

Fabricación de un compuesto de soldadura de Sn0.7Cu con nanopartículas de Al_2O_3 como material de refuerzo

Leticia E. Rodríguez Prieto¹, Noé Alba Baena¹, Ismael Canales Validiviezo¹,
Luis Ricardo Vidal Portilla¹, Francisco López Jaquez¹

¹ Universidad Autónoma de Ciudad Juárez

Resumen

Este documento presenta los resultados obtenidos al realizar un compuesto de soldadura de Sn0.7Cu con la adición de diferentes cantidades de nanopartículas de alúmina mediante un proceso mecánico de dispersión de partículas a diferentes rangos de tiempo de mezclado para verificar si se obtiene alguna mejoría en las propiedades mecánicas del compuesto de soldadura resultante en comparación con la soldadura sin ningún material de refuerzo.

De cada combinación de factores se obtuvieron probetas que fueron sometidas a una prueba de tensión para determinar la deformación plástica de las mismas. Adicionalmente se tomó una muestra de cada combinación de factores en estado líquido para formar una laminilla delgada que ya solidificada fue analizada en el microscopio electrónico de barrido (SEM) y en el difractómetro (DRX) para determinar la distribución de las fases presentes y la composición y topografía de la superficie de las muestras. Los resultados obtenidos no mostraron mejoría significativa en la resistencia máxima a la tensión (UTS), en el porcentaje de elongación y en el límite elástico (2% YS) comparados con la soldadura sin material de refuerzo; donde los porcentajes de alúmina no mostraron influencia en los resultados del ensayo. El proceso mecánico de mezclado utilizado no consiguió dispersar las nanopartículas de manera homogénea y grandes aglomerados fueron observados, también se observaron grandes defectos en la superficie de las muestras, concluyendo que el método de mezclado utilizado no fue adecuado y por lo tanto al no obtener un compuesto de soldadura bien disperso, no se consiguió obtener el mecanismo de refuerzo del material que le proveyera la mejora en las propiedades mecánicas a la soldadura.

Palabras clave: soldadura Sn0.7Cu; nanopartículas de alúmina; propiedades mecánicas; proceso mecánico de mezclado

Introducción

En la actualidad, los investigadores de la industria electrónica principalmente, están desarrollando diferentes nanocompuestos de soldadura para

sustituir la soldadura Sn-Pb y para mejorar sus propiedades mecánicas; se están analizando diferentes compuestos reforzados con nanopartículas cerámicas

tales como TiO_2 y Al_2O_3 , nanopartículas metálicas como plata y cobre, nanotubos de carbono, etc. La necesidad de eliminar el plomo de las aleaciones de soldadura para hacerlas amigables con el ambiente es de las razones más importantes para el desarrollo de nuevos compuestos de soldadura debido a la prohibición de su uso en varios países. [1] [2]. Las investigaciones recientes han demostrado que la adición de nano y micropartículas como material de refuerzo, producen mejoras en las propiedades mecánicas de los materiales a los que son añadidos [2] [3] [4]. La tendencia a la miniaturización de los aparatos electrónicos portátiles que requieren uniones de soldadura cada vez más pequeñas, ligeras y de baja densidad, pero resistentes a las vibraciones mecánicas y a los cambios de temperatura, con alta resistencia a la fatiga y a la fractura, pero conservando su bajo punto de fusión, mojabilidad y conductividad eléctrica son algunos factores que han propiciado la investigación y desarrollo de nanocompuestos de soldadura [1].

Investigadores de la Universidad de Taiwan, Tsao, Chang, Lee, Sun y Huang realizaron un estudio donde agregaban nano partículas de Al_2O_3 a la soldadura Sn3.5Ag0.5Cu encontrando mejorías en la microdureza y en la mojabilidad del compuesto, pero también observaron que con la adición de más de 1 wt% de

alúmina el efecto beneficioso disminuía [2]. Eid, Fouda y Duraia encontraron en su investigación que al agregar nanopartículas de ZnO en pequeñas cantidades a la soldadura Sn5.0Sb0.5Cu se incrementaba la resistencia máxima a la tensión (UTS) y el porcentaje de elongación [5]. Nai et al, Li y Gupta desarrollaron un compuesto de soldadura de Sn-In-Ag-Cu con nanopartículas de alúmina encontrando mejorías en propiedades mecánicas [1]. Lin, Wang, Srivatsan, Al-Hajri y Petroroli de la Universidad de Akron Ohio, agregaron nanopartículas de cobre a la soldadura Sn-Pb reportando un incremento en la dureza del compuesto en comparación con la soldadura sin material de refuerzo [4]. Ellos mismos realizaron un nanocompuesto de soldadura Sn-Pb con nanopartículas de TiO_2 donde concluyen que la dureza y fuerza de la soldadura aumenta [6]. El-Daly y Fawzy investigaron los efectos de la adición de nanopartículas de ZnO a la soldadura Sn-Ag-Cu reportando que la resistencia máxima a la tensión (UTS) y el límite elástico (YS) se incrementaban [7]. Todas las investigaciones coinciden que para obtener el beneficio que la adición de nanopartículas proporciona a los compuestos de soldadura es indispensable crear una dispersión y distribución uniforme de estas en la matriz metálica ya que los nanopulvos tienden a formar aglomeraciones [1] [5] [7].

