

Dr hab. Tomasz Goryczka prof. UŚ
Instytut Inżynierii Materiałowej
Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych
Uniwersytet Śląski w Katowicach
Ul. 75 Pułku Piechoty 1A
41-500 Chorzów

Chorzów, 20.01.2024 r.

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Macieja Sobolewskiego
pt.: "Charakterystyka spoin lutowniczych w montażu komponentów elektrycznych
dużej mocy uzyskanych z wykorzystaniem nowych stopów bezołowiowych"**

Informacje ogólne

Podstawę do opracowania recenzji stanowiła uchwała Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie z dnia 16 listopada 2023r. przekazanej w piśmie Pani Dyrektor – dr hab. inż. Joanny Wojewody-Budka prof. PAN (pismo z dnia 5.12.2023r. o sygnaturze DP.520.6.2023).

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska została napisana przez Pana mgr inż. Macieja Sobolewskiego, pod kierunkiem Pani dr hab. Anny Wierzbickiej-Miernik, prof. PAN, jako wynik realizacji doktoratu wdrożeniowego przy współpracy z firmą Fideltronik S.A. Doktorat dotyczył charakterystyki spoin lutowniczych opracowanych na bazie stopów bezołowiowych ze sprecyzowanym docelowym zastosowaniem w montażu elementów określanych, jako komponenty elektroniczne wysokiej mocy. Praca ta została napisana w układzie klasycznym, z podziałem na rozdziały obejmując 106 stron. Z uwagi na charakter doktoratu, jako wdrożeniowy, opracowanie to jest zawężone do konkretnych rozwiązań, z których korzysta firma partycypująca, jako główny beneficjent rezultatów doktoratu.

Ocena aktualności tematyki oraz istoty problemu naukowego

Postępujący dynamiczny rozwój elektroniki oraz urządzeń opartych na podzespołach elektronicznych oraz postępująca miniaturyzacja urządzeń elektronicznych wymaga zastosowań coraz to nowszych materiałów spełniających wymogi aplikacyjne. W dzisiejszych czasach takim przykładem może być elektronika przenośna oraz mobilna. Rozwój ten nie tylko dotyczy materiałów stosowanych na podstawowe elementy elektroniczne, ale również sposobu łączenia ich w podzespoły oraz gotowe urządzenia. Miniaturyzacja urządzeń oraz elementów elektronicznych powiązana jest z efektami oraz zjawiskami uzależnionych od ich

rozmiarów. Takim przykładem jest już wejście w obszar nanometryczny, który zupełnie zmienia właściwości materiałów oraz występujące w tej skali zjawiska. Istotnym elementem projektowania oraz wykonania komponentów elektronicznych jest sposób ich łączenia. Z jednej strony połączenie powinno zapewniać dobre przewodnictwo elektryczne oraz ciepłne, a z drugiej strony - stabilność mechaniczną, jak również odporność na wszelkiego rodzaju drgania oraz wstrząsy. Stąd połączenia lutowane są najbardziej efektywnym sposobem stosowanym do łączenia oraz kluczowe dla prawidłowego funkcjonowania urządzeń elektronicznych.

Z uwagi na powszechne wykorzystanie zminiaturyzowanych urządzeń elektronicznych przez coraz to młodszych użytkowników nie bez znaczenia pozostaje bezpieczeństwo materiałów stosowanych na takie połączenia oraz ich bezpośredni wpływ na stan zdrowia. Stąd prowadzone przez wiele lat prace badawcze umożliwiły pominięcie ołowiu, jako głównego składnika łączy lutowanych skutkując opracowaniem bezołowiowych stopów lutowniczych. W pracy doktorskiej Autor podjął próbę scharakteryzowania podstawowych właściwości grupy komercyjnie dostępnych pięciu stopów opartych na cynie odnosząc ich do stopów referencyjnych z docelowym konkretnym praktycznym zastosowaniem.

Z naukowego punktu widzenia połączenie lutowane stanowi przejście materiału ze stanu ciekłego w stan stały poprzez krzepnięcie. W przypadku stopów wieloskładnikowych podczas krzepnięcia stwarzane są warunki do wydzielenia faz równowagowych, które z kolei z punktu widzenia uzyskania finalnych właściwości połączenia mogą zawierać niekorzystne składniki np. pogarszające właściwości mechaniczne, przewodnictwo elektryczne lub ciepłne. Ponadto reakcja ciekłego stopu z materiałem łączonych elementów stanowi dodatkowe źródło zmiany składu chemicznego, które w końcowym efekcie również może prowadzić do zmian składu fazowego rzutującego na zmiany właściwości łączy. Ponadto istotną sprawą jest zastosowanie materiału na lutowie, o relatywnie niskiej temperaturze topnienia, ograniczając jej wpływ na łączone elementy elektroniczne.

