

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ**

**KATEDRA TECHNOLOGIÍ A MĚŘENÍ**

# **DIPLOMOVÁ PRÁCE**

**Metalografické výbrusy materiálů a struktur v elektronice**

**Autor práce: Bc. Jan Palkoska**

**Vedoucí práce: Ing. Jan Řeboun, Ph.D.**

**Plzeň 2013**

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická

Akademický rok: 2012/2013

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Jan PALKOSKA**  
Osobní číslo: **E10N0043P**  
Studijní program: **N2612 Elektrotechnika a informatika**  
Studijní obor: **Komerční elektrotechnika**  
Název tématu: **Metalografické výbrusy materiálů a struktur v elektronice**  
Zadávající katedra: **Katedra technologií a měření**

### Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Seznamte se s metodami používanými pro přípravu metalografických výbrusů elektronických prvků.
2. Provedte rešerši zalévacích hmot, brusných a leštících médií a leptacích prostředků pro přípravu metalografických výbrusů elektronických prvků.
3. Navrhněte postupy pro přípravu metalografických výbrusů určených pro diagnostiku elektronických součástek, substrátů a struktur.
4. Navržené postupy prakticky ověřte na sérii vzorků, výsledky podrobte mikroskopovému měření.
5. Diskutujte dosažené výsledky, proveďte hodnocení postupů a vypracujte jejich cenovou kalkulaci.

Rozsah grafických prací: **podle doporučení vedoucího**

Rozsah pracovní zprávy: **30 - 40 stran**

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. **Buehler Sum-Met - A guide to materials preparation and analysis, 2004, ISBN 0-9752898-0-2.**
2. **Perry, L.: Electronic failure analysis handbook, McGrawHill, 1999, ISBN 0-07-041044-5.**
3. **Tamás Hurtony, Attila Bonyár, Péter Gordon, Gábor Harsányi, Investigation of intermetallic compounds (IMCs) in electrochemically stripped solder joints with SEM, Microelectronics Reliability, 2012, ISSN 0026-2714.**
4. **Elektronické informační zdroje.**

Vedoucí diplomové práce:

**Ing. Jan Řeboun, Ph.D.**

Katedra technologií a měření

Datum zadání diplomové práce: **15. října 2012**

Termín odevzdání diplomové práce: **9. května 2013**

Doc. Ing. Jiří Hammerbauer, Ph.D.

děkan



Doc. Ing. Vlastimil Skočil, CSc.

vedoucí katedry

V Plzni dne 15. října 2012

## **Anotace**

Tato diplomová práce je zaměřena na problematiku materiálografické přípravy elektronických prvků. V práci jsou uvedeny základní dostupné materiály a produkty, které jsou vhodné pro materiálorafickou přípravu elektronických prvků. Dále je popsán celkový průběh přípravy a zacházení s vybavením. V práci jsou také uvedeny zjištěné doporučené postupy pro správnou přípravu různých elektronických prvků. V praktické části práce byly vyzkoušeny některé přístupy pro správnou tvorbu materiálografických výbrusů a výsledky zdokumentovány pomocí mikroskopu připojeného ke stolnímu počítači.

## **Klíčová slova**

Materiálografie, výbrus, vzorek, metody přípravy, elektronické prvky.

# Abstract

Palkoska, Jan. *Metallographic cross-sections of materials and structures in electronics* [*Metalografické výbrusy materiálů a struktur v elektronice*]. Pilsen, 2013. Master thesis (in Czech). University of West Bohemia. Faculty of Electrical Engineering. Department of Technologies and Measurement. Supervisor: Jan Řeboun

---

This diploma thesis is focused on materialographic preparation of electronic components. The thesis introduces the available basic materials and products that are suitable for the materialographic preparation of electronic components. There is also described the overall process of preparation and proper handling with the equipment. The thesis also introduces recommended procedures for the proper preparation of various electronic components. In the practical part of the thesis, there were tested some approaches for proper preparation of materialographic cross-sections and the results were documented using a microscope connected to a desktop computer.

## Key words

Materialography, cross-section, specimen, methods of preparation, electronic components.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

Dále prohlašuji, že veškerý software, použitý při řešení této diplomové práce, je legální.

.....

podpis

V Plzni dne 13.5.2013

Bc. Jan Palkoska

## **Poděkování**

Na tomto místě bych rád poděkoval vedoucímu diplomové práce panu Ing. Janu Řebounovi, Ph.D. za ochotu a vstřícnost v průběhu tvorby této práce a za cenné rady, připomínky a poskytnuté materiály.

Dále bych rád poděkoval mým nejbližším za celkovou podporu na cestě vedoucí ke vzniku této práce.

# Obsah

|   |           |
|---|-----------|
| <b>OBSAH .....</b>                                    | <b>8</b>  |
| <b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>                           | <b>11</b> |
| <b>SEZNAM TABULEK.....</b>                            | <b>13</b> |
| <b>SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK .....</b>                 | <b>15</b> |
| <b>ÚVOD.....</b>                                      | <b>17</b> |
| <b>1 OD METALOGRAFIE K MATERIÁLOGRAFII.....</b>       | <b>18</b> |
| <b>2 MATERIÁLY/MÉDIA PRO PŘÍPRAVU VÝBRUSŮ .....</b>   | <b>19</b> |
| 2.1 POŽADAVKY PRO ELEKTRONICKÉ PRVKY .....            | 20        |
| 2.2 ODBĚR VZORKU .....                                | 20        |
| 2.2.1 Precizní frézky .....                           | 21        |
| 2.2.2 Precizní pily .....                             | 21        |
| 2.3 ZAPOUZDŘENÍ VZORKU .....                          | 22        |
| 2.3.1 Zalévání za studena .....                       | 23        |
| 2.3.1.1 Epoxidové pryskyřice .....                    | 24        |
| 2.3.1.2 Akrylátové pryskyřice.....                    | 25        |
| 2.3.1.3 Polyesterové pryskyřice .....                 | 26        |
| 2.4 BROUŠENÍ ZAPOUZDŘENÉHO VZORKU .....               | 26        |
| 2.4.1 SiC- karbid křemíku .....                       | 27        |
| 2.4.2 Diamantové broušení .....                       | 29        |
| 2.5 LEŠTĚNÍ.....                                      | 31        |
| 2.5.1 Hrubé leštění.....                              | 31        |
| 2.5.2 Závěrečné leštění .....                         | 32        |
| 2.5.2.1 Oxid hlinitý .....                            | 32        |
| 2.5.2.2 Koloidní silika.....                          | 33        |
| 2.6 LEPTÁNÍ .....                                     | 34        |
| <b>3 ZÁKLADNÍ POSTUPY A PŘÍSTROJOVÉ VYBAVENÍ.....</b> | <b>35</b> |



|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| 3.1      | ODBĚR VZORKU .....                            | 35        |
| 3.1.1    | Odběr pomocí precizní pily .....              | 35        |
| 3.1.1.1  | Volba kotouče a jeho údržba .....             | 35        |
| 3.1.1.2  | Uchycení vzorku .....                         | 36        |
| 3.1.1.3  | Parametry řezání .....                        | 37        |
| 3.1.1.4  | Chlazení .....                                | 37        |
| 3.1.2    | Odběr pomocí precizní frézky .....            | 37        |
| 3.2      | ZAPOUZDŘENÍ VZORKU .....                      | 38        |
| 3.2.1    | Základní vybavení .....                       | 38        |
| 3.2.2    | Příprava pryskyřice .....                     | 39        |
| 3.2.3    | Zalévání ve vakuu .....                       | 39        |
| 3.2.4    | Zalévání v přetlaku .....                     | 40        |
| 3.3      | OZNAČENÍ VÝBRUSU .....                        | 40        |
| 3.4      | ČIŠTĚNÍ .....                                 | 40        |
| 3.4.1    | Očištění vzorku před zapouzdrěním .....       | 41        |
| 3.4.2    | Čištění během broušení/leštění .....          | 41        |
| 3.5      | BROUŠENÍ A LEŠTĚNÍ .....                      | 41        |
| 3.5.1    | Parametry broušení/leštění .....              | 41        |
| 3.5.2    | Manuální brusky a leštičky .....              | 42        |
| 3.5.3    | Poloautomatické brusky a leštičky .....       | 43        |
| 3.6      | LEPTÁNÍ .....                                 | 44        |
| 3.6.1    | Běžné leptání .....                           | 44        |
| 3.6.1.1  | Chemické leptání .....                        | 44        |
| 3.6.1.2  | Barevné leptání .....                         | 45        |
| 3.6.2    | Fyzikální leptání .....                       | 45        |
| 3.6.2.1  | Reliéfní leštění .....                        | 45        |
| 3.6.2.2  | Napařování .....                              | 45        |
| 3.7      | POZOROVÁNÍ – MÓDY SVĚTELNÉHO MIKROSKOPU ..... | 45        |
| 3.7.1    | Tmavé pole .....                              | 46        |
| 3.7.2    | Diferenciální interferenční kontrast .....    | 46        |
| 3.7.3    | Polarizované světlo .....                     | 46        |
| <b>4</b> | <b>DOPORUČENÉ POSTUPY PRO PŘÍPRAVU. ....</b>  | <b>47</b> |

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| 4.1      | VYSVĚTLIVKY K TABULKÁM POSTUPŮ .....   | 47        |
| 4.2      | POSTUP 1. KERAMICKÉ SOUČÁSTKY – KONDENZÁTORY A ODPORY. DIODY .....   | 50        |
| 4.2.1    | Proces přípravy .....  | 51        |
| 4.3      | POSTUP 2. GERMANIUM, KŘEMÍK, KŘEMÍKOVÉ WAFERY A OSTATNÍ POLOVODIČE .....   | 53        |
| 4.3.1    | Proces přípravy .....  | 54        |
| 4.4      | POSTUP 3. PÁJENÉ SPOJE, MIKROELEKTRONICKÁ POUZDRA .....  | 55        |
| 4.4.1    | Proces přípravy .....  | 56        |
| 4.5      | POSTUP 4. MIKROELEKTRONICKÁ POUZDRA, INTEGROVANÉ OBVODY, TRANZISTORY,<br>DALŠÍ MIKROELEKTRONICKÉ SOUČÁSTKY ..... | 58        |
| 4.5.1    | Proces přípravy .....  | 59        |
| 4.6      | POSTUP 5. DESKY PLOŠNÝCH SPOJŮ .....   | 61        |
| 4.6.1    | Proces přípravy .....  | 62        |
| 4.7      | LEPTADLA .....   | 64        |
| <b>5</b> | <b>PRAKTICKÁ ČÁST .....</b>  | <b>65</b> |
| 5.1      | MIKROSKOPY POUŽITÉ K POZOROVÁNÍ VÝBRUSŮ .....  | 65        |
| 5.2      | ODBĚR VZORKU .....   | 66        |
| 5.2.1    | Řezání zapouzdřeného vzorku .....  | 67        |
| 5.3      | ZALÉVÁNÍ .....   | 69        |
| 5.3.1    | Smrštivost zalévacích hmot .....   | 70        |
| 5.3.2    | Tvrdost zalévacích hmot .....  | 72        |
| 5.4      | BROUŠENÍ .....   | 74        |
| 5.4.1    | Broušení méně citlivých materiálů .....  | 75        |
| 5.4.2    | Broušení citlivých materiálů .....   | 76        |
| 5.5      | LEŠTĚNÍ .....  | 78        |
| 5.5.1    | Vliv dlouhého leštění .....  | 79        |
| 5.6      | LEPTÁNÍ – VLIV LEPTADEL NA ZVÝRAZNĚNÍ MIKROSTRUKTURY .....   | 82        |
| <b>6</b> | <b>CENOVÁ KALKULACE POSTUPŮ .....</b>  | <b>86</b> |
|          | <b>ZÁVĚR .....</b>   | <b>88</b> |
|          | <b>POUŽITÁ LITERATURA .....</b>  | <b>90</b> |
|          | <b>PŘÍLOHY .....</b>   | <b>92</b> |

## Seznam obrázků

|      |  |    |
|------|--|----|
| 2.1  | Loga společností   | 19 |
| 2.2  | a) Struktura monokrystalického diamantu b) Struktura polykrystalického diamantu  | 30 |
| 2.3  | a) Částice oxidu hlinitého b) Kulový tvar částic SiO <sub>2</sub>  | 33 |
| 3.1  | Provedení zalévacích forem a) Silikonová b) Plastová s odnímatelným dnem   | 38 |
| 3.2  | Provedení držáků na vzorky a) Spirálka b) Količek  | 39 |
| 3.3  | Provedení manuálních přístrojů a) Pasová bruska b) Rotační bruska/leštička   | 42 |
| 3.4  | a) Provedení držáků na vzorky b) Rotační bruska/leštička doplněná automatickým ramenem   | 43 |
| 5.1  | Povrch výbrusu po řezání na diamantovém kotouči a) Pájený spoj b) Křemíkový substrát čipu  | 67 |
| 5.2  | Povrch výbrusu po řezání na CNB kotouči a) Pájený spoj b) Křemíkový substrát čipu  | 68 |
| 5.3  | a), b) Praskliny v křemíkovém substrátu vzniklé nejspíše řezáním   | 69 |
| 5.4  | Nežádoucí jevy a) Vy vzlínání vlhkosti z mezery mezi vzorkem a hmotou b) Vzduchová bublina zachycená v akrylátové zalévací hmotě   | 69 |
| 5.5  | Zapouzdřené vzorky a) Akrylátová pryskyřice VariKleer zalitá normálně a v přetlaku b) Odtrhnutí pryskyřice způsobující lesklý povrch a dokonale přimknutá epoxidová pryskyřice   | 70 |
| 5.6  | Odtrhnutí zalévací hmoty od povrchu vzorku a) Akrylátová pryskyřice VariKleer, u které došlo ke stejnému odtrhnutí na obou stranách vzorku b) Akrylátová pryskyřice s keramickým plnivem VariDur 3000, u které došlo k odtrhnutí jen a jedné straně vzorku | 71 |
| 5.7  | a, b) Epoxidová pryskyřice EpoThin, u které nedošlo k odtrhnutí od vzorku  | 72 |
| 5.8  | Si čip zalitý v pryskyřici VariKleer   | 73 |
| 5.9  | Vzniklý reliéf u vzorku v pryskyřici VariKleer   | 73 |
| 5.10 | Si čip zalitý v pryskyřici VariDur 3000  | 73 |
| 5.11 | Vzniklý reliéf u vzorku v pryskyřici VariDur 3000  | 74 |
| 5.12 | Si čip zalitý v pryskyřici EpoThin   | 74 |

---

|      |   |    |
|------|---|----|
| 5.13 | Vzniklý reliéf u vzorku v pryskyřici EpoThin  | 74 |
| 5.14 | Výbrusy broušené pouze SiC papíry a) Pokovený otvor v DPS b) Detail pájeného spoje na DPS                           | 76 |
| 5.15 | Vzhled povrchu výbrusu a) Po broušení na P1200 b) Po broušení na P1200 a 9 $\mu$ m diamantové pastě                 | 77 |
| 5.16 | Vzhled povrchu výbrusu po broušení na P1200, 9 a 3 $\mu$ m diamantové pastě a) Celkový pohled b) Detailní pohled    | 77 |
| 5.17 | Povrchy vyleštěné pomocí suspenze MasterMet 2 a) Si čip z obrázku 5.16 b) b) Vnitřní struktura DPS                  | 79 |
| 5.18 | Výškový profil výbrusu leštěného 3 minuty   | 80 |
| 5.19 | Výškový profil výbrusu po broušení na SiC papíru P1200  | 80 |
| 5.20 | Výškový profil výbrusu po broušení na SiC papíru P2500  | 80 |
| 5.21 | Výškový profil výbrusu po přebroušení na SiC papírech P1200 a P2500 a 1 minutovém přešetění                         | 81 |
| 5.22 | a) K100LD, lep. č. 5, naředěno 1:20, máčeno 10 s b) Sn63Pb37, lep. č. 5, naředěno 1:20, máčeno 10 s                 | 83 |
| 5.23 | a) K100LD, lep. č. 6, neředěno, máčeno 10 s b) Sn63Pb37, lep. č. 6, neředěno, máčeno 10 s                           | 83 |
| 5.24 | a) K100LD, lep. č. 7, neředěno, máčeno 60 s b) Sn63Pb37, lep. č. 7, neředěno, máčeno 60 s                           | 83 |
| 5.25 | a) K100LD, lep. č. 8, naředěno 1:1, máčeno 10 s b) Sn63Pb37, lep. č. 8, naředěno 1:1, máčeno 10 s                   | 84 |
| 5.26 | a) K100LD, lep. č. 11, neředěno, máčeno 5 s b) SAC305, lep. č. 11, neředěno, jednou natřeno vatičkou                | 84 |
| 5.27 | a) K100LD, leštící suspenze MasterMet 2, leštěno 2 minuty b) SAC305, leštící suspenze MasterMet 2, leštěno 2 minuty | 84 |