Metodología

2.1 Procedimiento experimental

Basados en investigaciones previas de Tsao, Chang, Lee, Sun y Huang [2], Eid, Fouda y Duraia [5] y Mavoori y Jin [1] que obtuvieron mejoras en las propiedades mecánicas del nanocompuesto al adicionar nanopartículas a la soldadura; se determinaron las cantidades de alúmina a usar en el experimento; se seleccionaron las cantidades de: 0.4 wt %, 0.6 wt% y 0.8 wt % de alúmina porque con porcentajes arriba de 1 wt % concluyeron que había detrimento en la mojabilidad de la soldadura, el tipo y tiempo de mezclado mecánico del compuesto también se determinó basado en estas investigaciones donde mencionan que si no hay una distribución homogénea de las partículas de refuerzo en la matriz se forman aglomeraciones que no le permiten a la matriz evitar deslizamientos en la frontera de grano y movimientos de dislocación y por lo tanto no se consigue obtener propiedades mecánicas mejoradas.

El pesaje de la alúmina 0.4, 0.6 y 0.8 wt% y soldadura Sn0.7Cu respectivamente se llevó a cabo para la elaboración de un experimento factorial completo 3^2 , la soldadura Sn-0.7Cu en barra previamente pesada se derritió en un crisol a una temperatura aproximada de 300 °C durante 20 minutos. A la soldadura derretida se le agrega la alúmina según el experimento comenzando con todas las combinaciones que llevan 0.4 wt% y

mezclando con un equipo mezclador de aspa a 250 RPM por: 5 min. primero, 15 min. después y 25 min. finalmente. Se tomó una muestra para el SEM y para el DRX con una cuchara y se dejó caer desde una altura de 30 cm para formar una laminilla delgada. Se vació el compuesto en el molde de yeso donde se fabricaron las probetas una a la vez (molde de una cavidad) y se dejaron enfriar a temperatura ambiente. Después se siguió mezclando para completar 15 y 25 min. repitiendo el procedimiento anterior de fabricación de probetas y de toma de muestra para el SEM y DRX. Seguimos el procedimiento anterior para los experimentos que contienen 0.6 wt%, 0.8 wt% de alúmina y para fabricación de probetas sin material de refuerzo omitiendo el paso donde se agrega la alúmina a este último. A las probetas de soldadura, se les lijo con 3 diferentes grados de lija de carburo de silicio comenzando por 600, 1200 y 1500 en ese orden, se les pulió con un paño de pulido, se lavaron con alcohol y se dejaron secar a temperatura ambiente.

2.2 Caracterización de la Al_2O_3 y de la soldadura Sn0.7Cu

La alúmina y la soldadura Sn0.7Cu fueron analizadas en el microscopio electrónico de barrido y en el difractómetro para determinar su composición y fases, estructura cristalina, topografía de la superficie. También, se investigaron los estándares de la

soldadura Sn0.7Cu para tener datos de comparación.

2.3 Caracterización de nanocompuestos.

Los nanocompuestos realizados se analizaron en SEM y DRX para determinar su composición, fases, topografía de la superficie y distribución de los elementos que la componen.

2.4 Ensayo de Tensión.

El ensayo de tensión se realizó para obtener información de la deformación plástica de la soldadura con y sin material de refuerzo, para este ensayo se requirió la fabricación de probetas y para fabricarlas se requirió de un molde. El diseño del molde y probetas está basado en el estándar para pruebas de tensión de materiales metálicos ASTM E8-99.

Resultados

En la imagen de la alúmina se observaron grandes aglomerados de aproximadamente $50 \mu\text{m}$ de diámetro los más grandes y en la imagen de la soldadura no se ve a esta magnificación

las fases de cobre presentes ni en el análisis de EDS. Los patrones de difracción son los típicos para estos materiales.

