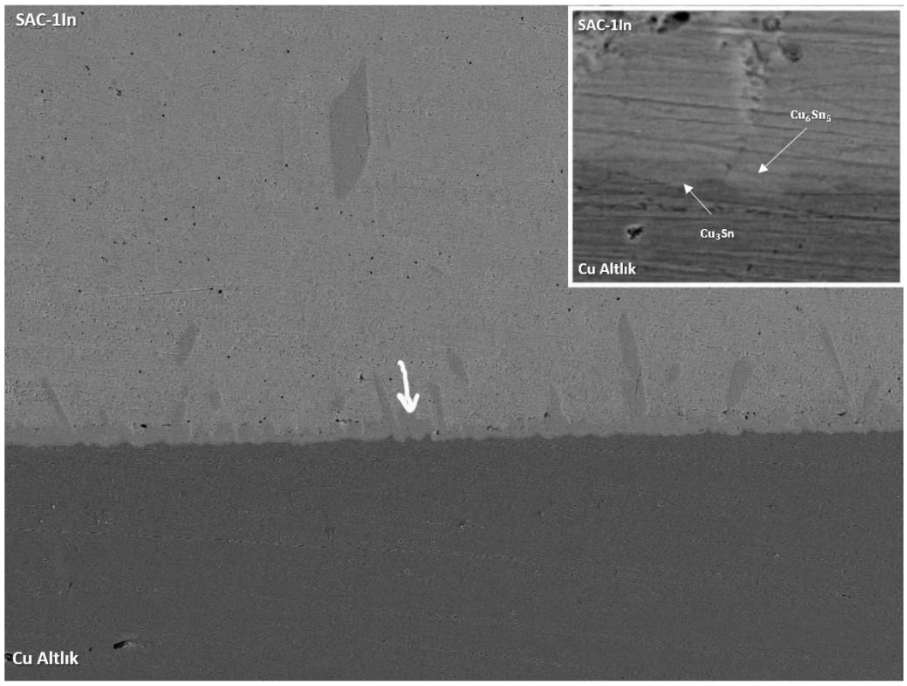
Şekil 23. 280 °C'de SAC-0.5In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



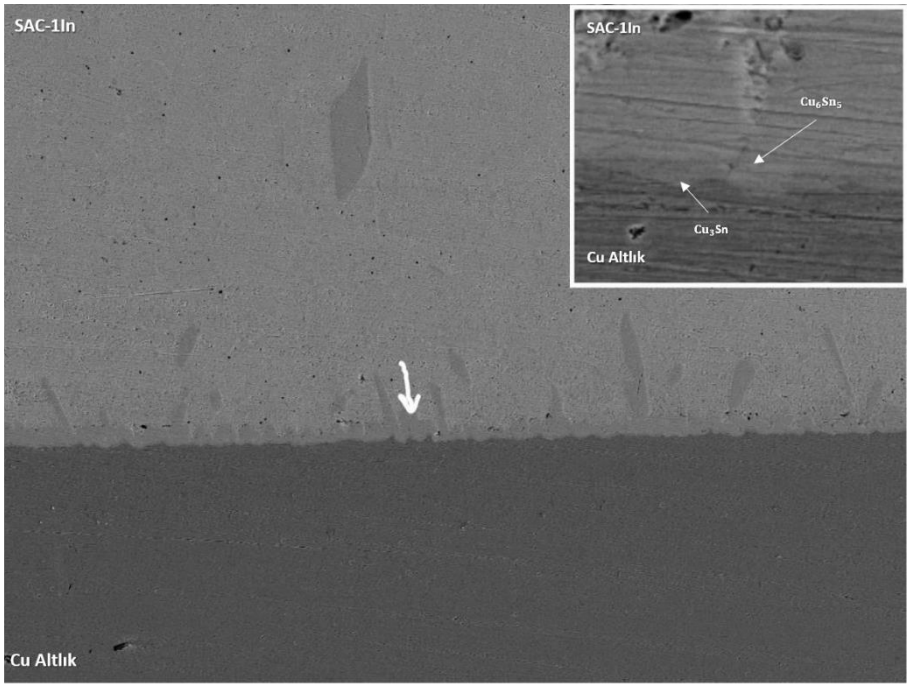
Şekil 24. 310 °C'de SAC-0.5In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



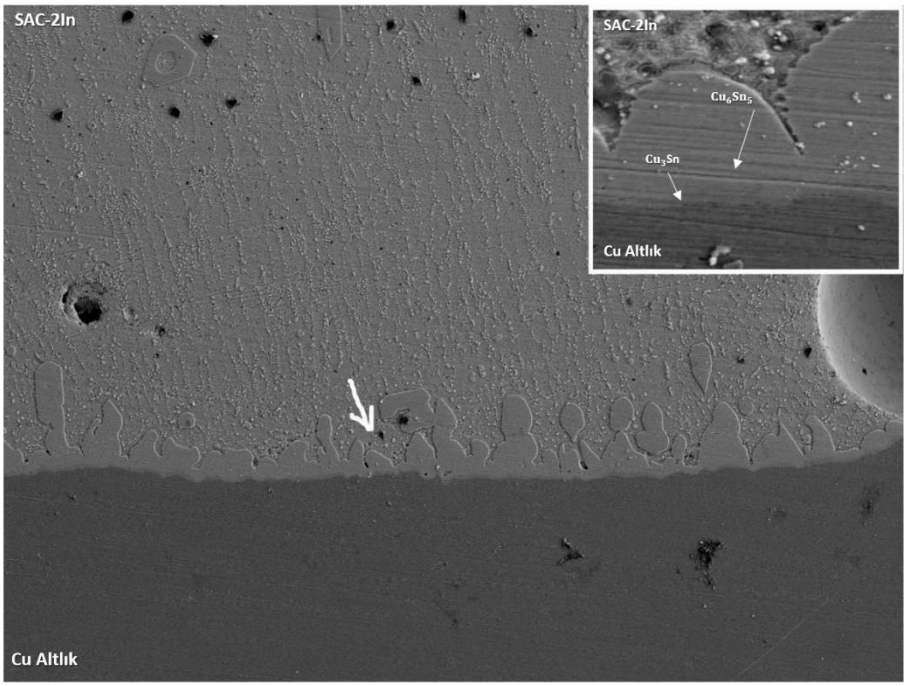
Şekil 25. 250 °C'de SAC-1In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



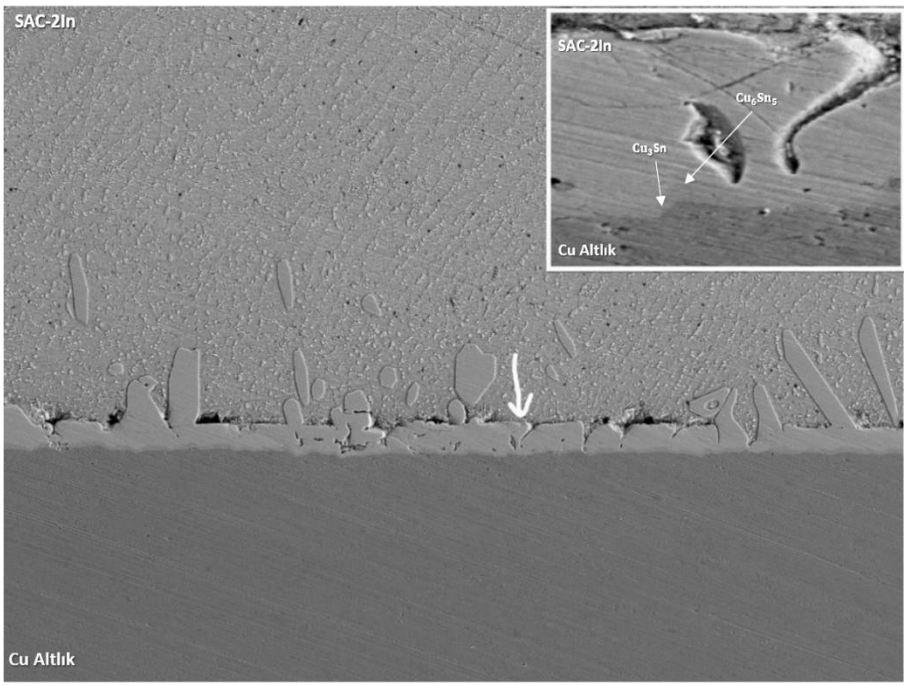
Şekil 26. . 280 °C'de SAC-1In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



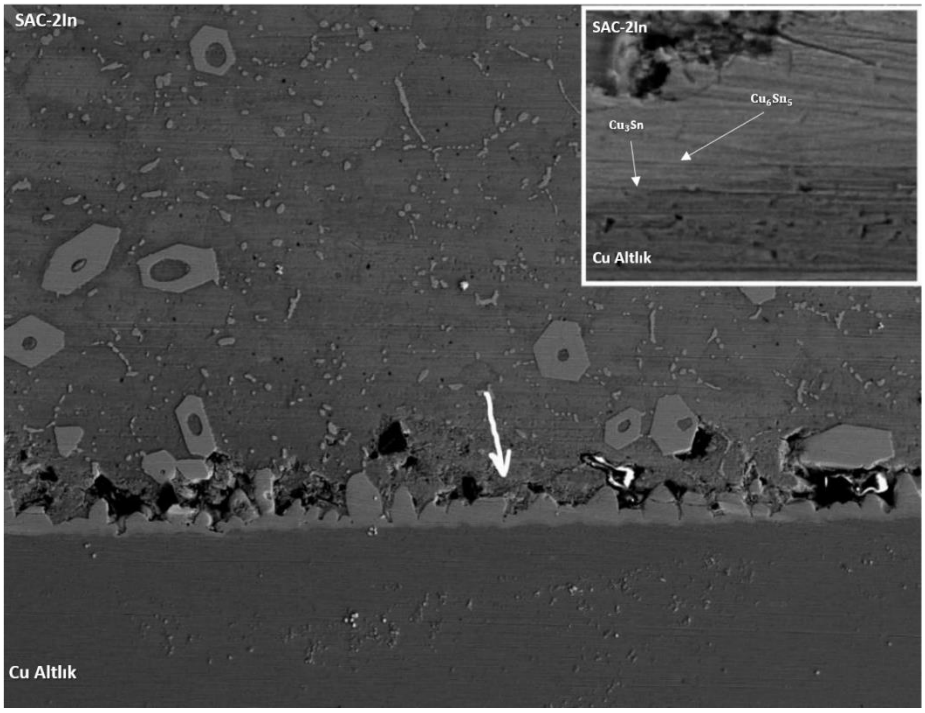
Şekil 27. 310 °C'de SAC-1In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



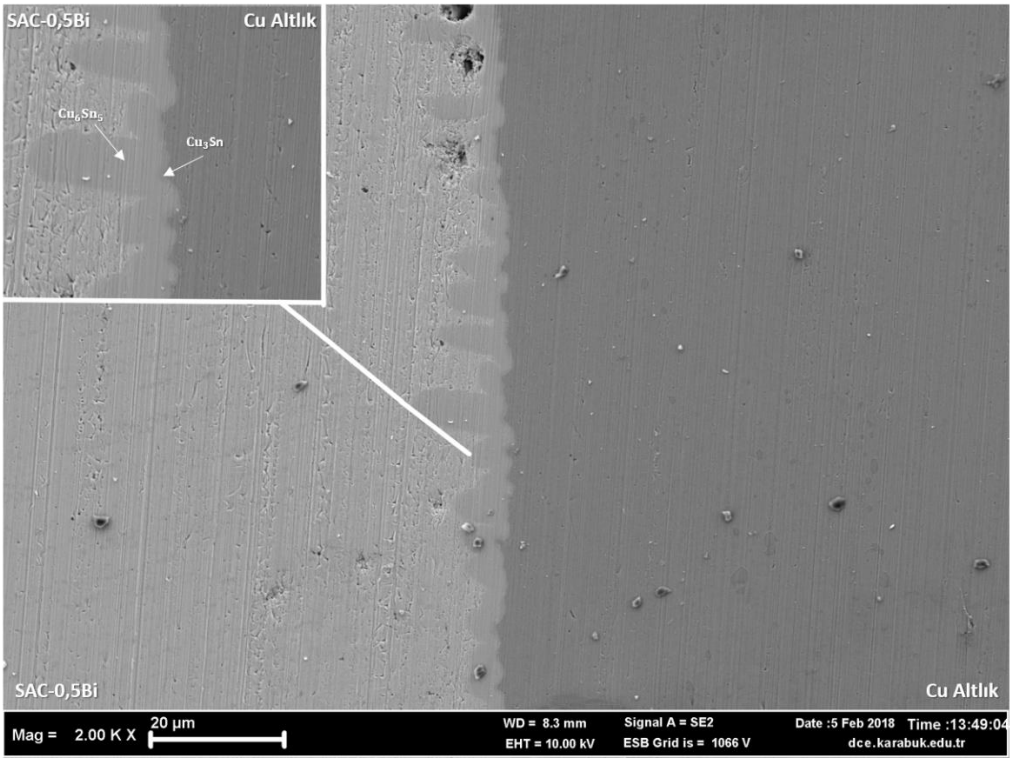
Şekil 28. 250 °C'de SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



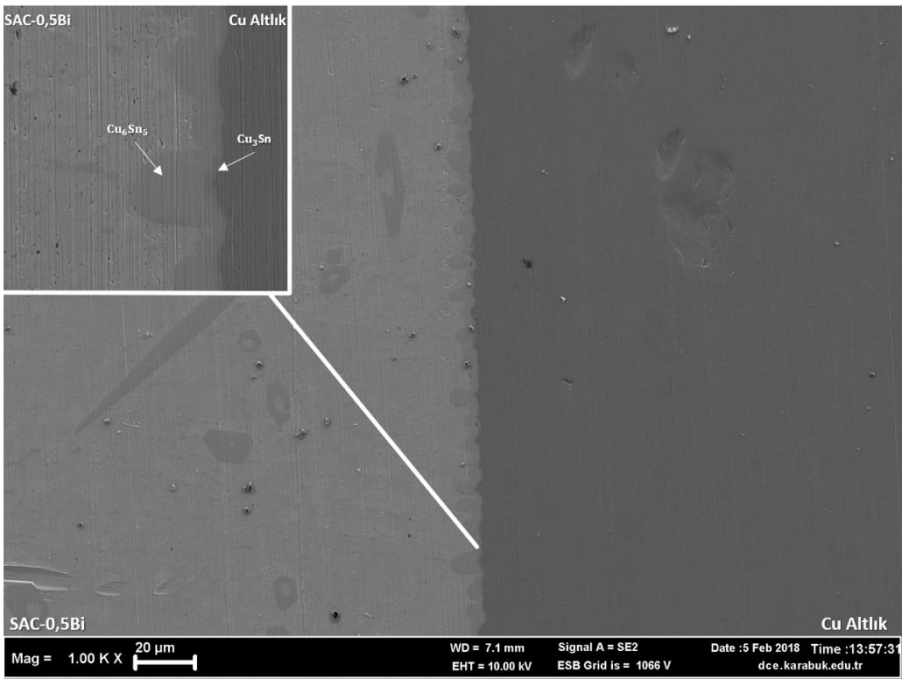
Şekil 29. 280 °C'de SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



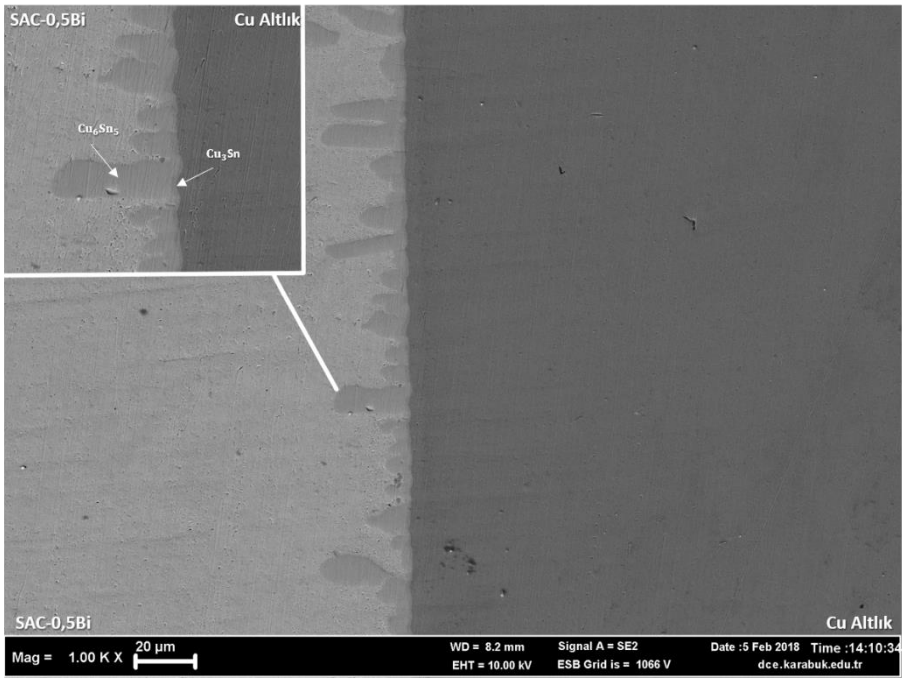
Şekil 30. 310 °C'de SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



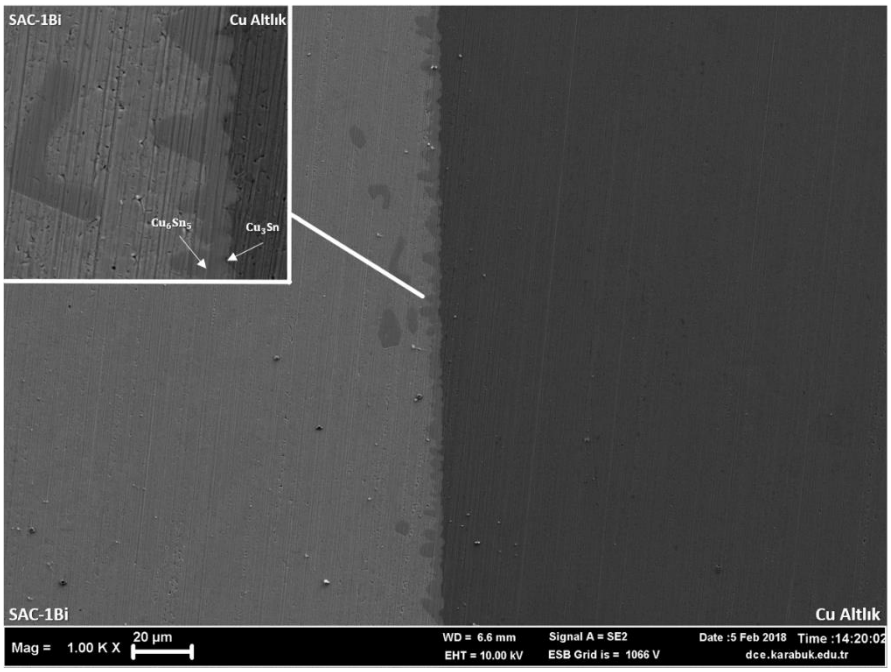
Şekil 31. 250 °C sıcaklıktaki SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