## Seznam tabulek

|      |   |    |
|------|---|----|
| 2.1  | Vybrané diamantové řezné kotouče                                  | 22 |
| 2.2  | Druhy pryskyřic pro zalévání za studena a jejich vlastnosti       | 23 |
| 2.3  | Vybrané epoxidové pryskyřice                                      | 25 |
| 2.4  | Vybrané akrylátové pryskyřice                                     | 26 |
| 2.5  | Porovnání standardů pro označení tříd zrnitosti                   | 28 |
| 2.6  | Vybrané textilní kotouče pro hrubé a jemné leštění značky Buehler | 32 |
| 4.1  | Zkratky jednotlivých kroků přípravy                               | 48 |
| 4.2  | Zkratky nebo označení produktů, materiálů a médií                 | 48 |
| 4.3  | Brusné a leštící produkty   | 49 |
| 4.4  | Postup 1, shrnutí a poznámky k přípravě                           | 51 |
| 4.5  | Moderní metoda M-1  | 51 |
| 4.6  | Tradiční metoda T-1   | 52 |
| 4.7  | Postup 2, shrnutí a poznámky k přípravě                           | 54 |
| 4.8  | Moderní metoda M-2  | 54 |
| 4.9  | Tradiční metoda T-2   | 55 |
| 4.10 | Postup 2, leptadla  | 55 |
| 4.11 | Postup 3, shrnutí a poznámky k přípravě                           | 56 |
| 4.12 | Moderní metoda M-3  | 57 |
| 4.13 | Tradiční metoda T-3   | 57 |
| 4.14 | Postup 3, leptadla  | 58 |
| 4.15 | Postup 4, shrnutí a poznámky k přípravě                           | 59 |
| 4.16 | Moderní metoda M-4  | 60 |
| 4.17 | Tradiční metoda T-4   | 61 |
| 4.18 | Postup 5, shrnutí a poznámky k přípravě                           | 62 |
| 4.19 | Moderní metoda M-5  | 63 |
| 4.20 | Tradiční metoda T-5   | 63 |
| 4.21 | Leptadla z doporučených postupů                                   | 64 |
| 5.1  | Velikosti mezer vzniklých u různých pryskyřic                     | 71 |

|     |  |    |
|-----|--|----|
| 5.2 | Výškový profil vzniklý u různých pryskyřic         | 73 |
| 5.3 | Výškový profil výbrusu po různých krocích přípravy | 81 |
| 6.1 | Ceny vybraných produktů                            | 87 |

## Seznam symbolů a zkratek

|                                |   |
|--------------------------------|---|
| DPS                            | Deska plošných spojů  |
| HC                             | Vysoká koncentrace (High concentration)   |
| LC                             | Nízká koncentrace (Low concentration)   |
| IO                             | Integrovaný obvod   |
| Hod                            | Hodina  |
| Min                            | Minuta  |
| SiC                            | Karbid křemíku  |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Oxid hlinitý  |
| ANSI                           | Americký národní institut pro standardy (American National Standards Institute)     |
| CAMI                           | Institut výrobců abrasiv (Coated Abrasives Manufacturers Institute)                 |
| FEPA                           | Federace evropských výrobců abrasiv (Federation of European Producers of Abrasives) |
| CGD                            | Hrubý brusný disk (Coarse grinding disk)  |
| SEM                            | Skenovací elektronový mikroskop   |
| pH                             | Potenciál vodíku  |
| BF                             | Světlé pole (Bright field)  |
| DF                             | Tmavé pole (Dark field)   |
| POL                            | Polarizované světlo (Polarized light)   |
| DIC                            | Diferenciální interferenční kontrast (Differential interference contrast)           |
| M-číslo                        | Označení moderní metody, za pomlčkou je číslo metody                                |
| T-číslo                        | Označení tradiční metody, za pomlčkou je číslo metody                               |
| RB                             | Rovinné broušení  |
| B                              | Broušení  |

|     |  |
|-----|--|
| L   | Leštění  |
| Dia | Diamant  |
| PKD | Pevný kompozitní disk                          |
| MD  | Magnetický disk (Magnetic disk)                |
| DGD | Diamantový brusný disk (Diamond grinding disk) |
| Fix | Fixovaný                                       |
| CNB | Kubický nitrid bóru                            |



## Úvod

Tato diplomová práce je zaměřena na problematiku správné přípravy metalografických výbrusů elektronických prvků. To zahrnuje volbu vhodných materiálů, které se při přípravě využívají a volbu správných postupů. V první části práce jsou uvedené produkty dostupné na trhu, které svými vlastnostmi splňují dané požadavky. Aby bylo možné rozhodnout o vhodnosti produktů, bylo nutné se blíže seznámit s principy metalografické přípravy výbrusů a vlastnostmi celé řady různých produktů a materiálů. Informace pro tuto část byly čerpány především z nabídek jednotlivých výrobců metalografického vybavení [3, 4, 5, 6].

V další části práce jsou uvedeny základní postupy a způsoby zacházení s materiálem a vybavením. Tato část je důležitá především pro pochopení celkového průběhu přípravy a zároveň pro lepší pochopení následující části. Uvedené základní postupy jsou souhrnem celé řady informací získaných ze zdrojů, jež se zabývají metalografickou přípravou [1, 7, 8, 9, 10].

Jednu z nejdůležitějších částí pak tvoří nalezené postupy, které jsou vhodné pro přípravu výbrusů elektronických prvků. Jde o takové postupy, které svými vlastnostmi nejlépe odpovídají specifickým potřebám elektronických prvků. Jako zdroj těchto postupů posloužila především rozsáhlá publikace [1] zahrnující téměř všechny aspekty metalografie.

Praktická část práce je spojena s nalezením vhodných postupů a jejím smyslem bylo vyzkoušet a prakticky si ověřit získané znalosti. Dalším úkolem bylo vyzkoušet, s použitím dostupného vybavení, aplikaci nalezených postupů, případně principy a materiály použité v jednotlivých krocích těchto postupů.

# 1 Od metalografie k materiálografii

Moderní technologie a vědy, zabývající se materiály, zkoumají mikrostrukturu téměř všech pevných materiálů. Klasické označení metalografie není tedy úplně přesné a spíše by se mělo mluvit o materiálografii. Toto označení navrhli v roce 1968 pánové Crowther a Spanholtz a dnes mnohem lépe vystihuje výzkum struktury nespočetného množství existujících materiálů. Také označení osoby – metalograf by mělo být zaměněno za přesnější materiálograf. Stále je však možné se setkat s označením metalografie i v souvislosti s jinými než kovovými materiály [1].

G. Petzow definoval materiálografii (metalografii) jako výzkumnou metodu z oboru materiálových věd, která zahrnuje optické vyšetření mikrostruktury a jejímž cílem je kvalitativní a kvantitativní popis mikrostruktury [1].

Termín materiálografie zahrnuje výzkum struktury keramik, kovů, plastů, minerálů a dalších materiálů. Materiálografie poskytuje pohled na strukturu a to jak na celkovou, tak i na detailní v řádech desetin nm [1, 2].

Materiálografie však není jen obor zabývající se pouhým zkoumáním struktury, ale zahrnuje všechny kroky od odebrání reprezentativního vzorku, přes jeho správnou přípravu a až po pozorování jeho struktury a vyhodnocení získaných informací [1].

Materiálografie nachází uplatnění všude tam, kde je potřeba nějakým způsobem hodnotit vnitřní strukturu materiálů. Představuje vhodný nástroj pro výzkum, zlepšování kvality výroby a analýzu závad materiálů. Obory využívající materiálografii pak mohou být například stavařství, letectví, elektrotechnika, automobilový průmysl nebo strojírenství [2].

## 2 Materiály/média pro přípravu výbrusů

Pro přípravu metalografických výbrusů je potřeba celá řada materiálů a přístrojového vybavení. Dostupnost těchto produktů je dnes velmi dobrá. Na internetu je možné nalézt několik velkých společností, zabývajících se výhradně tímto odvětvím. Ty většinou vyrábějí a nabízejí kompletní vybavení pro metalografické laboratoře. Vedle těchto velkých společností působí na trhu i celá řada dalších, menších. V jejich nabídce lze pak najít vybrané spotřební zboží pro metalografii.

Pokud se zaměříme na velké výrobce a jejich sortiment, lze obecně říct, že jejich nabídka je víceméně stejná. Jednotlivé produkty mají velmi podobné vlastnosti a většinou největší rozdíl představuje jiný obchodní název. Je to pochopitelné, protože společnosti musí respektovat technologické možnosti pro výrobu výbrusů a také nabídku konkurence. Pro zákazníka, například specializovanou laboratoř, je to výhodou, neboť může vybírat z široké nabídky produktů.

Mezi některé větší společnosti nabízející metalografický sortiment patří:



Obrázek 2.1 – Loga společností - Buehler [3], Struers [4], Pace Technologies [5], Leco Corporation [6]

Některé společnosti poskytují ke svým produktům i základní know-how pro správnou přípravu výbrusů. Většinou ve formě katalogů, návodů, ale lze najít i poměrně rozsáhlé průvodce [7, 8, 9, 10], poskytující informace a doporučení pro celou přípravu.

## 2.1 Požadavky pro elektronické prvky

Je dostupné velké množství různých materiálů a technologií pro výrobu metalografických výbrusů. Nelze je však užívat univerzálně. Pro tvorbu kvalitních výbrusů je nutné volit jen vhodné materiály a postupy. Jejich volba se primárně odvíjí od vlastností zkoumaného prvku. Jednou takovouto skupinou jsou elektronické prvky, součástky a struktury. Ty mají své specifické vlastnosti, které musí při výrobě výbrusu brány v úvahu [7].

Pro správnou přípravu výbrusu je nutné mít představu o složení vzorku a o vlastnostech materiálů, které jsou použity v jeho konstrukci. Většinou je způsob přípravy volen tak, aby co nejlépe vyhovoval materiálu, který má být zkoumán. Pro vytvoření kvalitního výbrusu je však nutné brát v úvahu i ostatní přítomné materiály. Opomenutí jedinečného složení elektronických prvků během přípravy může mít za následek vznik nežádoucích jevů. Těmi může být například zakulacení hran, vznik reliéfu, zachycení zrn abrasiv do výbrusu nebo popraskání vzorku. Některé tyto jevy pak mohou být chybně vyhodnoceny jako vady vzniklé při výrobě nebo jinými vlivy [1].

Následující kapitoly budou rozděleny podle jednotlivých fází přípravy výbrusů. V každé kapitole budou zmíněny především ty produkty, které jsou vhodné pro přípravu výbrusů elektronických prvků.

## 2.2 Odběr vzorku

Odebrání vzorku představuje první krok při tvorbě metalografického výbrusu. Jeho smyslem je získání takového vzorku, který bude obsahovat předmět dalšího zkoumání (pájený spoj, křemíkový čip, pokovený otvor v desce plošných spojů) a zároveň bude vhodné velikosti pro další kroky přípravy. Pokud je prvek, určený pro výbrus, vhodné velikosti (neosazená součástka) není nutné jej nijak upravovat a může být rovnou použit.

Odebráním vzorku nesmí být ovlivněna jeho vnitřní struktura. Vzorek by neměl být při odběru plasticky deformován a jeho teplota by neměla dosáhnout teploty případných strukturálních změn. Pro odebrání vzorků elektronických prvků je vhodné použít metody umožňující co nejšetrnější oddělení požadované části od celku [7].

### 2.2.1 Precizní frézky

Pro zajištění kvality při výrobě desek plošných spojů (DPS) se kontrolují některé vlastnosti vyrobených desek. Hlídá se, aby desky měly odpovídající tloušťky materiálů vodivých cest, pokovených otvorů a nepájivých masek. Pro takovou kontrolu je nutné část desky oddělit a podrobit materiálografickému zkoumání. K tomuto účelu se využívá tzv. kupónů. Jedná se o malý vzorek reprezentující sledované parametry. Většinou se na něm kromě vodivých cest nalézá i několik pokovených otvorů. K získání kupónu (vzorku) se nejčastěji používají malé precizní frézky. Ty představují dostatečně šetrný systém pro tvorbu takovýchto vzorků [1].

### 2.2.2 Precizní pily

Precizní pily jsou v materiálografii běžně používány pro řezání malých, citlivých nebo velmi tvrdých materiálů. Jak napovídá název, tyto pily jsou primárně určeny pro jemné a precizní řezání. Jsou vybaveny řeznými kotouči velikostí od 3 do 8 palců (velikosti se mohou lišit podle výrobce a specifického modelu pily). Dnes se většinou jedná o automatická zařízení, umožňující nastavení síly mezi kotoučem a řezaným prvkem i otáček kotouče. Pro potřebu přípravy elektrotechnických výbrusů se nejčastěji používají diamantové řezné kotouče. Tyto kotouče jsou tenké, většinou z kovu s obvodovou částí potaženou diamantovým abrazivem (zrny) [7].

Jednotlivé řezné diamantové kotouče se liší jednak průměrem, ale i jemností použitého diamantové zrna a jeho koncentrací po obvodu [5]. Čas potřebný pro provedení řezu diamantovým kotoučem je větší než při použití jiných řezných technologií a i tlak působící mezi kotoučem a prvkem musí být vzhledem ke křehkosti menší. Na druhou stranu při řezu vzniká méně tepla a hloubka poškození vznikající v prvku je výrazně menší [7].

Vzhledem k rozmanitosti materiálů používaných pro elektronické prvky, může být volba vhodného řezného kotouče složitější. Například na běžné osazené DPS lze najít materiály tvrdé a křehké (Si čipy, keramické součástky), materiály měkké (kompozit substrátu, vodivé cesty) i další (plastové patice, konektory). Pak je nejlepší zvolit řezný kotouč, který bude nejšetrnější ke zkoumané struktuře. Výhodou diamantových řezných kotoučů je, že jsou vhodné pro poměrně široké spektrum materiálů [1, 7].

Při volbě vhodného kotouče je nejlepší postupovat podle pokynů výrobců, kteří ke svému sortimentu většinou poskytují i doporučení pro nejvhodnější použití. V tabulce 2.1 jsou uvedeny některé řezné kotouče vhodné také pro elektronické prvky.

Tabulka 2.1 – Vybrané diamantové řezné kotouče [3, 4, 5]

| Výrobce           | Série/název          | Vhodné pro   |
|-------------------|----------------------|--|
| Buehler           | Series 15HC Diamond  | Kovové a nekovové slitiny, měď, hliník, kompozity, DPS...                        |
| Buehler           | Series 10 LC Diamond | Středně tvrdá až měkká keramika, elektronická pouzdra, nezapouzdřené IO, GaAs... |
| Pace Technologies | WB-0040LC            | Křehké materiály – mikroelektronika, keramika a minerály                         |
| Struers           | MOD13 Diamond        | Křehčí materiály   |

## 2.3 Zapouzdření vzorku

Materiálografický vzorek upravený na vhodnou velikost je potřeba zapouzdřit do odpovídající nosné hmoty. To má několik důvodů. Se zapouzdřeným vzorkem se dále snáze pracuje než s pouhým nezapouzdřeným vzorkem a okolní hmota pomáhá zpevnit a zachovat strukturu vzorku [7]. Navíc má zapouzdřený vzorek většinou standardní válcový tvar a je tedy možné jej v následujících krocích použít v automatických zařízeních. Zvolená metoda zapouzdření vzorku do nosné hmoty by v žádném případě neměla představovat riziko pro mikrostrukturu vzorku. Tlak a teplota jsou nejčastějšími zdroji změn struktury vzorku [1, 7, 9].

K zapouzdření vzorků se používají pryskyřice různých vlastností a k jejich aplikaci dvě metody:

- Zalisování za tepla
- Zalévání za studena

U obou metod je vzorek obklopen pryskyřicí, která po vytvrzení vytvoří pevné pouzdro kolem vzorku. Obě metody se liší jak průběhem, tak i parametry (teplota a tlak) Při metodě zalisování za tepla se pro aplikaci pryskyřice využívá působení vysokých teplot (150 až 200 °C) a vysokého tlaku (200 až 300 bar). Tyto parametry jsou pro elektronické prvky nevhodné a jejich působením by mohlo dojít k poškození vzorku nebo k pozměnění vnitřní struktury. Používaná a dostatečně šetrná je pouze metoda zalévání za studena [3, 5, 7].