Caracterización de la Al_2O_3 y de la soldadura Sn0.7Cu

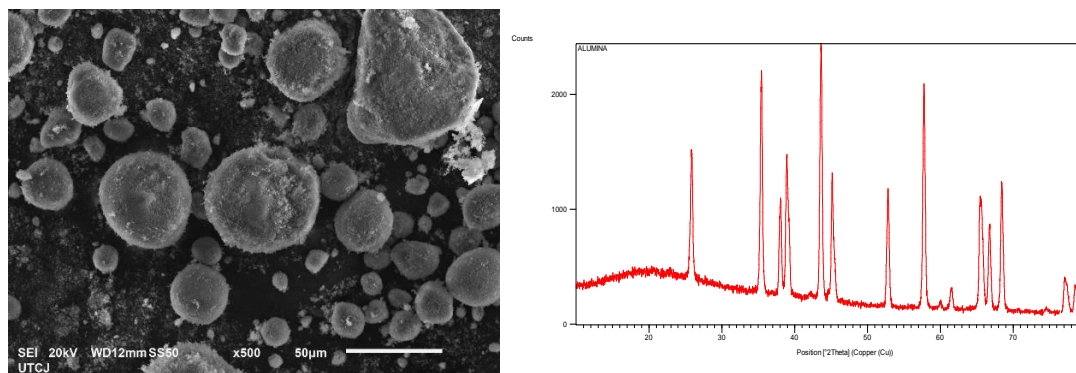


Fig. 1.1 Imagen tomada en SEM de aglomeraciones de alúmina a 500x de magnificación y patrón de difracción en DRX.

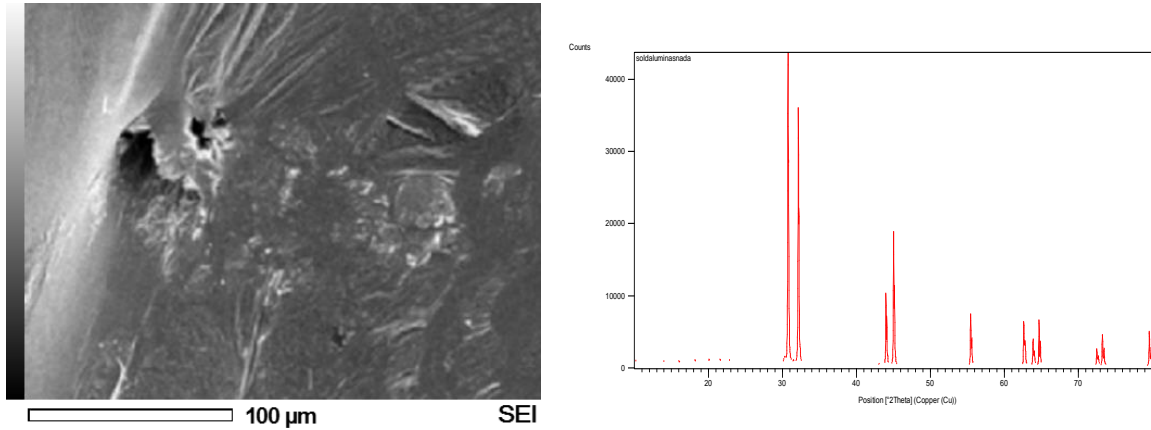


Fig. 1.2 Imagen de soldadura Sn-0.7Cu a 500x de magnificación y patrón de difracción.

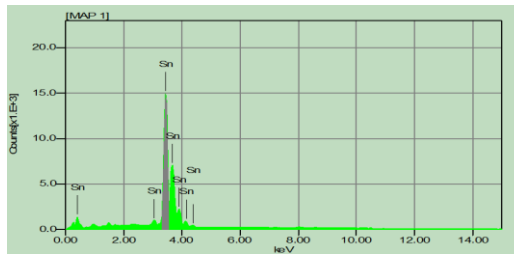


Fig. 1.3 EDS de la soldadura Sn0.7Cu

Caracterización de nanocompuestos

La combinación de factores que se elaboró fue con 0.4 wt%, 0.6 wt% y 0.8 wt% de alúmina añadido en la soldadura Sn0.7Cu mediante un proceso de dispersión de partículas mecánico durante 5,15 y 25 minutos en cada uno de los porcentajes, dando como resultado 9 combinaciones diferentes que al analizarse en el SEM muestran aglomeraciones de alúmina de aproximadamente 50 μm de diámetro en los compuestos de 0.4 wt% en 5 y 15 minutos, en 0.6 wt% y 0.8 wt% muestra aglomerados pequeños que van

aproximadamente de 1 a 5 μm , pero no distribuidos de manera homogénea en el área de muestra, en DRX se detecta en todas las combinaciones SnO lo cual indica que el proceso de oxidación comienza desde los 5 minutos de mezclado; además se observan defectos en la superficie de la muestra, como ranuras, burbujas, porosidades, separaciones y elevaciones principalmente en los compuestos mezclados por 25 minutos. En el análisis de DRX se pudo observar la presencia de partículas intermetálicas de Cu_6Sn_5 además de Sn, $CuAl_2O_4$, SnO y Al_2O_3 .