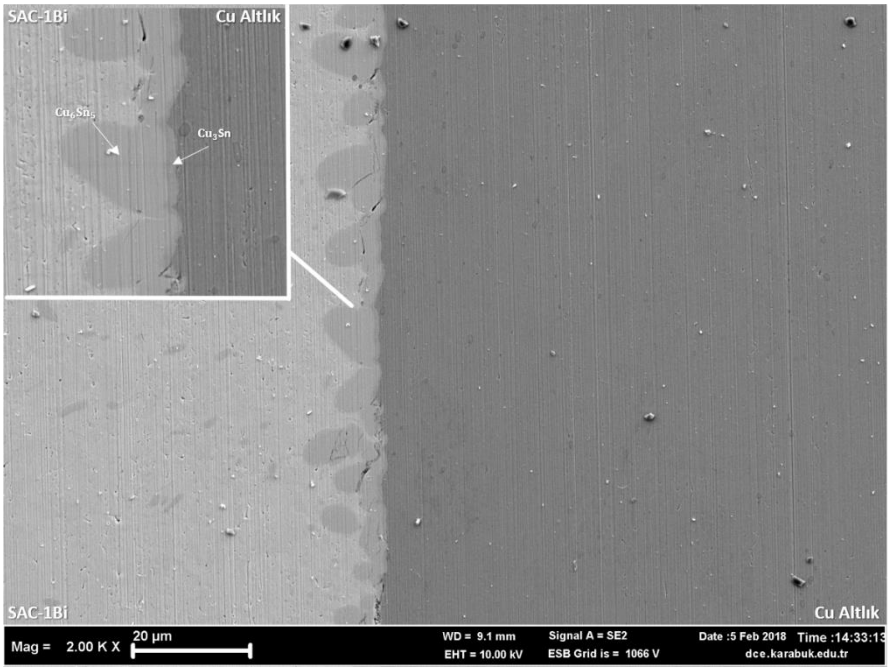
Şekil 32. 280 °C sıcaklıktaki SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



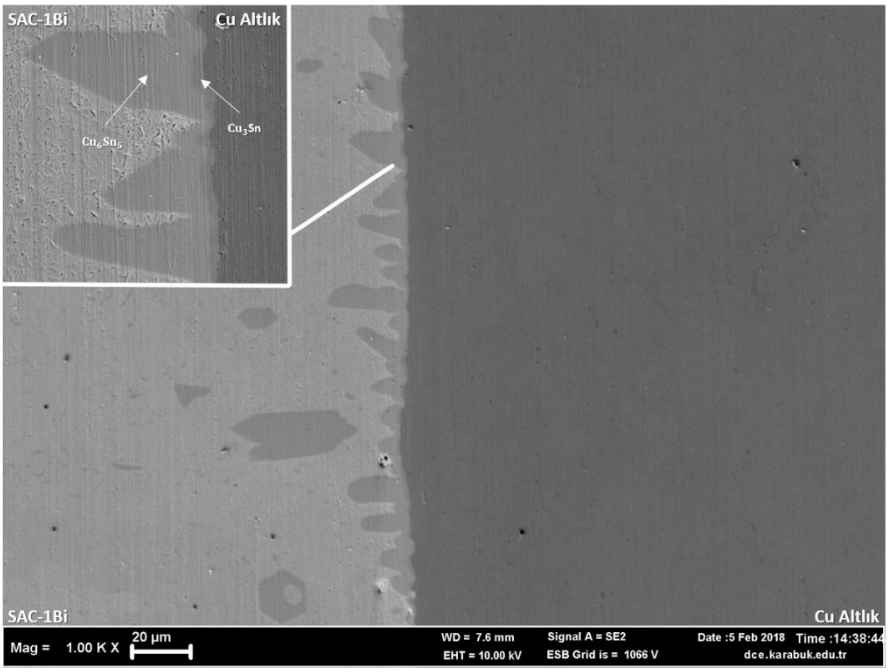
Şekil 33. 310 °C sıcaklıktaki SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



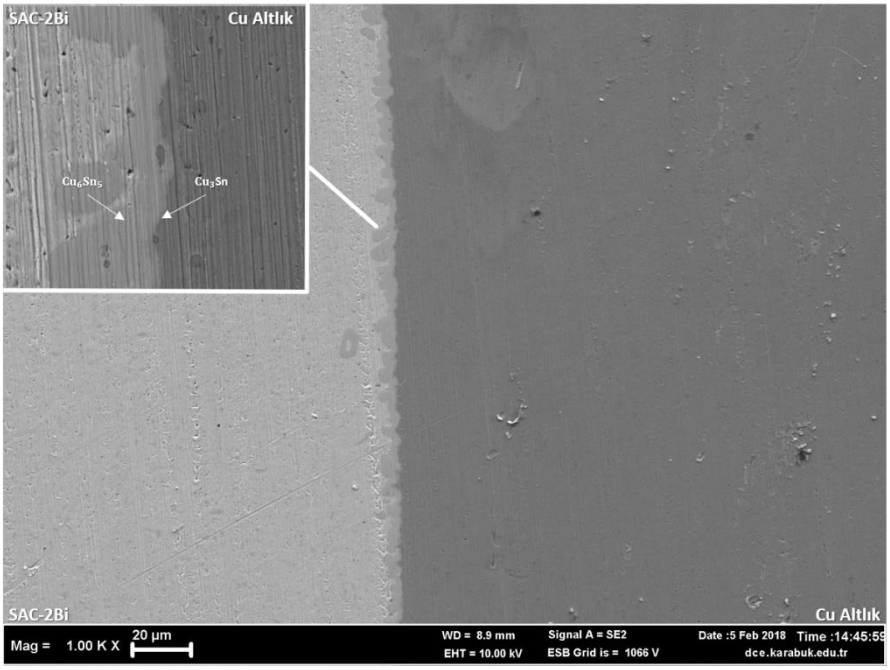
Şekil 34. 250 °C sıcaklıktaki SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



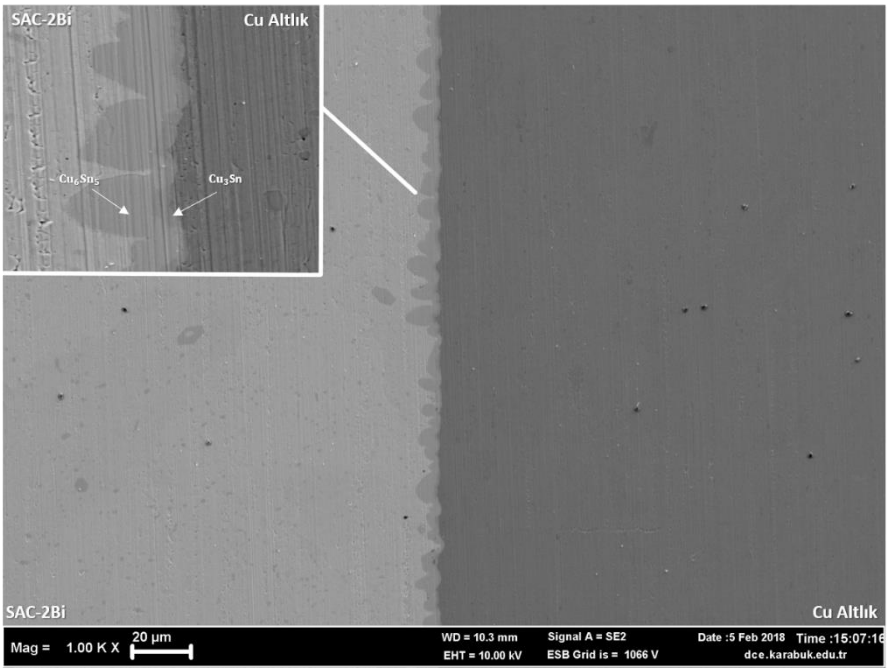
Şekil 35. 280 °C sıcaklıktaki SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



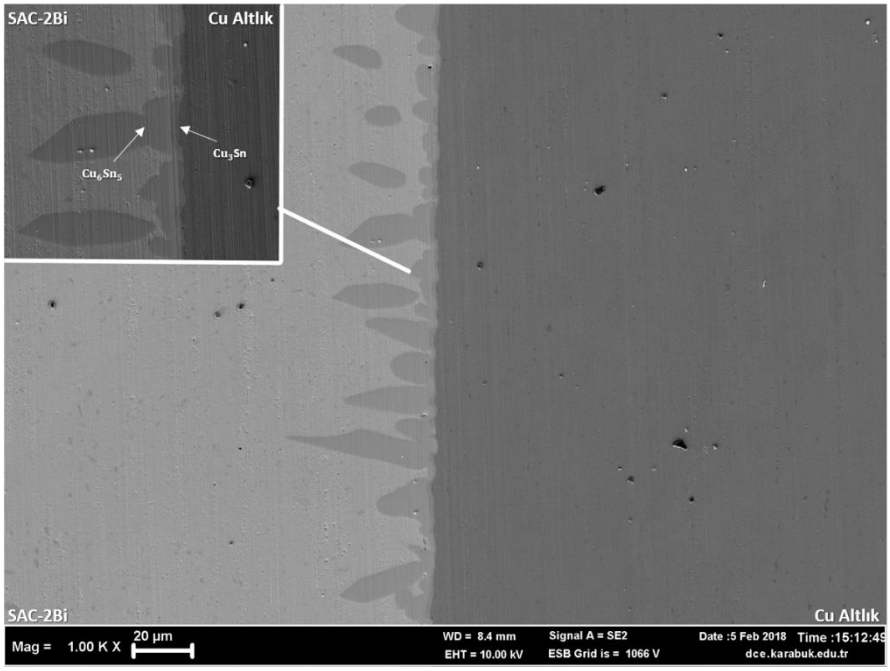
Şekil 36. 310 °C sıcaklıktaki SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



Şekil 37. 250 °C sıcaklıktaki SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



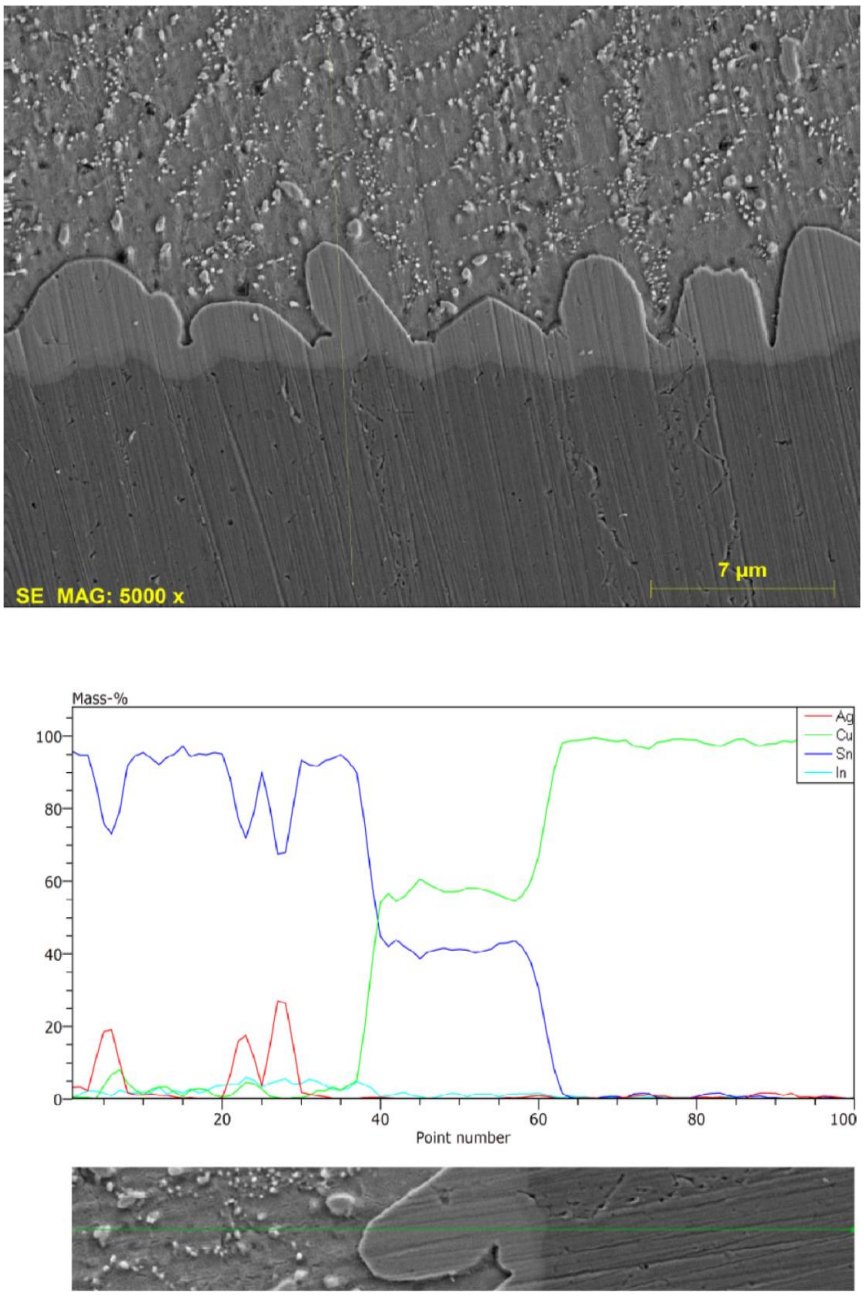
Şekil 38. 280 °C sıcaklıktaki SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.



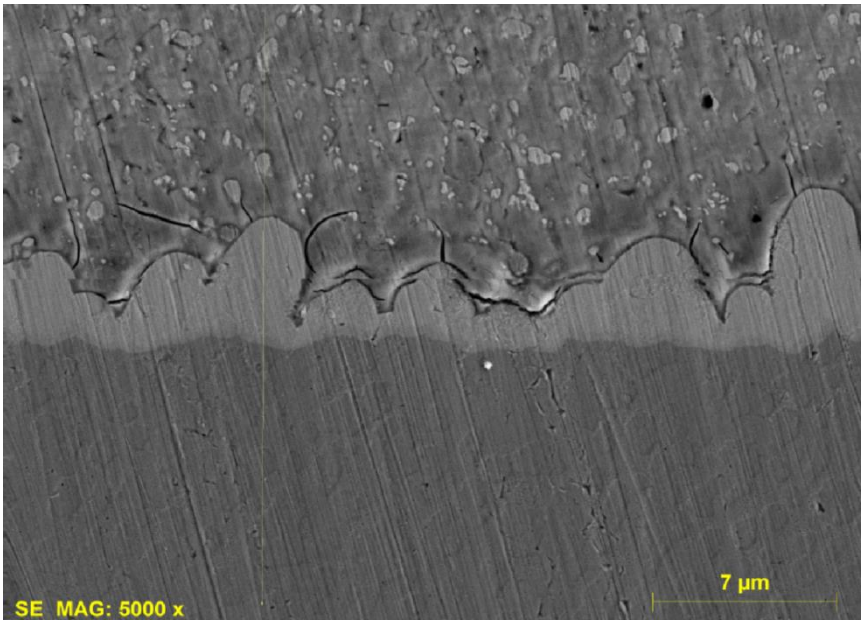
Şekil 39. 310 °C sıcaklıktaki SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının SEM görüntüsü.

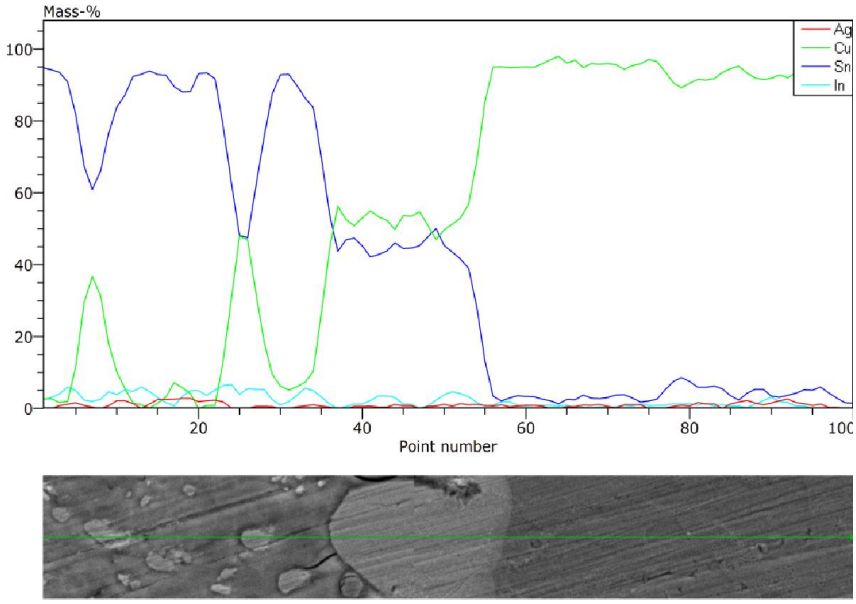
Şekil.22-39'da farklı indiyum ve bizmut (0.5, 1 ve 2 % ağ.) ilavesi ve üç farklı sıcaklıktaki SEM arayüzeylerin değişimleri gösterilmiştir. Arayüzeyde Sn-Ag-Cu-(Bi,In)/Cu altlık bileşenlerinin meydana getirdiği intermetalik tabakalar görülmektedir. Oluşan bu intermetalik tabakalar lehimleme süreci boyunca arayüzeyde meydana gelen intermetalik bileşenler halindedir

(Cu_6Sn_5 ve Cu_3Sn)) (Huang vd.). SEM görüntülerinin incelenmesiyle elde edilen sonuçlar neticesinde SEM görüntülerinin büyüme oranı arttıkça arayüzeyde meydana gelen ayrıntılar daha açık bir şekilde gözlenmektedir. Islatma açısı ölçüm sıcaklıklarının (250, 280 ve 310 ^oC) yükselmesiyle birlikte arayüzeyde oluşan intermetalik tabakaların kalınlıklarının da arttığı görülmektedir. Ayrıca ölçüm sıcaklığının en yüksek değerde olduğu 310 ^oC'de arayüzey intermetalik tabaka ve altlık malzeme arayüzeyinin pürüzlülüğünün gittikçe azalmış olduğu ve daha düzgün hale geldiği görülmektedir. Diğer taraftan 310 ^oC'de intermetalik tabakaların ara ara birbirlerinden ayrıldığı ve lehim alaşımı içeresinde hareket ettiği de gözlenmiştir. Gözlenen bu durum işlem sıcaklığının artmasından dolayı arayüzeyde difüzyon hızının da artmış olduğu anlamına gelmektedir. Lehimleme işlemi sırasında arayüzeydeki büyüme miktarı, intermetaliklerin ısıl morfolojisi ve intermetalikler arasındaki ilişkiler büyük öneme sahiptir. Sn-Ag-Cu-In/Cu lehim sistemlerinde intermetaliklerin şekillenme aşaması iki kısımdan oluşmaktadır. Öncelikli olarak lehimleme esnasında arayüzeyde Cu_6Sn_5 şekillenmekte, ikinci aşamada ise Cu_3Sn, Cu_6Sn_5 ile Cu altlık arasında meydana gelmektedir. Cu atomlarının Sn atomlarına oranla daha hızlı difüzyon etmesi sebebiyle arayüzeyde Cu elementi tarafından zengin intermetalik tabaka oluşumu meydana gelmektedir.