### 2.3.1 Zalévání za studena

Na rozdíl od zalisování za tepla není potřeba k zapouzdření vzorku působení zvýšené teploty a tlaku. Proto je tato metoda vhodná pro vzorky citlivé na teplo a/nebo tlak [1, 7].

Tato metoda využívá monomerických pryskyřic, které po smíchání s tvrdidlem začínají polymerizovat. Polymerizace pryskyřice je exotermní reakce, při které je uvolňováno teplo. Množství uvolněného tepla je různé pro jednotlivé druhy pryskyřic. Polymerizací pryskyřice vzniká po určité době poměrně tvrdé a odolné pouzdro [5].

Pro zalévání materiálografických vzorků se využívají především tyto druhy pryskyřic:

- Epoxidové pryskyřice
- Akrylátové pryskyřice
- Polyesterové pryskyřice.

Většinou se jedná o dvousložkové pryskyřice, sestávající z pryskyřice a tvrdidla. U převážně většiny dostupných výrobků je tvrdidlo ve formě kapaliny a pryskyřice buď jako kapalina nebo jako prášek. Smícháním těchto dvou prvků započne proces polymerizace. Doba potřebná k vytvrzení pryskyřice je závislá především na [1, 9]:

- Použitím druhu pryskyřice
- Zvoleném poměru pryskyřice a tvrdidla
- Velikosti odlitku
- Teplotě okolí při vytvrzování.

Průběh vytvrzování a již vytvrzené pryskyřice mají své specifické parametry. Mezi nejdůležitější patří: doba vytvrzování, maximální teplota exotermní reakce, tvrdost a smrštění vytvrzené pryskyřice. V tabulce 2.2 jsou uvedeny orientační hodnoty pro jednotlivé druhy pryskyřic.

Tabulka 2.2 – Druhy pryskyřic pro zalévání za studena a jejich vlastnosti [3, 5]

| Parametry               | Druhy pryskyřice                  |  |              |
|-------------------------|-----------------------------------|--|--------------|
|                         | Epoxidová                         | Akrylátová                                       | Polyesterová |
| <b>Max. teplota</b>     | 55-190 °C                         | 80-120 °C  | 40 °C        |
| <b>Tvrdość Shore D</b>  | 82                                | 80   | 76           |
| <b>Doba vytvrzování</b> | 30 min až 9 hod                   | 10-30 min  | 6-8 hod      |
| <b>Vlastnosti</b>       | Střední tvrdost, nízká smršřivost | Rychlé vytvrzení, průsvitná, částečná smršřivost | Průhledná    |

Je vidět, že některé vlastnosti mají poměrně velký rozsah hodnot. Je to dáno tím, že výrobci pro jednotlivé druhy pryskyřic nabízejí i několik variant. Pryskyřice mohou mít různá minerální nebo kovová plniva, některé jsou určeny pro rychlé vytvrzení, jiné obsahují barviva zvýrazňující povrchovou strukturu vzorku. Volba vhodné pryskyřice závisí na vzorku a zamýšleném způsobu jeho pozorování. Dále budou uvedeny jednotlivé druhy pryskyřic a některé jejich dostupné varianty [3, 4, 5, 6].

### 2.3.1.1 Epoxidové pryskyřic

Spolu s akrylátovými jsou epoxidové pryskyřice nejběžnější pro zalévání za studena. Běžně se jedná o dvousložkové pryskyřice tvořené tekutou pryskyřicí a tekutým tvrdidlem. Výrobci nabízejí různé varianty, které jsou vhodné pro odlišné aplikace. Některé mají rychlejší dobu vytvrzování, ale na úkor většího tepla vznikajícího při exotermní reakci, jiné mají velmi malou viskozitu a jsou vhodné pro zalévání pórovitých materiálů a pro vakuové zalévání [3, 4, 5].

Pro představu je uvedeno několik všeobecných vlastností epoxidových pryskyřic [5]:

- Mají velmi malou smrštitost
- Mohou být relativně dobře průhledné
- Mají delší dobu vytvrzování
- Při vytvrzování se uvolňuje poměrně málo tepla (v závislosti na době vytvrzování)
- Mají výbornou přilnavost ke vzorku
- Mají výbornou chemickou odolnost
- Jsou poměrně tvrdé
- Umožňují vakuové zalévání
- Jsou dražší než akrylátové.

Epoxidové pryskyřice umožňují dobré zalití pórovitých, zkorodovaných nebo zoxidovaných vzorků. Pro další potřeby je možné do pryskyřice přidat barviva nebo fluorescenční činidla, aby bylo možné pozorovat povrchovou strukturu vzorku [7]. V tabulce 2.3 je několik zástupců epoxidových pryskyřic vybraných výrobců a jejich vlastností.



Tabulka 2.3 – Vybrané epoxidové pryskyřice [3, 4, 5]

| Název        | Výrobce           | Vlastnosti  |
|--------------|-------------------|---|
| EpoThin      | Buehler           | Nízká viskozita, malá smrštivost, doba vytvrzování 9 hod při pokojové teplotě, max. teplota 55 °C |
| QUICKMOUNT 2 | Pace Technologies | Vyšší viskozita, velká smrštivost, doba vytvrzování 30 min, max. teplota 190 °C                   |
| SpeciFix-20  | Struers           | Vhodná pro vakuové zalévání, doba vytvrzování 8 hod při pokojové teplotě, max. teplota 60 °C      |

### 2.3.1.2 Akrylátové pryskyřice

Akrylátové pryskyřice jsou druhým zástupcem pro zalévání za studena. Proti epoxidovým mají některé odlišné vlastnosti a jsou vhodné pro jiné použití. Tento druh pryskyřice nabízejí výrobci ve formě akrylátového prášku a kapalného tvrdidla. Jedná se tedy také o dvousložkový systém. Hlavní předností akrylátových pryskyřic je jejich krátká doba potřebná pro vytvrzení. Tyto časy se pohybují v rozmezí od 5 do 30 min v závislosti na zvoleném produktu. Teplo vznikající při exotermní reakci je však všeobecně větší než u epoxidových pryskyřic. Při vytvrzování může odlitek dosáhnout maximálních teplot od 80 do 120 °C v závislosti na použitém produktu a zvoleném poměru při přípravě pryskyřice. Akrylátové pryskyřice mají také větší smrštivost než epoxidové a po vytvrzení často vznikne mezera mezi vzorkem a pryskyřicí. Jejich tvrdost je obdobná jako u epoxidových, ale existují i produkty, kde je akrylátový prášek vybaven minerálními plnivými. Ty pak mají po vytvrnutí vyšší tvrdost (VariDur 3000 – tvrdost 90 Shore D [3]) a jsou vhodné pro zapouzdření tvrdších vzorků (např.: keramické substráty) [3, 5, 7].

Pro představu je uvedeno několik všeobecných vlastností akrylátových pryskyřic [3, 5]:

- Mají jistou smrštivost
- Mohou být relativně dobře průhledné
- Mají krátkou dobu vytvrzování
- Při vytvrzování se uvolňuje více tepla
- Mají výbornou chemickou odolnost
- Jsou poměrně tvrdé
- Nejsou vhodné pro vakuové zalévání

- Až do úplného vytvrzení mají výrazný zápach.

Použití akrylátových pryskyřic je vhodné tam, kde je nutné zapouzdřit vzorky v krátkém čase a není kladen takový důraz na zachování okrajových hran vzorku. Problém by mohl vzniknout při zalévání většího množství vzorků najednou, neboť od smíchání obou složek pryskyřice do počátku tuhnutí je jen několik jednotek minut.

V tabulce 2.4 je několik zástupců akrylátových pryskyřic vybraných výrobci a jejich vlastností.

Tabulka 2.4 – Vybrané akrylátové pryskyřice [3, 4, 5]

| Název      | Výrobce           | Vlastnosti  |
|------------|-------------------|---|
| VariKleer  | Buehler           | Bezbarvá, při zalití pod tlakem velmi dobře průhledná pro běžné použití, doba vytvrzování 10-15 min při pokojové teplotě, max. teplota 100 °C |
| SUPERMOUNT | Pace Technologies | Se skelným plnivem, velmi tvrdý, doba vytvrzení 10 min  |
| ClaroCit   | Struers           | Bezbarvý, při zalití pod tlakem velmi dobře průhledný, doba vytvrzení 20 min při pokojové teplotě, max. teplota 90 °C                         |

### 2.3.1.3 Polyesterové pryskyřice

Polyesterové pryskyřice se používají k tvorbě velmi čistých a dokonale průhledných pouzder. Jsou vhodné pro zalití vzorků určených k vystavení a pro tvorbu velkých odlitků. Vyznačují se velmi silným zápachem. Pro zapouzdření elektronických prvků určených k tvorbě výbrusu se však lépe hodí pryskyřice epoxidové nebo akrylátové [5].

## 2.4 Broušení zapouzdřeného vzorku

Broušení je následující krok po zapouzdření vzorku a jeho vytvrzení. Případně mu může předcházet ještě dodatečné řezání. To v případě, že rovina určená k pozorování je příliš vzdálená a broušením by bylo nutné odebrat velké množství materiálu. Pro broušení se používají různá abrasiva dostupná v celé řadě zrnitostí. Při broušení se logicky postupuje od použití největších zrnitostí k jemnějším. Broušení na nejhrubším zvolené zrnitosti má za úkol

vytvořit na výbrusu rovinu a zároveň odebrat přebytečný materiál a tím se přiblížit k rovině pozorování. Postupné použití menších zrnitostí brusných produktů má připravit povrch výbrusu pro leštění. Ve chvíli jemnost abrasiva dosáhne určité úrovně, se začíná jednat již o leštění. Pokud je velikost abrasivních částic menší než 6  $\mu\text{m}$ , dá se již mluvit o hrubém leštění [7].

Jak bylo zmíněno, pro broušení jsou dostupná různá abrasiva. Ty se od sebe liší jak svými vlastnostmi, tak i cenou. Mezi běžně používaná patří karbid křemíku (SiC), oxid hlinitý ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) a diamanty. Pro výbrusy elektronický prvků se dnes nejčastěji používají dva druhy abrasiv [3, 4, 5, 7]:

- SiC – karbid křemíku
- Diamanty.

Brusné produkty používající tato abrasiva nabízejí výrobci v různých provedeních. V převážné většině se jedná o kotouče kruhového tvaru, které se využívají v manuálních, poloautomatických nebo plně automatických zařízeních. Brusné kotouče se od sebe liší jak zrnitostí použitého abrasiva, tak i samotným provedením kotouče. Některé kotouče jsou ve formě brusných papírů, jindy je abrasivo pomocí pryskyřice uchyceno na kovový plát. Provedení těchto kotoučů je napříč výrobci velmi podobné, i když každý má své mírně odlišné způsoby, například rozprostření abrasiva na ploše brusného kotouče [3, 4, 5].

## 2.4.1 SiC- karbid křemíku

Karbid křemíku je velice dobré abrasivum. V přírodě se vyskytuje jen velmi vzácně, proto se vyrábí průmyslově, vysokoteplotní reakcí mezi křemíkem a uhlíkem. Je chemicky inertní a za normálních podmínek nereaguje s téměř žádným známým materiálem. Má hexagonální krystalickou strukturu a tvrdostí se řadí mezi korund a diamant, tedy k nejtvrdějším známým materiálům [5, 11]. Vzhledem k tvrdosti a ostrým hranám jednotlivých zrn představuje ideální abrasivo pro řezání a broušení. Karbid křemíku je také poměrně křehký. Při působení vyššího tlaku se jeho zrna rozštípnou a vzniknou nové ostré hrany. Tento jev se nazývá samoostření a pomáhá prodloužit životnost brusných produktů [5].

Brusné produkty používající karbid křemíku se vyrábí v různých zrnitostech. Jednotlivé zrnitosti mají svoji odpovídající velikosti použitého zrna. Některé brusné vybavení, především brusné papíry, používají standardizovanou velikost zrna. Produkty vyráběné v USA se řídí standardem ANSI/CAMI (B74.18-1996), evropské pak standardem FEPA (43-GB-1984, R

1993). V tabulce 2.5 je uvedeno srovnání značení zrnitostí mezi americkým a evropským standardem [7].

Tabulka 2.5 – Porovnání standardů pro označení tříd zrnitostí [7]

| FEPA (evropský standard) |   | ANSI/CAMI (americký standard) |   |
|--------------------------|---|-------------------------------|---|
| Třída zrnitosti          | Průměrná velikost zrn [ $\mu\text{m}$ ] | Třída zrnitosti               | Průměrná velikost zrn [ $\mu\text{m}$ ] |
| P60                      | 269,0                                   | 60                            | 268,0                                   |
| P80                      | 201,0                                   | 80                            | 188,0                                   |
| P100                     | 162,0                                   | 100                           | 148,0                                   |
| P120                     | 127,0                                   | 120                           | 116,0                                   |
| P180                     | 78,0                                    | 180                           | 78,0                                    |
| P240                     | 58,5                                    | 220                           | 66,0                                    |
| P280                     | 52,2                                    | 240                           | 51,8                                    |
| P320                     | 46,2                                    | -                             | -                                       |
| P360                     | 40,5                                    | 280                           | 42,3                                    |
| P400                     | 35,0                                    | 320                           | 34,3                                    |
| P500                     | 30,2                                    | 360                           | 27,3                                    |
| P600                     | 25,8                                    | 400                           | 22,1                                    |
| P800                     | 21,8                                    | -                             | -                                       |
| P1000                    | 18,3                                    | 500                           | 18,2                                    |
| P1200                    | 15,3                                    | 600                           | 14,5                                    |
| P1500                    | 12,6                                    | 800                           | 12,2                                    |
| P2000                    | 10,3                                    | 1000                          | 9,2                                     |
| P2500                    | 8,4                                     | 1200                          | 6,5                                     |
| P4000*                   | 5,0*                                    | -                             | -                                       |

\* Zrnitosti podle evropského standardu FEPA jsou stanoveny jen do P2500. Menší zrnitosti jsou určeny podle uvážení výrobců. Výše zmíněné hodnoty jsou jen doporučené a jednotliví výrobci mohou nabízet produkty jiných zrnitostí.

Nabízené produkty využívající karbid křemíku jsou u různých výrobců velmi podobné. Nejčastější formu představují brusné papíry. Karbid křemíku je na ně buď napařen, nebo připevněn pomocí pryskyřice. Takovýto brusný papír se upevní na nosný talíř a je připraven k použití. Brusné papíry, jejichž zadní strana není nijak upravená, se k talíři upevňují pomocí prstencového držáku. Brusné papíry jsou většinou voděodolné a tak se doporučuje navlhčení

nosného talíře pro větší adhezi. Takovéto papíry jsou nejlevnější. Vzhledem k nutnosti použití prstencového držáku nejsou vhodné pro poloautomatické a automatické brusné přístroje a nelze rovnoměrně využít celý jejich povrch. Dále většina výrobců nabízí brusné papíry vybavené tlakovou adhezní vrstvou. Takové je možné upevnit na brusný talíř pouze přitlačením. Dále jsou nabízeny nejrůznější systémy uchycení, kdy je brusný povrch vybaven magnetickou zadní stranou nebo je pomocí adhezní vrstvy upevněn na magnetický mezistupeň. Jejich výhodou je rychlá možnost výměny a vhodnost pro automatické přístroje. Nevýhodou je pak vyšší cena. K dostání je i brusný prach karbidu křemíku. Nabízen je v některých standardizovaných zrnitostech podle tabulky 2.5. Ten se aplikuje na vhodný nosný kotouč a pomocí malého množství vody naředí. V menší míře jsou nabízeny i brusné pásy, které nevyužívají pohybu rotačního, ale posuvného.

Broušení s použitím karbidu křemíku je vhodné především pro přípravu výbrusů neosazených DPS. Pro keramické součástky, substráty nebo křemíkové čipy je, vzhledem k jejich křehkosti a vyšší tvrdosti lepší použít diamantová abrasiva [1, 7].

