

Prof. dr hab. inż. Halina Garbacz
Politechnika Warszawska
Wydział Inżynierii Materiałowej

RECENZJA

Rozprawy doktorskiej mgr. inż. Macieja Sobolewskiego

pt. *„Charakterystyka spoin lutowniczych w montażu komponentów elektronicznych dużej mocy uzyskanych z wykorzystaniem nowych stopów bezołowiowych”*

Podstawę formalną recenzji stanowiła Uchwała Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie z dnia 16 listopada 2023 roku, oraz pismo Dyrektora Instytutu, dr hab. Joanny Wojewody-Budki, prof. instytutu z dnia 5 grudnia 2023 roku. Praca doktorska była zrealizowana w ramach programu Doktorat Wdrożeniowy, pod kierunkiem dr hab. Anny Wierzbickiej – Miernik, prof. instytutu, promotorem pomocniczym była dr inż. Marta Janusz – Skuza, a opiekunem pomocniczym mgr inż. Zenon Adamek, Wiceprezes Zarządu Fideltronik S.A.

Ocena problematyki badawczej

Zagadnienie metod lutowania układów elektronicznych jest niezwykle szerokie, a jego stopień skomplikowania zwiększył się w znacznym stopniu przez wprowadzanie kolejnych edycji proekologicznej dyrektywy RoHS (ang. Restriction of Hazardous Substances), która ogłoszona w 2003 roku, niemal wyeliminowała z użycia starego typu stopy na bazie cyny i ołowiu. Lista „wyłączeń”, dopuszczających użycie stopów lutowniczych zawierających ołów kurczyła się wraz z kolejnymi wersjami dokumentu i obejmuje obecnie tylko nieliczne grupy urządzeń. Przez dwadzieścia lat od opracowania pierwszej dyrektywy RoHS rynek elektroniki zdołał dostosować się do nowych wymogów, a te z oczywistych przyczyn silnie wpłynęły na sposób montażu układów i parametry pracy urządzeń lutowniczych.

Wraz z dyskusją na temat eliminacji ołowiu z procesu lutowania wyrobów elektronicznych rozpoczęto badania, których celem była rekomendacja dla przemysłu najbardziej korzystnych do zaimplementowania substytutów, uwzględniając cenę, parametry technologiczne oraz oczekiwaną niezawodność pracy urządzeń. Uzyskane wyniki były podstawą opracowania nowych wieloskładnikowych stopów z układu Sn-Ag-Cu (SAC)

kolejnych generacji. Są one obecnie stosowane, ale również jednocześnie testowane w połączeniach w komponentach dużej mocy. Rosnące wymagania, w tym potrzeba zapewnienia stabilnej pracy niewielkich elementów, wytrzymałości na zmienne naprężenia cieplne i mechaniczne, zmuszają producentów do poszukiwania rozwiązań materiałowych poprawiających jakość i polepszających parametry bezołowiowych spoin lutowniczych. **Właśnie w ten obszar inżynierii materiałowej wpisuje się tematyka niniejszej rozprawy, a jej treść jak wskazują producenci i dane literaturowe, dotyczy ciągle aktualnego problemu badawczego.**

Uzasadnieniem dla podjęcia tej tematyki badawczej jest również brak dostępu na rynku europejskim do niektórych, stopów o podwyższonej niezawodności (np.: stop Innot), chronionych zastrzeżeniami patentowymi producentów, a także w niektórych przypadkach brak szczegółowych informacji na temat składu chemicznego, fazowego i właściwości. Dodatkowo zastosowanie stopów lutowniczych z grupy SAC wiąże się też z trudnościami jednoznacznej oceny jakości uzyskanych połączeń. W przypadku lutowania komponentów dużej mocy istotne staje się również odprowadzenie ciepła za pośrednictwem spoiny od pracującego pod obciążeniem komponentu. W literaturze wskazuje się na konieczność poszerzenia metod testowania połączeń lutowanych, w szczególności wykonanych z zastosowaniem nowych stopów bezołowiowych. Obecnie wykorzystywane metody uznaje się za niewystarczające i nieuniwersalne

Praca realizowana w ramach programu doktorat wdrożeniowy, jest także odpowiedzią na zapotrzebowanie firmy Fideltronik, specjalizującej się w zaawansowanych systemach testujących, automatyzacji procesów przemysłowych i projektowaniu elektroniki. Jej kilkunastoletnie doświadczenie oraz obserwowane w tym czasie obniżenie niezawodności urządzeń elektronicznych uzyskanych z wykorzystaniem lutów bezołowiowych wskazały, że konieczny jest dalszy rozwój tej technologii w szczególności w przypadku wykonywania połączeń dużej mocy oraz takich, które narażone są na gwałtowne zmiany temperatury, cyklicznie zmiennych naprężeń oraz wibracje.