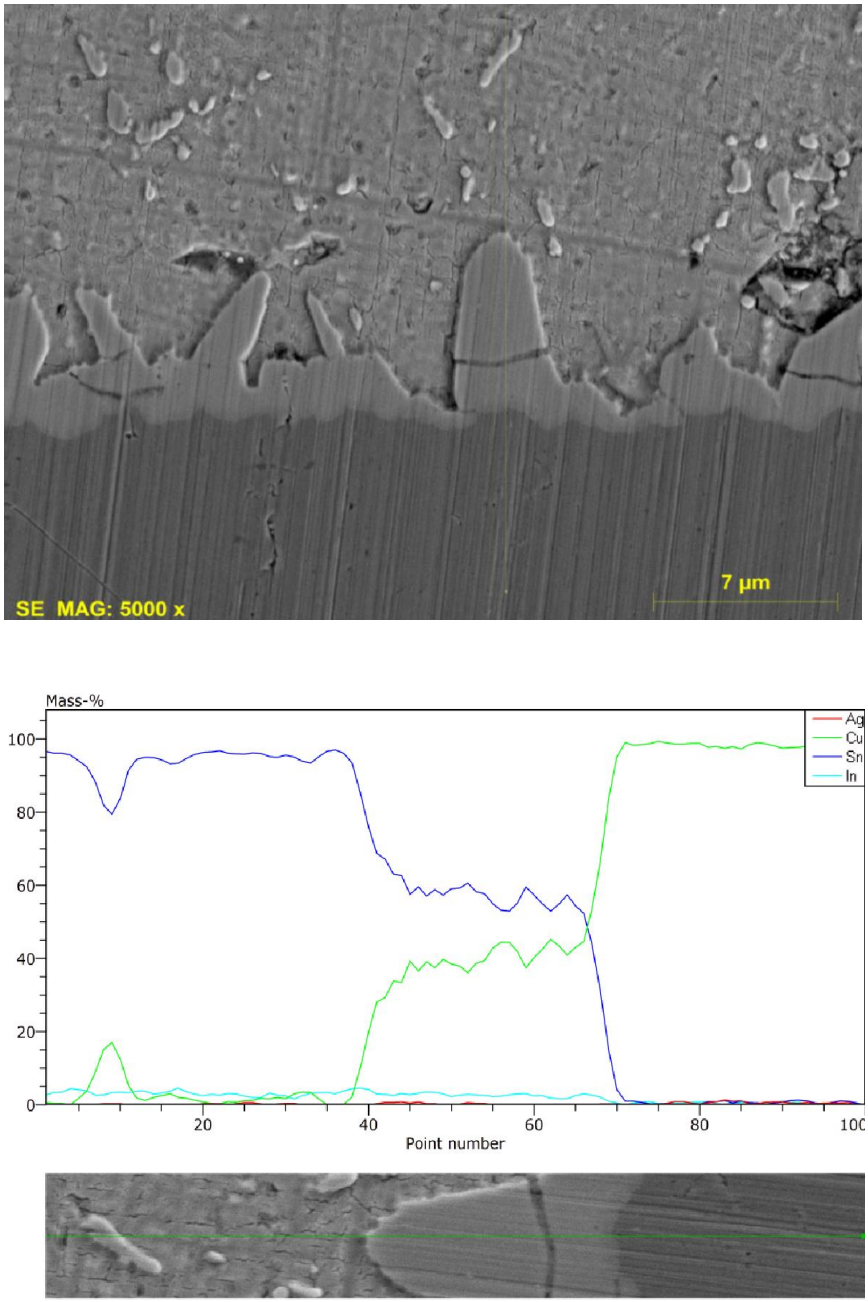
Şekil 40. SAC-0.5In lehim alaşımının 250 °C'de Line-EDX görüntüsü.



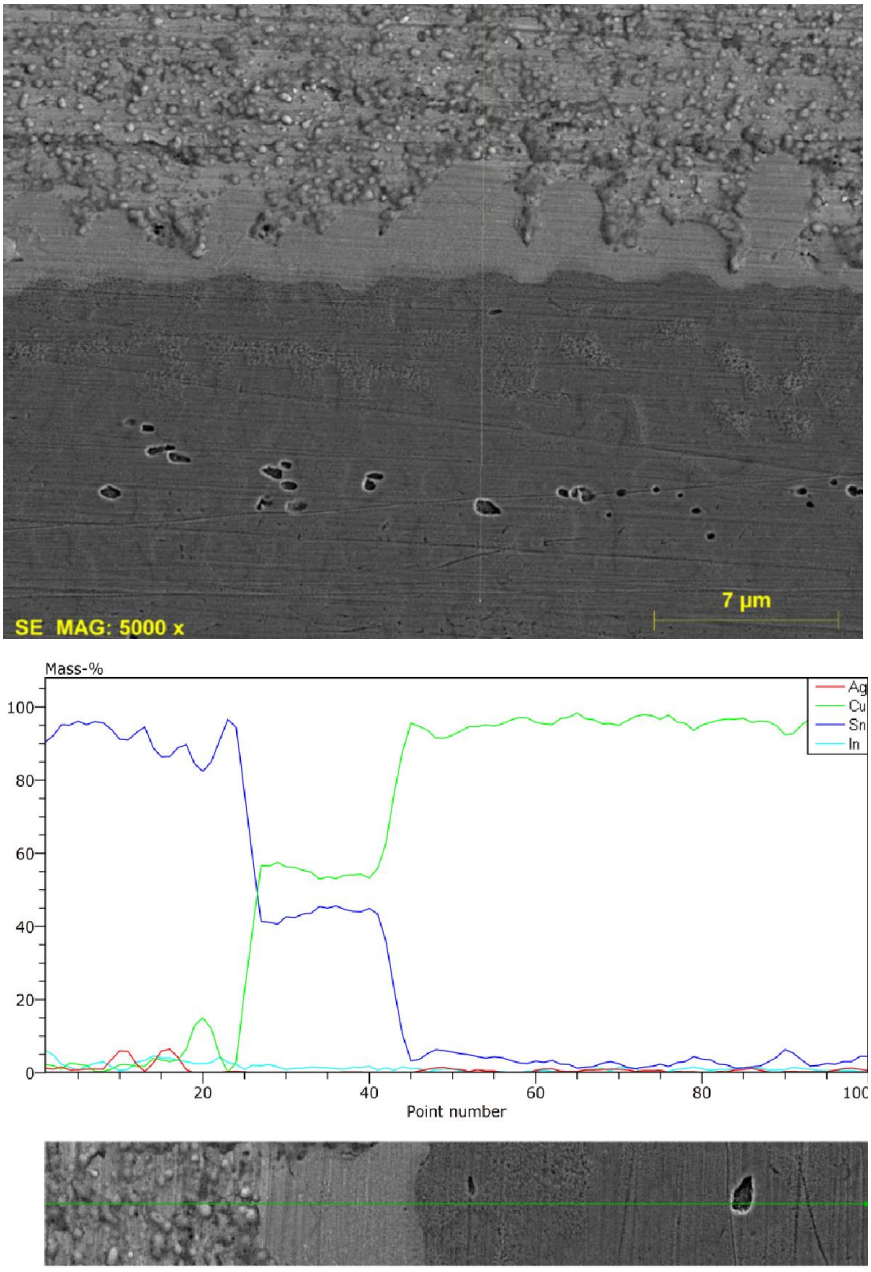


Şekil 41. SAC-0.5In lehim alaşımının 280°C'de Line-EDX analizi.

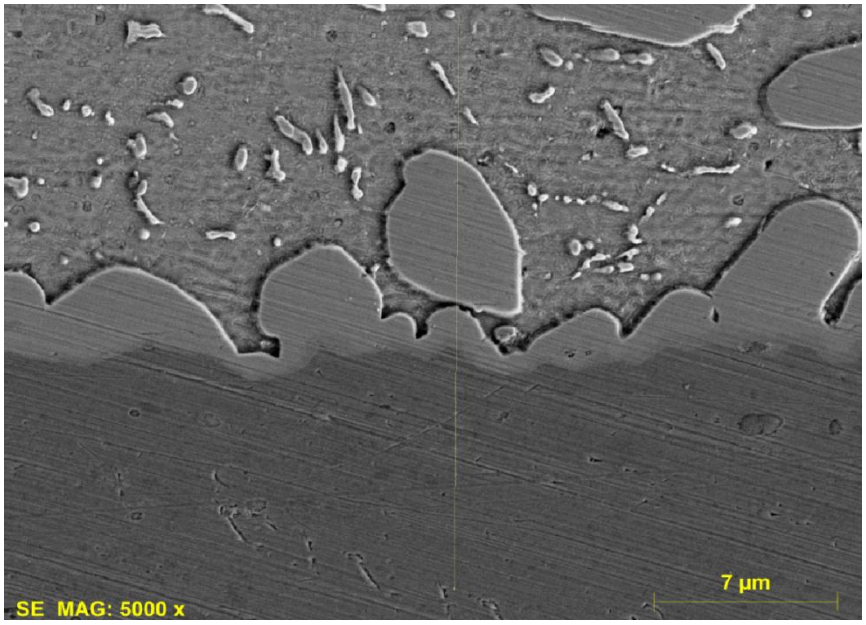
.

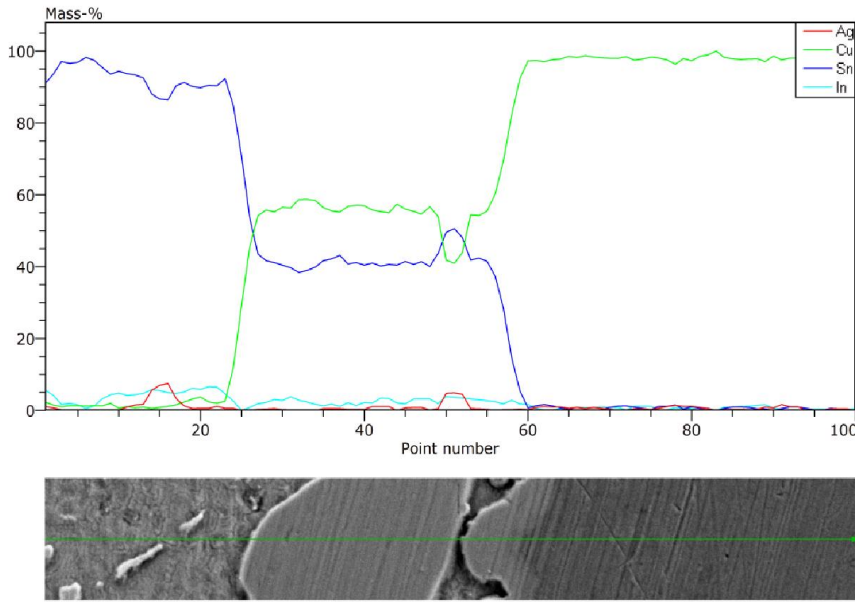


Şekil 42. SAC-0.5In lehim alaşımının 310°C'de Line-EDX analizi.

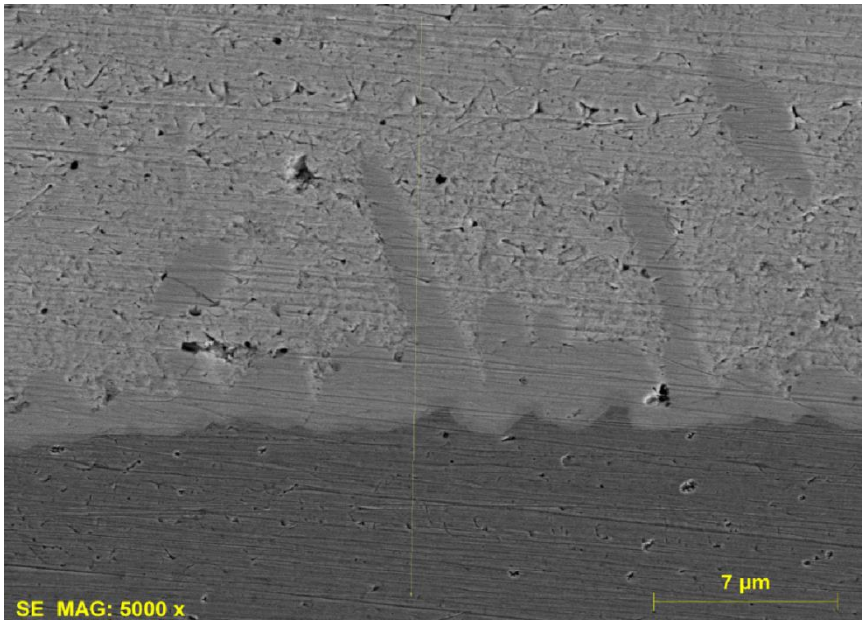


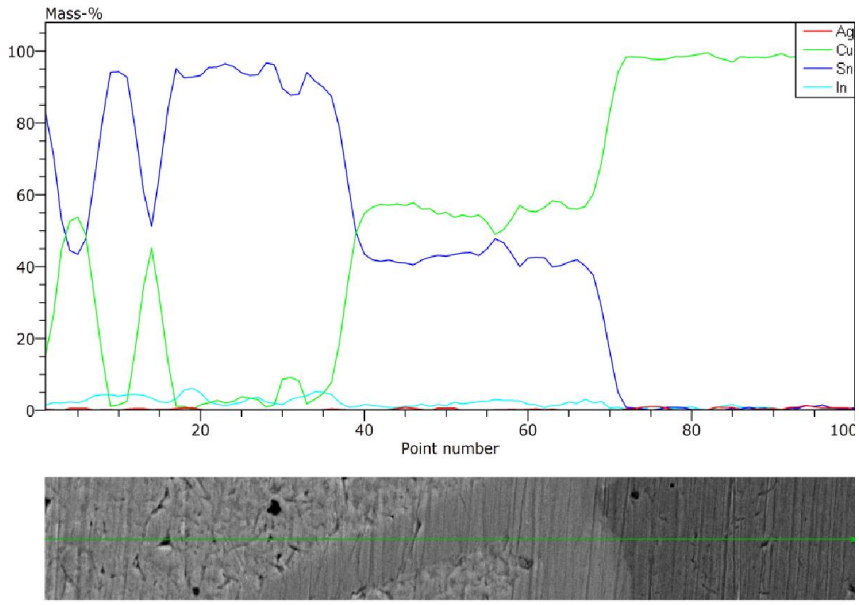
Şekil 43. SAC-1In lehim alaşımının 250°C'de Line-EDX analizi.



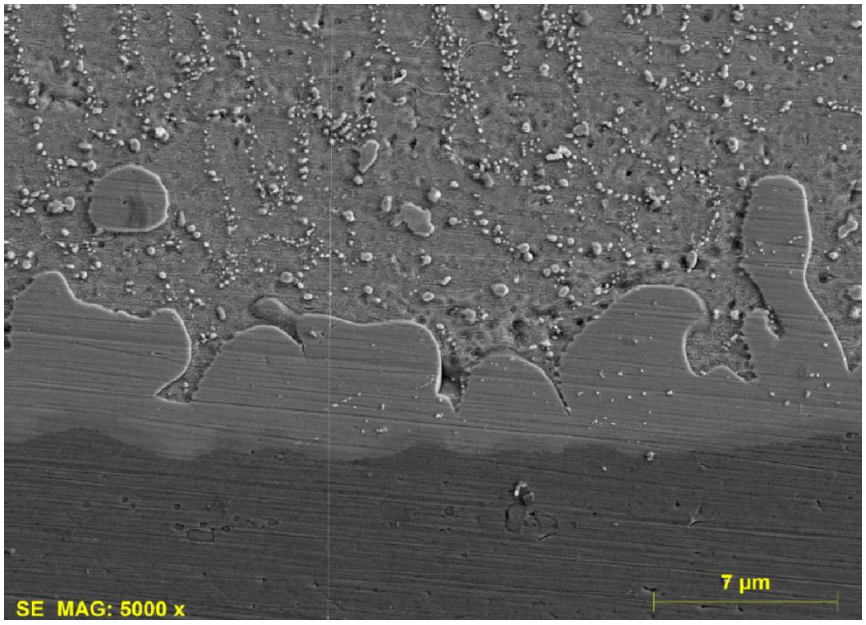


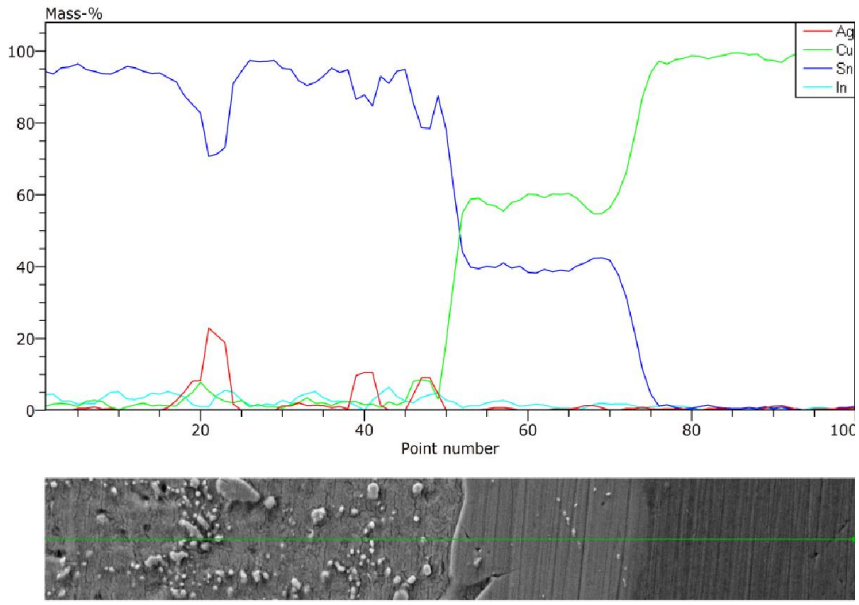
Şekil 44. SAC-1In lehim alaşımının 280°C'de Line-EDX analizi.



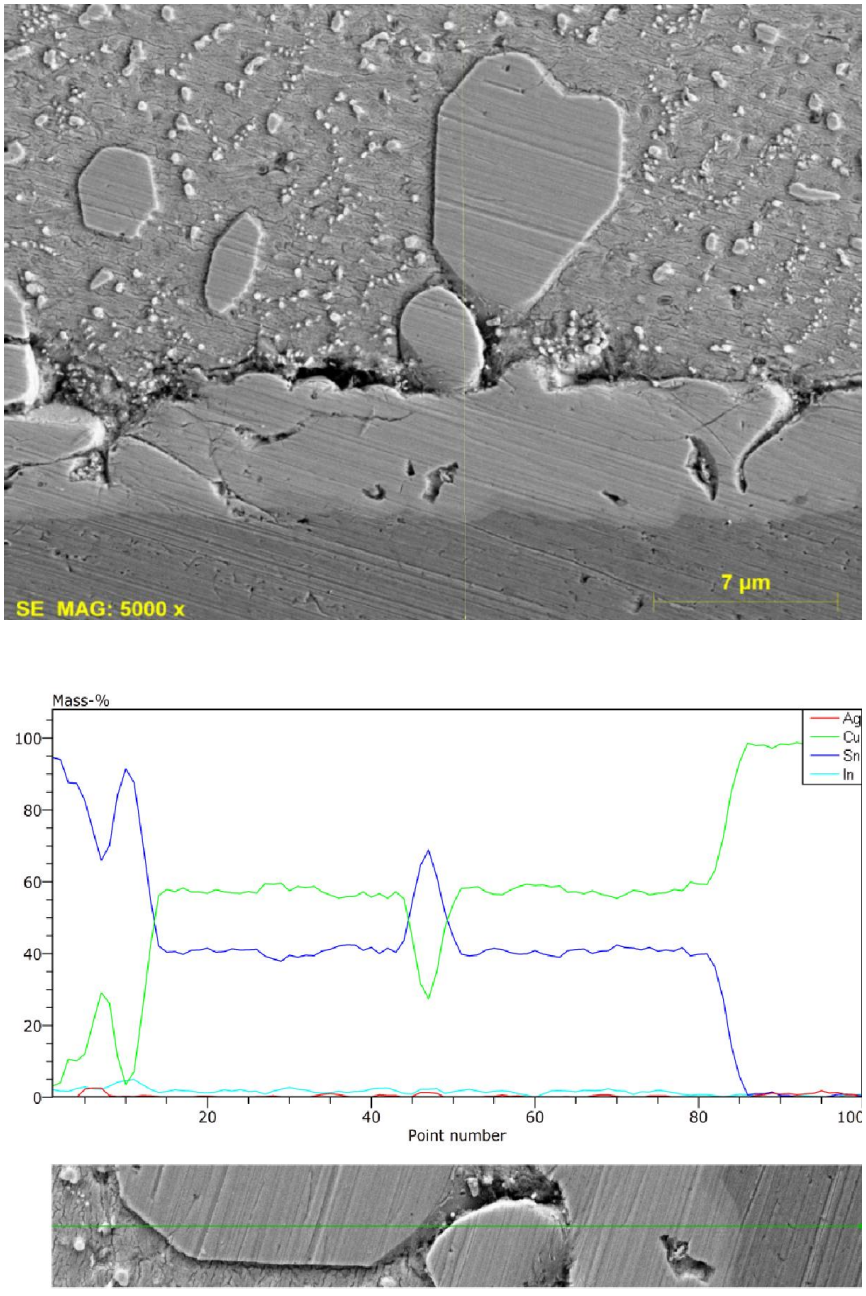


Şekil 45. SAC-1In lehim alaşımının 310°C'de Line-EDX analizi.