## 2.4.2 Diamantové broušení

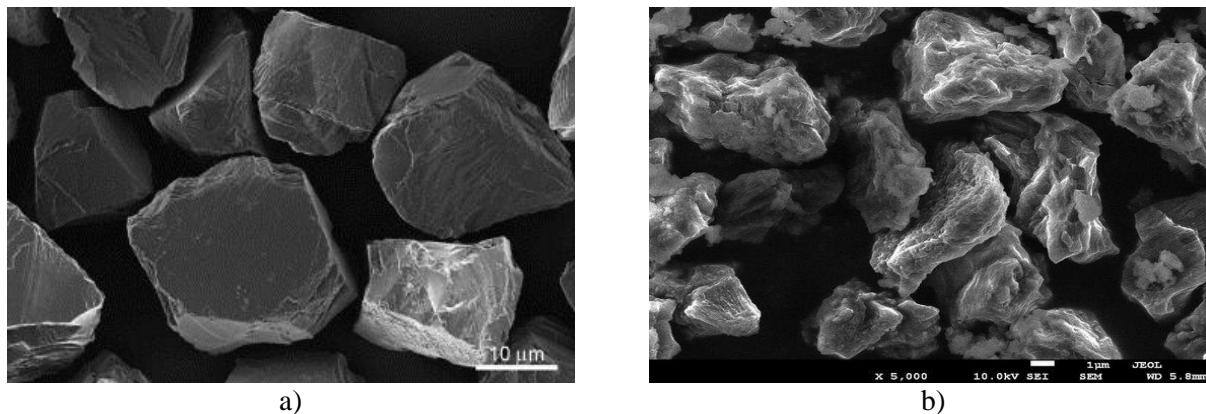
Diamant je nejtvrďší známý materiál a představuje vynikající abrasivum pro tvrdé materiály. Použití diamantů při přípravě metalografických výbrusů je dnes velmi rozšířené. Vznikají nové postupy pro přípravu výbrusů, kde diamantová abrasiva postupně nahrazují běžně používaný karbid křemíku [1, 7]. Na trhu jsou dostupné produkty různých zrnitostí, které pokrývají všechny třídy zrnitostí běžných SiC brusných papírů (tabulka 2.5). Pro ilustraci: nejhrubších diamantový brusný kotouč značky Buehler, Apex CGD, má velikost zrna 320  $\mu\text{m}$  [3].

Diamantová abrasiva pro broušení, ale i pro leštění, používají převážně průmyslově vyráběná diamantová zrna. Vyráběna jsou zrna dvou odlišných krystalických struktur [1, 5]:

- Monokrystalická diamantová zrna
- Polykrystalická diamantová zrna.

Monokrystalické diamanty mohou být buď přírodní, nebo uměle vytvořené. Polykrystalické diamanty se musí vyrábět průmyslovou cestou. Skládají z množství velmi malých krystalků. Proti monokrystalickým mají jejich krystaly větší počet řezných hran. Při metalografické preparaci způsobují tyto hrany vysoký úběr materiálu při nepatrné hloubce škrábanců. Monokrystalické diamanty mají větší tvar a poskytují menší počet řezných hran.

Tyto diamanty mají také vysoký úběr materiálu, ale proti polykrystalickým mohou způsobit větší poškrábání. Na obrázku 2.2 je vidět rozdíl mezi monokrystalickým a polykrystalickým diamantem [1, 4, 7].



Obrázek 2.2 – a) Struktura monokrystalického diamantu [12] b) Struktura polykrystalického diamantu [13]

Brusné produkty s diamantovými zrny jsou vhodné především pro tvrdé a křehké materiály. U elektronických prvků to mohou být například keramické součástky nebo substráty, křemíkové čipy nebo polovodiče [9]. Méně vhodné jsou pak pro měkké kovy (cín, olovo) kde se uvolněná zrna diamantů mohou zachytit do struktury kovu. Při správně volbě brusných produktů se však dá s diamanty provést velmi kvalitní a šetrné broušení [1, 7].

K dostání je celá řada produktů s diamanty v různých provedeních. Nabízené produkty jsou u různých výrobců opět velmi podobné. Diamantová brusná produkta lze sehnat ve formě brusných kotoučů, suspenzí a past. Kotouče se od sebe liší jednak zrnitostí použitých diamantů, ale i způsobem uchycení zrn na kotouč a materiálem podkladu. Zrnitost rozhoduje především o rychlosti úběru materiálu, způsob uchycení a materiál podkladu pak o trvanlivosti kotouče a jeho vlivu na rovnost broušeného povrchu (především u materiálů s různou tvrdostí). Dále mohou být kotouče opatřeny různými systémy uchycení (tlaková adhezivní vrstva, magnetický podklad nebo pomocí prstencového držáku). Diamantové suspenze a pasty jsou na hranici mezi broušením a leštěním – závisí to na použité zrnitosti. Většinou se aplikují na speciální textilní kotouče. Někteří výrobci nabízejí i systémy, které kombinují použití pevného brusného kotouče a diamantové suspenze nebo pasty [3, 4, 5, 7].

## 2.5 Leštění

Leštění představuje poslední krok v přípravě povrchu výbrusu. Povrch po leštění by měl být rovný, bez jakýchkoliv škrábanců, zachycených zrn abrasiv a zaoblených hran. Jen na takové povrchu lze pozorovat skutečnou mikrostrukturu. Pokud měl výbrus před závěrečným leštěním poškozenou strukturu, nebo nebyl dostatečně připraven broušením, je velmi pravděpodobné, že po leštění bude stále vykazovat některé nežádoucí jevy [7, 9].

Samotnému závěrečnému leštění ještě předchází hrubé leštění. Někdy může být řazeno jako jemné broušení, ale v podstatě jde o jeden a ten samý krok.

### 2.5.1 Hrubé leštění

Pro hrubé leštění se používají téměř výhradně diamantová abrasiva. Používaná zrnitost začíná na 6 nebo 3  $\mu\text{m}$ . Během hrubého leštění by měl být povrch výbrusu připraven do podoby vhodné k závěrečnému leštění. Pro vytvoření hladkého povrchu u tvrdých materiálů, jako je keramika a keramické substráty, lze použít i více kroků hrubého leštění (např.: 6, 3, 1  $\mu\text{m}$ ) [1, 7].

Diamantová abrasiva pro hrubé leštění jsou opět dostupná v různých provedeních. Nejčastěji se jedná o pasty nebo suspenze, které se aplikují na vhodný textilní kotouč. Jsou nabízeny i tzv. lapovací kotouče, u kterých jsou diamantová zrna pryskyřicí uchycena na velice tenkou nosnou fólii [5, 9]. V podstatě se jedná o alternativu k systému suspenze/pasta – textilní kotouč. Při použití textilního kotouče je výhoda volby z celé řady kotoučů různých vlastností. V tabulce 2.6 jsou uvedeny některé textilní kotouče značky Buehler, jež jsou vhodné pro hrubé, případně závěrečné leštění elektronických prvků.

Tabulka 2.6 - Vybrané textilní kotouče pro hrubé a jemné leštění značky Buehler [7]

| Název textilie | Použitelná abrasiva                                   | Doporučená zrnitost [ $\mu\text{m}$ ] | Vlastnosti povrchu                                       | Vhodné pro   |
|----------------|---|---------------------------------------|--|--|
| TexMet 1000    | Diamanty,<br>$\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{SiO}_2$ | 9 – 0,02                              | Měkký, netkaný povrch                                    | Železné a neželezné kovy, keramiku, elektronická pouzdra, DPS, minerály, kompozity, plasty |
| TriDent        | Diamanty  | 9 – 1                                 | Měkčí, odolný, tkaný z umělých vláken, nepočesaný povrch | Železné a neželezné kovy, mikroelektronika, povrchové úpravy (povlaky)                     |
| MicroCloth     | Diamanty,<br>$\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{SiO}_2$ | 5 – 0,02                              | Umělá textilie, částečně počesaná                        | Železné a neželezné kovy, keramika, kompozity, DPS, plasty, elektronika                    |
| ChemoMet       | $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{SiO}_2$              | 1 – 0,02                              | Měkký, umělý povrch, mikro počesání                      | Titan, nerezavějící oceli, PbSn pájky, elektronická pouzdra, plasty                        |
| UltraPol       | Diamanty  | 15 – 1                                | Tvrký, tkaný, nepočesaný                                 | Minerály, keramika, zachování vměstků v ocelích a žáruvzdorných kovech                     |

## 2.5.2 Závěrečné leštění

Závěrečné leštění je poslední krok při přípravě metalografického výbrusu. Po něm je výbrus připravený ke zkoumání (v neleptaném stavu). Pro závěrečné leštění se většinou používají počesané textilie s vhodným leštícím médiem. Počesané textilie zmenšují tlak abrasiva na povrch výbrusu a tím umožňují vznik téměř hladkého povrchu bez škrábanců. Čas závěrečného leštění by měl být co nejnižší. Počesané textilie totiž také způsobují různý úběr materiálu v závislosti na jeho tvrdosti a může tak vzniknout reliéf (výškový rozdíl) mezi materiály a tím zakulacení hran. Nejčastěji používanými brusnými médii jsou oxidy křemíku ( $\text{SiO}_2$ ) a hliníku ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [1].

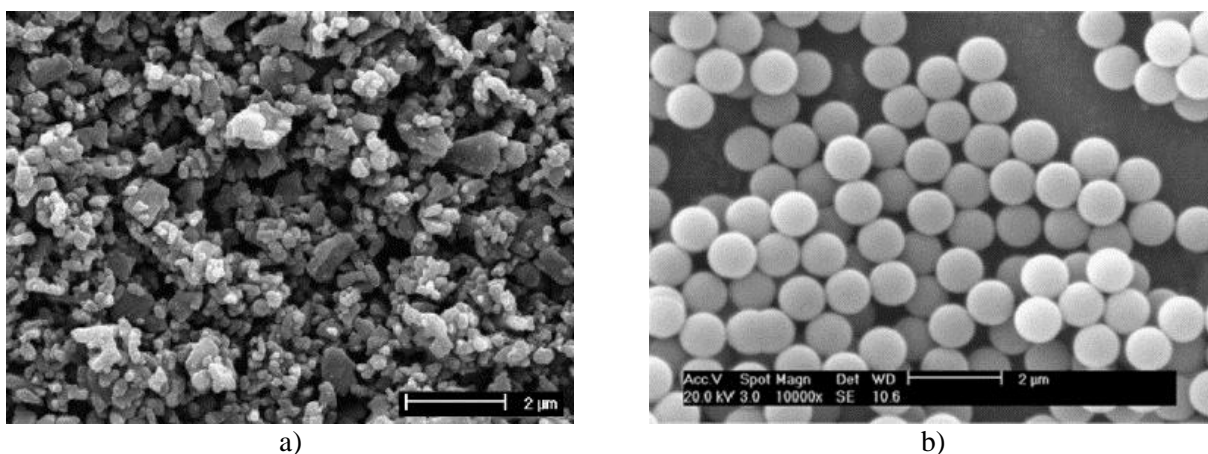
### 2.5.2.1 Oxid hlinitý

Oxid hlinitý je v metalografii běžně používaným leštícím médiem. Dříve byl používán i pro hrubší leštění, ale ne s dobrými výsledky. V moderní přípravě je využíván jen



v závěrečném leštění a to v zrnitostech od 1 do 0,05  $\mu\text{m}$ . Oxid hlinitý se vyrábí nejčastěji ve dvou krystalických strukturách – alfa a gama. Alfa krystaly mají poměrně ostré hrany a poskytují tak vyšší úběr materiálu, zatímco gama krystaly jsou více zaoblené s menším úběrem. Ty jsou pro závěrečné leštění nejvhodnější [1].

Oxid hlinitý je dostupný ve formě suspenzí nebo prášků (obrázek 2.3 a)). Suspenze jsou připraveny přímo k použití, prášek je nutné smíchat s destilovanou vodou, případně glycerinem nebo alkoholem, aby vznikla suspenze. Produkty ve formě suspenzí také tolik netrpí na shlukování částic. To může způsobit vznik větších skupin částic. Ty se sice během leštění rozpadají, ale mohou způsobit nežádoucí poškrábání. [1, 9].



Obrázek 2.3 – a) Částice oxidu hlinitého [14] b) Kulový tvar částic  $\text{SiO}_2$  [15]

### 2.5.2.2 Koloidní silika

Koloidní silika (suspenze  $\text{SiO}_2$ ) byla původně vyvinuta pro přípravu křemíkových substrátů (waferů), ale našla své uplatnění i v materiálografii. Její zrnitost je velmi jemná (od 0,1 do 0,02  $\mu\text{m}$ ) a jednotlivá zrna jsou téměř kulatá (obrázek 2.3 b)). Oproti oxidu hlinitému jsou zrna siliky podstatně měkčí a způsobují velmi malý úběr materiálu. Díky těmto vlastnostem se hodí pro závěrečné leštění [1, 7].

Silika je amorfní struktury a pH její suspenze se pohybuje v rozmezí od 8,5 do 11. Koloidní silika může dosahovat až 50% podílu pevných částí, i přesto si však zachovává vlastnosti suspenze. Kombinací vysokého pH a abrasivních účinků zrn dochází k tzv. chemicko-mechanickému leštění [1]. U tvrdých materiálů (sklo, keramika) se uplatňuje hlavně chemické leštění. Pro kovy, kompozity a mikroelektronické komponenty se silika

chová jako tradiční abrasivum a povrch leští především mechanicky [9]. Při leštění se musí dbát na to, aby nedošlo k vyschnutí koloidní siliky, protože pak se stává nestabilní a dochází ke krystalizaci [7].

## **2.6 Leptání**

Leptání je způsob úpravy finálního povrchu výbrusu, který má zvýraznit vybrané strukturní prvky. V podstatě se jedná o různé metody narušování struktury povrchu. Leptání lze provést působením chemických sloučenin, fyzikálních veličin (teplo, mechanické namáhání), pomocí elektrochemických reakcí nebo prostřednictvím různých povrchových úprav a nanášením tenkých filmů na povrch výbrusu [1, 7].

Prostředky pro leptání nejsou běžnou součástí nabídky výrobců. U převážné většiny leptacích prostředků se totiž jedná o chemické sloučeniny, které je nutné připravit. V kapitole 4 jsou zmíněny některé chemické sloučeniny a jejich složení, která jsou vhodná po leptání struktur elektronických prvků. Ve zdrojích [1, 5, 7, 10] lze nalézt různá leptadla i jejich podrobné složení pro případnou přípravu.

Mezi dostupné prostředky, které mají schopnost povrch výbrusu naleptat, patří především koloidní silika s vysokým pH a některé suspenze oxidu hlinitého, které mají upravené pH. Leptání tedy probíhá během závěrečného leštění a jedná se o chemicko-mechanické leštění [5].

## 3 Základní postupy a přístrojové vybavení

V této kapitole budou popsány základní postupy a přístroje, které se využívají při tvorbě metalografických výbrusů elektronických prvků.

### 3.1 Odběr vzorku

#### 3.1.1 Odběr pomocí precizní pily

Pokud je vzorek, který má být podroben zkoumání, součástí většího celku, je nutné jej vhodnou a šetrnou metodou oddělit. Pro účel přípravy výbrusů elektronických prvků se nejčastěji používají precizní pily, vybavené diamantovými řeznými kotouči. Precizní pily jsou různých provedení od větších poloautomatických zařízení, která hlídají parametry řezání, až po menší, které je nutné obsluhovat manuálně. Bez ohledu na provedení pily je pro tvorbu kvalitního výbrusu nutné dodržovat několik zásad.

##### 3.1.1.1 Volba kotouče a jeho údržba

Nejlepší volbou pro řezání elektronických prvků jsou diamantové řezné kotouče. Tělo diamantového kotouče je nejčastěji z kovu a diamantová zrna jsou uchycena po jeho obvodu a to buď v souvislé vrstvě, nebo v přerušovaných segmentech [1].

Nejdůležitější parametry kotouče jsou velikost použitého zrna, způsob uchycení abrasiva ke kotouči a koncentrace abrasiva. Způsob uchycení abrasiva rozhoduje o tom, při jakém tlaku se zrna odlomí a odkryjí tak další neobroušená. U diamantových řezných kotoučů se používá uchycení zrn do kovu a do pryskyřice (bakelitu). Kotouče s uchycením pryskyřicí se obecně používají pro houževnaté materiály, protože při řezání dochází k rychlejšímu obnažení nových, ostrých zrn a zůstává tak zachována řezná schopnost kotouče. Uchycení zrn kovem se používá nejčastěji pro tvrdé a křehké materiály. Koncentrace abrasiva určuje množství zrn po obvodu kotouče. Vysoká koncentrace se používá pro měkčí materiály, nízká pro nejtvrďší materiály jako keramiku. Koncentrace zrn po obvodu také určuje sílu působící na jednotlivá zrna. U nízkých koncentrací je řez rychlejší, protože síla působící na jedno zrno je větší [1, 9].