Ocena formalna rozprawy

Praca doktorska została napisana w języku polskim i przygotowana w tradycyjnej formie, obowiązującej dla monografii naukowej. Zawiera wymagane w tego typu opracowaniach streszczenia w języku polskim i angielskim. Rozprawa liczy 106 stron i składa się z 6 głównych rozdziałów, tworzących dwie wyodrębnione części. Pierwsza zawiera wykonany w oparciu o przegląd piśmiennictwa opis stanu wiedzy z zakresu tematyki rozprawy wyjaśniający jej genezę. W drugiej, eksperymentalnej części przedstawiona została przyjęta metodyka badawcza wraz z wynikami uzyskanymi przez Autora. Kolejność rozdziałów jest właściwa, a układ treści w poszczególnych podrozdziałach logiczny i powiązany ze sobą. Akceptując pewne odmienności uważam, że ze względu na mnogość poruszanych problemów (zarys historyczny technologii lutowania, zagrożenia dla organizmów żywych wynikające

z zastosowania ołowiu, dyrektywy UE, wady w strefie połączeń, strategię poprawy niezawodności itp.) 15 - stronicowy Wstęp do rozprawy powinien być podzielony na podrozdziały. Pozwoliłoby to Autorowi na położenie odpowiednich akcentów, a czytelnikowi uporządkowanie przekazywanych w treści informacji.

Wnioski z przeglądu literaturowego były podstawą do sformułowania celu pracy i tezy badawczej. Rozprawa zawiera także spis stosowanych skrótów i oznaczeń oraz obszerną bibliografię, składającą się z 205 pozycji w większej części anglojęzycznych, w tym 2 współautorstwa Doktoranta. Cytowana literatura jest poprawna, właściwie dobrana do tematyki rozprawy i dosyć aktualna, bowiem prawie 25% stanowią pozycje z okresu ostatnich pięciu lat. Autor powołuje się na istotne prace, również autorstwa pracowników IMIM PAN, co potwierdza jego rozeznanie w wynikach badań prowadzonych w tej jednostce. W części eksperymentalnej Praca doktorska została wzbogacona materiałem ilustracyjnym, adekwatnym do przedstawionych treści merytorycznych, zawiera także wzory i tabele, niezbędne dla zrozumienia i interpretacji uzyskanych wyników

Podczas Redagowania pracy Doktorant nie ustrzegł się jednak pewnych niedociągnięć. Z obowiązku wynikającego z pełnienia funkcji recenzentki, wymieniam przykładowe uchybienia zauważone podczas lektury niniejszej rozprawy:

1. Niepoprawne sformułowania: trzyskładnikowy zamiast trójskładnikowy stop- str. 12, szybkość zamiast prędkość odkształcenia, naprężenia termiczne zamiast cieplne- str.14, pogrubienie wydzieleni- str. 14, wytrącenia zamiast wydzielenia- str. 38, obróbka termiczna zamiast cieplna- w wielu miejscach w pracy.
2. Błędy ortograficzne, np.: w śród zamiast wśród- str. 20, po przez zamiast poprzez- str.19.
3. Co Autor miał na myśli używając sformułowania „rozerwanie struktury osnowy- str. 13, „zaobserwowano nieregularną strukturę wydzieleni, co zapobiega propagacji pęknięć” - 87?
4. Proszę o wyjaśnienie, na czym polega „zmiana morfologii wydzieleni z klasycznych skalopków na bardziej rozdrobnioną- str. 29?
5. Niestaranna edycja strony 22- 1 błąd ortograficzny, 1 błąd stylistyczny, 3 literówki, 1 brak słowa, 1 niezrozumiałe stwierdzenie.
6. Autor używa wymiennie stwierdzenia związki i fazy międzymetaliczne, czy są to tożsame pojęcia?
7. Skróty myślowe: „dodatek Ni podstawiający atomy Cu” – str. 29, „obrazy prześwietlenia promieniami X”- str. 45.
8. Analizę wyników ułatwiłoby umieszczanie danych w tabelach uwzględniając tą samą kolejność badanych stopów (np.: Tab. 11 i 13).
9. Wśród mechanizmów umocnienia wyróżnia się: roztworowy, wydzieleniowy, dyspersyjny, granicami ziaren oraz odkształceniowy, nie ma umocnienia stopowego- str. 88.

