

CAMBIOS MICROESTRUCTURALES Y DE LA MICRODUREZA DE ALEACIONES LIBRES DE Pb ENVEJECIDAS.

MICROSTRUCTURAL AND MICROHARDNESS CHANGES OF Pb FREE AGE-SOFTENING ALLOYS

C.Morando¹, O.Garbellini¹⁻² y H.Palacio¹⁻²

(1) IFIMAT-Instituto de Física de Materiales Tandil, (FCE - CICPBA - MT). Universidad Nacional del Centro de la Provincia de Buenos Aires. Pinto 399 (B7000GHG) Tandil-Argentina
2 Comisión Investigaciones Científicas Provincia de Buenos Aires
e-mail: cmorando@exa.unicen.edu.ar

Resumen

Los cambios microestructurales y de la microdureza, que tienen influencia en la vida de la unión en la soldadura, fueron investigados por medio de observaciones de las microestructuras de cinco aleaciones libres de Pb: Sn puro, Sn-3.5%Ag, Sn-6%Ag, Sn-0.7%Cu, Sn-3.5%Ag-0.9%Cu además de la aleación eutéctica Sn-37%Pb para su comparación. Las muestras se envejecieron a 100°C hasta 1000hs. Se utilizó microscopía óptica (OM) y electrónica de barrido (SEM) para estudiar la microestructura de las muestras. Estas se evaluaron en función de la composición química y del envejecido. Los cambios en la microdureza se relacionaron con los cambios microestructurales.

Palabras Claves: aleaciones libres de Pb, aleaciones eutécticas, cambios microestructurales, microdureza.

Microstructural and microhardness change, which strongly influence the life of soldered joints, were investigated by microstructure observations for five promising alloys as Pb free solder: pure Sn, Sn-3.5%Ag, Sn-6%Ag, Sn-0.7%Cu, Sn-3.5%Ag-0.9%Cu and Sn-37%Pb for comparison. These specimens were aged at 100°C (373°K) during 1000h. The microstructural change was observed by Optical Microscopy (OM) and Scanning Electron Micrograph (SEM) and was evaluated as a function of chemical composition and age-softening.

Keywords: lead free solder, eutectic solder alloys, microstructural change, microhardness.

I. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones para soldadura de Sn-Pb, utilizadas hasta el momento en aparatos eléctricos y electrónicos, deben reemplazarse por aleaciones libres de Pb debido al efecto adverso del mismo sobre la salud y el medio ambiente. Las restricciones internacionales definidas por las directivas de RoHS (Restriction of Hazardous Substances) impuestas a la industria garantizan la erradicación del Pb desde el 1 de Julio de 2006⁽¹⁾.

Existen diversas aleaciones libres de Pb candidatas a reemplazar al Sn-Pb para soldadura, propuestas en la literatura. La mayoría de ellas se basan en aleaciones binarias y ternarias en la esquina rica en Sn y temperaturas de fusión entre 190 y 230°C⁽²⁾.

Las aleaciones del sistema Sn-Ag-Cu (aleaciones SAC) fueron seleccionadas como las más adecuadas para sustituir a las del sistema Sn-Pb^(3,4). En trabajos previos realizados por los autores^(5,6) se evaluó el comportamiento de solidificación, propiedades térmicas, microestructuras y su relación sobre la fluidez de estas aleaciones propiedad que es muy importante sobre todo para el método de soldadura por onda.

Los cambios microestructurales y de la microdureza, que tienen influencia en la vida de la unión en la soldadura, no han sido aún investigados en detalle para las aleaciones

libres de Pb, a pesar que las mismas son comúnmente utilizadas⁽⁷⁾. Por lo tanto, el objetivo de este trabajo es evaluar el cambio microestructural y de la microdureza en función del tiempo de envejecido, de cinco aleaciones libres de Pb: Sn puro, Sn-3.5%Ag, Sn-6%Ag, Sn-0.7%Cu, Sn-3.5%Ag-0.9%Cu además de la aleación eutéctica Sn-37%Pb para su comparación. La composición de las aleaciones se indica en % en peso del soluto.

II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Aleaciones utilizadas: Sn puro, Sn-3.5%Ag, Sn-6%Ag, Sn-0.7%Cu, Sn-3.5%Ag-0.9%Cu y Sn-37%Pb fueron preparadas a partir de materiales de pureza 99.99%, en un crisol de carburo de silicio colocado en un horno a resistencia eléctrica bajo atmósfera de Ar. Se sobrecalentó el Sn a 400°C, se le agregó el soluto correspondiente a cada caso particular. La colada se realizó en moldes de Cu. Se cortaron probetas rectangulares de 20mm de largo por 10mm de ancho.