Vzhledem k trvanlivému uchycení zrn u diamantových kotoučů se může stát, že se po nějaké době sníží řezná schopnost kotouče. K obnovení řezné schopnosti je pak nutné odstranit opotřebovanou nebo zanesenou vrstvu diamantových zrn. Tomuto postupu se říká ostření. Ostření se provádí ostřícím hranolem, který je vyroben z velmi tvrdého materiálu. Tím může být například karbid křemíku (SiC) nebo slinitý oxid hlinitý ( $Al_2O_3$ ). Ostřicí hranol se na několik sekund přiloží k rotujícímu kotouči a tím dojde k odstranění opotřebovaných zrna a k obnažení nových [1, 7].

Pokud není diamantový řezný kotouč používán, měl by být vysušen a skladován naležato na suchém a rovném místě. Zvláště u velmi tenkých kotoučů je třeba dávat pozor, aby nedošlo k ohnutí kotouče [1].

### 3.1.1.2 Uchycení vzorku

Uchycení vzorku je důležité pro čisté a bezproblémové provedení řezu. Způsob uchycení se dá rozdělit podle toho, jestli se jedná o zapouzdřený vzorek (klasický válcovitý tvar) nebo o nezapouzdřený vzorek. Pokud má být řezán nezapouzdřený vzorek, případně celek, ze kterého má být vzorek odebrán, je možné jej držet v rukách nebo ho upevnit do držáku. Ruční uchopení lze použít hlavně s menšími pilami a u odolnějších vzorků, kde není takové riziko poškození vnitřní struktury. Pokud z nějakého důvodu nelze nebo není žádoucí držet nezapouzdřený vzorek rukami, musí být uchycen do držáku. Provedení držáku je často podobné svěráku, kdy je vzorek držen mezi dvěma čelistmi. Tento způsob uchycení může představovat problém především u citlivějších a členitějších vzorků, neboť pro pevné uchycení musí být vyvinut dostatečný tlak mezi čelistmi [1].

Uchycení zapouzdřeného vzorku je jednodušší, protože nehrozí poškození samotného vzorku. Pouzdra jsou také velmi často standardních velikostí a některé systémy držáků jsou pro ně přímo upraveny. Řezání zapouzdřeného vzorku se používá pro šetrné přiblížení k cílové rovině.

Pro řezání zapouzdřeného vzorku je vhodné, aby byly uchyceny obě části, které vzniknou po přeříznutí. Pokud je uchycena jen jedna část, může dojít k sevření až zaseknutí vzorku na řezném kotouči. Takové zaseknutí způsobuje teplotní rozpínání nerozřizlého materiálu. Pro omezení tohoto nežádoucího jevu je v závěrečné fázi řezání dobré snížit sílu a tím i tlak mezi kotoučem a materiálem vzorku. Omezí se tím nárůst teploty ve zbývajícím materiálu. Pomoci může také přerušované (oscilační) řezání, které umožní ochlazení zbývajícím materiálu [1].

### 3.1.1.3 Parametry řezání

Mezi parametry, které se nastavují pro průběh řezání, patří otáčky kotouče (ot/min), rychlost posuvu kotouče (mm/s, mm/min) a zátěž nebo síla působící na vzorek (g, N). Ne všechny přístroje umožňují nastavení všech parametrů. Menší a levnější precizní pily umožňují nastavit otáčky kotouče (většinou do 500 ot/min) a konstantní zátěž působící na vzorek (většinou do 1 kg). Větší profesionální pily poskytují otáčky až do 5000 ot/min a místo konstantní síly působící na vzorek mají možnost nastavení rychlosti posuvu řezného kotouče (0,005-3,000 mm/s). Většina dražších modelů je vybavena elektronickým řízením průběhu řezání a je schopna snímat a upravovat např. rychlost posuvu kotouče v závislosti na jeho pozici [3, 4, 5].

### 3.1.1.4 Chlazení

Během řezání vzniká mezi diamantovým kotoučem a řezaným prvkem teplo. Pokud by nebylo odvedeno, mohlo by vést ke zvýšení teploty na takovou úroveň, že by mohly nastat strukturální změny řezaného povrchu. Také zahřívání řezného kotouče by mohlo způsobit jeho deformaci [1]. Při řezání je tedy nutné používat vhodnou chladicí kapalinu, která zajišťuje ochlazování řezaného vzorku i diamantového kotouče. Chladicí kapalina také pomáhá odplavovat obroušený materiál z místa řezu a čistí povrch řezného kotouče [9].

Velmi dobrou a levnou chladicí kapalinou je obyčejná voda. Existují ale i speciální chladicí roztoky. Některé roztoky mají protikorozní účinek a pomáhají chránit jak řezný kotouč, tak ti celou pilu. Existují i biocidní chladicí roztoky nebo aditiva, které zamezují tvorbě plísní v nádrži na chladicí kapalinu. Chladicí kapaliny jsou běžnou součástí sortimentu výrobců [1, 7].

## 3.1.2 Odběr pomocí precizní frézky

Pomocí precizních frézek se připravují především testovací kupóny z DPS. Pro přípravu i následné vyšetření kupónů jsou stanoveny některé standardní postupy [16]. Rozměry testovacího kupónu jsou většinou 10 na 20 mm s dvěma referenčními otvory. Někdy bývá kupón připraven již při výrobě DPS a lze jej z desky vylomit a použít rovnou k zapouzdření [1].

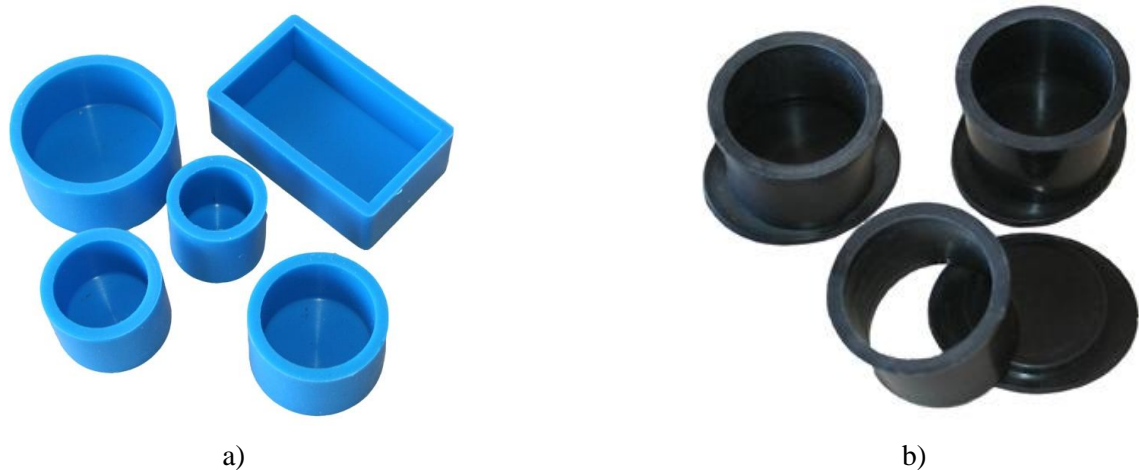
## 3.2 Zapouzdření vzorku

K zapouzdření vzorků elektronických prvků je nejvhodnější použít zalévání za studena. Dále bude popsáno základní vybavení pro zalévání za studena, příprava a zacházení s pryskyřicemi a postupy pro zlepšení kvality zapouzdření.

### 3.2.1 Základní vybavení

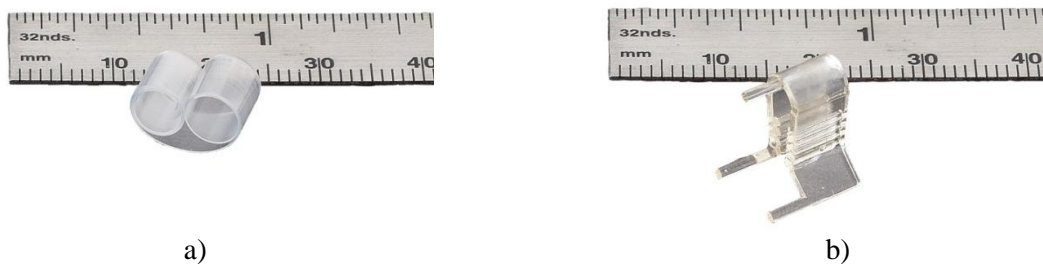
Pro zalití připraveného vzorku je třeba mít základní vybavení. To tvoří zalévací formy, držáky na vzorky, kelímky pro přípravu pryskyřic, špachtle na míchání a samozřejmě odpovídající systém pryskyřice (epoxidová, akrylátová).

Zalévací formy (obrázek 3.1 a) a b)) určují tvar zapouzdření po vytvrzení pryskyřice. Převážně se používají formy válcového tvaru, méně často i tvaru obdélníkového. Některé formy slouží k opakovanému použití, ale jsou i jednorázové, které se po vytvrzení pryskyřice odstraní zničením nebo se na odlitku nechají. Znovu použitelné formy jsou většinou z pružného materiálu (silikon), aby šly po vytvrzení dobře sundat, nebo mají odnímatelné dno a odlitek lze pak z formy vytlačit [1].



Obrázek 3.1 – Provedení zalévacích forem a) Silikonová [5] b) Plastová s odnímatelným dnem [5]

Držáky na vzorky pomáhají přidržovat vzorky během zalévání. Většinou drží vzorek kolmo ke dnu zalévací formy. Držáky jsou jednorázové a po vytvrzení pryskyřice se stávají součástí výbrusu. Jsou buď ve formě kolíčku, nebo spirálky (obrázek 3.2) [3, 7].



Obrázek 3.2 - Provedení držáků na vzorky a) Spirálka [3] b) Kolíček [3]

### 3.2.2 Příprava pryskyřice

Pryskyřice pro zalévání za studena se většinou skládají ze dvou složek: pryskyřice a tvrdidla. Jejich smícháním v doporučeném poměru začne proces vytvrzování. U akrylátových pryskyřic se množství složek odměřuje nejčastěji na objem. Poměr nemusí být tak přesný a lze použít obyčejnou odměrku. U epoxidových pryskyřic se častěji používá váhový poměr. Pak je potřeba mít přesnou váhu a váhu jednotlivých složek si přepočítat a zvážit podle doporučeného poměru. Při odměřování je nutné mít odměrku jak pro pryskyřici, tak i pro tvrdidlo. Kontaminace jedné složky tou druhou může znehodnotit celé balení pryskyřice [1].

Po odměření správného množství pryskyřice a tvrdidla se obě složky smíchají dohromady. V tuto chvíli začíná proces vytvrzování a běží čas určený pro práci s pryskyřicí a její zalití. Během této doby musí být obě složky dostatečně dobře promíchány, tak aby měl odlitek homogenní vlastnosti, a vzorek musí být zalit. Po překročení této doby se začíná zvyšovat viskozita a pryskyřice v případě pozdního zalití nemusí vyplnit všechna místa. U akrylátových pryskyřic se musí pracovat rychleji, protože čas na přípravu a zalití se pohybuje od 1 do 4 minut. S epoxidovými pryskyřicemi je možné pracovat delší dobu – od 30 do 60 minut [4]. Promíchanou pryskyřicí se zalijí vzorky umístěné v zalévacích formách. Zalévání je dobré provádět rovnoměrně, z obou stran vzorku, tak aby nedošlo k jeho převrácení ve formě.

Pokud je potřeba zalít pórovitý vzorek nebo snížit počet a velikost vzduchových bublin, musí se pro zalévání použít vakuová, případně přetlaková komora.

### 3.2.3 Zalévání ve vakuu

Zalévání ve vakuu zajistí proniknutí pryskyřice do všech přístupných dutin. Pro zalévání ve vakuu se používají výhradně epoxidové pryskyřice, protože mají nízký tlak par (nedojde k varu) a zároveň poskytují delší čas pro přípravu vakuové komory [9].

Rozmíchaná pryskyřice v kelímku se vloží do držáku uprostřed vakuové komory. Na jejím dně jsou pak v kruhu vyskládané zalévací formy se vzorky. Vakuová komora se uzavře víkem a pomocí vzduchového čerpadla se v ní vytvoří hrubé vakuum (80-120 mbar) [1]. Kelímek s pryskyřicí se pomocí hřídele nakloní a zalije se vzorek ve formě. Otočné dno komory pak umožňuje posunout pod kelímek další vzorky. Po zalití všech vzorků se do komory pomalu vpouští vzduch až do vyrovnání tlaku. Poté je možné komoru otevřít a zalité vzorky nechat vytvrdnout. Doba působení vakua by se neměla zbytečně prodlužovat, protože delší vystavení pryskyřice vakuu může způsobit její odplynění a tvorbu bublinek [9].

### 3.2.4 Zalévání v přetlaku

Zalévání v přetlaku se používá především s akrylátovými pryskyřicemi. Působení přetlaku vytlačí z pryskyřice vzduchové bublinky nebo je zmenší jejich objem a pomáhá natlačit pryskyřici do hůře přístupných míst. Vzorek zalitý v přetlaku je po vytvrdnutí podstatně lépe průhledný (v případě čiré pryskyřice) a při broušení má méně dutinek [1].

Pro zalévání v přetlaku se používá zařízení podobné tlakovému hrnci. Formy se vzorky se umístí na dno nádoby a zalijí se pryskyřicí. Poté se nádoba uzavře a na ventil se připojí kompresor. Vnitřek nádoby se natlakuje na 2 až 2,5 bar. Zalité vzorky zůstávají v přetlaku, dokud nedojde k vytvrzení pryskyřice. Před vyjmutím se musí tlak z nádoby vypustit [1].

## 3.3 Označení výbrusu

Pokud jsou výbrusy připravovány ve větším množství, je potřeba je nějakým způsobem označit. Označení pomáhá rozpoznat jednotlivé výbrusy během přípravy a při případném skladování. Označení by mělo být provedeno tak, aby během přípravy výbrusu nedošlo k jeho odstranění. Vzorky zalévané do průhledné pryskyřice je možné označit identifikační cedulkou, která se zalije společně se vzorkem. Pokud není pryskyřice průhledná nebo nelze použít identifikační cedulku, je možné výbrus označit vygravírováním identifikačního kódu do povrchu výbrusu (bok nebo horní podstava výbrusu) [1].

## 3.4 Čištění

Dodržování čistoty a čištění používaného materiálu zabraňuje vzniku některých nežádoucích jevů a to zvláště během broušení a leštění.



### 3.4.1 Očištění vzorku před zapouzdřením

Aby pryskyřice při zalévání přilnula ke vzorku co nejlépe, je nutné jej dobře očistit. Povrch vzorku by měl být zbaven všech pevných i chemických nečistot. K čištění lze použít destilovanou vodu, alkohol nebo některá organická rozpouštědla. Pro větší účinnost čištění se často používá ultrazvukového lázně [1].

Očištěný vzorek se musí dobře vysušit, nejlépe v proudu teplého vzduchu. Lze použít například stlačený vzduch nebo klasický fén. Stlačený vzduch by měl být suchý, neznečištěný olejem. Správné vysušení je také důležité po posledním kroku leštění [1].

### 3.4.2 Čištění během broušení/leštění

Během broušení a zvláště během leštění je důležité dodržovat čistotu a důkladné čištění výbrusu. Přenos abrasiva z hrubších kroků do jemnějších může způsobit nežádoucí poškrábání, nebo i znehodnotit použité leštící kotouče, ze kterých nelze zanesené abrasivo dokonale odstranit. Při přechodu na jemnější abrasivo je nutné důkladně očistit výbrus, omýt části použitých přístrojů, které by mohly způsobit kontaminaci, a v případě ruční manipulaci si i omýt ruce [1].

## 3.5 Broušení a leštění

Z hlediska postupů jsou si tyto dva kroky velmi podobné. Také přístrojové vybavení je většinou stejné a na jednom přístroji se provádí jak jednotlivé kroky broušení, tak i leštění. Pro základní představu o průběhu procesu broušení/leštění není tedy nutné je rozepisovat odděleně. Pro přípravu výbrusu jsou však důležité některé parametry, které se při broušení/leštění nastavují. Neméně důležité je také zmínit rozdíl mezi použitým přístrojovým vybavením a to buď manuálním, kde o správném provedení těchto kroků rozhodují zkušenosti metalografa, nebo poloautomatickým (příp. plně automatickým), kde hlavní roli hrají především správně nastavené parametry průběhu.

### 3.5.1 Parametry broušení/leštění

Mezi hlavní parametry, které ovlivňují průběh broušení/leštění, patří otáčky nosného talíře, otáčky a směr otáčení držáku výbrusů, síla či tlak přitlačující výbrus k nosnému talíři a doba trvání jednotlivých kroků. Možnost nastavit tyto parametry záleží na použitém přístrojovém

vybavení. Manuální přístroje mají omezené množství nastavitelných parametrů a ostatní závisí na odhadu materiálografa. Poloautomatické (příp. plně automatické) přístroje umožňují nastavení všech výše zmíněných parametrů a materiálograf pouze vyměňuje nebo doplňuje brusné/leštící materiály a média a kontroluje správný průběh přípravy [1]. Přesné hodnoty jednotlivých parametrů budou v kapitole 4, kde budou uvedeny doporučené postupy pro přípravu odlišných elektronických prvků.