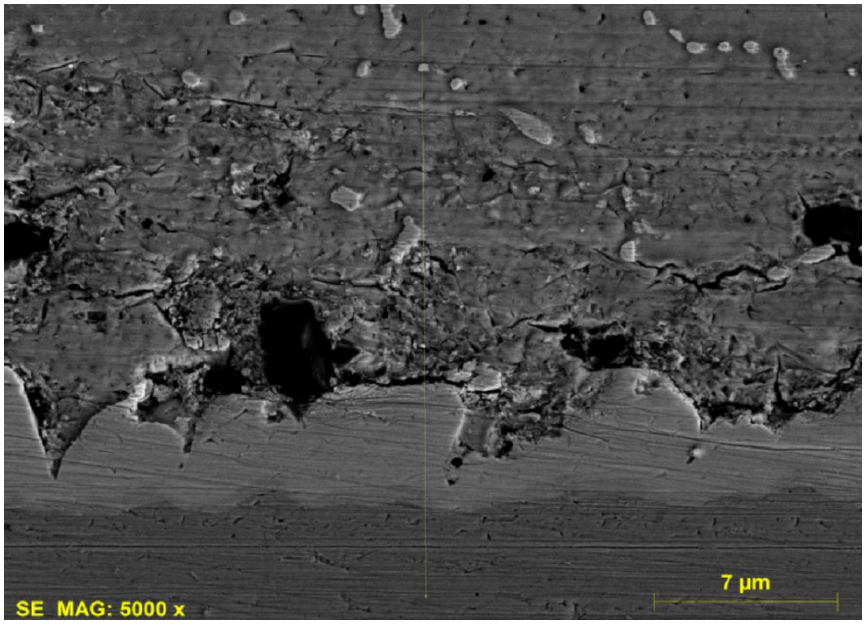


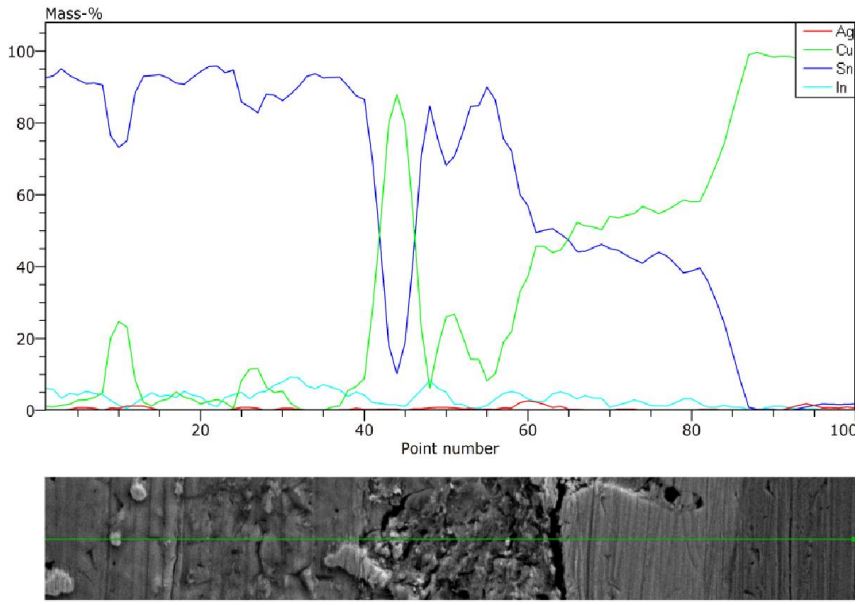


Şekil 46. SAC-2In lehim alaşımının 250°C'de Line-EDX analizi.

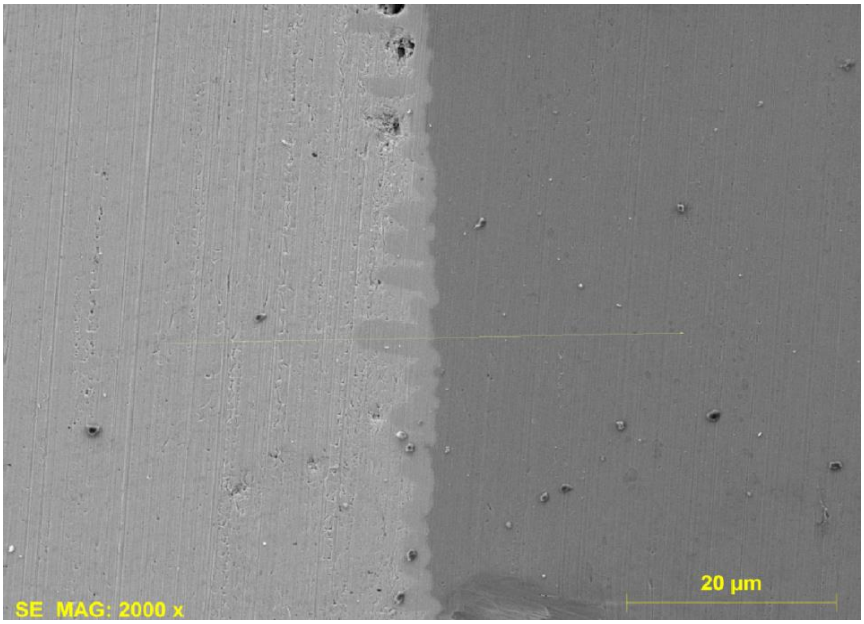


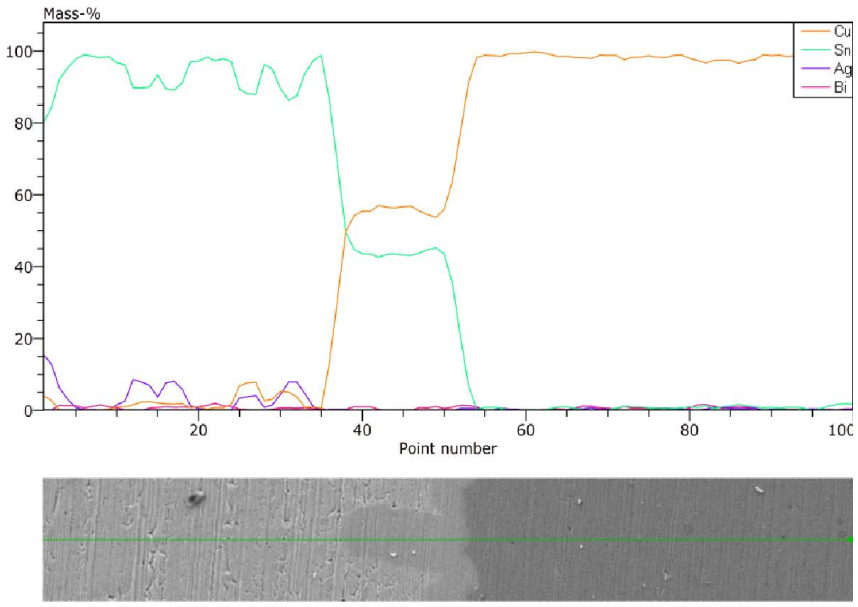
Şekil 47. SAC-2In lehim alaşımının 280°C'de Line-EDX analizi.



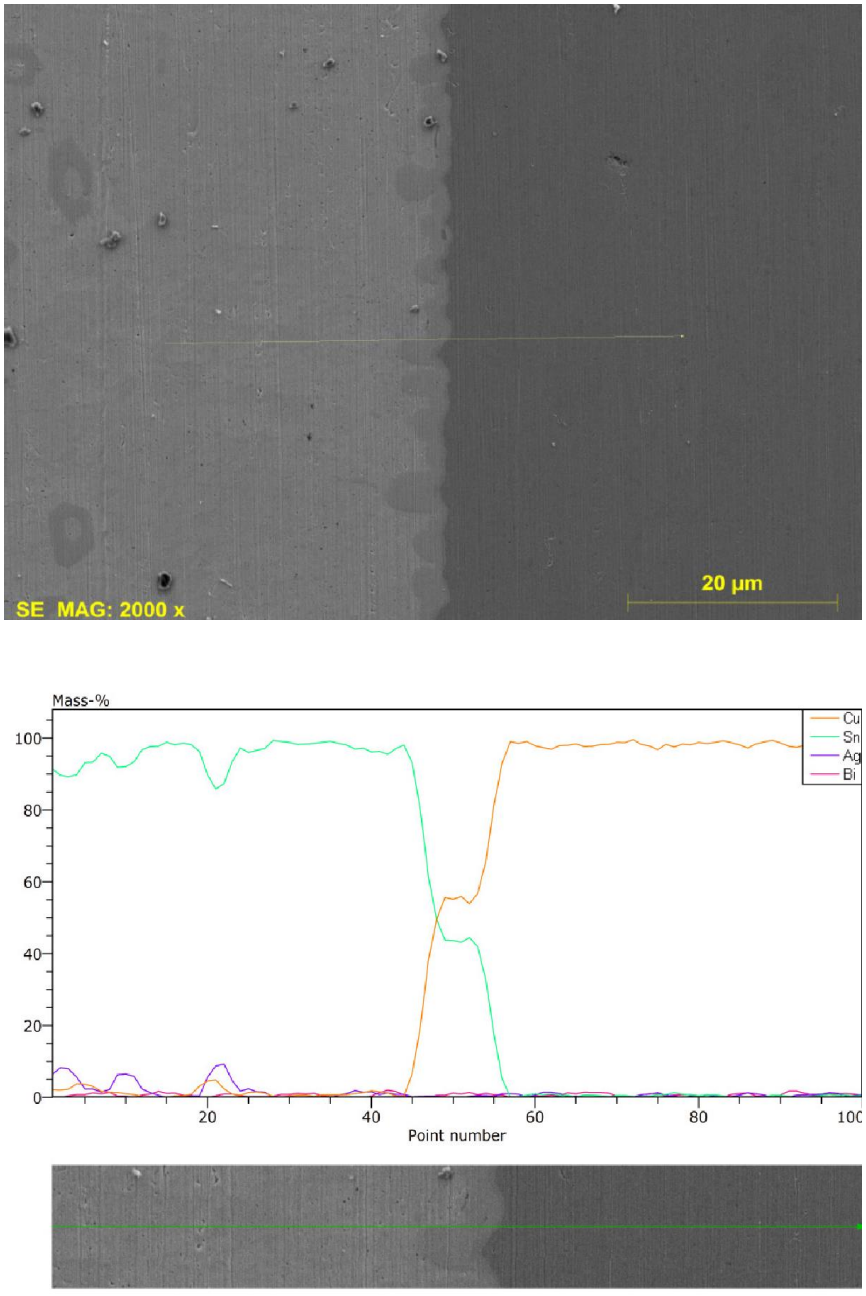


Şekil 48. SAC-2In lehim alaşımının 310°C'de Line-EDX analizi.

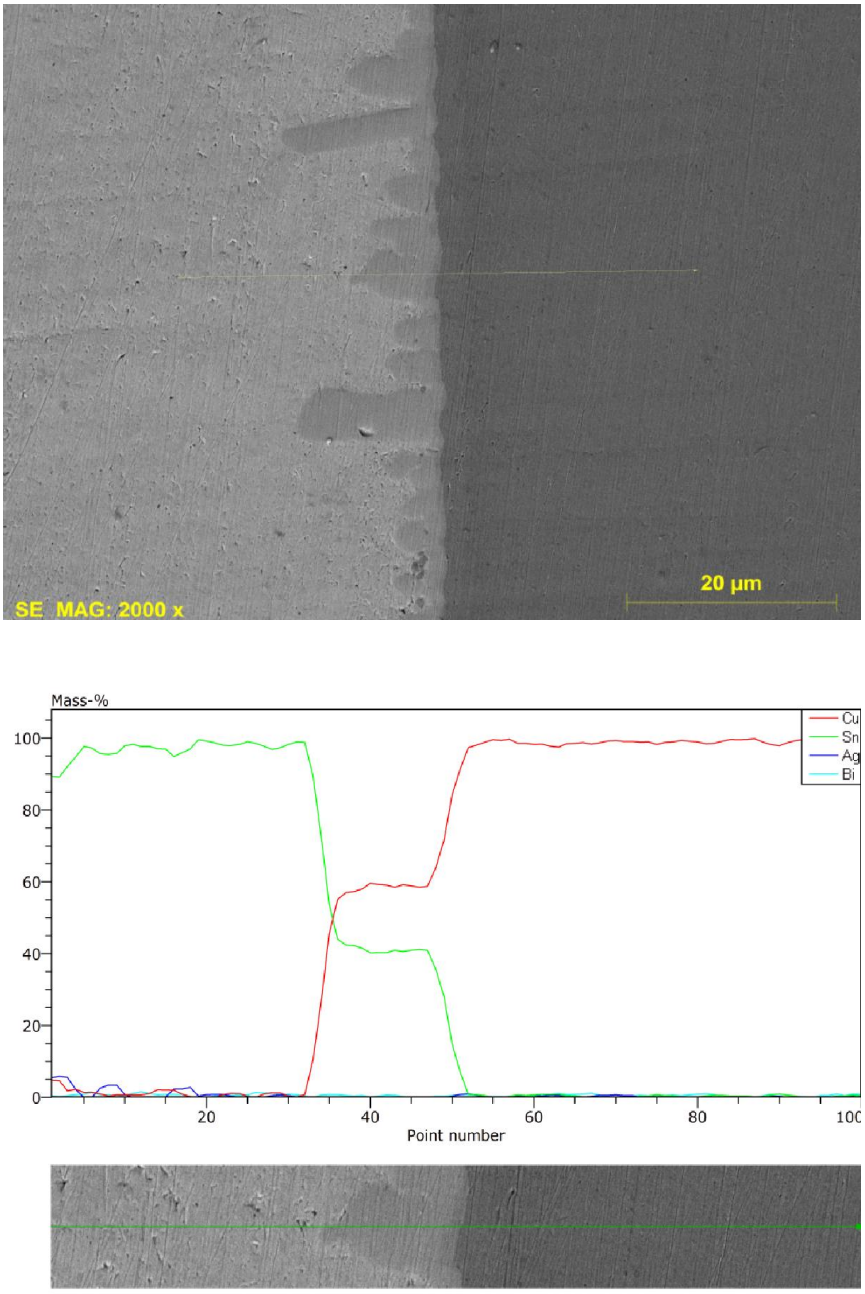




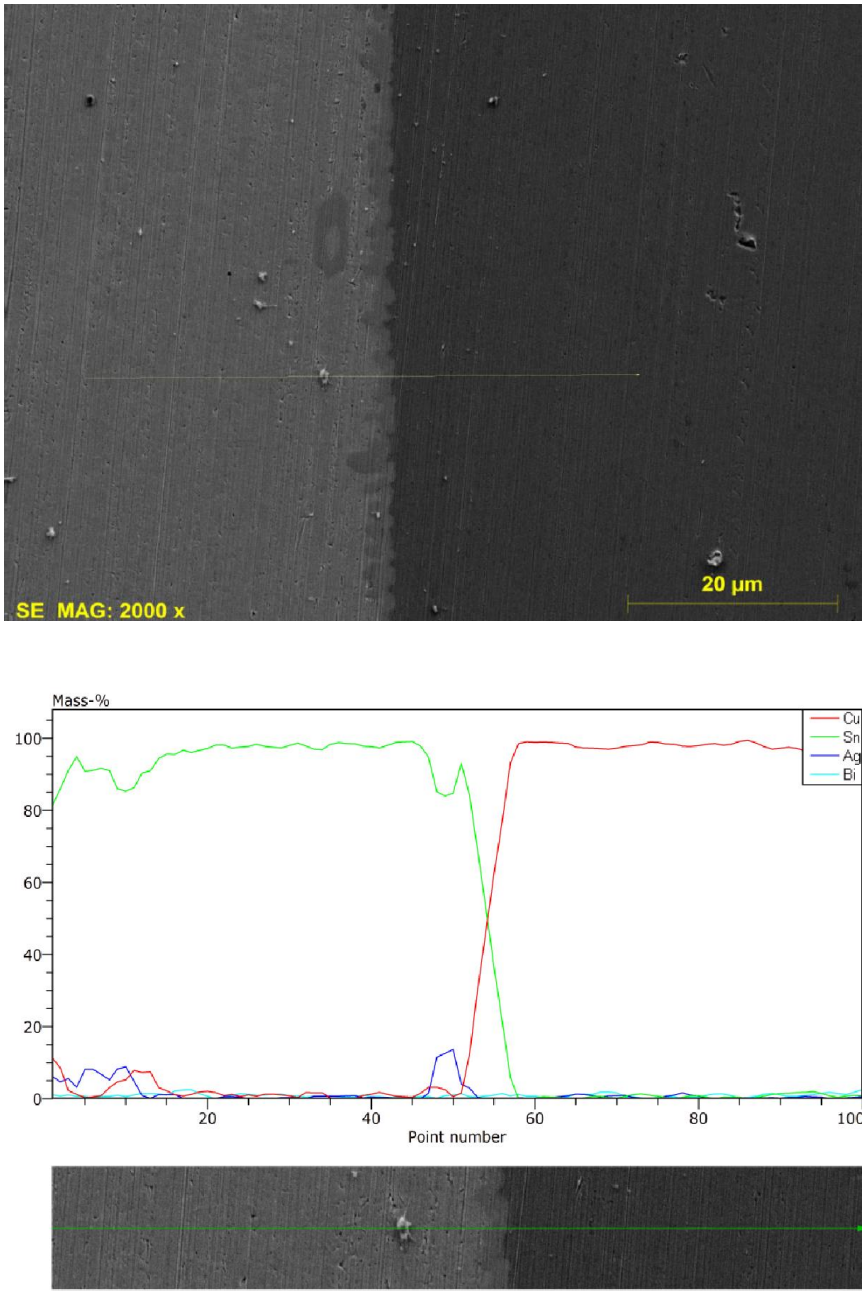
Şekil 49. SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının 250 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.



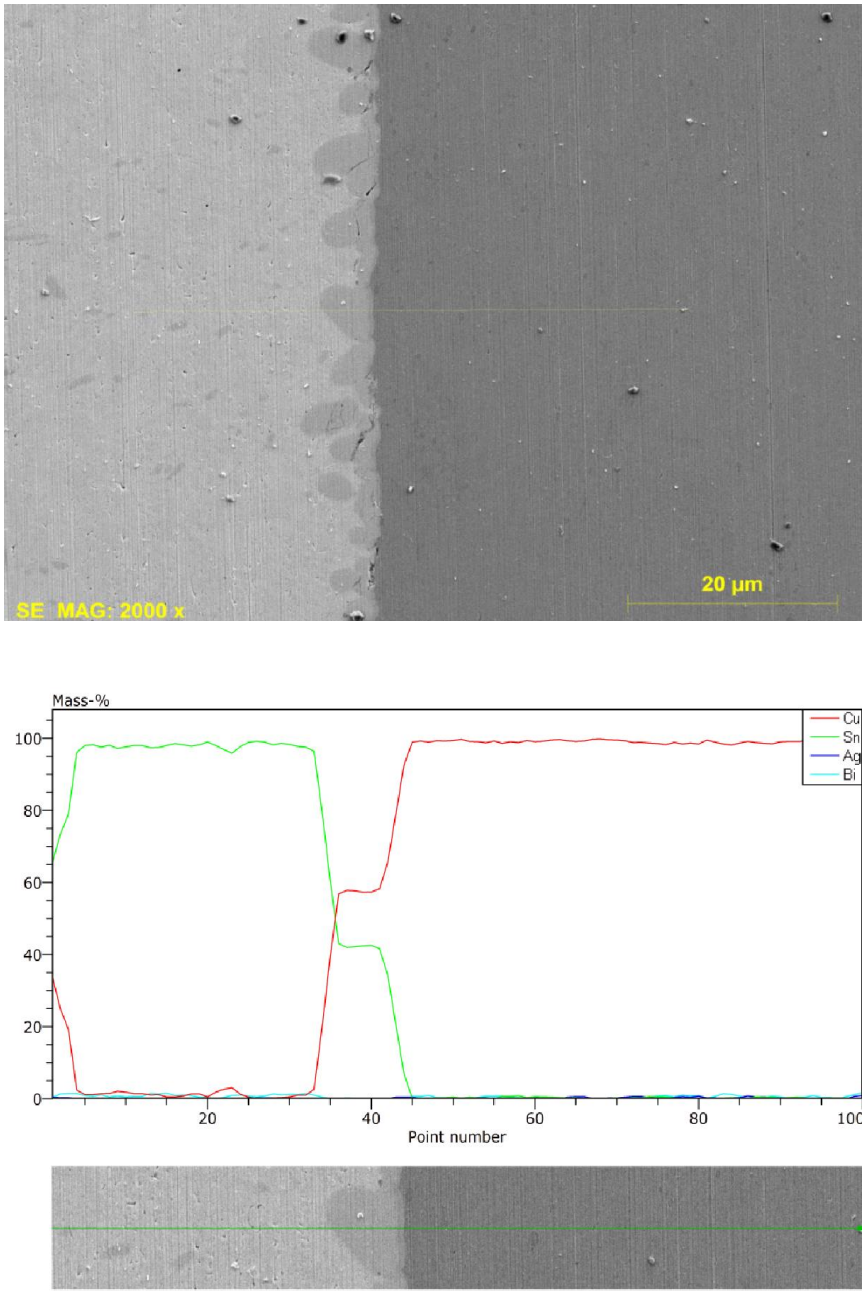
Şekil 50. SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının 280 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.