Ocena merytoryczna rozprawy

Głównym celem doktoratu, było wskazanie stopu lutowniczego III generacji, który najlepiej sprawdzać się będzie w praktyce produkcyjnej, zapewniając wymaganą jakość lutowania komponentów dużej mocy wraz ze wskazaniem parametrów procesu lutowania, jak również wymogów projektowych z tym procesem związanych. Cel ten został zrealizowany w oparciu o charakterystykę mikrostruktury, analizę składu chemicznego, wyznaczenie wybranych właściwości fizycznych zarówno wytypowanych, dostępnych komercyjnie materiałów lutowniczych, jak i rzeczywistych spoin wykonanych z ich udziałem. W pracy stosowano badane lutowia w procesach łączenia komponentów dużej mocy na podłożach używany w praktyce produkcyjnej.

Wybór stopów do badań poprzedzony był analizą rynku dostępnych materiałów lutowniczych oraz bezpośrednimi rozmowami z wiodącymi producentami past lutowniczych do montażu elektronicznych elementów powierzchniowych. Wybrane stopy/pasty: REL22, REL61 i SB6NX58 należą do grupy lutowi SAC o zmodyfikowanym składzie chemicznym. Następną grupą, to niskotopliwe stopy z dużą zawartością bizmutu: LMPA-Q oraz HRL-1, charakteryzujące się podwyższoną niezawodnością. W przeprowadzonych badaniach jako materiały referencyjne, przyjęto stopy SAC305 oraz 62Sn/36Pb/2Ag. O ile kryteria doboru i skład lutowi, które były materiałami odniesienia jest wyjaśniony, to wybór pozostałych konkretnych, pięciu badanych stopów z grupy lutowi bezołowiowych III generacji, nie jest tak oczywisty, o niektórych Autor nie wspomina w przeglądzie literaturowym zawartym we Wstępie. Trzeba jednak przyznać, że Doktorant w części empirycznej pracy, w Rozdziale 3 opisał różnice między tymi stopami, a materiałami odniesienia.

W części eksperymentalnej rozprawy Autor zweryfikował skład chemiczny lutowi, w oparciu o wyniki uzyskane trzema metodami: z zastosowaniem optycznej spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem iskrowym, fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją energii oraz skaningowej mikroskopii elektronowej z dyspersją energii promieniowania rentgenowskiego. Zastosowanie różnych metod badawczych do oceny składu chemicznego może dostarczyć danych o charakterze komplementarnym, ale Autor powinien w pracy dokonać ich podsumowania w celu ustalenia rzeczywistego składu chemicznego stopów.

W kolejnym etapie Doktorant przeprowadził również charakterystykę mikrostruktury stopów, a także metodą kalorymetrii różnicowej wyznaczył istotne technologicznie zakresy temperatury topnienia i krystalizacji badanych lutowi. Następnie stosując zmodyfikowaną metodę leżącej kropli wykonał pomiary zwilżalności wybranych lutowi na podłożach z Cu. Doktorant wykazał, że dla wszystkich badanych lutowi wyznaczone kąty zwilżania przyjmują z punktu technologicznego akceptowalne wartości. W oparciu o badania przy użyciu SEM dokonał charakterystyki mikrostruktury strefy rozdziału Cu/stop lutowniczy, a także określił mikrostrukturę i z zastosowaniem EDS skład chemiczny powierzchni kropli oraz przekroju poprzecznego w strefie reakcji. Na podkreślenie zasługuje bardzo dobra jakość zdjęć przedstawiających mikrostrukturę kropli spoiwa na podłożu Cu uzyskane przy użyciu SEM. Wyniki te zaprezentowane są w podrozdziale 4.3, który jest rozbudowany, dotyczy bowiem