### 3.5.2 Manuální brusky a leštičky

Použití manuální brusky/leštičky neznamena, že nelze vytvořit kvalitní výbrus. Ale vzhledem k omezenému množství nastavitelných parametrů a manuálnímu provedení samotného broušení/leštění, jsou kladeny větší nároky na zkušenosti a správný odhad materiálografa. Při práci s manuálním přístrojem lze většinou nastavit pouze otáčky nosného talíře. Na materiálografovi pak je, aby co nejpřesněji napodobil ostatní doporučené parametry. Příprava výbrusu na manuálním přístroji je tedy kombinací doporučených postupů a snahou, co nejpřesněji napodobit doporučené parametry [1].

Většina manuálních přístrojů určených pro broušení/leštění sestává z kruhového nosného talíře (může být vyměnitelný) s regulovatelnými nebo stálými otáčkami, přívodem vody pro smáčení použitých povrchů a odtokem pro odvod vody a vzniklých nečistot (obrázek 3.3 b)). Některé manuální přístroje nepoužívají rotační pohyb nosného talíře, ale posuvný pohyb pásu (obrázek 3.3 a)). Takové se však používají výhradně pro hrubší kroky broušení [3, 4, 5].



a)



b)

Obrázek 3.3 - Provedení manuálních přístrojů a) Pasová bruska [3] b) Rotační bruska/leštička [3]

### 3.5.3 Poloautomatické brusky a leštičky

Použití poloautomatických (příp. plně automatických) přístrojů pro přípravu výbrusů přináší řadu výhod. Materiálořadovi odpadá ruční manipulace s výbrusem, která může být v případě většího množství výbrusů velmi namáhavá. Také je možné nastavit všechny důležité parametry pro průběh jednotlivých kroků, což zajišťuje větší kvalitu vytvořených výbrusů a zároveň jednotnost a opakovatelnost procesu broušení/leštění. Mezi další výhody patří možnost připravit několik výbrusů najednou, což s manuálním přístrojem není možné a rovnoměrné a efektivnější využití plochy brusných a leštících povrchů a textilií. V neposlední řadě jsou kladeny menší nároky na zkušenosti materiálořadovi [1, 7].

Poznávacím znakem poloautomatických přístrojů je rotační držák výbrusů na pohyblivém rameni, který je umístěn nad jedním poloměrem kruhového nosného talíře (obrázek 3.4 b)) [1].

Do rotačního držáku výbrusů je možné uchytit několik výbrusů najednou. Počet závisí na velikosti celého zařízení. Nejčastější provedení je na 6 výbrusů, ale jsou dostupná provedení na 3 až 10 výbrusů (obrázek 3.4 a)) [3, 5]. Síla, přitlačující výbrusy k nosnému talíři, může být buď centrální, nebo individuální. Centrální síla znamená, že je přitlačován celý držák a je tedy vyvíjena stejná síla na všechny výbrusy. Naproti tomu individuální síla umožňuje zvolit přitlačnou sílu pro každý jeden výbrus zvlášť. Celý držák, bez ohledu na způsob přitlačné síly, se otáčí kolem své osy a přitlačuje výbrusy k rotujícímu nosnému talíři, který je vybaven odpovídajícím brusným/leštícím povrchem. Tímto způsobem probíhá poloautomatické broušení/leštění [1].



a)



b)

Obrázek 3.4 – a) Provedení držáků na vzorky [3] b) Rotační bruska/leštička doplněná automatickým ramenem [3]

## 3.6 Leptání

Leptání je proces, který slouží k zviditelnění jinak nepozorovatelné struktury materiálu ve výbrusu. Při pozorování klasickým světelným mikroskopem v tzv. světlém poli (bright field – BF) lze na připraveném výbrusu pozorovat jen některé jevy. Těmi mohou být například vměstky, póry, praskliny nebo škrábance. Mikrostruktura materiálu většinou pozorovat nejde, protože se světlo odráží od povrchu rovnoměrně. Aby bylo možné pozorovat strukturní detaily, musí vzniknout kontrast mezi jednotlivými elementy mikrostruktury. Požadovaného kontrastu může být dosaženo pomocí zvláštních módů světelného mikroskopu (kapitola 3.7) nebo právě leptáním [1].

Pro pozorování výbrusů elektronických prvků se leptání, jako samostatný krok, používá pouze zřídka. Účinky některých leštících médií v kombinaci se správným módem pozorování jsou většinou dostačující pro vznik kontrastu a pozorování požadované mikrostruktury. Nicméně v menší míře a především pro pozorování některých materiálů se leptání využívá. Všechny formy používaného leptání spadají do tzv. mikroleptání, což je leptání struktury pozorovatelné při zvětšení větším než 50x. Z kategorie mikroleptání se používají některé metody běžného leptání a fyzikálního leptání [1].

### 3.6.1 Běžné leptání

#### 3.6.1.1 Chemické leptání

Chemické leptání je nejběžnější metodou, jak vytvořit na povrchu výbrusu potřebný kontrast. Je to proces, založený na chemické interakci mezi chemickým roztokem (leptadlem) a povrchem. Leptadlo se obvykle skládá z redukující složky, ze složky oxidační a modifikační a způsobuje vznik elektrochemického potenciálu mezi odlišně orientovanými zrny, odlišnými fázemi, hranicemi zrn, vměstky, atd. Rozdíl v míře napadení povrchu leptadlem, odpovídající odstraněnému (odleptanému) materiálu, odhaluje mikrostrukturu materiálu [1, 10].

Chemické leptání se většinou provádí namáčením vzorku do leptadla nebo potíráním jeho povrchu. Časy působení jednotlivých leptadel se výrazně liší. Některá leptadla se doporučuje nechat působit pouze několik sekund, jiná několik minut [1, 10].

Doporučená chemická leptadla pro přípravu některých elektronických prvků budou uvedena v kapitole 4 a některá vyzkoušena i v kapitole 5.

### 3.6.1.2 Barevné leptání

Tato metoda používá chemická leptadla, která při reakci s výbrusem vytváří na jeho povrchu velmi tenký, nerozpustitelný film. Vzniklý film se pak chová jako interferenční vrstva a při pozorování ve světlém poli (BF) a polarizovaném světle (POL) vytváří barvy. Rozdíly v mikrostruktuře jsou pak vyjádřeny rozdílnými barvami. Pro tuto metodu leptání je potřeba připravit výbrus s vysokou kvalitou povrchu, neboť po vytvoření povrchového filmu vyniknou i drobné deformace a škrábance [1].

## 3.6.2 Fyzikální leptání

### 3.6.2.1 Reliéfní leštění

Reliéfní leštění má svými účinky podobné vlastnosti jako některá leptadla. V některých případech je možné pomocí leštění vytvořit mírný reliéf mezi zrna materiálu nebo jejich hranicemi. Reliéfní leštění se často provádí na pružné textilii s použitím velmi jemného leštícího média (koloidní silika nebo oxid hlinitý) [1].

Reliéfním leštěním by měl být vytvořen jen nepatrný reliéf mezi zrna nebo jinými složkami, tak aby nedošlo k narušení celkové mikrostruktury. Pro pozorování povrchu výbrusu upraveného reliéfním leštěním se často používá diferenční interferenční kontrast (DIC) [1, 7].

### 3.6.2.2 Napařování

Tato metoda (tzv. Pepperhofova) využívá interferenčního filmu, který se na výbrusu vytvoří vakuovým napařením vrstvy vhodného materiálu. Interferenční film zvýrazní nepravidelnosti vyleštěného povrchu a mikrostrukturu, která bude viditelná díky interferenci mezi světlem odraženým z povrchu výbrusu a povrchu filmu. Napařený materiál by měl mít dostatečně velký index lomu, tak aby byla interference co nejvyšší. Často se používá ZnS, ZnTe, ZnSe a TiO<sub>2</sub>. Celý proces napařování se provádí v komoře s vakuem kolem 10-5 mbar [1].

## 3.7 Pozorování – módy světelného mikroskopu

Nejběžnější mód světelného mikroskopu je tzv. světlé pole (bright field – BF). Při pozorování ve světlém poli dopadá světelný paprsek na výbrus v takovém úhlu, že po odrazu na hladkém

povrchu je zachycen zpět do objektivu. Vyniknou především ty strukturní detaily, které mají různou optickou odrazivost. Části s vyšší optickou odrazivostí jsou pak vidět jako světlejší. Pro pozorování určitých detailů, které není možné odhalit ve světlém poli, byly vyvinuty další módy [1].

### **3.7.1 Tmavé pole**

Při pozorování v tmavém poli (dark field - DF) přichází světelný paprsek osvětlující výbrus pod větším úhlem. Pokud by byl výbrus dokonale hladký, paprsek by po odrazu nebyl zachycen do objektivu a výsledný obraz by byl celý tmavý. Světelný paprsek se dostane do objektivu jen v případě, že dojde k odrazu na nerovnostech (vměstky, škrábance, výškový reliéf). Ty jsou pak na tmavém (hladkém) pozadí dobře viditelné. Pozorování v tmavém poli je vhodné například po leptání, které způsobí vznik výškového profilu na hranicích jednotlivých zrn materiálu [1].

### **3.7.2 Diferenciální interferenční kontrast**

Tento mód (DIC) je vhodný především pro detekci velmi malých výškových rozdílů na povrchu výbrusu. Často se používá po reliéfním leštění. Mód funguje na principu interference dvou světelných paprsků, které vznikají na hranolu s dvojitým lomem. Paprsky pokračují na povrch výbrusu, odkud se odráží zpět do hranolu. Pokud jsou délky cest jednotlivých paprsků různé, což může být způsobeno odrazem na jiné výškové úrovni povrchu (reliéfem), vzniká po opětovném složení paprsků interference mezi jejich fázemi. Ta je vyhodnocena a v celku vzniká obraz odhalující výškové rozdíly [1].

### **3.7.3 Polarizované světlo**

Vyšetření pomocí polarizovaného světla (POL) je vhodné především pro opticky anizotropní materiály, které po vyleštění už nepotřebují žádnou jinou úpravu. Opticky izotropní materiály by v polarizovaném světle byly tmavé a pro pozorování je nutné na výbrusu vytvořit anizotropní povrchový film. V některých případech je možné pozorovat v polarizovaném světle chemicky leptaný povrch izotropního materiálu [1].

## 4 Doporučené postupy pro přípravu.

V této kapitole bude uvedeno pět doporučených postupů pro přípravu některých elektronických prvků. U každého postupu jsou uvedeny všechny důležité parametry přípravy a jednotlivé postupy jsou primárně určeny pro poloautomatickou (plně automatickou) přípravu.

U každého postupu je uvedena tzv. moderní a tradiční metoda přípravy. Snahou moderního přístupu je snížit počet jednotlivých kroků přípravy, zvýšit kvalitu vytvořených výbrusů a nahradit použití klasických SiC brusných papírů. Tradiční metody jsou ověřené postupy zdokonalené během posledních několika desetiletí. Využívají ve větší míře klasických SiC brusných papírů. Oproti moderním postupům mají většinou větší množství jednotlivých kroků [7]. Jednotlivé moderní metody budou dále označovány jako M-číslo metody a tradiční metody jako T-číslo metody.

Materiály pro přípravu výbrusů uvedené v jednotlivých postupech nejsou konkrétní produkty výrobců, ale jsou uvedeny všeobecně, aby bylo možné použít různé výrobky. Zdrojem těchto postupů je poměrně nová a rozsáhlá publikace [1], zabývající se materiálografií. Ve zdrojích [5, 7, 8, 9] lze nalézt některé podobné postupy, které jsou přizpůsobeny pro produkty jednoho výrobce (jedná se o firemní publikace).

### 4.1 Vysvětlivky k tabulkám postupů

Pro větší přehlednost tabulek postupů byly použity některé zkratky uvedené v tabulkách 4.1 a 4.2, zastupující názvy jednotlivých kroků přípravy a použitých produktů, materiálů a médií.

Některé výrazy, jako například jednotlivé vlastnosti používaných textilií, bylo obtížnější vyjádřit česky v přesně odpovídajícím významu, a proto budou doplněny i jejich původním anglickým označením.

Tabulka 4.1 – Zkratky jednotlivých kroků přípravy [1]

| <b>Zkratky jednotlivých kroků</b> |                  |  |
|-----------------------------------|------------------|--|
| <b>RB</b>                         | Rovinné broušení | První krok přípravy, během kterého je vytvořena rovina na povrchu výbrusu. |
| <b>B</b>                          | Broušení         | Kroky broušení odlišené přidaným číslem.                                   |
| <b>L</b>                          | Leštění          | Kroky leštění odlišené přidaným číslem.                                    |

Tabulka 4.2 – Zkratky nebo označení produktů, materiálů a médií

| <b>Zkratky nebo označení produktů, materiálů a médií</b> |                                      |  |
|--|--------------------------------------|--|
| <b>Textilie</b>  | (Cloth)                              | Nejčastěji označení povrchů určených k leštění.                |
| <b>Nepočes/počes</b>                                     | Nepočesaná/počesaná<br>(Napless/nap) | Označení vlastnosti leštícího povrchu.                         |
| <b>Netkaná/tkaná</b>                                     | (Nonwoven/woven)                     | Označení způsobu provedení leštícího povrchu.                  |
| <b>Umělá</b>   | (Synthetic)                          | Leštící povrch vytvořený z umělého materiálu.                  |
| <b>Vlněná</b>  | (Wool)                               | Leštící povrch vytvořený z vlny.                               |
| <b>Hedvábná</b>  | (Silk)                               | Leštící povrch vytvořený z hedvábí.                            |
| <b>Dia</b>   | Diamant                              | Druh abrasiva  |
| <b>PKD</b>   | Pevný kompozitní disk                | Druh brusného disku, využívající převážně diamantových abrasiv |
| <b>MD</b>  | (Magnetic disk)                      | Magnetický systém uchycení.                                    |
| <b>DP a OP</b>   |                                      | Adhesivní systém uchycení                                      |
| <b>DGD</b>   | Diamantový brusný disk               | Typ brusného disku   |
| <b>Fix</b>   | Fixovaný (Fixed)                     | Abrasivum je pevně uchyceno do povrchu kotouče.                |
| <b>Kov,<br/>pryskyřice</b>                               | (Metal, resin)                       | Materiál držící abrasivum na kotouči.                          |

U doporučených postupů jsou uvedeny všeobecné vlastnosti použitých materiálů. V tabulce 4.3 jsou uvedeny produkty různých výrobců, které svými vlastnostmi odpovídají doporučeným materiálům.

U některých postupů jsou uvedena i doporučená leptadla pro chemické leptání. Podle čísla je lze najít v tabulce 4.21 na konci této kapitoly, kde jsou uvedena složení jednotlivých leptadel a jejich použití.



Tabulka 4.3 – Brusné a lešticí produkty [1]

| <b>Výrobci/Dodavatelé</b>                       | <b>Buehler</b>           | <b>Struers</b> | <b>Leco</b>           | <b>Allied High Tech</b> | <b>Mark V</b>     | <b>Lap-master</b> |
|---|--------------------------|----------------|-----------------------|-------------------------|-------------------|-------------------|
| Označení v tabulkách metod                      |                          |                |                       |                         |                   |                   |
| Diamant, disk, kov nebo pryskyřice              | Ultra-Prep               | Diamond Pad    | Diamond Spot Pattern  | Bonded Diamond Disk     | Flex Diamond Disk |                   |
| Diamant, disk, fix, pryskyřice                  | Apex DGD                 | MD-Piano       | Cameo Platinum        |                         |                   |                   |
| PKD, tvrdý                                      | Apex Hercules H          | MD-Allegro     | Cameo Silver          |                         |                   |                   |
| PKD, měkký                                      | Apex Hercules S          | MD-Largo       | Cameo Gold            |                         |                   |                   |
| Textilie, nepočes, velmi tvrdá, tkaná, umělá    | Ultra-Pad                | MD/DP Plan     |                       | Plan Cloth              |                   |                   |
| Textilie, nepočes, tvrdá, netkaná, umělá        | Texmet1000<br>Texmet2000 | MD/DP Pan      | Leco Pol Pan-W        | Kempad Pan-B            | Met-X             | Pan-W             |
| Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná       | Ultra-Pol                | MD/DP Dur      | Silk                  | Silk                    | Silk              | Silk              |
| Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, umělá          | Trident Nylon            | MD/DP Dac      | Gold Technotron Nylon | Gold Label Nylon        | RAM Nylon         | ASR Nylon         |
| Textilie, nepočes, středně tvrdá, tkaná, vlněná |                          | MD/DP Mol      |                       |                         | Broad Cloth       | Micro LP          |
| Textilie, částečně počes, měkká, umělá          | Microcloth               | MD/DP Nap      | Lecloth               | Spec-Cloth              | Alpha A           | NTR               |
| Textilie, nepočes, měkká, pórovitá, umělá       | Chemomet                 | MD/OP-Chem     | Black Technotron      | Chem-Pol                |                   | Supreme           |

## 4.2 Postup 1. Keramické součástky – kondenzátory a odpory. Diody

**O materiálu:** V keramických kondenzátorech a odporech lze najít tvrdou a křehkou keramiku nebo skelné fáze u diod, kombinované s měkčími materiály, jako je křemík nebo některé kovy. Rozštípnutí materiálu, dutiny a praskliny jsou typickými výrobními problémy, které lze materiálografií hodnotit [1].