Caracterización de nanocompuestos

La combinación de factores que se elaboró fue con 0.4 wt%, 0.6 wt% y 0.8 wt% de alúmina añadido en la soldadura Sn0.7Cu mediante un proceso de dispersión de partículas mecánico durante 5,15 y 25 minutos en cada uno de los porcentajes, dando como resultado 9 combinaciones diferentes que al analizarse en el SEM muestran aglomeraciones de alúmina de aproximadamente $50 \mu\text{m}$ de diámetro en los compuestos de 0.4 wt% en 5 y 15 minutos, en 0.6 wt% y 0.8 wt% muestra aglomerados pequeños que van aproximadamente de 1 a $5 \mu\text{m}$, pero no distribuidos de manera homogénea en el área de muestra, en DRX se detecta en todas las combinaciones SnO lo cual indica que el proceso de oxidación comienza desde los 5 minutos de mezclado; además se observan defectos en la superficie de la muestra, como ranuras, burbujas, porosidades, separaciones y elevaciones principalmente en los compuestos mezclados por 25 minutos. En el análisis de DRX se pudo observar la presencia de partículas intermetálicas de Cu_6Sn_5 además de Sn, CuAl_2O_4 , SnO y Al_2O_3 .

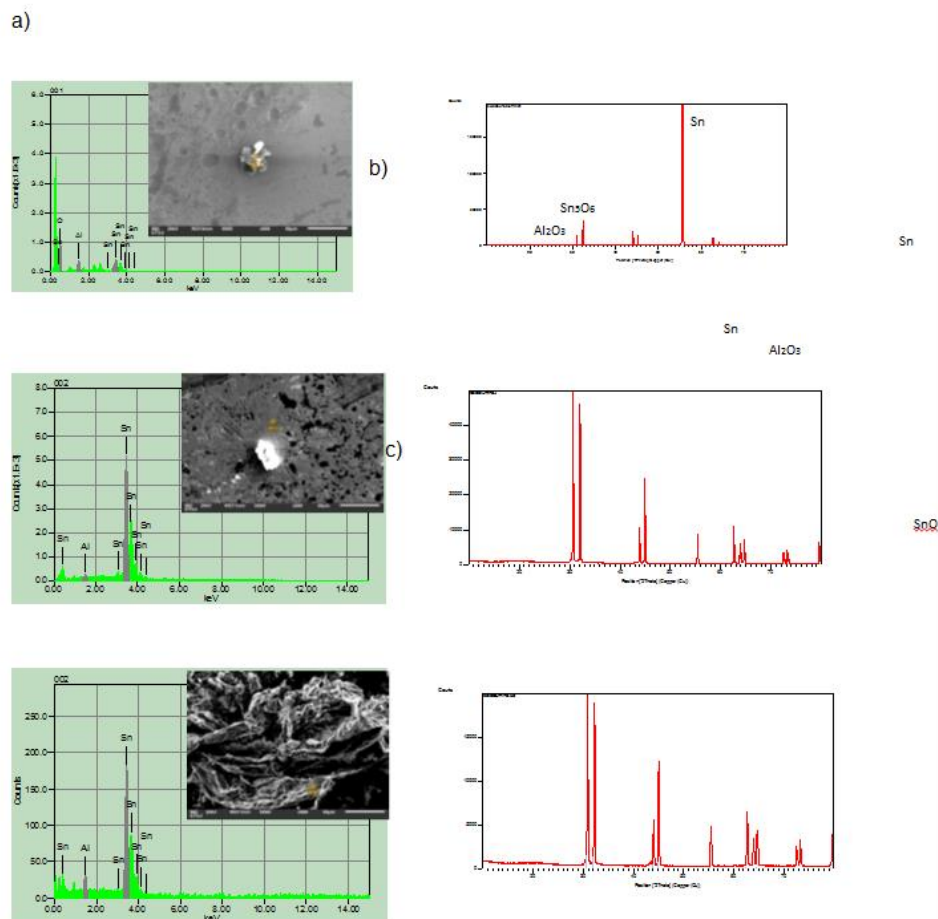
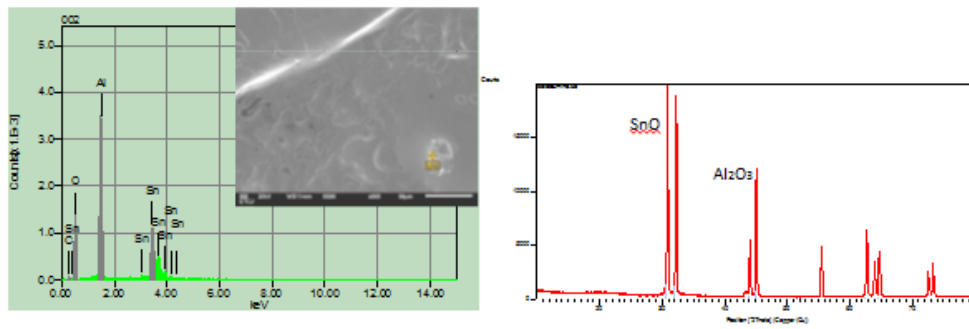
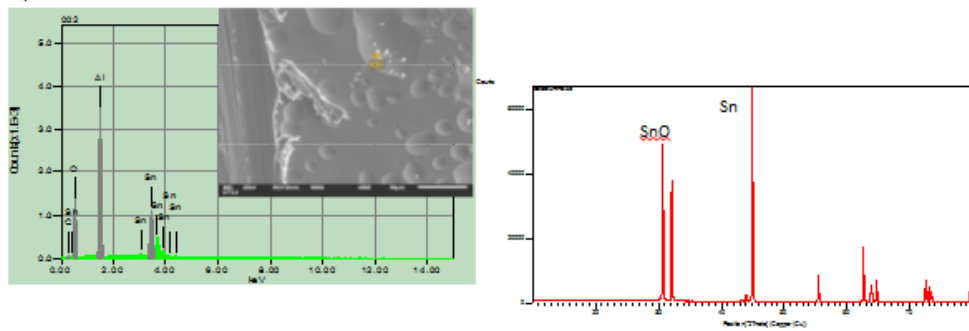