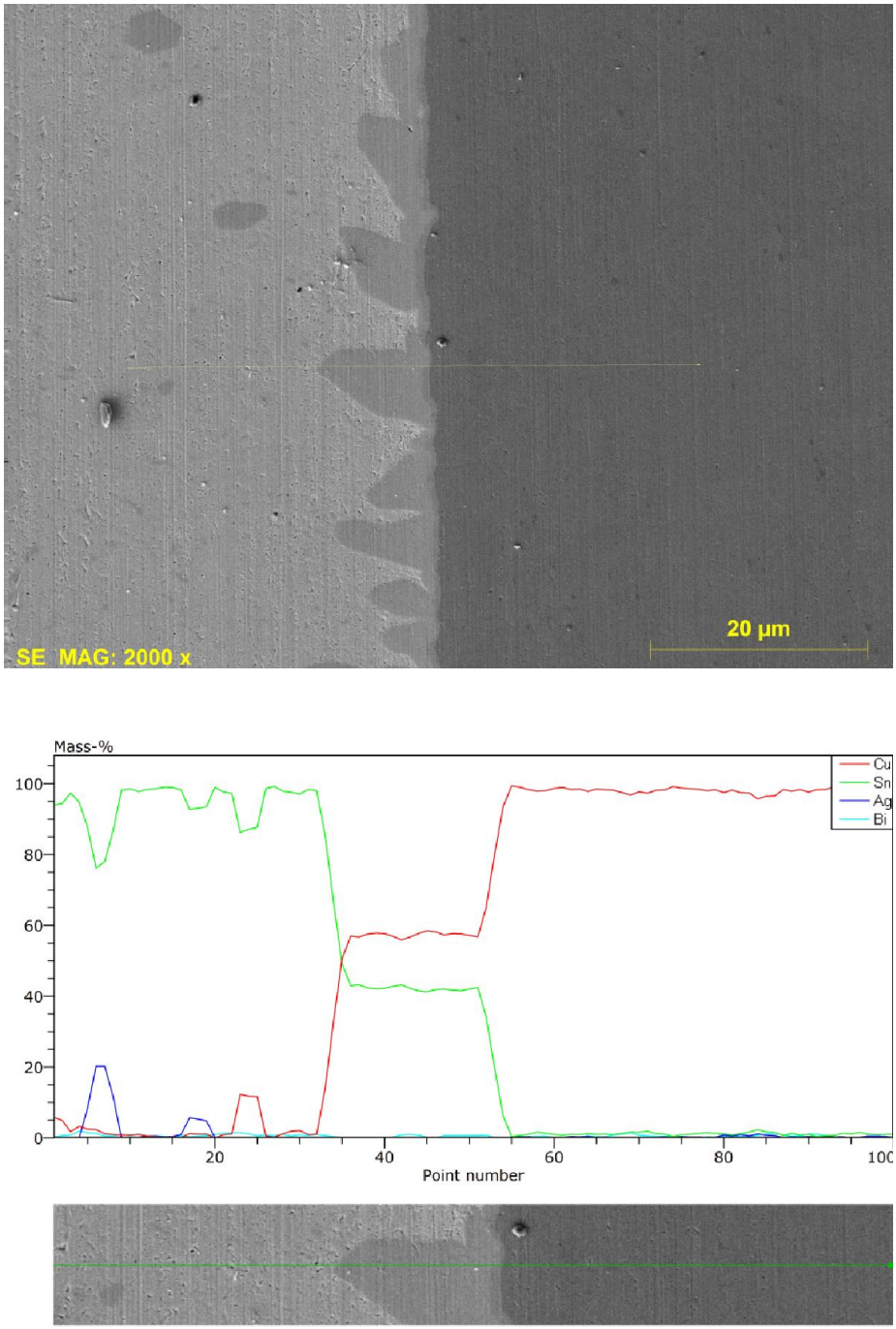
Şekil 51. SAC-0,5Bi kurşunsuz lehim alaşımının 310 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.



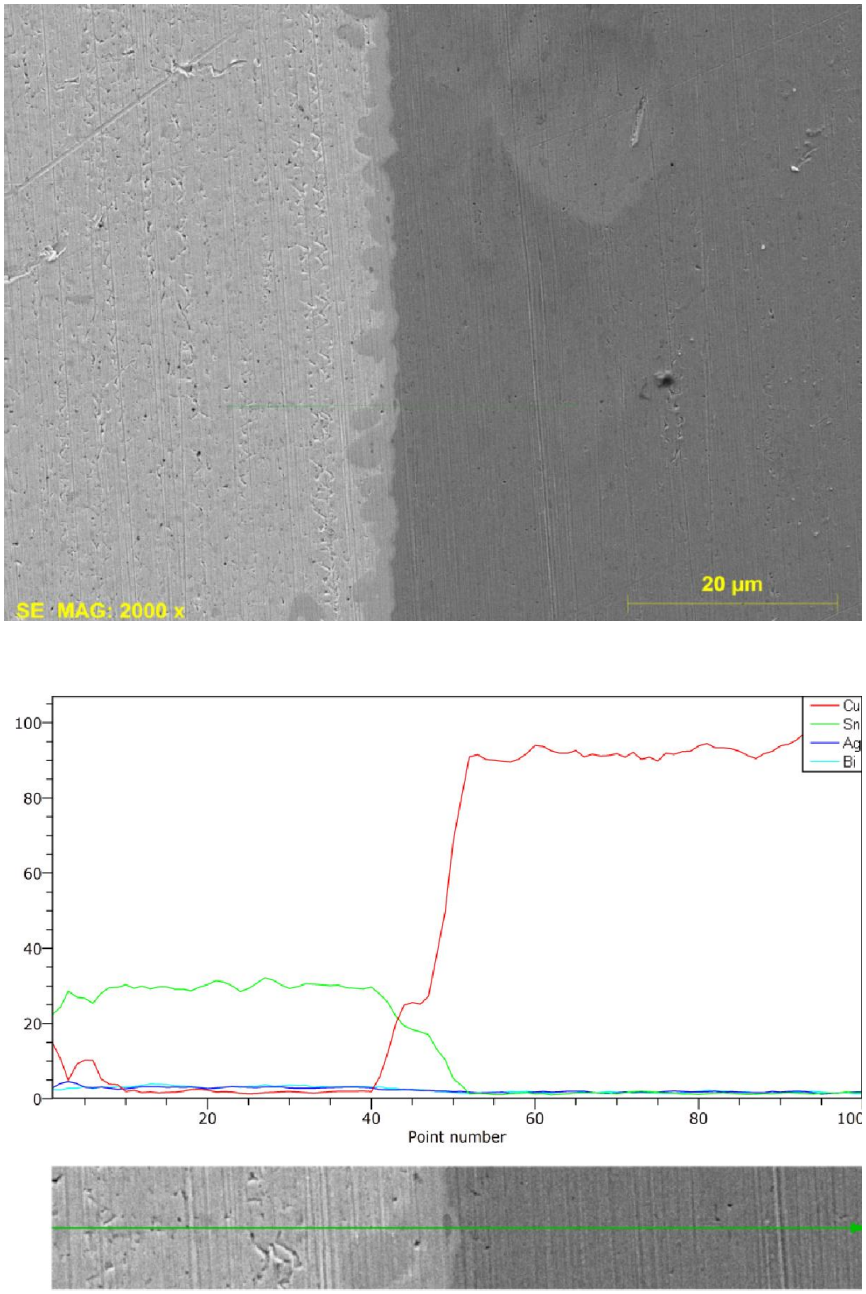
Şekil 52. SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının 250 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.



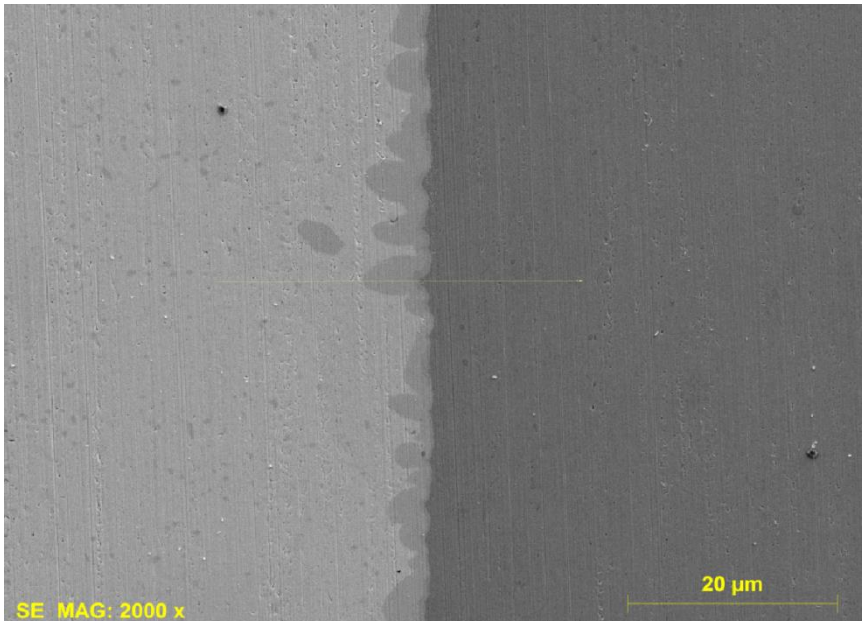
Şekil 53. SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının 280 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.

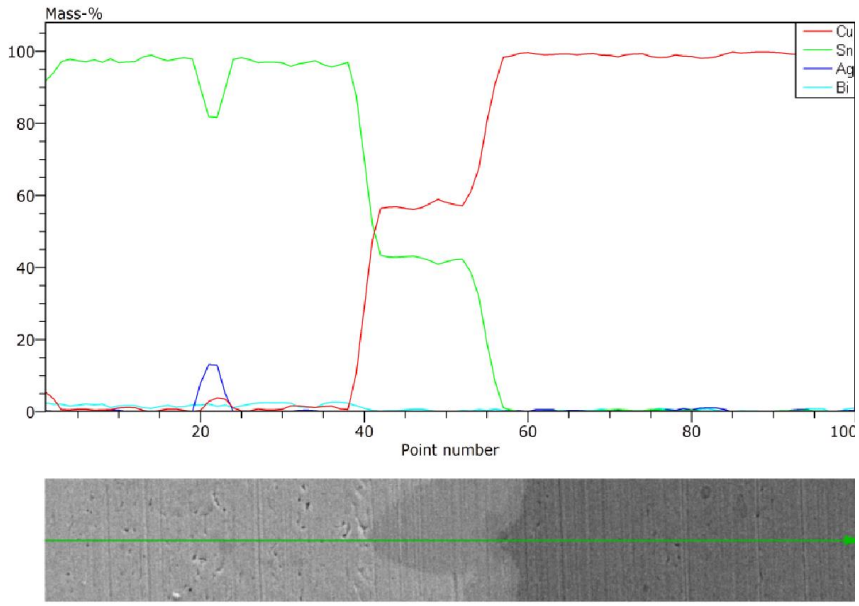


Şekil 54. SAC-1Bi kurşunsuz lehim alaşımının 310 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.

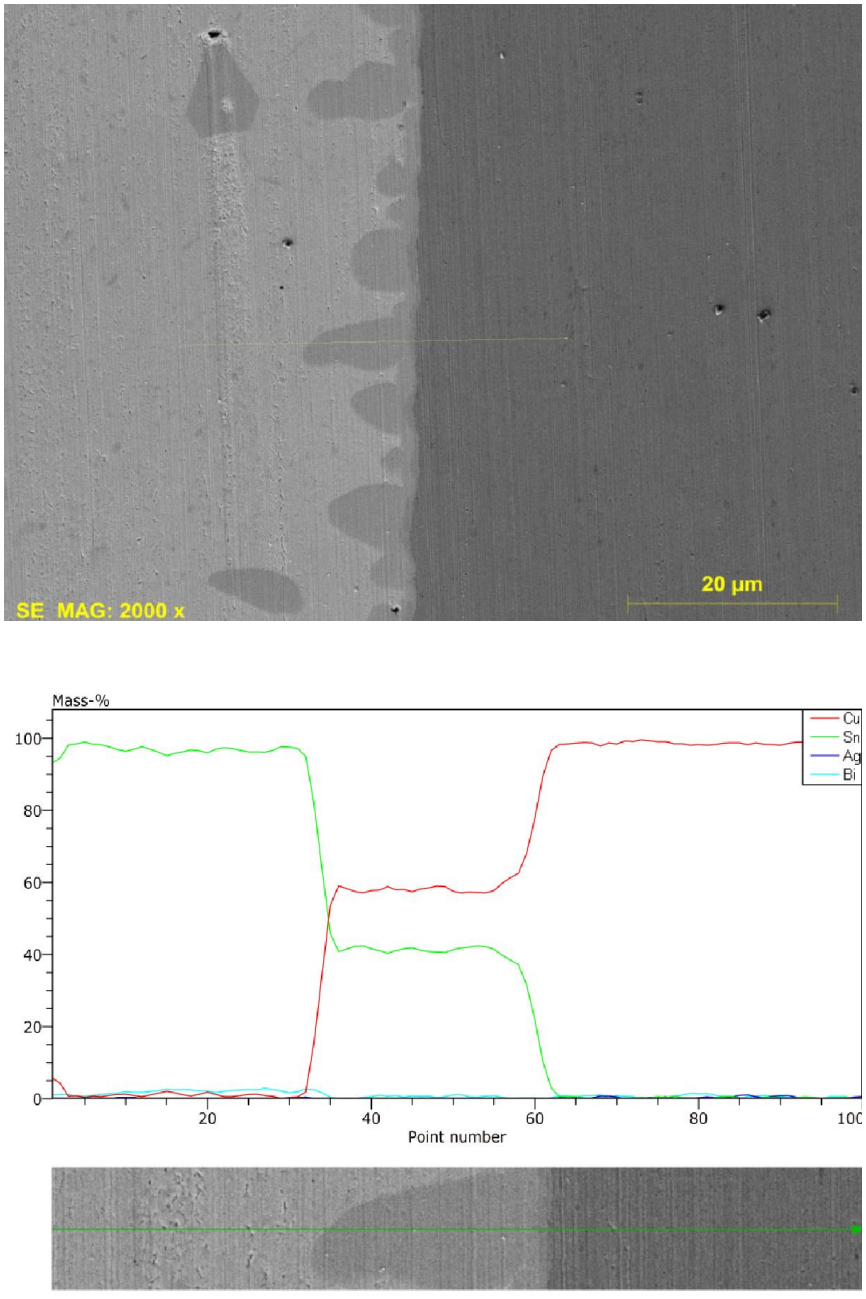


Şekil 55. SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının 250 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.





Şekil 56. SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının 280 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.



Şekil 57. SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımının 310 °C sıcaklıkta Line-EDX analizi.

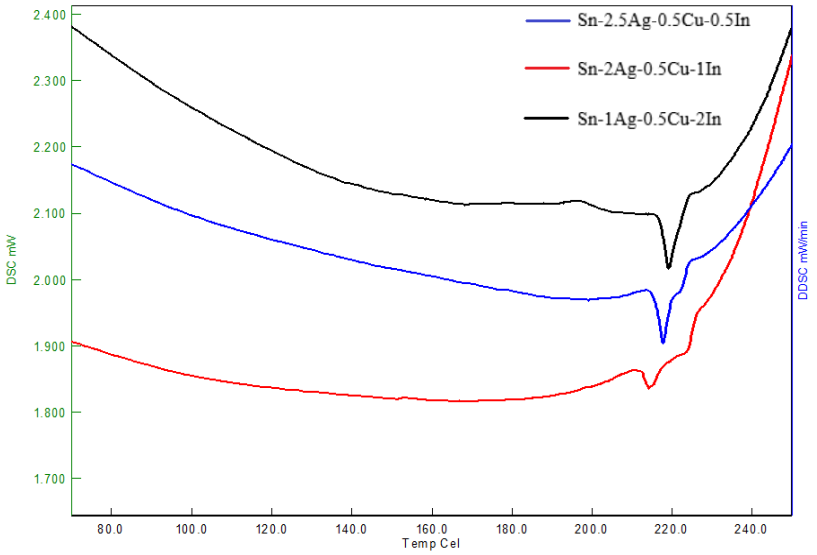
Şekil 40-57' de görüldüğü gibi noktasal ve çizgisel analizlerden In elementinin az miktardaki ilavesi neticesinde arayüzeyde azda olsa bu elementin pik yaptığı tespit edilmiştir.

EDX analizlerinde SAC-0.5(In,Bi), SAC-1(In,Bi) ve SAC-2(In,Bi) lehim alaşımlarının kimyasal bileşimleri incelenmiş ve In elementinin alaşım içindeki azlığından dolayı oluşan intermetalik tabakalara etkisinin oldukça az olduğu görülmüştür. In elementi yoğun olarak alaşımın kütlesinde yer almaktadır. SAC-In/Cu arayüzeyinde oluşan Cu_3Sn tabakasının kalınlığının Cu_6Sn_5 tabakasıyla karşılaştırıldığında çok ince yapıda olduğu görülmektedir.

3.1.7 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları

SAC-0.5Bi, SAC-1Bi, SAC-2Bi, SAC-0,5In, SAC-1In ve SAC-2Indörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının termal ergime sıcaklığını belirlemek için Karabük Üniversitesi MARGEM Laboratuvarı'nda DSC analizleri gerçekleştirilmiştir. Alaşımların analizlerinde kullanılan "DSC7000X" cihazı tekrar edilebilir sonuçların alınmasında ve yüksek hassasiyetli ölçüm konusunda son derece güvenilir bir cihazdır.

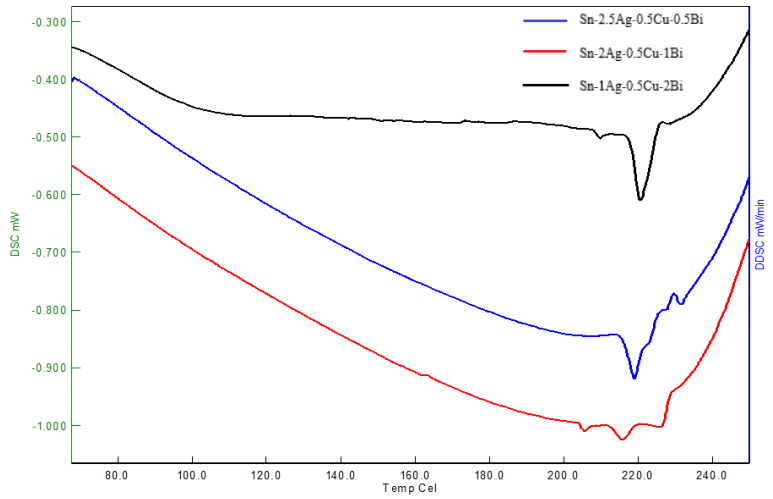
Elde edilen analiz sonuçlarına göre ergime sıcaklığı en düşük alaşım 217,7°C ile SAC-1In lehim alaşımı olmuştur. Ergime sıcaklığının düşük olması da lehim alaşımlarının üretiminde ve kullanılmasında önemli bir özelliktir. Alaşımların ergime sıcaklıkları Tablo 3-4' de verilmiştir.