Monolitické keramické kondenzátory se skládají z keramických vrstev (často barium titanátu –  $\text{BaTiO}_3$ ), potažených vrstvou slitiny stříbra a palladia a zakončenou ve stříbře. Barium titanátu představuje velmi křehký materiál, citlivý na mechanické namáhání, a musí být připraven velmi opatrně metodou T-1; první dva kroky broušení RB a B1 by měly být vynechány, tak aby příprava začínala na brusném papíru zrnitosti P500 [1].

Keramické odpory jsou většinou z méně křehké a tvrdší keramiky a lze použít metodu M-1 [1].

Sklo a křemík v diodách jsou velmi křehké materiály a je nezbytná velmi opatrná příprava. Metoda T-1 je považována za nejvhodnější [1].

Během přípravy mohou vzniknout některé nežádoucí jevy jako praskliny, vytržení nebo rozštípnutí části materiálu a reliéf povrchu. Nevhodně zvolený materiál zapouzdření může způsobit vznik mezer mezi pouzdrem a vzorkem a může následně dojít zaoblení hran nebo popraskání [1].

Metodu M-1 a T-1 lze také použít pro přípravu jiných elektronických/mikroelektronických zařízení, jako integrovaných obvodů [1].

**Řezání:** Měla by být použita precizní pila s co nejtenčím diamantovým kotoučem s kovovým pojivem. Řez by měl být proveden co nejbližší k rovině zkoumání, aby se tak omezilo použití hrubších kroků broušení. V případě malých součástek nemusí být řezání nutné a roviny zkoumání může být dosaženo pouze broušením [1].

**Zapouzdření:** Proces zapouzdření by měl produkovat co nejméně tepla. Měla by být použita epoxidová pryskyřice s nízkou teplotou vytvrzování (zalévání za studena) a zalití by mělo být provedeno ve vakuu [1].

**Broušení:** Je důležité, aby během hrubších kroků broušení nedošlo k poškození velmi křehkých materiálů. Broušení by mělo tedy začínat na zrnitostech P320 nebo P500. Pro zamezení vzniku reliéfu mezi místy s velkým rozdílem v tvrdosti je vhodná metoda M-1 [1].

**Leštění:** Doba leštění by měla být co nejkratší, aby se zamezilo vzniku reliéfu [1].

**Leptání:** Běžně se chemické leptání nepoužívá, ale lze použít fyzické leptání, jako reliéfní leštění (kapitola 3.6.2.1) [1].

## 4.2.1 Proces přípravy

Tabulka 4.4 – Postup 1, shrnutí a poznámky k přípravě [1]

| <b>Řezání</b>  |  |           |
|--|--|-----------|
| Řezný kotouč   | Diamantový, kovové pojivo, tloušťka 0,5 mm |           |
| <b>Zapouzdření</b>   |  |           |
| Zalévání za studena  | Pryskyřice                                 | Epoxidová |
|  | Přibližný čas vytvrzení                    | 12-24 hod |
| <b>Broušení</b>  |  |           |
| <b>M-1 a T-1:</b> Pro velmi citlivé materiály se nedoporučuje použít krok RB se zrnitostí P220, ale s jemnější P320 nebo P500.   |  |           |
| <b>Diody: M-1:</b> Pro krok RB je vhodné použít SiC brusný papír se zrnitostí P220 a zrnitost P500 pro krok B1. Původní krok B1 (PKD) se mění na B2.                   |  |           |
| <b>Leštění</b>   |  |           |
| <b>M-1: P2:</b> Pro materiály, které nejsou náchylné k tvorbě reliéfu, může být použita částečně počesaná, měkká, syntetická textilie.                                 |  |           |
| <b>Diody: M-1:</b> Textilie z kroku L1 se mění na nepočesanou, tvrdou, tkanou a syntetickou a textilie z kroku L2 se mění na částečně počesanou, měkkou a syntetickou. |  |           |
| <b>T-1:</b> Krok L1 může být často vynechán.   |  |           |

Tabulka 4.5 – Moderní metoda M-1 [1]

| <b>Moderní metoda M-1</b>          |                                    |                              |   |   |   |
|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------|---|---|---|
| <b>Broušení/leštění</b>            | <b>RB</b>                          | <b>B1</b>                    | <b>L1</b>                                 | <b>L2</b>                                 | <b>L3</b>                                 |
| <b>Disk/textilie</b>               | Diamant, disk, kov nebo pryskyřice | PKD, měkký                   | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, měkká, pórovitá, umělá |
| <b>Typ abrasiva</b>                | Diamant                            | Diamant, sprej nebo suspenze | Diamant, sprej nebo suspenze              | Diamant, sprej nebo suspenze              | Silika                                    |
| <b>Zrnitost/velikost zrna [µm]</b> | P220                               | 9                            | 3   | 1   | 0,04/0,05                                 |
| <b>Lubrikant</b>                   | Voda                               | Alkohol nebo voda            | Alkohol nebo voda                         | Alkohol nebo voda                         |   |

|                                      |                     |          |          |          |             |
|--------------------------------------|---------------------|----------|----------|----------|-------------|
| <b>Otáčky talíře/držáku [ot/min]</b> | 300/150             | 150/150  | 150/150  | 150/150  | 150/150     |
| <b>Otáčení držáku</b>                | Po nebo proti směru | Po směru | Po směru | Po směru | Proti směru |
| <b>Síla na výbrus [N]</b>            | 30                  | 30       | 20       | 20       | 10          |
| <b>Doba [min]</b>                    | Do roviny           | 4-6      | 1-2      | 1-2      | 0,5-1       |

Tabulka 4.6 – Tradiční metoda T-1 [1]

| <b>Tradiční metoda T-1</b>           |           |           |           |           |   |   |   |   |
|--------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|---|---|---|---|
| <b>Broušení/leštění</b>              | <b>RB</b> | <b>B1</b> | <b>B2</b> | <b>B3</b> | <b>L1</b>                                 | <b>L2</b>                                 | <b>L3</b>                                 | <b>L4</b>                                 |
| <b>Disk/textilie</b>                 | SiC papír | SiC papír | SiC papír | SiC papír | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, měkká, pórovitá, umělá |
| <b>Typ abrasiva</b>                  | SiC       | SiC       | SiC       | SiC       | Dia, sprej nebo suspenze                  | Dia, sprej nebo suspenze                  | Dia, sprej nebo suspenze                  | Silika                                    |
| <b>Zrnitost/velikost zrna [μm]</b>   | P220      | P320      | P500      | P1200     | 9   | 6   | 1   | 0,04/0,05                                 |
| <b>Lubrikant</b>                     | Voda      | Voda      | Voda      | Voda      | Alkohol nebo voda                         | Voda-olej                                 | Voda-olej                                 |   |
| <b>Otáčky talíře/držáku [ot/min]</b> | 300/150   | 300/150   | 300/150   | 300/150   | 150/150                                   | 150/150                                   | 150/150                                   | 150/150                                   |
| <b>Otáčení držáku</b>                | Po směru  | Po směru  | Po směru  | Po směru  | Po směru                                  | Po směru                                  | Po směru                                  | Proti směru                               |
| <b>Síla na výbrus [N]</b>            | 15        | 20        | 20        | 20        | 20  | 20  | 20  | 10  |
| <b>Doba [min]</b>                    | Do roviny | 0,5-1     | 0,5-1     | 0,5-1     | 10-15                                     | 5-10                                      | 2   | 0,5-1                                     |

## 4.3 Postup 2. Germanium, křemík, křemíkové wafery a ostatní polovodiče

**O materiálu:** Germanium a křemík jsou metaloidy a patří mezi polovodiče. Křemík je nejčastěji používaným polovodičem. Většinou je ve formě čipu nebo jednolitého kusu (wafery). Polovodiče jsou křehké materiály, které se velmi snadno lámou – zvláště pak tenké wafery, a proto je nutné s nimi zacházet s velkou opatrností [1].

**Řezání:** Měla by být použita precizní pila s co nejtenčím diamantovým kotoučem s kovovým pojivem a rychlost řezu by měla být malá. Vzorek by neměl být uchycen přímo, ale pomocí elastického materiálu, aby nedošlo k jeho poškození. Před samotným řezáním může být výhodné vzorek nejdříve zapouzdit [1].

**Zapouzďení:** Pro přípravu ploché strany se wafer dočasně přilepí voskem na vhodný nosič, který se upevní do držáku výbrusů. V případě kolmého řezu se wafer zapouzďí zalitím za studena. Vzhledem ke křehkosti polovodičů se používají především epoxidové pryskyřice s nízkou smrštitivostí [1].

**Broušení:** Hrubé zrnitosti SiC brusných papírů mohou způsobit poměrně hluboké poškození struktury. Zrnitosti P220 a P320 by měly být použity jen, pokud je nutné odstranit větší množství materiálu. Pokud je výbrus po zalití ještě řezán a jeho povrch je dostatečně kvalitní, lze k vytvoření roviny použít zrnitost P500. Pro omezení použití SiC brusných papírů je vhodná metoda M-2 [1].

**Leštění:** Leštění by mělo být co nejkratší, aby se zamezilo vzniku zaoblených hran. Polovodiče reagují velmi dobře na chemicko-mechanické leštění koloidní silikou, ale i v tomto případě je dobré leštění neprotahovat [1].

**Leptání:** Po některé materiály je možné použít leptadla uvedená v tabulce 4.10 [1].

### 4.3.1 Proces přípravy

Tabulka 4.7 – Postup 2, shrnutí a poznámky k přípravě [1]

| <b>Řezání</b>   |   |           |
|---|---|-----------|
| Řezný kotouč  | Diamantový, kovové pojivo, tloušťka 0,5 mm nebo tenčí |           |
| <b>Zapouzdření</b>  |   |           |
| Zalévání za studena   | Pryskyřice  | Epoxidová |
|   | Přibližný čas vytvrzení                               | 12-24 hod |
| <b>Broušení</b>   |   |           |
| <b>M-2 a T-2:</b> Pro rovinné broušení by měly být vynechány zrnitost P220 a P320, pokud je to ovšem možné. |   |           |
| <b>M-2:</b> RB: Může být použit SiC brusný papír zrnitosti P500.  |   |           |
| <b>Leštění</b>  |   |           |
| <b>M-2 a T-2:</b> Doby leštění by měly být co nejkratší.  |   |           |
| <b>M-2 a T-2:</b> L1: Tento krok může být zaměněn za krok L2 v metodě T-2.                                  |   |           |

Tabulka 4.8 – Moderní metoda M-2 [1]

| <b>Moderní metoda M-2</b>            |                                     |                              |                              |  |   |
|--------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------|------------------------------|--|---|
| <b>Broušení/leštění</b>              | <b>RB</b>                           | <b>B1</b>                    | <b>B2</b>                    | <b>L1</b>                              | <b>L2</b>                                 |
| <b>Disk/textilie</b>                 | Diamant, disk, fixovaný, pryskyřice | PKD, měkký                   | PKD, měkký                   | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, umělá | Textilie, nepočes, měkká, pórovitá, umělá |
| <b>Typ abrasiva</b>                  | Diamant                             | Diamant, sprej nebo suspenze | Diamant, sprej nebo suspenze | Diamant, sprej nebo suspenze           | Silika                                    |
| <b>Zrnitost/velikost zrna [μm]</b>   | P500                                | 9                            | 3                            | 3                                      | 0,04/0,05                                 |
| <b>Lubrikant</b>                     | Voda                                | Alkohol nebo voda            | Alkohol nebo voda            | Alkohol nebo voda                      |   |
| <b>Otáčky talíře/držáku [ot/min]</b> | 300/150                             | 150/150                      | 150/150                      | 150/150                                | 150/150                                   |
| <b>Otáčení držáku</b>                | Po směru                            | Po směru                     | Po směru                     | Po směru                               | Proti směru                               |
| <b>Síla na výbrus [N]</b>            | 15                                  | 20                           | 20                           | 20                                     | 10  |
| <b>Doba [min]</b>                    | Do roviny                           | 4                            | 3                            | 3                                      | 1-2                                       |

Tabulka 4.9 – Tradiční metoda T-2 [1]

| Tradiční metoda T-2                 |           |           |           |           |   |   |   |
|-------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|---|---|---|
| Broušení/leštění                    | RB        | B1        | B2        | B3        | L1  | L2  | L3  |
| Disk/textilie                       | SiC papír | SiC papír | SiC papír | SiC papír | Textilie,<br>nepočes,<br>tvrdá,<br>tканá,<br>hedvábná | Textilie,<br>nepočes,<br>tvrdá,<br>tканá,<br>hedvábná | Textilie,<br>nepočes,<br>měkká,<br>pórovitá,<br>umělá |
| Typ abrasiva                        | SiC       | SiC       | SiC       | SiC       | Diamant,<br>sprej nebo<br>suspenze                    | Diamant,<br>sprej nebo<br>suspenze                    | Silika  |
| Zrnitost/velikost<br>zrna [μm]      | P500      | P1000     | P2400     | P4000     | 3   | 1   | 0,04/0,05   |
| Lubrikant                           | Voda      | Voda      | Voda      | Voda      | Alkohol<br>nebo voda                                  | Alkohol<br>nebo voda                                  |   |
| Otáčky<br>talíře/držáku<br>[ot/min] | 300/150   | 300/150   | 300/150   | 300/150   | 150/150   | 150/150   | 150/150   |
| Otáčení držáku                      | Po směru  | Po směru  | Po směru  | Po směru  | Po směru  | Po směru  | Proti směru   |
| Síla na výbrus [N]                  | 15        | 20        | 20        | 20        | 20  | 20  | 10-15   |
| Doba [min]                          | Do roviny | 1,5-2     | 1,5-2     | 1,5-2     | 4   | 3   | 1-3   |

Tabulka 4.10 – Postup 2, leptadla [1]

| Leptadla       |                |                             |
|----------------|----------------|-----------------------------|
| Materiál       | Číslo leptadla | Použití                     |
| Si, slitiny Si | 1              | Celková struktura           |
| Si, slitiny Si | 2              | Celková struktura           |
| Si             | 3              | Celková struktura           |
| Si             | 4              | Zvýraznění SiO <sub>2</sub> |

#### 4.4 Postup 3. Pájené spoje, mikroelektronická pouzdra.

**O materiálu:** Pájené spoje jsou často připravovány spolu s celou řadou dalších prvků. Těmi mohou být desky plošných spojů, keramické součástky, plasty a další. Vzhledem k rozdílným vlastnostem zmíněných složek je velmi obtížné připravit všechny složky stejně kvalitně. U měkké pájky je největší problém v zachycování abrasiva do povrchu výbrusu. U pájených

spojů hrozí vznik prasklin po dokončení přípravy, způsobený mechanickým pnutím. Proto je nutné výbrusy podrobit zkoumání okamžitě po přípravě [1].

Příprava výbrusů DPS je uvedena v postupu 5, přípravu některých dalších součástí lze najít v postupu 1 a 4 [1].

**Řezání:** Řezání je většinou prováděno skrze složky různých tvrdostí. Pokud řezání zahrnuje keramiku nebo keramické součástky, je vhodné použít diamantový kotouč s kovovým pojivem. Pokud jsou řezány jen měkčí materiály, je lepší použít kotouč s bakelitovým pojivem. Řezání se provádí na precizních pilách a použitím co nejtenčích kotoučů. Řez by měl být proveden v takové vzdálenosti, aby se způsobené poškození dalo odstranit broušením [1].

**Zapouzdření:** Před zapouzdřením by měl být vzorek důkladně očištěn, například pomocí ultrazvukové lázně. Pro samotné zapouzdření je vhodné použít zalévání za studena a epoxidovou pryskyřici. Navíc je vhodné použít vakuové zalévání, aby se pryskyřice dostala do všech míst [1].