pomiarów zwilżalności miedzi przez wybrane spoiwa oraz charakterystyki mikrostrukturalnej strefy rozdziału Cu/stop lutowniczy. Mimo przeprowadzonych przez Autora, bardzo ciekawych analiz uzyskanych struktur, poszerzonych o opis zjawisk, odpowiadających za ich wytworzenie oraz wskazaniem wpływu elementów mikrostruktury na właściwości, podrozdział kończy się lakonicznym stwierdzeniem, że największe wpływ składu chemicznego zaobserwowano podczas obserwacji mikrostrukturalnych.

W kolejnym etapie, Autor pracy w modelowym eksperymencie przeprowadził pomiary przewodności cieplnej spoiny lutowniczej wytworzonej pomiędzy miedzianym powierzchniami, analizując wpływ ilości, rozmieszczenia wad, pustek oraz rodzaju stosowanego spoiwa na zmierzone wartości. Jest to ważny element rozprawy, bowiem istotną funkcją połączeń lutowanych, oprócz zapewnienia kontaktu elektrycznego i mechanicznego, jest zapewnienie przewodności cieplnej między komponentami i drukowaną płytką. W przypadku komponentów dużej mocy, odprowadzenie ciepła można uznać nawet za czynnik krytyczny. Pomiary przewodności cieplnej były prowadzone przez Doktoranta opracowaną i zaprezentowaną we współautorski artykule metodą opartą o model makroskopowy komponentu SMD. W pracy poświęcono dużo miejsca na opis samej metody, schematu układu oraz przyrządów użytych podczas pomiarów przewodności cieplnej spoiny lutowniczej. Zaprezentowane w podrozdziale 4.4 wyniki są podstawą nieco zaskakujących wniosków o braku wpływu wszystkich analizowanych parametrów, istotnych z punktu widzenia przewodności cieplnej materiałów objętościowych, na przewodność cieplną spoiny lutowniczej. Konkluzje te wymagają szerszej dyskusji wraz z próbą interpretacji uzyskanych zależności i pogłębionej analizy literaturowej. Podczas czytania rozprawy, czytelnik może się także czuć nieco zdezorientowany brakiem konsekwencji i uzasadnienia wyboru stopów w kolejnych etapach badań. O ile na etapie badań kalorymetrycznych Autor analizował 5 nowych lutowi i 2 materiały odniesienia, a badania zwilżalności prowadził dla 4 najlepszych stopów, w tym 1 materiału odniesienia, to analizy przewodności cieplnej były prowadzone znowu dla 5 nowych lutowi i 2 materiałów odniesienia.

W głównej części eksperymentalnej pracy Autor wykonał charakterystykę mikrostrukturalną rzeczywistych, uzyskanych w warunkach przemysłowych spoin wraz z określeniem składu chemicznego produktów reakcji podłoże/lutowie oraz identyfikacją faz z zastosowaniem SEM i TEM. Doktorant przygotował próbki wybranego komponentu elektronicznego dużej mocy z zastosowaniem trzech nowych lutowi III generacji oraz dwóch stopów odniesienia. Połączenia dokonano w oparciu o projekt elektronicznego sterownika dużej mocy produkowanego w zakładzie Fideltronik. Montaż, lutowanie urządzenia odbywały się w warunkach przemysłowych z wykorzystaniem dwóch układów drukowanych, różniących się pokryciem ochronnym. Uzyskane próbki analizowano w trzech grupach: referencyjnej-uzyskanej po lutowaniu, po starzeniu izotermicznym i po cyklicznych zmianach temperatury w warunkach symulujących rzeczywisty cykl życia badanych urządzeń. Otrzymane wyniki poddano krytycznej ocenie opartej na odpowiedziach na 6 uzasadnionych merytorycznie pytań, w efekcie której możliwe było wskazanie miejsca występowania uszkodzeń spoin