Observación de las microestructuras: las muestras se prepararon para análisis metalográfico y test de microdureza mediante pulido mecánico con papel de alúmina de distinta granulometría, pulido, ataque electrolítico y ataque químico Cloral al 2% (HCL al 2% en alcohol) para el revelado de la microestructura. Los cambios microestructurales se observaron utilizando

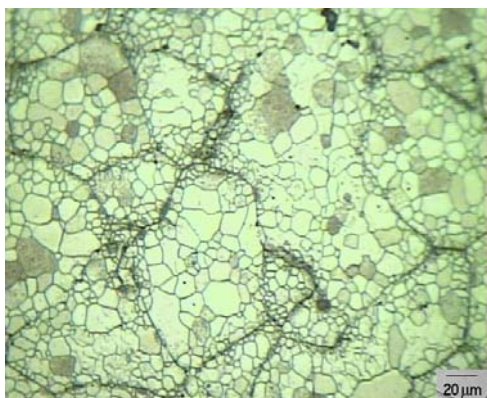
microscopía óptica (OM) y electrónica de barrido (SEM). Las observaciones comenzaron una hora después de realizada la colada. El área de observación fue cuidadosamente seleccionada para poder estudiar la evolución microestructural. Luego de tomadas las micrografías las muestras se trataron térmicamente en una mufla a 100°C hasta 1000hs. Después de cada período de envejecido se volvieron a pulir y a atacar.

Test de Dureza: los cambios en la microdureza se determinaron utilizando la técnica Vickers con un Microdurómetro Mitutoyo MVK H11. Los valores presentados, para cada intervalo de tiempo, corresponden al promedio de 15 medidas tomadas en 3 áreas a lo largo de la muestra con una pesa de 50g durante 10seg.

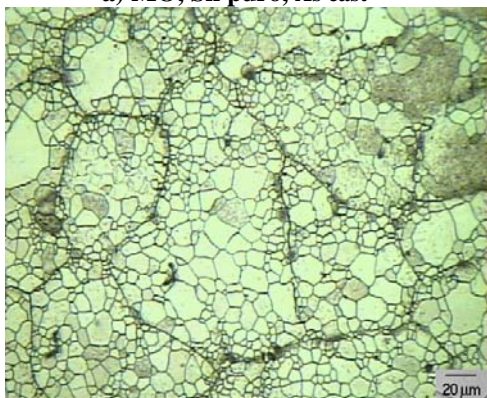
III. RESULTADOS Y DISCUSIONES

Sn puro

La Figura 1 presenta micrografías ópticas (MO) de la microestructura correspondiente al Sn puro, consiste en una estructura de grano variable. En la muestra envejecida a 100°C durante 100hs se observa recrystalización, crecimiento de los granos, (ver Figura 1b).



a) MO, Sn puro, As cast



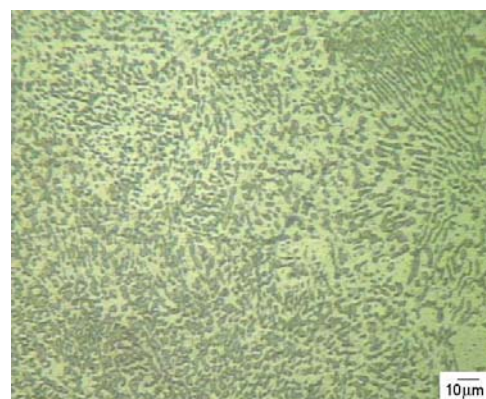
b) MO, Sn puro, Envejecido 100hs a 100°C

Figura 1. Micrografías ópticas correspondientes al cambio microestructural del Sn puro: a) as-cast y b) luego del tratamiento de envejecido de 100hs a 100°C.