Fig. 1.4 EDS, imagen y DRX de compuestos de soldadura con 0.4 wt% de Al_2O_3 mezclada durante: a) 5 min., b) 15 min. y c) 25 min.

a)



b)



c)

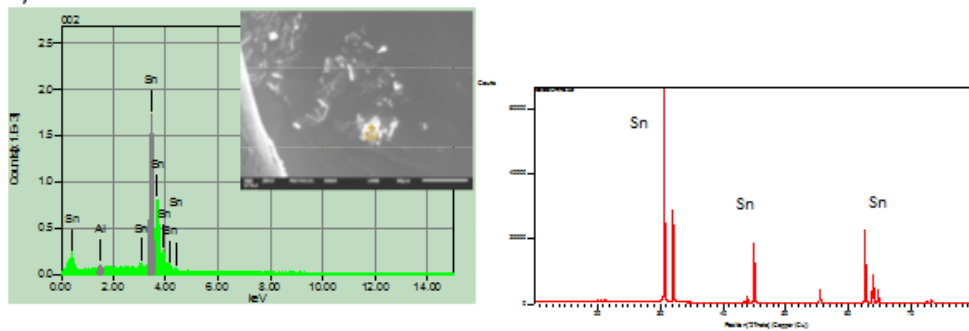


Fig. 1.5 EDS, imagen y DRX de compuestos de soldadura con 0.6 wt% de Al_2O_3 mezclada durante: a) 5 min., b) 15 min. y c) 25 min.