Şekil 58. SAC-0.5In, SAC-1In ve SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımları için DSC analiz grafiği.

Tablo 3. SAC-0.5In, SAC-1In ve SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımlarının ergime sıcaklıkları.

Kurşunsuz Lehim Alaşımı	**Ergime Sıcaklığı (□)**
Sn-2.5Ag-0,5Cu-0.5In	219
Sn-2Ag-0,5Cu-1In	217,7
Sn-1Ag-0,5Cu-2In	223,5



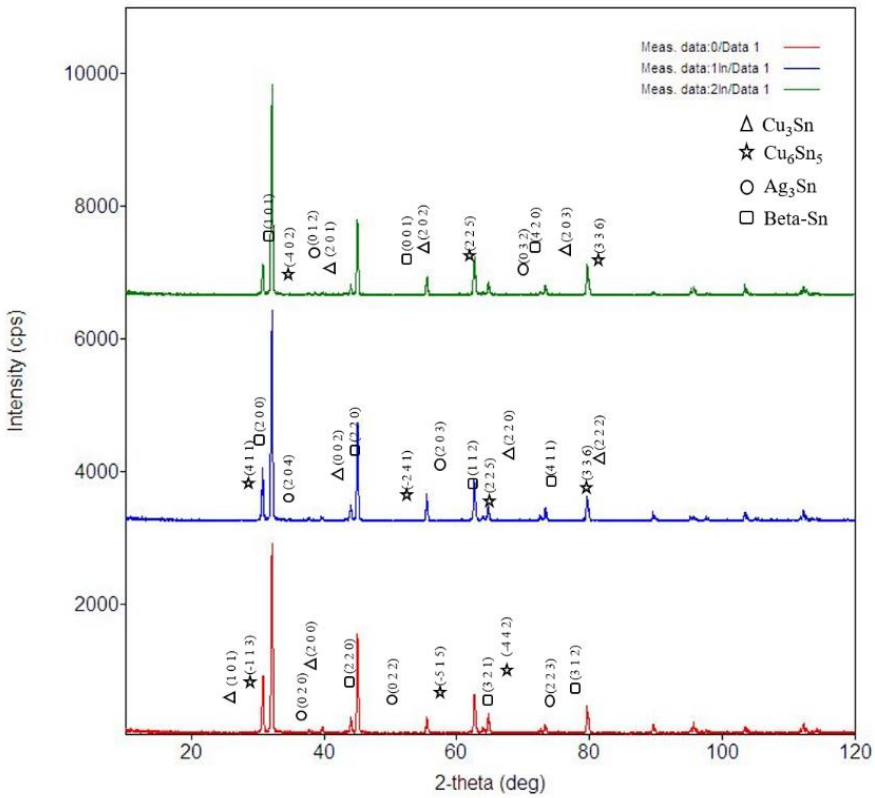
Şekil 59. SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi kurşunsuz lehim alaşımlarının DSC analizi.

Tablo 4. SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının ergime sıcaklıkları.

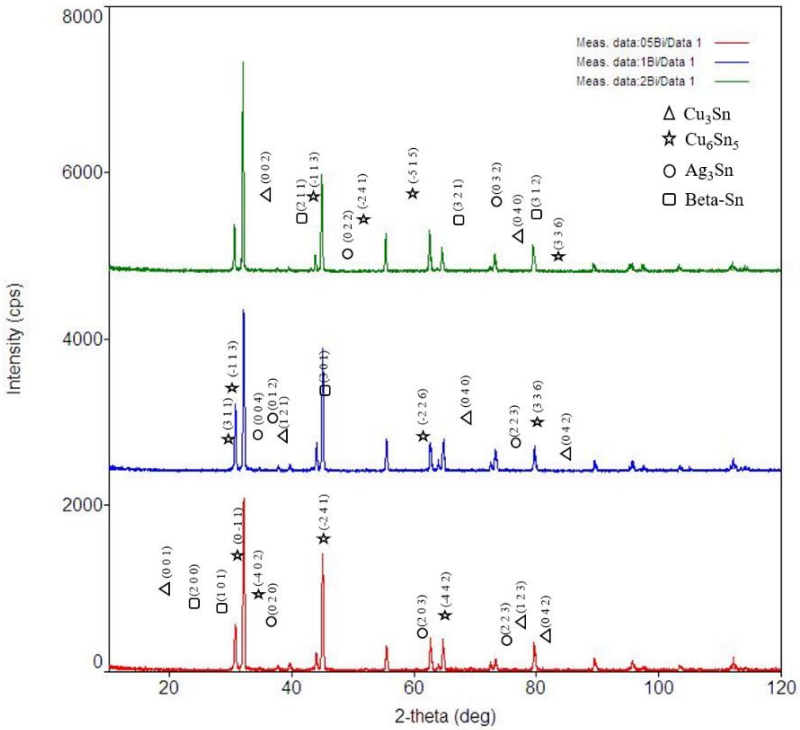
Kurşunsuz Lehim	**Ergime Sıcaklığı** (°C)
Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5Bi	220.6
Sn-2Ag-0,5Cu-1Bi	219
Sn-1Ag-0,5Cu-2Bi	225

3.1.8 X Işını Toz Kırınım Yöntemi (XRD)

Hazırlanan SAC-0,5In, SAC-1In, SAC-2In kurşunsuz lehim alaşımlarının yapısında oluşmuş fazların ve kırınım düzlemlerinin belirlenebilmesi için Karabük Üniversitesi'nde MARGEM Laboratuvarı'nda XRD analizi yapılmış ve bu analizin sonuçları aşağıdaki tabloda verilmiştir. Bu analiz için "RİGAKU- ULTİMA IV" cihazı kullanılmıştır. Bu cihazın sahip olduğu özellikler; gönderilen metal ve ince film numunelerinin kristal yapısının ve fazının tayini, 20-1500°C arası yüksek sıcaklık analizi, hasarsız kalıntı gerilim ölçümleri ve kristal yönelim derecesi analizi gibi teknik özelliklerdir.



Şekil 60. SAC-0,5In, SAC-1In ve SAC-2In lehim alaşımlarının Cu altlık ile arayüzeyinde oluşan fazlar.



Şekil 61. SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi lehim alaşımlarının Cu altlık ile arayüzünde oluşan fazlar.

Şekil 60-61'de gösterilen XRD analizi sonuçlarına göre yoğun olarak Cu_6Sn_5, Cu_3Sn ve Ag_3Sn fazları gözlenmiştir. Bu sonuçların içinde Sn zenginleşmiş fazların %ağ. daha yoğun olarak bulunduğu ve alaşımda %ağ. Çok daha az bulunan In elementinin faz oluşumunun ise oldukça zayıf olduğu görülmüştür. Ag_3Sn fazının yanında Ag_3In ve Ag_3Bi fazlarının sadece gürültü boyutunda bir pik oluşturduğu görülmüş, kendine ait bir pik oluşturamadığına rastlanmıştır. Ayrıca grafik sonuçlarına göre arayüzeyde oluşmuş intermetalik fazların bütün hepsinin SAC-x(In, Bi) (x= %0,5 ,1 ve 2) lehim alaşımlarında aynı yerde ve aynı noktalarda bulunduğu görülmektedir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Yang ve arkadaşları kurşunlu lehim alaşımlarının doğaya verdiği zararlardan dolayı yerine alternatif olabilecek kurşunsuz lehim alaşımlarından en uygununun Sn-Ag-Cu tabanlı kurşunsuz lehim alaşımları olduğunu vurgulamışlardır. Bu alaşımlar içinde SAC305 lehim alaşımının mükemmel performansı nedeniyle elektronik ve mikro elektronik endüstrisinde sıklıkla kullanıldığını ifade etmişlerdir. Ancak Ag'nin fiyatındaki hızlı artışı ve Ag'nin Sn'ye göre 30 kat daha pahalı olduğunu, alaşımda Ag kullanımının %1 artmasının alaşımın maliyetini %15 artıracağını söylemişlerdir. Bu yüzden alaşımdaki Ag miktarının azaltılması gerektiğini ve düşük Ag içerikli SAC lehim alaşımlarının özelliklerinin daha çok iyileştirilebilmesi için nadir toprak metallerinin (In, Bi, Zn ,Sn, Ni, Mn, Co…vb) kullanılması gerektiğini söylemişlerdir. Ancak yaptıkları çalışmada ıslatma özelliklerini sadece yüzeysel olarak incelememişlerdir. Daha çok SAC lehim alaşımlarında Ag yi azaltarak yerine ekledikleri toprak metalleri sonucunda oluşturdukları yeni alaşımların intermetalik bileşenlerini (IMCs) inceleyerek buldukları sonuçlarla ilgili yorum yapmışlardır. Buldukları sonuçlara göre alaşımlara Ag ilavesinin alaşımın ıslatma özelliklerini iyileştirdiğini ve IMC'lerden Sıvı/Sn arayüzey enerjisini azalttığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca Ag'nin alaşımın ara yüzeyindeki Cu_6Sn_5 taneciklerinin yönünü etkilediğini, alaşımın mikroyapısında değişikliğe yol açtığını ve alaşımda daha fazla Cu_6Sn_5 tane sınırı oluştuğunu belirtmişlerdir (Yang vd., 2016).

Samiappan, kurşunlu lehim alaşımlarından Sn-Pb lehiminin yerine alternatif olarak kullanılacak kurşunsuz lehim alaşımlarının mekanik özelliklerinin iyi olması ve güvenilir olmaları için maliyet ve elektronikte pratik kullanım açısından optimize edilmeleri gerektiğini vurgulamıştır. SAC lehim alaşımlarının içindeki Ag'nin yüksek maliyeti nedeniyle alaşımın kullanımını kısıtladığını söylemiştir. Bu nedenle alaşımın maliyetini düzeltmek için alaşımdaki Ag yüzdesinin

azaltılması gerektiğini ve azalan Ag yerine alaşımın özelliklerini dengelemek için yeni bir element eklenmesi gerektiğini vurgulamıştır (Samiappan, 2013).

Moser ve arkadaşları öncelikle SAC-In lehim alaşımlarını farklı yüzdelerde elde etmişler ve SAC-In lehim alaşımlarının genel olarak Cu altlık üzerinde iyi bir ıslatma özelliği gösterdiğini bildirmişlerdir. Ancak hazırladıkları tüm lehim alaşımlarının ıslatma açısının Sn-Pb lehim alaşımının ıslatma açısından daha yüksek olduğunu söylemişlerdir. Ayrıca alaşımdaki In miktarı arttıkça alaşımın ergime sıcaklığının da düştüğünü gözlemlemişlerdir. Son olarak yaptıkları deneysel çalışmalar ve literatür taramaları sonucunda alaşımdaki en uygun In oranının %8-10 arasında olması gerektiğini vurgulamışlardır (Moser vd., 2011).

Li ve arkadaşları Sn-Cu, Sn-In, Sn-Zn, Sn-Ag ve Sn-Zn-Bi gibi bazı lehim alaşımlarının son yıllarda geliştirilmeye çalışıldığını söylemişlerdir. Sn-0,7Cu-0,2Ni lehim alaşımına In ilavesinin ıslatma özelliklerine etkisini araştırmışlar ve alaşıma %0,1-0,3 aralığında In ilave etmişlerdir. Buldukları sonuçlara göre %0,3 In eklenmiş lehim alaşımının ıslatma özelliklerinin en uygun olduğunu ve alaşımın ergime sıcaklığının en düşük olduğu değerin de %0,3 In eklenmiş değer olduğunu bildirmişlerdir (Li vd., 2014).

Sun ve Zhang Sn-Ag-Cu lehim alaşımlarının ergime sıcaklıklarının düşürülmesi ve ıslatma özelliklerinin iyileştirilebilmesi için alaşıma eklenmesi gereken bazı elementleri (In, Ti, Ga, Zn, Al, Sb, Bi, Ni, Fe…vb) belirtmişlerdir. Sn-3Ag-0,4Cu-7In lehim alaşımının Cu altlık üzerinde ıslatması neticesinde oluşan Cu_3 (Sn, In) fazının diğer SAC lehim alaşımlarına göre daha ince olduğunu bildirmişlerdir (Sun ve Zhang, 2015).

Lejuste vd. (2013) SAC-In lehim alaşımlarının mikroyapısal özelliklerini incelemişler ve oluşan intermetalik tabaka kalınlıklarını geleneksel SAC lehim alaşımlarının tabaka kalınlıklarıyla kıyaslamışlardır. Sn-3Ag-0,4Cu-7In lehim alaşımının Cu altlık ile etkileşiminden meydana gelen Cu_6 (Sn, In)$_5$ ve Cu_3 (Sn, In) fazlarının büyüme katsayıları ve kalınlıklarının diğer tüm SAC/Cu sistemlerinden anlamlı derecede düşük olduğunu vurgulamışlardır.

Shalaby (2010) yaptığı çalışmada Sn-Zn kurşunsuz lehim alaşımına %0,5, 1, 1,5, 2 oranında In eklemiş ve oluşan alaşımın mikro yapısını ve ergime sıcaklığını gözlemlemiştir. %2 oranında In eklenmiş lehim alaşımının ergime sıcaklığını geleneksel Sn-Pb lehim alaşımına oldukça yakın değerde ölçmüştür (187,9 °C). Ayrıca alaşıma In ekledikten sonra gözlemlediği intermetalik bileşenler içinde In_3Sn fazının da oluştuğunu bildirmiştir.

Decker vd. (1999) ıslatma açısının bir alaşımın yüzeyi ıslatmasının gözlemlenmesinde çok önemli bir nicelik olduğunu vurgulamıştır. Ayrıca ölçülen ıslatma açısı değerlerinin bir altlık üzerinde oluşan sıvı gövdelerinin şekillerinin açıklanmasında önemli bir rol oynadığını bildirmiştir.

Nabihah vd. (2018) Sn-0,7Cu lehim alaşımına %1 oranında In eklemiş ve yeni oluşan lehim alaşımının Sn-Cu lehim alaşımının ergime sıcaklığını düşürdüğünü gözlemlemiştir. Ayrıca alaşıma In eklendikten sonra oluşan Cu_6Sn_5 ve Cu_3Sn fazının kalınlığının azaldığını da bildirmiştir.

Zhang vd. (2007) arkadaşları yaptıkları çalışmalarda, geleneksel Sn-Pb kurşun içerikli lehim alaşımının gerek çevre ve sağlığa zararları konusunda gerekse daha yüksek sıcaklık ve basınç altında modern elektrik ve elektronik endüstrisinin bileşenlerinin artan işlevselliğini karşılayamamasından dolayı kurşun içermeyen lehim alaşımlarının üretimi ve kullanımının yaygınlaşmaya başladığını ifade etmişlerdir. Bu durumda, bağlantı sistemlerinin mükemmel sürünme direnci ve yüksek performansa sahip ara bağlantı gereksinimine ihtiyaç olduğunu, bu gereksinimler için kullanılacak olan lehim alaşımının ergime sıcaklığı, maksimum izin verilebilir sıcaklığı ve lehimleme esnasında kullanılan cihazlar ile altlık malzemenin dayanabileceği maksimum işleme sıcaklığını belirlediğini ifade etmişlerdir. Bu özellikler dikkate alınarak üretilen ve geliştirilen kurşunsuz lehim alaşımlarının Sn-3,5Ag, Sn-0,7Cu, Sn-9Zn, Sn-3,5Ag-4,8Bi ve Sn-Ag-Cu (Sn-3,8Ag-0,7Cu, Sn-3,9Ag-0,6Cu ve Sn-3,0Ag-0,5Cu) ikili ve üçlü kurşunsuz lehim alaşımları olduğunu belirtmişlerdir. Bunların arasında yaklaşık olarak 217 ℃ ergime sıcaklığına sahip olan SAC kurşunsuz lehim alaşımlarının, 183 ℃ ergime sıcaklığına sahip Sn-Pb tabanlı kurşun içerikli lehim alaşımının yerine geçebilecek alternatif lehim alaşımları olduğunu ifade etmişlerdir. Ergime noktasındaki sıcaklığın yüksek olması sebebi ile bu sıcaklığın düşürülmesi ve eritme işlemi esnasında alaşımın yüzey geriliminin düşürülmesi ile SAC tabanlı lehimlerin işlem performanslarının iyileştirilebileceğini savunmuşlardır. Bazı çalışmalarda Bi elementinin Sn bazlı lehimlere eklenmesi ile ergime sıcaklığının ve yüzey geriliminin düştüğünün görüldüğünü ve lehim alaşımının işlevselliğinin arttığını gözlemlemişlerdir. SAC tabanlı lehim alaşımına %2-3 arasında bir oranda Bi elementi ilave edilmesi ile oluşan yeni dörtlü kurşunsuz lehim alaşımında termal sünme ve yorulma davranışlarını Sn-40Pb lehim alaşımı ile karşılaştırmışlardır. Yapılan karşılaştırmalarda sürekli uygulanan bir basınç altında kurşun içermeyen Sn-Ag-Cu-Bi (SAC-Bi) ve kurşun içerikli Sn-40Pb lehimlerinin deformasyon özelliğinin tipik sürünme özellikleri ile aynı olduğunu bulmuşlardır. Aynı zamanda SAC-Bi lehim alaşımının Sn-40Pb lehim alaşımına göre daha düşük bir sünme gerilme oranı ve sürünme kırılma ömrü açısından üstün bir performansa sahip

olduğunu belirlemişlerdir. Bunun yanı sıra yorulma ömrü açısından SAC-Bi lehiminin Sn-40Pb lehimine göre daha iyi performans gösterdiği vurgulanmıştır.

El Daly vd. (2015) Sn-Pb lehimine alternatif olacak kurşunsuz lehim alaşımlarının mekanik özellik ve güvenilirliğinin, maliyet ve pratik elektronik uygulamaları için optimize edilmesi gerektiğini vurgulamışlardır. SAC lehim alaşımlarının içeriğindeki yüksek Ag oranından dolayı, maliyeti arttığı için kullanımının biraz kısıtlanmakta olduğunu belirtmişlerdir. Bu nedenle SAC lehim alaşımlarında maliyeti düşürmek adına Ag oranının düşürülmesi ile azalan elementin oranının dengelenmesi için yeni bir element eklenmesi gerektiğini vurgulamışlardır. Bu çalışmada Sn içerikli lehim alaşımlarına ağırlıkça %4 oranından daha düşük Bi ilavesi ile alaşımın ergime sıcaklığının düştüğü ve ıslatma özelliklerinin arttığını ifade etmişlerdir. Sn-1,5Ag-0,7Cu (SAC157) kurşunsuz lehim alaşımına %1 ve %3 oranlarında Bi eklenerek oluşturulan yeni dörtlü SAC-Bi kurşunsuz lehim alaşımlarının ıslatma özellikleri incelenmiş ve aşırı soğuma, ötektik sıcaklığı, katılaşma ve sıvılaşma sıcaklıklarının büyüklüğü SAC157 lehimine Bi ilavesi ile önemli derecede azaldığını belirtmişlerdir. Bi ilavesiyle, SAC157 lehim alaşımının mikroyapısı, ötektik bölgelerle çevrili birincil β-Sn tanelerinden alaşım matrisi içerisinde eşit olarak dağılan çok sayıda küçük iğne benzeri Ag_3Sn ve koyu gri Cu_6Sn_5 fazlarına rastlandığını gözlemlemişlerdir. Bi elementi %3 olduğunda, Bi parçacıklarının yaklaşık 2 μm boyutlarına ulaştığını, Bi ilaveli SAC157-Bi lehiminin aynı basınç ve test sıcaklığı altında SAC157 lehimine göre daha yüksek sürünme direncine (126,1 kat) sahip olduklarını ifade etmişlerdir. Aynı zamanda SAC157 alaşımına %3 oranında Bi ilavesi ile sürünme ömrü SAC157 lehim alaşımına göre 23,7 kat arttığını bildirmişlerdir.