Na rynku dostępnych jest wiele materiałów z przeznaczeniem na lutowia z tak zwanej grupy niskotopliwych, gdzie przyjętą graniczną temperaturą jest 200°C. Jednakże temperatura topnienia stopu nie jest jedynym parametrem decydującym o wyborze. Oprócz wspomnianych przewodnictwa elektrycznego, ciepłnego, odpowiednich właściwości mechanicznych stopy muszą spełniać pozostałe wymogi dotyczące zwilżalności powierzchni, odporności na korozję, skurczu liniowego, czy stabilności chemicznej. Zatem dobór właściwego stopu na lutowie stosowane do łączenia elementów elektronicznych wysokiej mocy stanowi wyzwanie oraz problem naukowy uwzględniający wpływ składu chemicznego oraz składu fazowego, na właściwości powstającego połączenia.

W mojej ocenie tematyka realizowanej pracy doktorskiej wpisuje się w najnowsze trendy prac badawczo-wdrożeniowych dotyczących praktycznego zastosowania stopów trzeciej generacji na połączenia lutowane komponentów elektronicznych wysokiej mocy niosąc przy tym odpowiedzi na szereg pytań w obszarze naukowym.

Ocena strony edycyjnej, językowej oraz graficznej

Recenzowana praca składa się z 6 rozdziałów zawierających: wstęp, cele z tezą pracy, wybór stopów lutowniczych oraz część badawczą zakończoną podsumowaniem zawierającym wnioski końcowe. Ostatni rozdział dotyczył proponowanych aspektów wdrożeniowych. Rozdział, ten odróżnia rozprawę wdrożeniową w stosunku od tradycyjnych prac doktorskich. Jednakże fakt, że rozprawa jest wynikiem doktoratu wdrożeniowego nie zwalnia Autora od zachowania wymogów edycyjnych, językowych, czy graficznych, którymi powinna się charakteryzować każda praca doktorska. Przede wszystkim powinno być zachowane odpowiednie rozplanowanie tekstu w stosunku do grafiki oraz zamieszczanych tabel. W przypadku tabel nie mam zastrzeżeń - zostały one poprawnie rozmieszczone, natomiast Autor nie sprostał zadaniu w przypadku załączonych rysunków.

Fakt ten dotyczy przede wszystkim obrazów mikroskopowych, na których opisywane w tekście detale są praktycznie niewidoczne, a z naukowego punktu widzenia wnoszą istotne elementy poznawcze. Dla przykładu rysunki nie zawierające praktycznie żadnych istotnych informacji zostały rozmiarowo wyeksponowane, np.: Rys. 1 i 2 (str. 8); Rys. 14 (str. 34), itd. Z kolei obrazy mikroskopowe przedstawione na np.: Rys. 11 i 12 (str. 33), Rys. 13 (str. 34), itd., zawierające detale struktury powinny zostać powiększone wykorzystując wolną przestrzeń pozostawioną w dolnej części strony. Również z punktu widzenia czytelności niekorzystne jest nakładanie na siebie obrazów mikroskopowych stanowiących na przykład powiększenia z danego obszaru. W efekcie przesłaniają one szczegóły, o których istnieniu wie tylko sam Autor rozprawy. Dodatkowo na jednych obrazach jest zaznaczony powiększony obszar (np. Rys. 22), a na innych takiego powiększenia nie ma (np. Rys. 23). Również nie wszystkie rysunki znajdują swoje odniesienie w opisywanym tekście (np. Rys. 5). Kuriozum minimalizacji obrazów mikroskopowych stanowią rysunki 48 oraz 49, na których przedstawiono mikrostrukturę stopów (z analizą fazową poszczególnych obszarów), na których Autor dostrzega, np.: linie dyslokacji.

Ponadto, Autor rozprawy nie ustrzegł się błędów językowych gramatycznych, czy niefortunnych stwierdzeń lub sformułowań. Poniżej kilka przykładów dla zobrazowania:

- "... okazują się czasy panowania Cesarstwa Rzymskiego." (str. 7);
- "... Zaproponowano stopy trzy, a nawet czteroskładnikowe..." (str. 12);
- "Pogorszyły się również parametry technologiczne, takie jak temperatura topnienia..." (Rys. 16), itd.