otrzymanych z użyciem analizowanych lutów. Ta część wyników jest bardzo trudna do analizy porównawczej, bowiem mamy do czynienia z mnogością zmiennych czynników: 2 warstwami ochronnymi, 3 stanami (jeden referencyjny plus dwa po obróbkach) oraz aż 7 różnymi stopami lutowniczymi. Sytuację ułatwiłoby nieco stosowanie ilościowego opisu, np.: rozkładu rozmiaru wydzielań, długości pęknięć lub zestawienia wyników ilościowych w tabelach tym bardziej, że ocena niezawodności produkowanych wyrobów odbywała się na podstawie ilości wad, zmian mikrostrukturalnych obecnych w połączeniach lutowanych. Z tego punktu widzenia bardzo trafnym było umieszczenie w rozprawie podrozdziału 4.5.8, który zawiera podsumowanie wyników wspomnianego etapu badań mikrostrukturalnych. Co jest szczególnie wartościowe, Autor odnosi się w nim do danych literaturowych uzasadniając/interpretując zmiany zachodzące w mikrostrukturze i ich wpływ na właściwości mechaniczne. Nieco słabszą częścią tego rozdziału jest analiza zmian mikrostruktury w obszarze nieprzereagowanego spoiwa, pojawia się pewien dysonans związany ze stosowaną nomenklaturą (np.: pogrubienie wydzielań, umocnienie stopowe). Mam też wątpliwości, co do interpretacji zjawisk zachodzących w tym obszarze podczas obróbek cieplnych. Autor pisze o procesie rekrytalizacji, uzasadniając nim wzrost rozmiaru wydzielań. O ile procesowi starzenia w pewnych warunkach może towarzyszyć rekrytalizacja, to dla jej zajścia potrzebne jest uprzednie odkształcenie powyżej zgniotu krytycznego, nie wiadomo co miałyby być jego źródłem w tym przypadku.

Na różnych etapach pracy, Doktorant oceniał konkurencyjność badanych stopów lutowniczych w stosunku do dotychczas stosowanych, koncentrując się na elementach ich budowy i właściwościach, które wskazywały na możliwość obniżenia niezawodności wyprodukowanych urządzeń. Na tej podstawie sformułował rekomendację dla wybranych stopów lutowniczych, która była podstawą rozpoczęcia procesu ich wdrażania do praktyki produkcyjnej. Oba wątki zostały podsumowane w dwóch ostatnich rozdziałach (5 i 6) rozprawy.

W przeprowadzonych analizach Doktorant stosował szereg technik badawczych wykorzystywanych w dyscyplinie inżynieria materiałowa. Zdaniem recenzentki zestaw użytych technik, w odniesieniu do założonego celu pracy, został dobrany poprawnie, choć jeśli pozwoliłby na to czas mógłby być poszerzony, np.: o badania składu fazowego metodą XRD czy analizę właściwości mechanicznych spoin, np.: na podstawie pomiarów twardości. Niemniej właściwy dobór komplementarnych metod badawczych oraz logiczna analiza uzyskanych wyników, potwierdzają umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktoranta, ubiegającego się o nadanie stopnia doktora.

Chciałabym odnieść się również do przyjętej w pracy tezy badawczej, która moim zdaniem jest dosyć ogólna, ponieważ nie określono co ma wchodzić w systematyczną, kompleksową charakterystykę bezołowiowych stopów lutowniczych, a Doktorant nie prowadził np.: badań mechanicznych czy przewodności elektrycznej, choć wspierał się w tym zakresie danymi literaturowymi. Niemniej należy uznać, że postawiona teza została w pracy potwierdzona.

Rozprawę doktorską Pana mgr inż. Macieja Sobolewskiego oceniam jako wartościową. Za największe osiągnięcie Autora, uważam uzyskanie zbioru informacji o charakterze podstawowym i aplikacyjnym, dotyczących wpływu zastosowanych stopów lutowniczych na niezawodność połączenia oraz mechanizmów mogących prowadzić do degradacji spoin. Doktorant uzyskał także wyniki w oparciu o badania na rzeczywistych układach produkowanych w warunkach przemysłowych, pozyskując próbki połączeń lutowanych z ponad 300 elektronicznych układów dużej mocy. Jest to oryginalne opracowanie problemu naukowego poszerzające wiedzę w zakresie łączenia materiałów z zastosowaniem lutowi bezołowiowych.