Zhao vd. (2004) son yıllarda alternatif kurşunuz lehim alaşımları arasında SAC-Bi lehiminin yüksek performans ve kaliteye sahip olduğunu ve bu lehim alaşımının elektronik bağlantı ihtiyacını karşılayabileceklerini vurgulamışlardır. Bu nedenle yorulma özellikleri ve performansları hakkında çalışmalar yapmışlardır. Lehimlerin düşük ergime sıcaklıklarından ötürü normal şartlar altında çalışma sıcaklıklarının yüksek olmasından dolayı mikroyapılarında dengesizlikler gösterdiklerini ifade etmişleridir. SAC305-Bi lehiminin SAC305 lehimine göre gerilim gücünün arttığını rapor etmişlerdir. SAC305 kurşunsuz lehim alaşımının farklı sıcaklıklar altında yaşlandırıldıktan sonra gerilme direncinin yaşlanma sıcaklığının artması ile azaldığını ve lehim uzamasının önemli ölçüde arttığını bildirmişlerdir.

Hodulava vd. (2011) yaptıkları incelemelerde alternatif kurşunsuz lehim alaşımları arasında SAC alaşımlarının Sn-Ag ikili ötektik lehim alaşımlarına oranla daha düşük ıslatma açısı sergilediğinden dolayı yaygın olarak kullanıldıklarını vurgulamışlardır. Bununla beraber 217

℃'lik bir ergime noktasına sahip olmasının Sn-Pb lehimlerine kıyasla dezavantaj olarak kabul edildiğini belirtmişlerdir. SAC lehimlerinin ergime sıcaklıklarının azaltılması için düşük konsantrasyonlarda bazı elementlere ihtiyaç duyulduğunu rapor etmişlerdir. Yapılan araştırmalar sonucunda Bi elementinin SAC alaşımlarının ergime sıcaklıklarını düşürebilecek potansiyel adaylar arasında olduğunu ifade etmişlerdir. Lehimleme esnasında katı altlık malzemenin bir kısmının ergimiş lehim alaşımı içerisinde çözündüğünü ve lehim ile altlık arasında intermetalik (IMC) katmanların oluştuğunu vurgulamışlardır. Bu IMC katmanlarının lehim alaşımlarına göre daha sert ve kırılgan bir yapıya sahip olduklarından dolayı elektronik materyallerin lehimlenebilirliğini ve güvenilirliğini olumsuz yönde etkilediğini bildirmişlerdir. SAC lehim alaşımının içeriğindeki yüksek Sn oranından dolayı Cu altlık ile lehim arasında Cu-Sn (Cu_3Sn ve Cu_6Sn_5) katmanlarının oluştuklarını ve daha yüksek Cu miktarının Cu_3Sn katmanını kalınlaştırdığını gözlemlemişlerdir. Oluşan bu Cu_3Sn katmanın SAC lehimi ile Cu altlık arasında meydana gelen katmanların üçte birine karşılık geldiğini belirtmişlerdir. Cu_6Sn_5 IMC katmanının lehimleme esnasında, Cu_3Sn intermetalik bileşenin ise katı hal yaşlanma esnasında oluştuğunu ve Bi ilavesi ile büyüme hızının düşürüldüğünü bildirmişlerdir.

He vd. (2008) lehim alaşımlarının yüksek sıcaklık altında yapısal bozukluklar gösterdiğini, oluşan bu bozuklukların lehim alaşımı ile katı altlık malzemesinin genleşme katsayılarının farklı olmalarından kaynaklandığını ve lehimleme işleminin başarısızlığının en önemli faktörlerinden biri olduğunu vurgulamışlardır. Bu nedenden dolayı 120 ve 150°C sıcaklıklarda belirli basınçlar altında SAC305 ve SAC305-xBi (x = %1 ile %4 aralığında) alaşımlarının kesme güçlerinin özelliklerini incelemek için bazı çalışmalar yapmışlardır. Aynı zamanda SAC lehim alaşımına Bi ilavesi ile oluşturulan dörtlü lehim alaşımının mekanik özellikleri de incelenmiş ve belli bir oranın üzerinde eklenen Bi elementi için mekanik özelliklerinin zayıfladığını rapor etmişlerdir. SAC305-xBi lehim matrisinde Ag_3Sn ve Cu_6Sn_5 intermetalik bileşiklerin oluştuğunu ifade etmişlerdir. Bi elementinin %2 ve daha fazla oranda SAC305 lehimine ilave edilmesi ile yaklaşık 1μm boyutunda Bi parçacıklarını gözlemlemişlerdir. SAC305-xBi lehim alaşımının SAC305 lehimine göre kopma süresinin daha uzun olduğunu ve sünekliliğinin Bi ilavesi ile düştüğünü vurgulamışlardır.

El Daly ve arkadaşları (2015) elektrik ve elektronik endüstrisinde kullanımı yasaklanan kurşun içerikli lehimlerin yerine fiziksel ve mekanik özellikler açısından farklı Ag ağırlıklarına sahip (SAC105, SAC205, SAC305 ve SAC405) SAC lehim alaşımlarının potansiyel adaylardan biri olduğunu vurgulamışlardır. Ayrıca yüksek Ag içerikli SAC alaşımlarının Ag oranındaki değişiminden kaynaklanan sertlik nedeniyle dezavantajlı olduğunu belirtmişlerdir. Bu nedenle SAC lehim alaşımlarındaki Ag miktarının azalması gerektiğini ancak Ag oranının azalması ile

termal mekanik özelliklerinde bir düşüş yaşanabileceğini vurgulamışlardır. Bi gibi toprak elementlerinin eklenmesi ile termal mekanik özelliklerinde düşüş yaşanmayacağı ve hatta bazı durumlarda artabileceği bildirilmiştir. Kurşunsuz SAC-Bi lehim alaşımının sürünme davranışlarının incelendiğini ve SAC-Bi lehiminin Sn-40Pb lehimine oranla daha düşük yorulma özelliği gösterdiğini vurgulamışlardır. Sn-1,5Ag-0,7Cu (SAC157) alaşımının mikroyapısı incelenmiş, SAC157 lehimine %1 oranında Bi ilave edilerek küçük iğne ucu boyutunda Ag_3Sn ile Cu_6Sn_5 fazlarının oluştuğu ve SAC157 lehim alaşımının mekanik direncinin yaklaşık 1,5 kat arttığını bildirmişlerdir. %1 ile %3 aralığında Bi ilavesi ile gerilme kuvvetinin değerinin yaklaşık 2,5 kat arttığını rapor etmişlerdir.

Ohnuma vd. (2006) yaptıkları çalışmada SAC lehim alaşımlarına Bi ilavesinin etkisinin çeşitli yönleri incelenmiştir. Bi elementinin ıslatabilirlik ve ergime sıcaklığının düşmesine ve ıslatmanın olumlu yönde sonuçlanmasına sebep olduğunu vurgulamışlardır. Bi elementinin yakın ötektik bölgesindeki SAC lehim alaşımının ergime sıcaklığı ve ıslatma özelliklerine olumlu etkilerinin olduğunu bildirmişlerdir.

Qi vd. (2004) farklı oranlarda SAC-Bi lehim alaşımının mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. RoHS ve WEEE direktifleri doğrultusunda Pb kullanımının yasaklanması ile Sn-Pb lehim alaşımından daha üstün termomekanik özellik gösteren SAC lehiminin en iyi alternatif kurşunsuz lehim alaşımı olarak kabul edildiğini vurgulamışlardır. SAC lehim alaşımlarının yoğun intermetalik faz oluşumu, yüksek ergime noktasına sahip olması gibi sorunlar SAC alaşımlarına dördüncü bir element ilave edilmesi gerektiğini vurgulamışlardır. Bir miktar Bi elementinin ilave edilmesi ile SAC lehim alaşımının ergime noktasının azaldığını tespit etmişlerdir. Ancak Bi miktarının artması ile lehim alaşımının kırılganlığının arttığını, bu nedenle Bi içeriğinin optimize edilmesinin gerekliliğini vurgulamışlardır. SAC lehimine Bi ilave edilmesi ile lehim/Cu altlık malzemesi arasında oluşan intermetalik bileşenlerin kalınlığının SAC lehimine kıyasla daha ince olduğunu ve intermetalik bileşiğin büyüme hızını düşürdüğünü ifade etmişlerdir.

Doi vd. (2004) çalışmalarında SAC-Bi dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının faz yapılarını incelemişlerdir. Sn-Pb kurşun içerikli lehim alaşımının yoğun olarak kullanılmasının sebebinin, düşük ergime noktası ve mükemmel ıslatma özelliklerinden kaynaklandığını bildirmişlerdir. Ancak kurşun elementinin gerek çevre ve sağlık açısından gerekse bazı yeterlilikleri karşılayamamasından dolayı, kurşunsuz lehim alaşımlarının üretilmesi ve geliştirilmesi gerektiğini vurgulamışlardır.

Matahir vd. (2011) Sn-3,5Ag-0,9Cu kurşunsuz lehim alaşımına Bi ilavesinin mikroyapı üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Sn-Pb lehim alaşımının çevre ve sağlık kaygıları sebebi ile AB'nin RoHS ve WEEE direktifleri doğrultusunda Pb kullanımına getirdiği kısıtlamalardan dolayı SAC kurşunsuz lehimlerinin kullanılmasının gerekliliğini ifade etmişlerdir. SAC lehim alaşımlarının 217-224°C ergime sıcaklığı aralığına sahip olması geleneksel Sn-Pb lehiminin ergime sıcaklığına (183°C) kıyasla yüksek olduğunu ancak bu durumun ciddi bir engel olmadığını bildirmişlerdir. Nadir toprak elementlerinin az miktarda eklenmesi ile lehim/Cu arayüzünde oluşan intermetalik fazların büyümesinin azaldığını gözlemlemişlerdir. Bu çalışmada en düşük ergime noktalarına sahip olan alaşımlar arasında Sn-3.5Ag-0,9Cu ve Sn-3,5Ag-0,9Cu-1,5Bi alaşımları üzerinde çalışmalar yapmışlardır. Bu alaşımlar dahil diğer araştırılan lehimler ötektik Sn-Pb lehim alaşımının ergime noktasına kadar düşmediğini ancak %3 oranından daha az Bi ilavesi ile SAC-Bi alaşımları ergime sıcaklıklarında 2°Caralığında bir düşüş yaşandığını gözlemlemişlerdir. Bi oranı arttıkça SAC-Bi alaşımının ergime sıcaklığının arttığını rapor etmişlerdir.

Bu proje kapsamında, SAC305 üçlü kurşunsuz lehim alaşımına farklı oranlarda (%0,5, 1 ve 2) In ve Bi ilave edilerek Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-x(In,Bi) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımı üretilmiştir. Üretilen lehim alaşımlarının (Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5In (SAC-0,5In), Sn-2Ag-0,5Cu-1In (SAC-1In) ve Sn-1Ag-0,5Cu-2In (SAC-2In)), (Sn-2,5Ag-0,5Cu-0,5Bi (SAC-0,5Bi), Sn-2Ag-0,5Cu-1Bi (SAC-1Bi) ve Sn-1Ag-0,5Cu-2Bi (SAC-2Bi)) ıslatma özellikleri, üç farklı sıcaklık değerinde (250 °C, 280 °C ve 310 °C), Cu altlık üzerinde Ar gazı ortamında sessile damla tekniği ile incelenmiştir. Üretilen SAC-0,5In, SAC-1In , SAC-2In, SAC-0,5Bi, SAC-1Bi ve SAC-2Bi dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının kimyasal bileşimleri Tablo 1 ve Tablo 2'de verilmiştir. Ergime sıcaklıkları, arayüzey ve mikroyapı özellikleri sırasıyla DSC, XRD, SEM ve EDX analizleri ile incelenmiş ve bu analizlerin sonuçlarına göre, Cu_6Sn5, Cu_3Sn ve $Ag_3(Sn,In,Bi)$ intermetalik bileşikleri (IMC) gürültü boyutunda oldukça zayıf olarak gözlemlenmiştir.

Islatma deneyleri sonucunda elde edilen verilere göre, en düşük ıslatma açısı değeri SAC-1In alaşımı için 310°C'de 35,55°, SAC-1Bİ alaşımı için 310°C'de 35,59°olarak elde edilmiştir. Islatma açısı değerlerinin düşükten yükseğe doğru sıralamasında SAC-1In alaşımını SAC-0,5In ve SAC-2In ve SAC-1Bi alaşımını da SAC-0,5Bi ve SAC-2Bi alaşımları takip etmektedir. SAC305 alaşımına ilave edilen In ve Bi miktarı %1 oranına kadar ıslatma özelliklerini geliştirmektedir. Ancak bu oranın üzerindeki artışlarda ıslatma özellikleri tekrar kötüleşmekte ve ıslatma açısı değerleri yükselmektedir.

Elde edilen SEM ve EDX analizlerinin görüntülerinin incelenmesi sonucunda, Cu_3Sn fazı, Cu_6Sn_5 fazıyla Cu altık arasında ve Cu_6Sn_5'e göre oranlandığında daha ince bir tabaka şeklinde oluşmaktadır. Ayrıca sıcaklık değerini arttırdıkça arayüzeyde oluşan Cu_3Sn ve Cu_6Sn_5 intermetalik bileşiklerinin kalınlıklarında da artış görülmüştür. Sıcaklık değeri yükseldikçe arayüzeydeki difüzyon hızının artmış olmasından dolayı da intermetalik bileşenlerin lehim alaşımı içerisinde kısmen hareket ettiği sonucuna ulaşılmıştır.

DSC analizinin sonuçlarına göre ergime sıcaklıkları, SAC-0,5In lehim alaşımı için 219°C, SAC-1In lehim alaşımı için 217,7°C, SAC-2In lehim alaşımı için 223,5°C, SAC-0,5Bi lehim alaşımı için 226°C, SAC-1Bi lehim alaşımı için 219°C ve SAC-2Bi lehim alaşımı için 225°C olarak ölçülmüştür. In ve Bi ilavesinin %1'e kadar arttığı durumda ergime sıcaklığının düştüğü, %1'den daha fazla olduğu durumda ise alaşımın ergime sıcaklığının yeniden artış gösterdiği görülmüştür.

Sonuç olarak, üretilen dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarındaki Ag ile In ve Bi miktarları optimize edildiğinde ıslatma açısının düştüğü yani ıslatabilirliğinin arttığı gözlenmektedir. SAC-1Bi ve SAC-1In dörtlü lehim alaşımları, geleneksel SAC305 üçlü lehim alaşımına göre üretim maliyeti açısından daha düşük buna karşılık ıslatma özellikleri bakımından daha iyi olduğu yapılan deneysel çalışmalar ve testler sonucunda tespit edilmiştir. Buna göre proje kapsamında ürettiğimiz. SAC-1Bi ve SAC-1In dörtlü lehim alaşımları SAC305 üçlü kurşunsuz lehim alaşımının yerini alabilecek çok güçlü bir aday olabilir.

5. GENEL SONUÇLAR

1) Bu projede literatürden farklı olarak endüstride geniş kullanım alanına sahip SAC305 üçlü kurşunsuz lehim alaşımına belirlenen miktarlarda In ve Bi elementleri ilavesi ile dörtlü kurşunsuz lehim alaşımları ilave edilen elementlerin miktarı kadarı SAC305 içerisindeki Ag elementinden azaltılarak üretilmiştir.

2) Üretilen dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının oranları daha önce çalışılmamış ya da üretilmiş fakat ıslatma özellikleri incelenmemiştir. Ürettiğimiz lehim alaşımları SAC305 lehim alaşımına göre üretim maliyeti açısından daha uygun olduğundan ekonomiye katkı sağlaması mümkündür.

3) Dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının zamana bağlı ıslatma açısı değişim grafiklerinde (Şekil 16-21) gibi en düşük açı değerleri SAC-1In (35,55°) ve SAC-1Bi (35,59°) alaşımlarında elde edilmiştir.

4) SEM analizleri sonucunda Cu altlığa tutunmuş ve daha ince tabaka halinde Cu_3Sn fazı ve lehim alaşımına tutunmuş Cu_3Sn fazına göre daha kalın Cu_6Sn_5 fazı gözlemlenmiştir. Cu_3Sn fazı, Cu_6Sn_5 ve Cu altlık arasında yer almıştır. Ayrıca ölçüm sıcaklıklarının artmasıyla arayüzey intermetalik tabaka ve altlık malzeme arayüzeyinin pürüzlülüğünün gittikçe azalmış olduğu ve daha düzgün hale geldiği görülmektedir.

5) DSC analizlerinde en düşük ergime sıcaklıklarına SAC-1In (217,7℃) ve SAC-1Bi (219℃) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarında rastlanmıştır. Alaşım içerisindeki Ag miktarının azalması ile birlikte %2 Ag kadar ergime sıcaklığı düşerken bu oranın altında (%1 Ag kadar) ergime sıcaklığının arttığı görülmüştür.

6) XRD sonuçlarına göre SAC-In/Cu arayüzeyinde kimyasal etkileşimler sonucu bazı intermetalik fazların (Cu_6Sn_5, Cu_3Sn ve $Ag_3(Sn,In,Bi)$) oluştuğu gözlemlenmiştir. Ancak, Ag_3In ve Ag_3Bi fazının gürültü boyutundan yukarı çıkamadığından dolayı diğer intermetalik fazlar gibi bir pik oluşturamadığı görülmüştür.

7) Yapılan analizler ve ıslatma deneyleri sonucunda üretilen altı farklı kurşunsuz lehim alaşımları içerisinde SAC305 geleneksel lehim alaşımına ıslatabilirlik ve güvenilirlik açısından alternatif olabilecek alaşımlar SAC-1In ve SAC-1Bi dörtlü kurşunsuz lehim alaşımları olarak tespit edilmiştir. Ayrıca bu iki alaşımın üretim maliyetinin SAC305 alaşımına göre daha düşük

olması göz önünde bulundurulduğunda projede amaçlanan hedeflere ulaşıldığı ve ülke ekonomisine katkıda bulunabileceği söylenebilir.

8) Bundan sonra ilgili konuda çalışma yapacak bilim insanlarına bir temel teşkil etmesi açısından bu projenin önem arz ettiğini ifade edebiliriz. Bizler bu projede elde ettiğimiz sonuçları geliştirmek adına TÜBİTAK desteklerinden 1001 projesi kapsamında çalışmalara devam edilmesi planlanmaktadır.

6.KAYNAKLAR

Decker, E. L., Frank, B., Suo, Y., and Garoff, S., "Physics of contact angle measurement", Colloids And Surfaces A: Physicochemical And Engineering Aspects, 156 (1–3): 177–189 (1999).

Doi, K., Ohtani, H. and Hasebe, M., “Thermodynamic study of the phase equilibria in the Sn-Ag-Bi-Cu quaternary system”, Materials Transactions, 45 (2): 380-383 (2004).

El-Daly, A. A., El-Taher, A. M. and Gouda, S., “Development of new multicomponent Sn-Ag-Cu-Bi lead-free solders for low-cost commercial electronic assembly”, Journal of Alloys and Compounds, 627: 268-275 (2015).

El-Daly, A. A., El-Taher, A. M. and Gouda, S., “Novel Bi-containing Sn-1.5Ag-0.7Cu lead-free solder alloy with further enhanced thermal property and strength for mobile products”, Materials and Design, 65: 796-805 (2015).

He, M., Sylvester, N. E. and Viola, L. A., “Microstructure and creep deformation of Sn-Ag-Cu-Bi/Cu solder joints”, Journal of Electronic Materials, 37 (3): (2008).

Hodulava, E., Palcut, M., Lechovic, E., Simekova, B. and Ulrich, K., “Kinetics of intermetallic phase formation at the interface of Sn-Ag-Cu-X (X=Bi, In) solders with Cu substrate”, Journal of Alloys and Compounds, 509: 7052-7059 (2011).

Huang, M. L., Wu, C. M. L., Lai, J. K. L., and Chan, Y. C., "Microstructural evolution of a lead-free solder alloy Sn-Bi-Ag-Cu prepared by mechanical alloying during thermal shock and aging", Journal Of Electronic Materials, 29 (8): 1021–1026 (2000).