Poza tym:

- W redagowanym tekście można znaleźć przykłady odniesienia się do numerów tabeli oraz rysunków, z którymi tekst nie ma nic wspólnego. Na przykład na stronie 17 Autor opisujący stopy III generacji powołuje się na tabelę 3, a faktycznie tabela ta zawiera przykłady stopów II generacji. Innym przykładem jest opisywanie składu chemicznego i odwołanie się do "Rys. 9-12" (str. 32), gdzie rysunek 9 zamieszczony na stronie 30 przedstawia stolik do próbek optycznego spektrometru emisyjnego.
- Z tytułu Tabeli 2 (str. 12) nie wynika o którą generację stopów Autorowi chodzi.
- Nie jest korzystnym dzielenie tabeli pomiędzy dwie strony - np.: Tabela 21 (str. 51 i 52).

- Preparatyka oraz opis zastosowanych metod badawczych powinien być zamieszczony w wyodrębnionym rozdziale poprzedzającym omówienie wyników badań.
- Opisy użytych matematycznych wzorów, oznaczonych od 1 do 11 powinny znajdować się w wyodrębnionej części teoretycznej, a nie badawczej. Nie stanowią one wyników badań. Ponadto oznaczenie symboli użytych we wzorach zostały opisane na samym początku rozprawy w "Wykazie skrótów i oznaczeń". Nie ma sensu powtarzania ponownie objaśnień pod każdym wzorem.

Wymienione powyżej niedociągnięcia edycyjne, językowe oraz szaty graficznej wpływają jedynie na obniżenie estetyki samej pracy, czy dbałości o szczegóły, która jest oczekiwana na tym poziomie pracy awansowej. Jednakże w kontekście oceny merytorycznej nie obniżają jej wartości naukowej.

Ocena merytorycznej strony rozprawy

W dokonanym przeglądzie bezołowiowych stopów z przeznaczeniem na materiały do lutowania Autor skupił się na stopach trzeciej generacji opartych o główny składnik w postaci cyny. Na podstawie danych literaturowych oraz informacji uzyskanych od producentów jak również wytycznych zawartych w normach, przeanalizował skład chemiczny, właściwości mechaniczne oraz fizyczne stopów dostępnych komercyjnie, jako potencjalnych kandydatów do zastosowania na połączenia lutowane elementów elektronicznych dużej mocy. Efektem był wybór dwóch stopów służących, jako materiał referencyjny oraz wytypowanie pięciu charakteryzujących się cechami najbardziej zbliżonymi do zaspokojenia praktycznego celu pracy. Fakt ten świadczy o bardzo dobrym rozeznaniu tematyki i problematyki dotyczących materiałów z przeznaczeniem na lutowia. Nie bez znaczenia dla analizy pozostała technologia wykonania połączenia, sposób jego zaprojektowania jak również postać dostępnego komercyjnie stopu. Fakty te dowodzą na dobrą znajomość praktycznych aspektów podjętej tematyki. Stąd też wynikał praktyczny i rzeczowo sprecyzowany cel pracy. Dopiero po określeniu celu Autor stawia tezę naukową. Przyjęcie takiej kolejności jest zaskakujące. Z reguły po dokonaniu przeglądu literaturowego, stanu zagadnienia lub przygotowaniu teoretycznych podstaw rozprawy stawia się tezę naukową, z której wynika cel lub cele pracy oraz praktyczne zadania przyjęte do realizacji. Przesłanie wynikające z postawionej przez Autora tezy jest dla mnie niejasne. Z treści wynika raczej ukierunkowanie na opracowanie procedury umożliwiającej jednoznaczny rekomendację wybranych materiałów lutowniczych. Jednakże w kontekście przeprowadzonego przeglądu literatury i zebranych informacji na temat stopów stosowanych do lutowania treść tezy powinna byłaby być ukierunkowana na sam materiał oraz jego charakterystykę strukturalno-fazową skoro doktorat brany jest w obszarze inżynierii materiałowej.