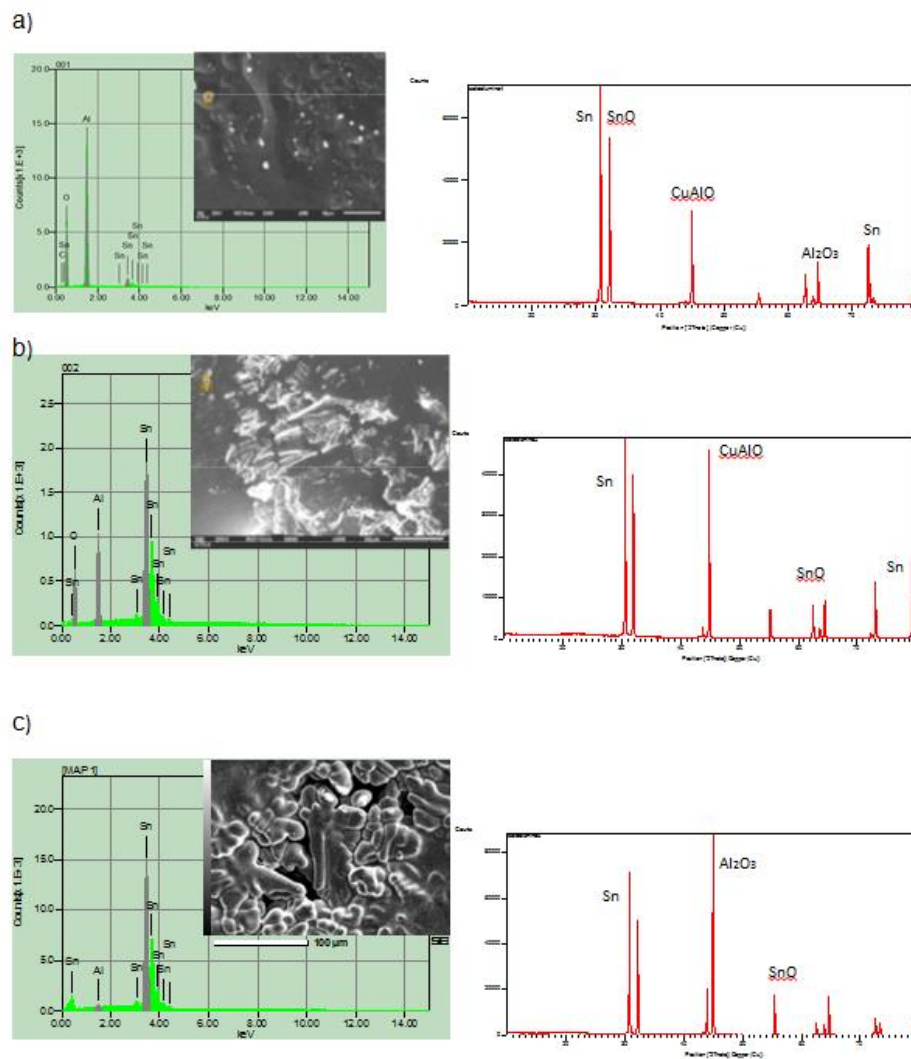


Fig. 1.6 EDS, imagen y DRX de compuestos de soldadura con 0.8 wt% de Al_2O_3 mezclada durante: a) 5 min., b) 15 min. y c) 25 min.

Ensayo de Tensión

A continuación, se muestran gráficas esfuerzo-deformación obtenidas del ensayo de tensión realizado. La velocidad a la que se realizó el ensayo fue de 20 mm/min. En las gráficas se comparan los resultados obtenidos de diferentes concentraciones de alúmina

con el mismo tiempo de mezclado y de soldadura sin material de refuerzo con los mismos tiempos de mezclado. Las gráficas obtenidas no muestran una diferencia significativa con las diferentes concentraciones de alúmina en la soldadura Sn0.7Cu ni tampoco con la soldadura Sn0.7Cu sin material de refuerzo.

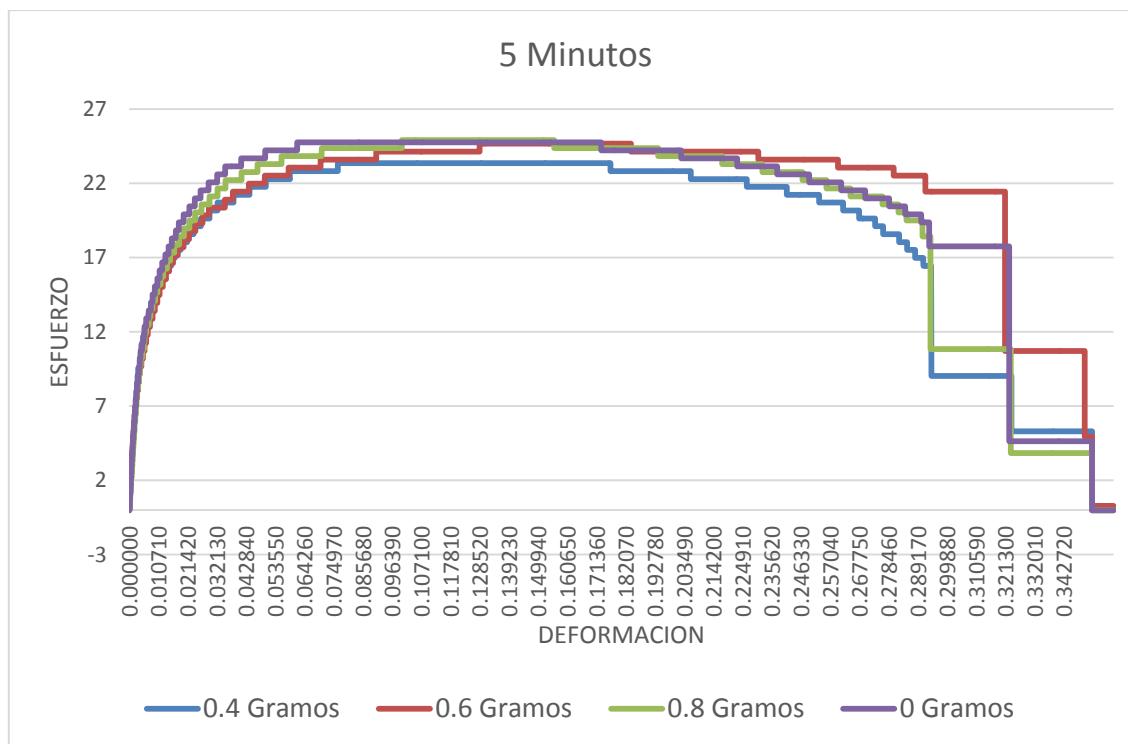


Fig. 1.7 Comparación de los resultados obtenidos de la gráfica esfuerzo-deformación de las muestras con diferente cantidad de alúmina, pero mezcladas durante 5 min.