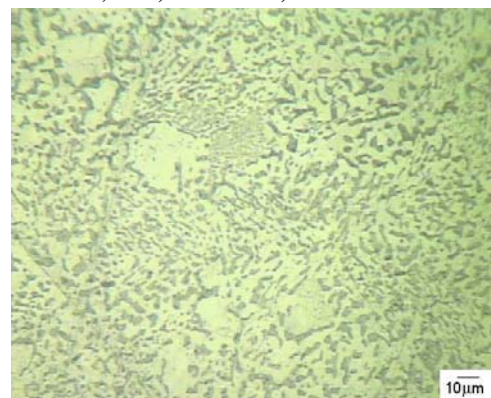
Aleación Sn-Pb:

La Figura 2 a y b) muestra micrografías ópticas y c) SEM de la microestructura de la aleación eutéctica Sn-37%Pb. Presentan una estructura eutéctica laminar regular formada por una mezcla de soluciones sólidas ricas en Sn (fase clara) y Pb (fase oscura) muy finas. Durante el

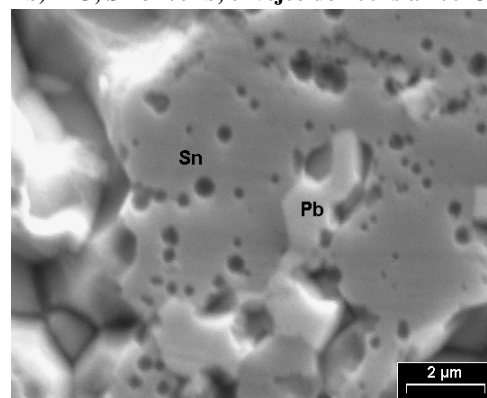
envejecido, la solución sólida rica en Sn sufre coarsening comparada con la solución sólida rica en Pb.



a) MO, Sn-37%Pb, As cast



b) MO, Sn-37%Pb, envejecido 100hs a 100°C.

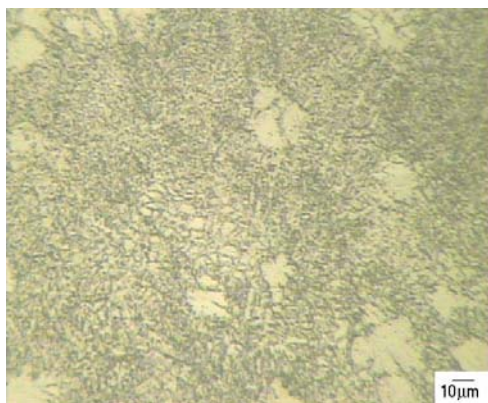


c) SEM, Sn-37%Pb, envejecido 100hs a 100°C.

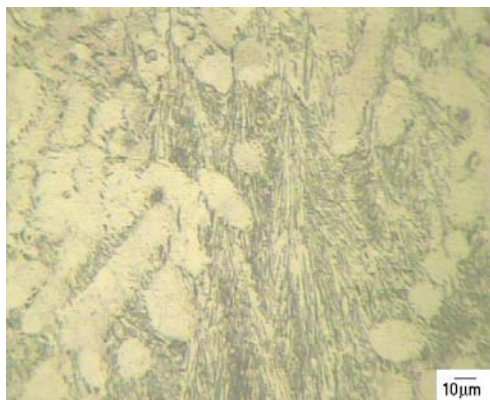
Figura 2. Micrografías correspondientes al cambio microestructural del eutéctico Sn-37%Pb, a) MO as-cast, b y c) MO y SEM luego del tratamiento de envejecido de 100hs a 100°C.

Aleaciones Sn-Cu y Sn-Ag:

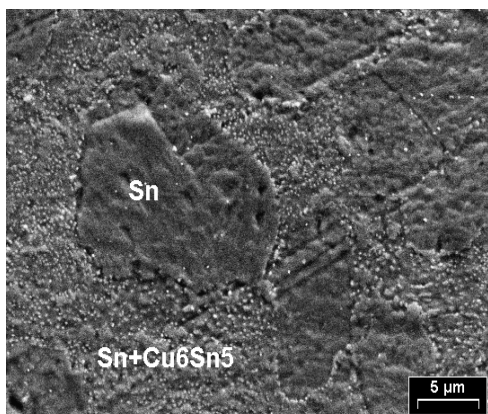
Las Figuras 3 y 4 muestran micrografía óptica y SEM de las aleaciones eutécticas binarias Sn-0.7%Cu y Sn-3.5%Ag. Se observa una estructura compuesta por una significativa cantidad de dendritas de fase primaria Sn (fase clara) rodeada de una estructura eutéctica irregular compuesta por láminas intermetálicas Cu_6Sn_5 y Ag_3Sn respectivamente (fase oscura) en una matriz de Sn. En condiciones de envejecimiento se observa un cambio notable en la microestructura, se produce una estructura de grano más grande, coarsening de las dendritas de Sn, producto de la recrystalización.



a) MO, Sn-0.7%Cu, As cast



b) MO, Sn-0.7%Cu, envejecido 100hs a 100°C.



c) SEM, Sn-0.7%Cu, envejecido 100hs a 100°C.