Podążając za przesłaniem płynącym z wytyczonego celu Autor przeprowadził badania wytypowanych stopów obejmujące charakterystykę cech materiałowych z wykorzystaniem takich metod badawczych jak różnicowa kalorymetria skaningowa, elektronowa mikroskopia transmisyjna oraz skaningowa, metody analizy składu chemicznego oraz określenie zwilżalności powierzchni lutowanych. W mojej ocenie metodyka badań została poprawnie

przyjęta. Badania zostały przeprowadzone ze znajomością problematyki badawczej, a wyniki zaopatrzone w na ogół poprawną interpretację. Ze znawstwem tematyki, kierując się praktycznym aspektem aplikacyjnym Autor w badaniach lutowanych łączy uwzględnił również wpływ warunków wynikających z cyklicznych zmian temperatury jak również po przeprowadzonym starzeniu. Warunki takie miały zasymulować środowisko eksploatacyjne połączeń lutowanych w komponentach elektronicznych dużej mocy. Wyniki badań zostały podsumowane w pięciu, na ogół poprawnie, sformułowanych wnioskach.

Pochodząca wiedza wynikająca z analizy temperatur topnienia, zwilżalności powierzchni, struktury, składu chemicznego oraz fazowego, stopów będących w stanie wyjściowym oraz tworzących połączenia lutowane wnosi istotne wartości poznawcze w zakresie inżynierii materiałowej. Osiągnięciem wdrożeniowym było wskazanie stopów o symbolach HRL-1, REL22 oraz REL61 cechujących się najlepszymi właściwościami pod kątem praktycznego zastosowania do łączenia komponentów elektronicznych produkowanych w firmie FIDELTRONIK S.A. jak również zaproponowanie technologii do wykonywania takich połączeń. Końcowym efektem było ich wdrożenie w procesie produkcyjnym. Stąd cel doktoratu wdrożeniowego został osiągnięty.

Jednakże wczytując się wnikliwie w teść rozprawy doktorskiej od strony merytorycznej nasuwają się następujące uwagi, komentarze czy też pytania, które mogą być pomocne na dalszym etapie naukowym doktoranta czy opracowaniu monografii:

1. Autor zamiennie używa pojęć: domieszka oraz dodatek stopowy. Czy są to synonimy, czy jednak odrębne dwa zupełnie pojęcia, które powinno się precyzyjnie rozróżniać i stosować?
2. W tabeli 3 (str. 16), w drugiej kolumnie wpisany jest "Skład". O jaki skład chodzi chemiczny, fazowy? Czy jest to tylko symbol stopu?
3. Rozdział drugi zatytułowany jest: "Cele, teza pracy". Z liczby mnogiej wynika, że celów powinno być kilka. Czytając treść tego rozdziału można znaleźć opisany tylko jeden główny cel pracy. Co z pozostałymi celami?
4. Na stronie 24 Autor napisał: "Ponieważ wynikiem przeprowadzonych badań ma być wdrożenie rekomendowanego nowego stopu lub stopów lutowniczych w praktyce produkcyjnej...". Który z wybranych do badań stopów jest nowym stopem? Wszystkie były już opracowane oraz dostępne komercyjnie.
5. Pośród wytypowanych do badań stopów, wskazanych w tabelach 11 i 12 znajduje się stop o symbolu Sn100CV. Został on pominięty w przeprowadzonych badaniach zamieszczonych w części badawczej. Jaki był tego powód?
6. W podrozdziale 4 1. dotyczącym wyznaczenia temperatury przemian fazowych można wyczytać, że parametrem jest temperatura krystalizacji oraz "kształt pików odpowiadającym efektom cieplnym". Następnie w interpretacji Autora kształt pików zostaje zawężony do jego szerokości. Do takich analiz służą odpowiednie modele matematyczne opisujące kształt linii

eksperymentalnych. Czy Autor pokusił się o taką analizę? Jeżeli nie to wobec tego, na czym polegała analiza kształtu pików?

7. Na rysunku 7 i 8 zostały przedstawione termogramy z opisem temperatur charakterystycznych towarzyszącym przemianom fazowym. Z reguły opis "onset" stosuje się do temperatury początku przemiany fazowej, a konsekwentnie "end" do jej zakończenia. Na podstawie wprowadzonych opisów krzywych DSC oznaczonych jako "chłodzenie" oraz "grzanie" wynika, że zawsze temperatura lewej strony pików to początek przemiany. Czyli wynikałoby z tego, że krzepnięcie rozpoczyna się w niższej temperaturze, a kończy w wyższej. Czy rzeczywiście taki jest stan natury tej przemiany fazowej?

8. Z zamieszczonych przez Autora interpretacji wyników wynika, że wyznaczony skład chemiczny jest tożsamy z identyfikacją fazową. Oznaczałoby to, że metody analizy składu chemicznego również dają informacje na temat struktury krystalicznej. Czy jest to prawidłowe podejście?

9. Na stronie 53 można wyczytać, że z jednej strony występowanie pustek ma znaczenie dla przewodnictwa cieplnego spoiny, a na dole strony, że nie ma znaczenia. Jak jest naprawdę?