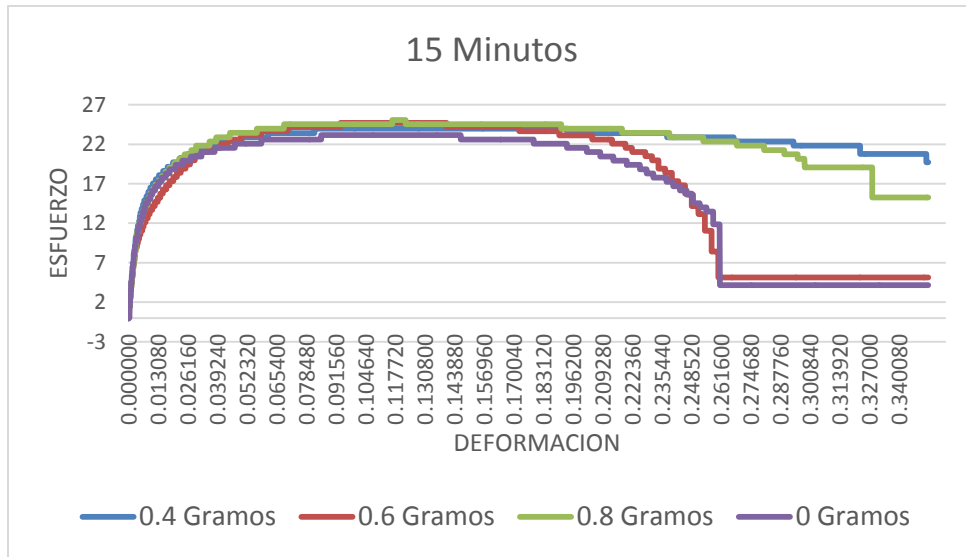


Fig. 1.8 Comparación de los resultados obtenidos de la gráfica esfuerzo-deformación de las muestras con diferente cantidad de alúmina, pero mezcladas durante 15 min.

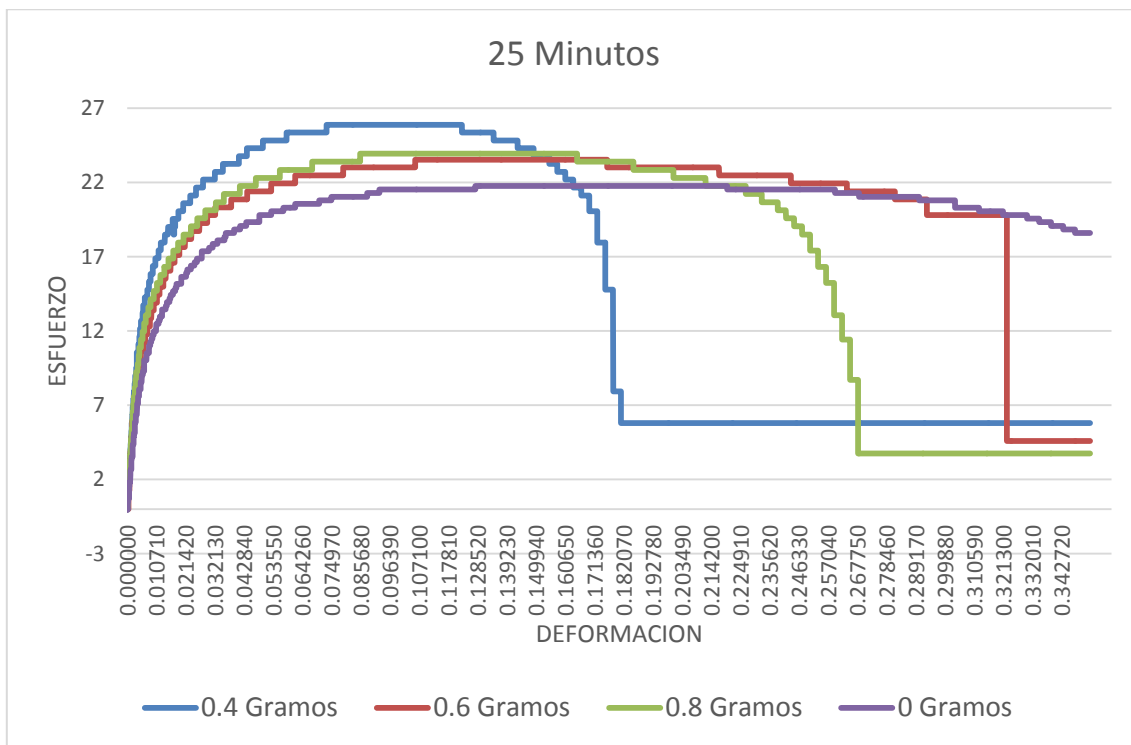


Fig. 1.9 Comparación de los resultados obtenidos de la gráfica esfuerzo-deformación de las muestras con diferente cantidad de alúmina, pero mezcladas durante 25 min.

Tabla 1.1 Rango de valores de las propiedades mecánicas obtenidos de las gráficas esfuerzo-deformación para las diferentes combinaciones de factores de tiempo de mezclado y wt % de alúmina agregada a la soldadura Sn0.7Cu.