Islam, R. A., Chan, Y. C., Jillek, W., and Islam, S., "Comparative study of wetting behavior and mechanical properties (microhardness) of Sn–Zn and Sn–Pb solders", Microelectronics Journal, 37 (8): 705–713 (2006).

Kamal, M., Meikhail, M. S., El-Bediwi, A. B., and Gouda, E.-S., "New lead-free solder alloy", Radiation Effects And Defects In Solids, 160 (7): 301–312 (2005).

Kanlayasiri, K., Mongkolwongrojn, M., and Ariga, T., "Influence of indium addition on characteristics of Sn–0.3Ag–0.7Cu solder alloy", Journal Of Alloys And Compounds, 485 (1–2): 225–230 (2009).

Kim, K., Huh, S., and Suganuma, K., "Effects of cooling speed on microstructure and tensile properties of Sn–Ag–Cu alloys", Materials Science And Engineering: A, 333 (1–2): 106–114 (2002).

Lee, L. M. and Mohamad, A. A., "Interfacial Reaction of Sn-Ag-Cu Lead-Free Solder Alloy on Cu: A Review", Advances In Materials Science And Engineering, 2013: 1–11 (2013).

Lejuste, C., Hodaj, F., and Petit, L., "Solid state interaction between a Sn–Ag–Cu–In solder alloy and Cu substrate", Intermetallics, 36: 102–108 (2013).

Li, L. F., Cheng, Y. K., Xu, G. L., Wang, E. Z., Zhang, Z. H., and Wang, H., "Effects of indium addition on properties and wettability of Sn–0.7Cu–0.2Ni lead-free solders", Materials & Design, 64: 15–20 (2014).

Matahir, M., Chin, L.T., Tan, K. S. and Olofinjiana A. O., “Mechanical strength and its variability in Bi-modified Sn-Ag-Cu solder alloy”, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 46 (1): (2011).

Moon, K.-W., Boettinger, W. J., Kattner, U. R., Biancaniello, F. S., and Handwerker, C. A., "Experimental and thermodynamic assessment of Sn-Ag-Cu solder alloys", Journal Of Electronic Materials, 29 (10): 1122–1136 (2000).

Moser, Z., Fima, P., Bukat, K., Sitek, J., Pstruś, J., Gąsior, W., Kościelski, M., and Gancarz, T., "Investigation of the effect of indium addition on wettability of Sn-Ag-Cu solders", Soldering & Surface Mount Technology, 23 (1): 22–29 (2011).

Moser, Z., Gąsior, W., Pstruś, J., and Dębski, A., "Wettability Studies of Pb-Free Soldering Materials", International Journal Of Thermophysics, 29 (6): 1974–1986 (2008).

Moser, Z., Sebo, P., Gąsior, W., Svec, P., and Pstruś, J., "Effect of indium on wettability of Sn–Ag–Cu solders. Experiment vs. modeling, Part I", Calphad, 33 (1): 63–68 (2009).

Nabihah, A. B., Jun, K. L., and Nurulakmal, M. S., "Effect of Alloying Element on Microstructure and Mechanical Properties of Sn-0.7cu Solder", International Journal Of Current Research In Science, Engineering & Technology, 1 (Spl-1): 471 (2018).

Ohnuma, I., Ishida, K., Moser, Z., Gasior, W., Bukat, K., Pstrus, J., Kisiel, R. and Sitek, J., "Pb-free solders: Part II. Application of ADAMIS database in Modeling of Sn-Ag-Cu alloys with Bi additions", Journal of Phase Equilibria and Diffusion, 27 (3): (2006).

Omaç, F., Ozyurek, D., and Erer, A. M., "Investigation of the Wetting Properties of Ternary Lead-Free Solder Alloys on Copper Substrate", Acta Physica Polonica A, 131: 165–167 (2017).

Ozyurek, D., Yavuzer, B., and Tuncay, T., "The effects of Cu and Al on dry sliding wear properties of eutectic Sn-9Zn lead-free solder alloy", Journal Of Adhesion Science And Technology, 30 (15): 1662–1670 (2016).

Qi, L., Zhao, J., Wang, X. and Wang, L., "The effect of Bi on the IMC growth in Sn-3Ag-0.5Cu solder interface during aging process", International Confereance on the Business of Electronic Production reliability an Liability, (2004).

Samiappan S., "Alternative Pb-Free Soldering Alloys", Indium Corporation Tech Paper, First presented at IPC Southeast Asia conference on Soldering and Reliability, 2013.

Shalaby, R. M., "Effect of indium content and rapid solidification on microhardness and micro-creep of Sn-Zn eutectic lead free solder alloy", Crystal Research And Technology, 45 (4): 427–432 (2010).

Song, J.-M. and Wu, Z.-M., "Variable eutectic temperature caused by inhomogeneous solute distribution in Sn–Zn system", Scripta Materialia, 54 (8): 1479–1483 (2006).

Sun, L. and Zhang, L., "Properties and Microstructures of Sn-Ag-Cu-X Lead-Free Solder Joints in Electronic Packaging", Advances In Materials Science And Engineering, 2015: 1–16 (2015).

Yang, M., Ji, H., Wang, S., Ko, Y.-H., Lee, C.-W., Wu, J., and Li, M., "Effects of Ag content on the interfacial reactions between liquid Sn–Ag–Cu solders and Cu substrates during soldering", Journal Of Alloys And Compounds, 679: 18–25 (2016).

Yoon, J.-W., Noh, B.-I., Kim, B.-K., Shur, C.-C., and Jung, S.-B., "Wettability and interfacial reactions of Sn–Ag–Cu/Cu and Sn–Ag–Ni/Cu solder joints", Journal Of Alloys And Compounds, 486 (1–2): 142–147 (2009).

Yu, A.-M., Kim, M.-S., Lee, C.-W., and Lee, J.-H., "Wetting and interfacial reaction characteristics of Sn-1.2Ag-0.5Cu-xIn quaternary solder alloys", Metals And Materials International, 17 (3): 521–526 (2011).

Yu, A.-M., Lee, C.-W., Kim, M.-S., and Lee, J.-H., "The effect of the addition of in on the reaction and mechanical properties of Sn−1.0Ag−0.5Cu solder alloy", Metals And Materials International, 13 (6): 517–520 (2007).

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, 458 (1–2): 542–547 (2008).

Zhang, X. P., Yu, C. B., Shresta, S. and Dorn, L., “Creep and fatigue behaviors of the lead-free Sn-Ag-Cu-Bi and Sn60Pb40 solder interconnections at elevated temperatures”, Journal of Material Science: Materials in Electronics, 18: 665-670 (2007).

Zhao, J., Qi, L., Wang, X. and Wang, L., “Influence of Bi on microstructures evolution and mechanical properties in Sn-Ag-Cu lead-free solder”, Journal of Alloys and Compounds, 375: 196-201 (2004).

Danışman/Raportör Görüşleri ve Cevapları

S1: Geliştirilen proje ile SAC adı verilen ve hali hazırda patentli olarak kullanımda olan bir malzemenin mikrolaşamama ile iyileştirilmesi çalışılmıştır. Bu bağlamda ürün ve yakın alaşımları zaten patentle korunduğu için projede belirtilen ülke ekonomisine fayda sağlayacak alternatif yaratma noktasında geri kalmaktadır.

C1: Halihazırda patentli olan SAC305 kurşunsuz lehim alaşımına belirlenen oranlarda In ve Bi ilavesi ile bu üçlü alaşımın ıslatma özelliklerinin geliştirilmesi hedeflenmiştir. Projemizde SAC305 kurşunsuz lehim alaşımı ile bizim ürettiğimiz alaşımların kıyaslanması önem arz etmektedir. Dolayısıyla ilave edilen In ve Bi oranları kadarını Sn elementinden değil Ag elementinden azaltarak üretim maliyetinin düşürülmesi planlanmıştır. Yani SAC305 üçlü kurşunsuz lehim alaşımına göre daha düşük maliyetli dörtlü alaşım oluşturulmuş ve ıslatma kabiliyeti geliştirilmiştir.

S2: SAC alaşımına eklenen Bi ve In özelinde özellikle ıslatma özellikleri incelenmiştir. Halbuki SAC içerisinde oluşan intermetalik yapılar ve bunların mekanik özelliklere etkileri de oldukça önemlidir. Bu alandaki çalışmaların çoğu bu araştırmada da oluştuğu vurgulanan Ag_3Sn fazını önlemeye yöneliktir. Bu faz morfolojisi sebebiyle malzeme içerisinde kırılganlığa yol açmaktadır. Bu projede oluşan Ag_3Sn, Ag_3In gibi fazların mekanik özelliklere etkisi tartışılmamıştır.

C2: Projede önerilen oranlarda ürettiğimiz dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının proje başlığında da belirtildiği gibi özellikle ıslatma özelliklerinin incelenmesine önem verilmiştir. Proje başvurusunda iş paketinde yapılması taahhüt edilen analizler ve incelemeler içerisinde mekanik özellikler bulunmamaktadır. Bu nedenle Ag_3Sn, Ag_3In ve Ag_3Bi fazlarının mekanik özelliklerinin etkisi gösterilmemiştir.

S3: XRD sonuçlarını gösteren desenlerdeki piklerin daha iyi adlandırılması gerekirdi. Faz analizi yeterli seviyede gerçekleştirilmemiştir.

C3: XRD sonuçlarını gösteren grafikler yeniden oluşturularak daha iyi adlandırılması sağlanmıştır.

S4: 250, 280 ve 310℃ olan deney sıcaklıklarının hangi kriterlere göre seçildiği net anlaşılmamaktadır.

C4: Literatür incelemelerinde benzer çalışmalardaki deney sıcaklıkları ve lehimleme işleminde kullanılan sıcaklık değerleri 240-350℃ arasındadır. Bu nedenle iki tanesi 300℃'nin altında ve biri 300℃ üstünde olmak üzere üç farklı sıcaklık seçilmiştir.

S5: Islatma açısının zamana bağlı değişim grafikleri ile ilgili yorum veya değerlendirme yeterli seviyede yapılmamıştır.

C5: Islatma açısının zamana bağlı değişim grafikleri ile ilgili yorumlar genişletilerek açıklanmıştır.

S6: Islatma açısı ölçümlerinin benzer yüzey pürüzlülüğe sahip yüzeylerden gerçekleştirildiğini göstermek üzere hazırlanmış bakır yüzeylerin pürüzlülüğü profil metre gibi tekniklerle tespit edilmeliydi.

C6: Cu altlıkların yüzey parlatma işlemleri bütün altlık malzemeler için aynı şartlarda gerçekleştirilmiştir. Yüzey pürüzlülüğünün ıslatma açısına etkisi altlık malzemelerin pürüzlülük değerleri arasında gözlenebilir bir fark bulunmamasından dolayı incelenmemiştir.

S7: SEM analizleri yapılan numunelerin zaten iletken olduğu düşünüldüğünde neden Carbon Coater kullanıldığı net anlaşılamamıştır.

C7: SEM analizleri Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü MARGEM Laboratuvarları'nda hizmet alımı şeklinde gerçekleştirilmiştir. Sonuç raporu içerisine kullanılan yöntemle ilgili bu bilgi sehven yazılmış olup tarafımızca düzeltilmiştir.

S8: DSC analizlerinde ergime noktaları tespit edilmiştir. Fakat lehim alaşımlarında ergime noktası kadar katılaşma noktası ve aşırı soğuma (undercooling) değerlerinin tespiti büyük önem arz etmektedir. Bu değerlerle ilgili herhangi bir çalışma gerçekleştirilmemiştir.

C8: DSC analizlerinde ergime ve faz dönüşüm noktaları tespit edilmiştir. Bu proje; lehim alaşımlarının katılaşma ve aşırı soğuma noktalarının analizi ile ilgili kapsamlı bir çalışmayı içermemektedir. Literatür araştırmaları sonucunda katılaşma noktası ve aşırı soğuma değerlerinin etkisine göre ergime sıcaklığının ıslatma özelliklerine olan etkisi daha yüksek olmasından dolayı çalışılmıştır.

S9: Bazı alaşımların DSC'lerinde (örnek Sekil 60 ve Sekil 63) birden fazla ekzotermik reaksiyon görülmektedir. Bunlarla ilgili bir yorum yapılmamıştır.

C9: Sonuç raporunda görülen DSC analiz sonuç grafikleri değiştirilmiş ve üçerli iki grafik haline getirilmiştir.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Dr. Öğr. Üyesi AHMET MUSTAFA ERER
Proje No:	117M083
Proje Başlığı:	Sn-(3-X)Ag-0.5cu-X(X=In,Bi) Dörtlü Kurşunsuz Lehim Alaşımlarının Islatma Özelliklerinin Cu Altlık Üzerinde İncelenmesi.
Proje Türü:	3001 - Başlangıç AR-GE
Proje Süresi:	18
Araştırmacılar:	YUNUS TÜREN
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	KARABÜK Ü. FEN F. FİZİK B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/08/2017 - 01/02/2019
Onaylanan Bütçe:	77250.0
Harcanan Bütçe:	59589.2

TÜBİTAK

Öz:	Bu projede, Ag elementinin yüksek maliyetli olmasından dolayı, hem Ag oranından azaltarak maliyeti düşürmeyi hem de Sn-Ag-Cu (SAC) üçlü ötektik kurşunsuz lehim alaşımına In ve Bi ilave ederek ıslatma değerlerini, geleneksel Sn-Pb ikili ötektik kurşunlu lehim alaşımlarının verilerine yakın hale getirmeye çalışılacaktır. Bu çalışma düşük maliyet, yüksek verim ve güvenilirlik unsurları dikkate alınarak yapılacaktır. Günümüzde Pb içeren lehim kullanımı çevre ve insan sağlığına zararlı olması nedeniyle sakıncalıdır ve kurşun içerikli lehim kullanımı EU RoHS ve WEEE yönergeleri ile kısıtlanmıştır. Bu sebeplerden dolayı son yıllarda çevre ve insan sağlığına duyarlı kurşunsuz lehim alaşımları geliştirilmeye çalışılmaktadır. Sn-Ag, Sn-Cu ve Sn-Ag-Cu tabanlı kurşunsuz lehim alaşımlarıSn-Pb kurşunlu lehim alaşımlarına alternatif olarak gösterilmektedir. Kurşun içerikli lehimlere alternative olan bu alaşımlar içerisinde Sn-Ag-Cu (SAC) tabanlı kurşunsuz lehim alaşımları yüksek mekanik özellikler ve lehimleme kabiliyetine sahip olmalarından dolayı oldukça iyi bilinmektedir. Yüksek oranda Ag içeren geleneksel SAC kurşunsuz lehim alaşımlarının maliyetinin fazla olması nedeniyle kullanımları sınırlıdır. Son on yıl içinde Sn-3Ag-0.5Cu (SAC305) kurşunsuz lehimi elektronik endüstrisi için çok önemli bir materyal olmuştur. SAC üçlü kurşunsuz lehim alaşımında Ag miktarının azalması, alaşımın sıvılaşma ve katılaşma sıcaklığı arasındaki farkı artırır. Ag metal oranının azalması hem maliyeti azaltır hem de lehimin güvenilirliğini artırır. Bu nedenle düşük oranda Ag içeren SAC lehim alaşımları tercih edilmektedir. Literatürde özellikle SAC lehim alaşımlarına düşük ergime noktasına sahip Bi ve In elementleri eklenerek kurşunsuz lehim alaşımının ıslatma özellikleri incelenmiştir. Ayrıca, lehim alaşımının erime sıcaklığını düşürmek için kullanılacak alaşım elementi RoHS standartlarına uyumlu olmak zorundadır. El-Daly ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmalarda,SAC kurşunsuz lehimlerine Bi ilavesi edilmesi ile diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) sonuçlarına göre aşırı soğuma, ötektik sıcaklığı, katılaşma ve sıvılaşma sıcaklığı oranının önemli ölçüde azaldığını belirtmişlerdir. SAC tabanlı lehimlere Bi ilave edilmesi ile ıslatma davranışı geliştirilmiştir. Deneysel veriler SAC alaşımına Bi ilavesinin lehimin yüzey gerilimini azalttığını göstermektedir. SAC305 üçlü kurşunsuz lehim alaşımlarına Bi ilave edilmesi ile IMC katmanının yayılma hızının geciktirildiği ve lehimin güç düzeyinin geliştirildiği görülmüştür. Lehim/Cu ara yüzündeki intermetalik bileşiklerin (IMC) kalınlığı yaşlanma sıcaklığı ile artar. Sn-3Ag-0.5Cu-xBi kurşunsuz lehim alaşımları IMC parçacıklarının farklı türleri lehim matrisinde oluşur. Lehimin yayılması Bi ilavesi ile düşmüştür. SAC305 üçlü kurşunsuz lehim alaşımına %4 kadar Bi eklenmesi ile Sn-3Ag-0.5Cu-xBi lehim alaşımının yayılma direnci geliştirilmiştir. Lehim alaşımlarında yüksek maliyetten dolayı Ag metal oranının ıslatma özelliklerini etkilemeyecek şekilde mümkün olan en az seviyede tutulması önem arz etmektedir. Özellikle ıslatma özelliklerinin geliştirilmesi için dördüncü bir alaşım elementi seçimi ve ilavesi araştırma konusunun temelini oluşturmaktadır. Daha önce doktora tez çalışması kapsamında yapılan deneylerde kullanılan deney seti eksiklikleri giderilerek geliştirilecektir. Projedeki deneysel çalışmalar bu set vasıtasıyla gerçekleştirilecektir. Bu proje kapsamında, Hem Ag miktarını azaltarak maliyetin düşürülmesi, hem de Sn-3Ag-0.5Cu (SAC305) üçlü kurşunsuz lehim alaşımına belirlenen oranlarda (%0,5; %1 ve %2) In ve Bi ilave edilerek üretilen Sn-(3-x)Ag-0.5Cu-x(In,Bi) dörtlü kurşunsuz lehim alaşımlarının Cu altlık üzerindeki ıslatma özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmaktadır
Anahtar Kelimeler:	Islatabilirlik, kurşunsuz lehim alaşımı, temas açısı, yüzey gerilimi
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır

TÜBİTAK

Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Influence of Indium Addition on Wetting Characteristics ofSn-3Ag-0.5Cu Solder Alloy on Cu Substrate (Makale - Diğer Hakemli Makale), 2- Effect of bismuth on wettability of Sn-2.5Ag-0.5Cu-0.5Bi quaternary solder alloy on Cu substrate (Makale - Diğer Hakemli Makale), 3- Influence of bismuth (Bi) addition on wetting characteristics of Sn-3Ag-0.5Cu solder alloy on Cu substrate (Makale - Diğer Hakemli Makale), 4- Effect of bismuth on wettability of Sn-2.5Ag-0.5Cu-0.5Bi quaternary solder alloy on Cu substrate (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum), 5- Influence Of Bismuth (Bi) Addition On Wetting Characteristics Of Sn?3Ag?0.5Cu Solder Alloy On Cu Substrate (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum), 6- Effect Of Indium On Wettability Of Sn-2Ag-0,5Cu-1In Quaternary Solder Alloy On Cu Substrate (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum), 7- INFLUENCE OF INDIUM ADDITION ON WETTING CHARACTERISTICS OF Sn-3Ag-0.5Cu SOLDER ALLOY ON Cu SUBSTRATE (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum), 8- MEASUREMENT AND COMPARISION OF WETTABILITIY OF SAC-0.5BI AND SAC-0.5IN SOLDER ALLOYS ON CU SUBSTRATE. (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum), 9- Wetting Properties of Sn-(3-x)Ag-0.5Cu-(x)In QuaternaryAlloys on Cu Substrate (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 10- Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-xIn DÖRTLÜ KURŞUNSUZ LEHİM ALAŞIMLARININ Cu ALTLIK ÜZERİNDE ISLATMA ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Yüksek Lisans Tezi), 11- Sn-(3-x)Ag-0,5Cu-xBi DÖRTLÜ KURŞUNSUZ LEHİM ALAŞIMLARININ ISLATMA ÖZELLİKLERİNİN Cu ALTLIK ÜZERİNDE İNCELENMESİ (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Yüksek Lisans Tezi),

TÜBİTAK