10. Na stronie 65 autor twierdzi, że przedyfundowanie niklu z podłoża do fazy Cu_6Sn_5 i podstawienie się w zamian za miedź (domniemam, że dzieje się tak na zasadzie utworzenia roztworu stałego) nie ma żadnego wpływu na zmianę parametrów sieci. Opierając się o regułę Vegarda wiadomo, że taki stan zmienia parametry sieci. Zmiany te mogą być niemierzalne zastosowaną przez Doktoranta metodą. Zatem twierdzenie Autora jest poczynione na wyrost.

11. Na stronie 70 można wyczytać, że: "...pojawienie się pewnych wad w spoinie, podczas zastosowania cykli temperaturowych oraz starzenia próbki nie zwiększyły one ryzyka uszkodzenia złącza w czasie eksploatacji. Można na tej podstawie stwierdzić, że odpowiednio dobrane dodatki stopowe zastosowane w przypadku stopu REL61 spowodowały umocnienie struktury." Bez wyznaczenia gęstości dyslokacji oraz ilości wydzieleni, oraz wyznaczenia krzywej umocnienia stwierdzenie takie jest dość ryzykowne i pozostaje w sferze przypuszczeń.

12. Mapy rozkładu pierwiastków różnią się zarysem w stosunku do ich występowania na obrazach SEM. Czy był w analizie uwzględniane zjawisko tzw. "dryftu" pojawiające się dość często przy mierzeniu takich map?

13. W przypadku opisu stopu odniesienia. SN36Pb2Ag (str. 77) pojawia się "zidentyfikowana" faza $(\text{Cu},\text{Ni},\text{Au})_6\text{Sn}_5$. W których miejscach występuje ona na obrazach SEM - nie zostały one zaznaczone. Podobna sytuacja dotyczy stopu HRL-1.

14. W wynikach badań (obserwacje SEM) stopu SB6NX58 oraz HRL-1 pojawiają się obszary stanowiące mieszaninę faz np.: $\text{Cu}_3\text{Sn}+\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ czy $\text{Ag}_3\text{Sn}+\text{InSn}_6$. W jaki sposób Autor

rozdziela obserwacyjnie składniki tych mieszanin. Czy nie warto tu zastosować badań strukturalnych z wykorzystaniem dyfrakcji w TEM?

15. Na stronie 86 Autor pisze o "mechanizmie utwardzania"? Co to za mechanizm?

16. Na stronie 88 autor napisał: "...skutkiem wygrzewania izotermicznego była rekrytalizacja wydzielen Pb prowadząca do ich znacznego pogrubienia". Wiadomo, że rekrytalizacja związana jest najpierw z deformacją plastyczną, a potem z odzyskiwaniem właściwości poprzez zmianę struktury defektów. Końcowym etapem jest rozrost ziarna. W którym miejscu badane stopy zostały poddany odkształceniem plastycznym? O jakie pogrubianie chodzi?

17. Z wniosku oznaczonego numerem 1 wynika, że dodatki stopowe powodują umocnienie. Na jakiej podstawie opiera się ta konkluzja skoro proces umocnienia nie był przez Autora badany.

18. We wniosku numer 3 możemy wyczytać, że dodanie takich dodatków stopowych jak Ag gwarantuje uzyskanie wysokiej niezawodności połączeń. Na podstawie, jakiego parametru zmierzonego lub wyznaczonego czy przeprowadzonej analizy Autor dokonuje takiej konkluzji?

Wniosek końcowy

W podsumowaniu stwierdzam, że przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska wnosi interesujące elementy do obszaru inżynierii materiałowej. Zawiera wyniki prac badawczych wspartych przeprowadzoną analizą uzupełniających się badań.

Przedstawione przeze mnie uwagi, komentarze jak również i pytania zawarte czy to w merytorycznej ocenie rozprawy czy też dotyczącej części edycyjnej nie wpływają na moją pozytywną ocenę całości. Mają one charakter inspirujący oraz dyskusyjny.

W mojej opinii przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska Pana mgr inż. Macieja Sobolewskiego pt.: "Charakterystyka spoin lutowniczych w montażu komponentów elektrycznych dużej mocy uzyskanych z wykorzystaniem nowych stopów bezolowiowych" wychodzi naprzeciw podstawowym wymaganiom stawianym pracom doktorskim. W związku z powyższym wnoszę do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN o dopuszczenie rozprawy do dalszego procedowania.