TIEMPO DE MEZCLADO	Al ₂ O ₃ WT %	RESISTENCIA MAX. A LA TENSION (Mpa)	LIMITE ELASTICO (Mpa)	% ELONGACION
5 min	0.4	14.0-24.0	4.0-12.0	14.79-38.15
	0.6	22.0-30.0	8.0-9.0	24.85-35.03
	0.8	23.0-25.5	9.5-10.5	19.41-32.32
	0	24.0-25.4	9.0-11.0	16.12-32.26
15 min	0.4	21.6-26.0	11.0-13.0	26.76-44.04
	0.6	23.7-26.0	9.0-10.5	24.01-32.27
	0.8	22.5-25.0	9.0-14.0	27.36-41.17
	0	22.0-24.0	9.0-10.0	16-32
25 min	0.4	22.5-28.5	9.0-15.0	18.1-38.19
	0.6	19.0-25.0	6.5-11.0	20.54-32.25
	0.8	23.5-24.5	9.0-12.0	26.8-43.98
	0	21.5-22.1	11.0-12.0	16.32-32.46

Conclusiones

Al analizar los nanocompuestos realizados en el microscopio electrónico de barrido (SEM) se observaron grandes aglomerados de alúmina de un diámetro aproximado de 50 μm con tiempos de mezclado de 5 y 15 minutos para una adición de alúmina de 0.4 wt % a la soldadura; la medida aproximada de los aglomerados de alúmina antes de mezclarlos fue de 50 μm por lo tanto podemos concluir que el método de mezclado no logro deshacer esos aglomerados al ser añadidos a la soldadura. Para 0.4 wt % de alúmina mezclada durante 25 minutos ya no se aprecian estos aglomerados, pero se

pueden ver defectos en la topografía de la superficie de la muestra como cráteres y burbujas. El análisis en DRX muestra que el estaño empezó a oxidarse porque se detectó SnO. Los nanocompuestos de 0.6 wt % y 0.8 wt % en todos los tiempos de mezclado muestran aglomerados de alúmina más pequeños, pero no distribuidos en el área de muestra. Se observan defectos en la superficie de las muestras y burbujas. El análisis de DRX muestra oxidación en el estaño.

En el ensayo de tensión no se observaron diferencias significativas estadísticamente en las propiedades mecánicas resistencia

máxima a la tensión, límite elástico y % de elongación en comparación con los resultados obtenidos de la soldadura sin ningún material de refuerzo. Se puede concluir después de analizar los resultados obtenidos que el proceso de mezclado mecánico utilizado no fue capaz de dispersar de manera homogénea los nanopulvos de alúmina en la soldadura Sn0.7Cu y evitar aglomerados, por lo tanto, al no obtener un compuesto de soldadura bien disperso, no se consiguió obtener el mecanismo de refuerzo del material que le proveyera la

mejora en las propiedades mecánicas a la soldadura.

Se recomienda el uso de un proceso que disperse y distribuya las nanopartículas en la soldadura, algunos investigadores recomiendan los procesos ultrasónicos como método de obtención de compuestos homogéneos, otro método recomendado es el rolado o prensado del compuesto después de mezclarlo mecánicamente. También el control del ambiente en el que se realizara el experimento es recomendable para evitar el proceso de oxidación de la soldadura.

Referencias

Y. C. J. Shen, «Research advances in nano-composite solders,» *Microelectronics Reliability*, Vols. %1 de %249 (2009) 223-234, 2009.

S. C. L. W. H. S. C. H. H. L.C Tsao, «Effects of nano Al₂O₃ additions on microstructure development and hardness of Sn_{3.5}Ag_{0.5}Cu solder,» *Materials and Design*, Vols. %1 de %231(2010) 4831-4835, 2010.

S. L. M. G. X. W. S. S. M. P. D. Lin, «An investigation of nanoparticles addition on solidification kinetics and microstructure development of tin-lead solder,» *Materials Science and Engineering*, Vols. %1 de %2A360 (2003) 285-292, 2003.

X. W. T. S. M. A.-H. M. P. D. Lin,

«The influence of copper nanopowders on microstructure and hardness of lead-tin solder,» *Materials Letters*, Vols. %1 de %253(2002) 333-338, 2002.

N. F. E. D. A. Eid, «Effect of adding 0.5 wt % ZnO nanoparticles, temperature and strain rate on tensile properties of Sn-5.0 wt % Sb- 0.5 wt % Cu (SSC505) lead free solder alloy,» *Materials Science & Engineering A*, Vols. %1 de %2657 (2016) 104-114, 2016.

X. W. S. S. M. A.-H. M. P. C. Ling, «Influence of titanium dioxide nanopowder addition on microstructural development and hardness of tin-lead solder,» *Materials Letters*, Vols. %1 de %257 (2003)

3193-3198, 2003.

T. D. E.-S. A. A. A.A. El-Daly,
«Tensile deformation behavior and
melting property of nanosized ZnO
particles reinforced Sn3.0Ag0.5Cu

solder alloy,» J.Mater Sci: Mater
electron 24, 2013.