Figura 3. Micrografías correspondientes al cambio microestructural del eutéctico Sn-0.7%Cu a) MO as-cast, b y c) MO y SEM luego del tratamiento de envejecido de 100hs a 100°C.

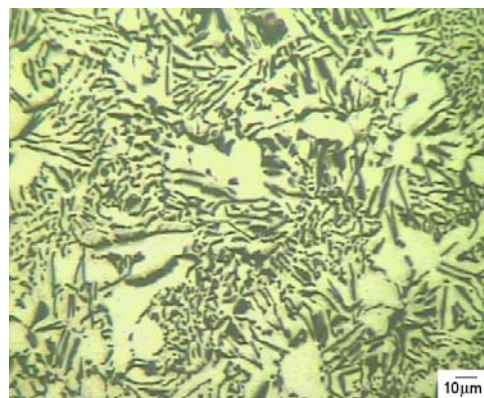
Aleación Sn-3.5%Ag-0.9%Cu

La Figura 5 muestra micrografías ópticas y SEM de la microestructura de la aleación Sn-3.5%Ag-0.9%Cu cercana a la composición eutéctica ternaria. La misma consiste de: dendritas de Sn (fase clara) rodeadas por eutéctico binario SnAg y un eutéctico ternario Sn-Ag-Cu de estructura muy fina. En las muestras envejecidas se observa un coarsening de las dendritas de Sn y de la fase Ag_3Sn .

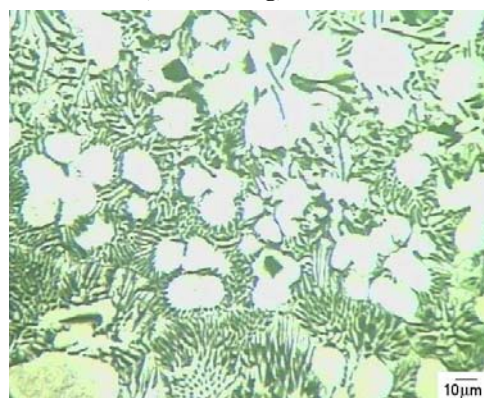
Microdureza Vickers

La Figura 6 compara los valores de Microdureza Vickers, en función del tiempo de envejecido, para las distintas aleaciones libres de Pb con los obtenidos para la aleación eutéctica Sn-37%Pb.

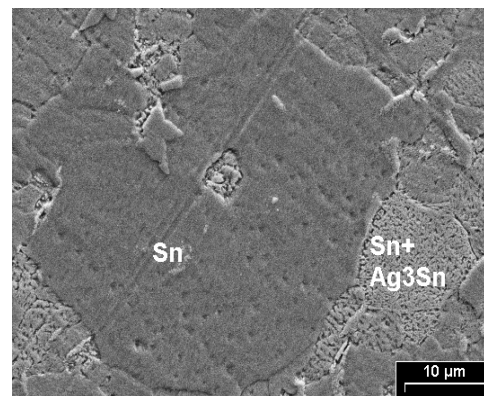
Se observa que: la aleación ternaria Sn-3.5%Ag-0.9%Cu presenta el valor mas alto de microdureza de las aleaciones libres de Pb y ligeramente menor al del Sn-37%Pb, mientras que el Sn puro exhibe el valor mas bajo de todas las aleaciones testeadas. La microdureza depende de los elementos aleantes, a mayor contenido mayor valor de dureza. Para todas las aleaciones estudiadas se obtuvo una marcada disminución de la microdureza luego de 48hs de tratamiento térmico a 100°C. Estos resultados sugieren que la recrystalización y el coarsening de las microestructuras, debido al envejecido, producen un ablandamiento de las aleaciones.



a) MO, Sn-3.5%Ag, As cast



b) MO, Sn-3.5%Ag, envejecido 100hs a 100°C.

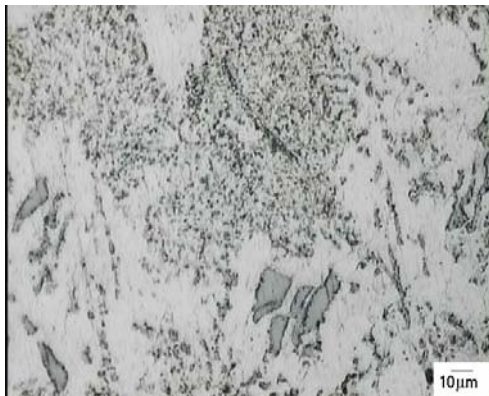


c) SEM, Sn-3.5%Ag, envejecido 100hs a 100°C.