Rezultaty przeprowadzonych w ramach rozprawy badań wraz z konkluzjami są inspirującym do dyskusji materiałem naukowym, dlatego po zapoznaniu się z jej treścią, chciałabym poznać odpowiedzi Doktoranta na kilka pytań, których część ma charakter systematyzujący:

1. Jakie badania przewidziane są w normach do oceny niezawodności połączeń lutowanych, zwłaszcza stosowanych w montażu komponentów dużej mocy oraz które z nich zostały wykonane w pracy?
2. W jaki sposób niewielki dodatek Bi do stopów SAC poprawia odporność na pękanie poprzez rekrytalizację- str.17?
3. Czy wyznaczone w pracy metodą DSC temperatury topnienia odpowiadają danym katalogowym dla badanych stopów?
4. Dlaczego do identyfikacji składu fazowego lutowi nie zastosowano metody XRD? W pracy był on wyznaczany poprzez skorelowanie wyników badań mikrostrukturalnych (SEM), składu chemicznego (EDS) z informacjami wynikającymi z układów równowagi.
5. Czy przetopienie stopu stopu HRL-1 w celu usunięcia topnika mogło wpłynąć na jego mikrostrukturę i w konsekwencji uzyskane wyniki?
6. Czy w pracy analizowano wielkość ziarna osnowy β -Sn i czy zdaniem Autora może być to parametr wpływający na właściwości lutowi i uzyskanych przy ich udziale połączeń?
7. Czym spowodowany jest tak duży (ok.30%) spadek kąta zwilżania po 1 s dla stopu HRL-1 w porównaniu do innych badanych stopów?
8. Z czego wynika dwudziestokrotnie mniejsza przewodność cieplna spoin w porównaniu z przewodnością samych stopów lutowniczych, czy obecność granicy rozdziału jest jedynym istotnym parametrem?
9. W jaki sposób można zinterpretować/uzasadnić nieco zaskakujące wyniki, dotyczące braku wpływu składu chemicznego i fazowego stopu (poza stopem HRL-1), elementów mikrostruktury oraz powierzchni pustek na przewodność cieplną spoiny lutowniczej?
10. Na jakiej podstawie dobrano parametry (temperatura, czas) procesu starzenia płytek z komponentami dużej mocy?

11. W oparciu o jakie fakty stwierdzono, że fazy Ag₃Sn i Cu₆Sn₅ umacniają dyspersyjnie, a nie wydzieleniowo stop SAC305 i że w próbkach po starzeniu zachodzi rekrytalizacja- str.87?

Ocena końcowa

W opinii końcowej chciałabym stwierdzić, że recenzowana praca ma charakter wdrożeniowy i uważam ją za wartościową pod względem naukowym. Autor podejmuje współczesne zagadnienia nurtujące partnerów przemysłowych i różne grupy badawcze, zajmujące się lutowiami do zastosowań w elektronice. Mgr inż. Maciej Sobolewski przedstawił istotny aplikacyjnie problem badawczy i w oryginalny sposób go rozwiązał, wykazując się przy tym wiedzą z obszaru inżynierii materiałowej oraz doświadczeniem, wynikającym ze znajomości problemów istotnych w praktyce przemysłowej. Opanował także wiele metod badawczych materiałów, odznaczając się dobrą znajomością tematyki rozprawy, umiejętnością planowania i prowadzenia badań oraz interpretacji wyników. Po zapoznaniu się z treścią stwierdzam, że przedłożona do recenzji praca doktorska pt.: *„Charakterystyka spoin lutowniczych w montażu komponentów elektronicznych dużej mocy uzyskanych z wykorzystaniem nowych stopów bezołowiowych”* spełnia wymagania formalne, stawiane rozprawom doktorskim zawarte w stosownej ustawie oraz wnioskuje do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

W mojej opinii recenzowana praca ze względu na osiągnięcie istotnego efektu wdrożeniowego zasługuje także na wyróżnienie, jeśli spełnione są formalne warunki zdefiniowane przez Radę Naukową Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie.



Halina Garbacz