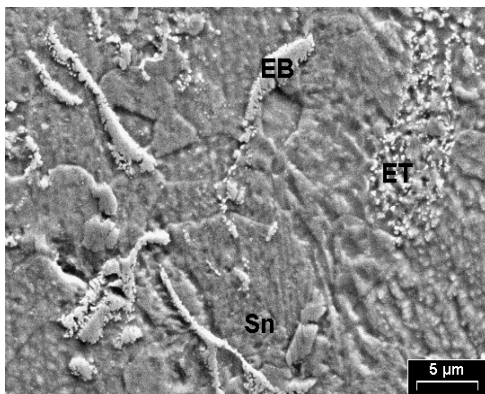
Figura 4. Cambio microestructural del eutéctico Sn-3.5%Ag, a) MO de la muestra as-cast, b y c) MO y SEM luego del tratamiento de envejecido de 100hs a 100°C.



a) MO, Sn-3.5%Ag-0.9%Cu, As cast



b) MO, Sn-3.5%Ag-0.9%Cu, envejecido 100hs a 100°C.



c) SEM, Sn-3.5%Ag-0.9%Cu, envejecido 100hs a 100°C.

Figura 5. Cambio microestructural de la aleación Sn-3.5%Ag-0.9%Cu a) MO de la muestra as-cast, b y c) MO y SEM luego del tratamiento de envejecido de 100hs a 100°C.

IV. CONCLUSIONES

La microdureza depende de los elementos aleantes, a mayor contenido mayor valor de dureza, así el menor valor se obtuvo para el Sn puro y mientras que la aleación eutéctica ternaria presenta el valor más alto.

Los valores de microdureza obtenidos para las aleaciones libres de Pb son menores a los de la aleación Sn-Pb.

Las aleaciones del sistema Sn-Ag-Cu, y el Sn puro sufren "ablandamiento" debido al envejecimiento a 100°C luego de 48hs, al igual que le ocurre a la aleación eutéctica Sn-Pb.

Los cambios en la microdureza pueden explicarse considerando los cambios microestructurales: coarsening y recristalización de las dendritas de Sn observados en las microestructuras.

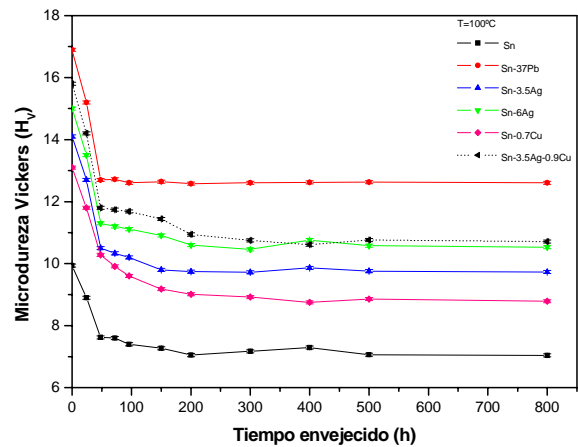


Figura 6. Efecto del tiempo de envejecido sobre la Microdureza.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido desarrollado en el IFIMAT (Instituto Física de Materiales de Tandil) gracias a subsidios otorgados por la CICPBA, CONICET y SeCyT-UNCPBA.

REFERENCIAS

- Ochoa F, Williams J.J and Chawla N, Journal of Electronic Materials, 32, 12, p.p 2003, 1414-1420.
- Paul Lauro, Sung Kang, Won Kyong Choi and Da-Yuan Shih, Journal of Electronic Materials, Vol 32, N° 12, 2003, p.p 1432-1440.
- S.Hwan Huh, K.Soo Kim and K.Suganuma, Materials Transactions, 42, 5, p.739, 2001.
- Moon K.W, Boettinger W, Kattner U, Biancaniello F and Handwerker C, Journal of Electronic Materials, 29, 10, p.1122, 2000.
- Morando C, Garbellini O y Palacio H, Anales AFA, vol 18, p. 158, 2006.
- Fornaro O, Morando C, Garbellini O y Palacio H: "Determinación de las propiedades térmicas del sistema Sn-Ag-Cu para su utilización como aporte de soldadura". Anales de las Jornadas SAM-Congreso CONAMET 2007, Setiembre de 2007. San Nicolás, Argentina, en prensa.
- Miyazawa Y. and Ariga T, Materials Transactions, 42, 5, pp.776-782, 2001.