**Broušení:** Pro vzorky s nějakou formou keramiky by měla být použita metoda M-3, případně metoda M-1 jako alternativa [1].

**Leštění:** V případě zachytávání zrn abrasiv do povrchu výbrusu, je možné zkusit použít diamantovou pastu pro kroky s velikostí zrn 3 a 1  $\mu\text{m}$ . Také může pomoci použití jen malého množství lubrikantu [1].

**Leptání:** Běžně se leptání neprovádí, nicméně je možné použít některá leptadla z tabulky 4.14 [1].

#### 4.4.1 Proces přípravy

Tabulka 4.11 – Postup 3, shrnutí a poznámky k přípravě [1]

|   |  |           |
|---|--|-----------|
| <b>Řezání</b>   |  |           |
| Řezný kotouč  | Diamantový, kovové nebo bakelitové pojivo, co nejtenčí |           |
| <b>Zapouzdření</b>  |  |           |
| Zalévání za studena   | Pryskyřice   | Epoxidová |
|   | Přibližný čas vytvrzení                                | 12-24 hod |
| <b>Broušení</b>   |  |           |
| M-3: B1 a T-3: B3: Brousit až na viditelnost pájeného spoje.  |  |           |
| <b>Leštění</b>  |  |           |
| M-3, T-3: V případě zachytávání zrn může být pro kroky 3 a 1 $\mu\text{m}$ použita diamantová pasta místo spreje nebo suspenze. |  |           |



Tabulka 4.12 – Moderní metoda M-3 [1]

| Moderní metoda M-3            |                     |                     |                              |   |   |
|-------------------------------|---------------------|---------------------|------------------------------|---|---|
| Broušení/leštění              | RB                  | B1                  | B2                           | L1  | L2  |
| Disk/textilie                 | SiC papír           | SiC papír           | PKD, měkký                   | Textilie, nepočes, středně tvrdá, tkaná, vlněná | Textilie, nepočes, měkká, pórovitá, umělá |
| Typ abrasiva                  | SiC                 | SiC                 | Diamant, sprej nebo suspenze | Diamant, sprej nebo suspenze                    | Silika                                    |
| Zrnitost/velikost zrna [μm]   | P220                | P320                | 9                            | 3   | 0,04/0,05                                 |
| Lubrikant                     | Voda                | Voda                | Alkohol nebo voda            | Voda-olej                                       |   |
| Otáčky talíře/držáku [ot/min] | 300/150             | 300/150             | 150/150                      | 150/150   | 150/150                                   |
| Otáčení držáku                | Po nebo proti směru | Po nebo proti směru | Po směru                     | Po směru  | Proti směru                               |
| Síla na výbrus [N]            | 20                  | 15                  | 20                           | 20  | 15  |
| Doba [min]                    | Do roviny           | K cíli              | 2                            | 1-2   | 1   |

Tabulka 4.13 – Tradiční metoda T-3 [1]

| Tradiční metoda T-3           |           |           |           |           |  |   |   |
|-------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|--|---|---|
| Broušení/leštění              | RB        | B1        | B2        | B3        | L1                                       | L2  | L3  |
| Disk/textilie                 | SiC papír | SiC papír | SiC papír | SiC papír | Textilie, nepočes, tvrdá, netkaná, umělá | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, měkká, pórovitá, umělá |
| Typ abrasiva                  | SiC       | SiC       | SiC       | SiC       | Diamant, sprej nebo suspenze             | Diamant, sprej nebo suspenze              | Silika                                    |
| Zrnitost/velikost zrna [μm]   | P220      | P320      | P500      | P1200     | 3  | 1   | 0,04/0,05                                 |
| Lubrikant                     | Voda      | Voda      | Voda      | Voda      | Voda-olej                                | Voda-olej                                 |   |
| Otáčky talíře/držáku [ot/min] | 300/150   | 300/150   | 300/150   | 300/150   | 150/150                                  | 150/150                                   | 150/150                                   |

|                           |                     |                     |                     |          |          |          |             |
|---------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|----------|----------|----------|-------------|
| <b>Otáčení držáku</b>     | Po nebo proti směru | Po nebo proti směru | Po nebo proti směru | Po směru | Po směru | Po směru | Proti směru |
| <b>Síla na výbrus [N]</b> | 30                  | 30                  | 30                  | 30       | 20       | 20       | 15          |
| <b>Doba [min]</b>         | Do roviny           | 0,5-1               | 0,5-1               | 0,5-1    | 4        | 2        | 0,5-1       |

Tabulka 4.14 – Postup 3, leptadla [1]

| <b>Leptadla</b> |                       |                             |
|-----------------|-----------------------|-----------------------------|
| <b>Materiál</b> | <b>Číslo leptadla</b> | <b>Použití</b>              |
| Sn              | 5, 6, 7               | Celková struktura           |
| Sn              | 8                     | Hranice zrn                 |
| Slitiny Sn a Pb | 6, 9, 10              | Zvýraznění SiO <sub>2</sub> |
| Slitiny Cu a Sn | 5, 11                 | Celková struktura           |

## 4.5 Postup 4. Mikroelektronická pouzdra, integrované obvody, tranzistory, další mikroelektronické součástky.

**O materiálu:** Elektronické a mikroelektronické součástky a pouzdra jsou většinou složitou kombinací různých materiálů. Zobrazení a analýza materiálových a vrstvených mikrostruktur je nezbytná z celé řady důvodů. Většinou se jedná o sledování výrobního procesu, kontrolu kvality nebo analýzu chyb. Rozměry pozorovaných součástí se mohou pohybovat od zlomků mikronů až po centimetry. Vzhledem k vysokému stupni integrace a použití rozličných materiálů, čelí materiálografická příprava problému, jak správně připravit výbrus, aby bylo možné podrobit analýze veškeré součásti. Přípravu je třeba přizpůsobit především pozorované struktuře, ale zároveň je nutné brát v úvahu i vlastnosti ostatních materiálů. Před samotnou přípravou je také důležité získat co nejvíce informací o funkci zařízení. Ty pak mohou významně pomoci při následné analýze [1].

Se znalostí, jaký materiál bude předmětem zájmu, lze pak zvolit vhodnou metodu přípravy. Lze použít níže uvedené metody M-4 a T-4, případně metody M-1 a T-1 [1].

**Řezání:** Samozřejmostí je použití precizní pily. K řezání je možné použít diamantový kotouč s kovovým pojivem, nebo v případě velmi tvrdých materiálů s pojivem bakelitovým.

Kvalitu řezaného povrchu a struktury vzorku také ovlivňuje správná orientace vzorku při řezání. Je nutné respektovat směr řezného kotouče a vzorek upevnit tak, aby citlivé materiály byly řezány a namáhány především v tlaku. Tím lze předejít nežádoucímu poškození citlivých částí. Ke zkrácení dalších kroků by měl být řez proveden co nejbližší k rovině pozorování [1].

**Zapouzdření:** Pro zapouzdření se doporučuje použít zalévání za studena a to epoxidovou pryskyřicí a vakuové komory. Důležitá je také čistota vzorku, aby k němu pryskyřice co nejlépe přilnula. Důkladné očištění lze provést v acetonu, nejlépe v ultrazvukové lázni. Následné osušení by mělo být provedeno ofouknutím dusíkem nebo naprosto čistým stlačeným vzduchem [1].

**Broušení:** Vzhledem ke křehkosti přítomných materiálů by pro rovinné broušení neměly být použity hrubé SiC brusné papíry. V níže uvedených metodách M-4 a T-4 jsou pro úvodní kroky použity poměrně hrubé zrnitosti. Ty je však vhodné použít jen tehdy, má-li být vytvořena rovina na výbrusu v dostatečné vzdálenosti od roviny pozorování. Pokud je to, vzhledem k povrchu vzniklému po řezání, možné, doporučuje se pro vytvoření roviny použít krok B2 z metody M-4. V případě pouzder s větším množstvím měkkých a houževnatých materiálů se doporučuje použít metodu T-4 [1].

**Leštění:** Je důležité, aby poškození vzniklé broušením bylo v co největší míře odstraněno během hrubších kroků leštění. Často může být v metodě T-4 vynechán krok L2. Pro pouzdra obsahující především měkké materiály je možné pro závěrečné leštění použít směs leštících médií - koloidní siliky a oxidu hlinitého [1].

**Leptání:** Běžně se leptání neprovádí, lze však použít některé metody fyzického leptání – reliéfní leštění nebo tvorbu povrchových vrstev [1].

## 4.5.1 Proces přípravy

Tabulka 4.15 – Postup 4, shrnutí a poznámky k přípravě [1]

| <b>Řezání</b>  |  |           |
|--|--|-----------|
| Řezný kotouč   | Diamantový, kovové nebo bakelitové pojivo, do 1 mm šířky |           |
| <b>Zapouzdření</b>   |  |           |
| Zalévání za studena  | Pryskyřice   | Epoxidová |
|  | Přibližný čas vytvrzení                                  | 12-24 hod |
| <b>Broušení</b>  |  |           |
| <b>M-4, T-4:</b> Nejhrubší zrnitosti SiC brusných papírů použít jen v dostatečné vzdálenosti od roviny pozorování. |  |           |

| Leštění   |
|---|
| <b>T-4:</b> Často může být krok L2 vynechán.  |
| <b>M-4:</b> L2: Pokud není velký rozdíl v tvrdostech jednotlivých materiálů, lze použít částečně počesanou, měkkou a umělou textilií. |
| <b>M-4, T-4:</b> Při větším množství měkkých materiálů je vhodné pro závěrečné leštění použít směs koloidní siliky a oxidu hlinitého. |
| <b>M-4, T-4:</b> Pro kroky s 6, 3 a 1 $\mu$ m diamanty lze použít koloidní siliku jako lubrikant.                                     |

Tabulka 4.16 – Moderní metoda M-4 [1]

| Moderní metoda M-4                |                     |                     |                              |  |   |   |
|-----------------------------------|---------------------|---------------------|------------------------------|--|---|---|
| Broušení/leštění                  | RB                  | B1                  | B2                           | L1                                     | L2  | L3  |
| Disk/textilie                     | SiC papír           | SiC papír           | PKD, měkký                   | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, umělá | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, měkká, pórovitá, umělá |
| Typ abrasiva                      | SiC                 | SiC                 | Diamant, sprej nebo suspenze | Diamant, sprej nebo suspenze           | Diamant, sprej nebo suspenze              | Silika                                    |
| Zrnitost/velikost zrna [ $\mu$ m] | P220                | P320                | 9                            | 3                                      | 1   | 0,04/0,05                                 |
| Lubrikant                         | Voda                | Voda                | Alkohol nebo voda            | Voda-olej                              | Voda-olej                                 |   |
| Otáčky talíře/držáku [ot/min]     | 300/150             | 300/150             | 150/150                      | 150/150                                | 150/150                                   | 150/150                                   |
| Otáčení držáku                    | Po nebo proti směru | Po nebo proti směru | Po směru                     | Po směru                               | Po směru                                  | Proti směru                               |
| Síla na výbrus [N]                | 25                  | 25                  | 20                           | 20                                     | 20  | 10-15                                     |
| Doba [min]                        | Do roviny           | 0,5-1               | 2-15 (k cíli)                | 1-5                                    | 1-4                                       | 0,5-1                                     |

Tabulka 4.17 – Tradiční metoda T-4 [1]

| Tradiční metoda T-4           |                     |           |           |                |   |  |   |   |
|-------------------------------|---------------------|-----------|-----------|----------------|---|--|---|---|
| Broušení/leštění              | RB                  | B1        | B2        | B3             | L1  | L2                                     | L3  | L4  |
| Disk/textilie                 | SiC papír           | SiC papír | SiC papír | SiC papír      | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, umělá | Textilie, nepočes, tvrdá, tkaná, hedvábná | Textilie, nepočes, měkká, pórovitá, umělá |
| Typ abrasiva                  | SiC                 | SiC       | SiC       | SiC            | Dia, sprej nebo suspenze                  | Dia, sprej nebo suspenze               | Dia, sprej nebo suspenze                  | Silika                                    |
| Zrnitost/velikost zrna [μm]   | P32                 | P500      | P800      | P1200          | 6   | 3                                      | 1   | 0,04/0,05                                 |
| Lubrikant                     | Voda                | Voda      | Voda      | Voda           | Voda-olej                                 | Voda-olej                              | Voda-olej                                 |   |
| Otáčky talíře/držáku [ot/min] | 300/150             | 300/150   | 300/150   | 300/150        | 150/150                                   | 150/150                                | 150/150                                   | 150/150                                   |
| Otáčení držáku                | Po nebo proti směru | Po směru  | Po směru  | Po směru       | Po směru                                  | Po směru                               | Po směru                                  | Proti směru                               |
| Síla na výbrus [N]            | 30                  | 30        | 30        | 30             | 20  | 20                                     | 20  | 10-15                                     |
| Doba [min]                    | Do roviny           | 0,5-1     | 0,5-1     | 0,5-1 (k cíli) | 5-15                                      | 1-2                                    | 1-4                                       | 0,5-1                                     |

## 4.6 Postup 5. Desky plošných spojů

**O materiálu:** Pro tento typ přípravy není vyvinuta čistě moderní metoda. Proto je metoda M-5 spíše tradiční a využívá klasické SiC brusné papíry [1].

**Řezání:** Pro tvorbu DPS kupónu se většinou používají precizní frézky, ale lze připravit vzorek i s použitím precizní pily a diamantového řezného kotouče s kovovým pojivem [1].

**Zapouzdření:** Zapouzdření může probíhat jednotlivě, nebo v případě sady kupónů lze zalít dva až šest kusů naráz (pomocí speciálního držáku). Většinou se používá akrylátová pryskyřice pro svoji větší rychlost vytvrzení [1].

**Broušení:** Broušení probíhá ve dvou krocích. Lze využít nastavitelných stopek, které

zastaví proces po odebrání určitého množství materiálu. Toho se využívá především pro vyšetření kvality pokovených otvorů [1].

**Leštění:** Kroky L3 a někdy i L2 mohou být u obou metod vypuštěny, pokud pro vyšetření není nutný dokonalý povrch výbrusu [1].

**Leptání:** Leptání může být provedeno v kroku L3 pomocí směsi z: 96 ml koloidní siliky, 2 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) a 2 ml NH<sub>4</sub>OH (25%) [1].

#### 4.6.1 Proces přípravy

Tabulka 4.18 – Postup 5, shrnutí a poznámky k přípravě [1]

|  |  |            |
|--|--|------------|
| <b>Řezání</b>  |  |            |
| Řezný kotouč   | Diamantový, kovové pojivo, pokud není použito frézky |            |
| <b>Zapouzdření</b>   |  |            |
| Zalévání za studena  | Pryskyřice   | Akrylátová |
|  | Přibližný čas vytvrzení                              | 8-10 min   |
| <b>Broušení</b>  |  |            |
| <b>M-5, T-5:</b> Broušení je možné provést kontrolovaně pomocí nastavitelných dorazů.  |  |            |
| <b>Leštění</b>   |  |            |
| <b>M-5, T-5:</b> Leptání může být provedeno chemicko mechanickým leštěním pomocí směsi: 96 ml koloidní siliky, 2 ml H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30%) a 2 ml NH <sub>4</sub> OH (25%). |  |            |

Tabulka 4.19 – Moderní metoda M-5 [1]

| Moderní metoda M-5                  |                        |               |  |   |   |
|-------------------------------------|------------------------|---------------|--|---|---|
| Broušení/leštění                    | RB                     | B1            | L1   | L2  | L3  |
| Disk/textilie                       | SiC papír              | SiC papír     | Textilie,<br>nepočes, tvrdá,<br>tканá, umělá | Textilie,<br>nepočes, tvrdá,<br>tканá, vlněná | Textilie,<br>nepočes, měkká,<br>pórovitá, umělá |
| Typ abrasiva                        | SiC                    | SiC           | Diamant, sprej<br>nebo suspenze              | Diamant, sprej<br>nebo suspenze               | Silika  |
| Zrnitost/velikost<br>zrna [μm]      | P220                   | P1200         | 3  | 1   | 0,04/0,05                                       |
| Lubrikant                           | Voda                   | Voda          | Voda   | Voda  |   |
| Otáčky<br>talíře/držáku<br>[ot/min] | 300/150                | 150/150       | 150/150                                      | 150/150                                       | 150/150   |
| Otáčení držáku                      | Po nebo proti<br>směru | Po směru      | Po směru                                     | Po směru                                      | Proti směru                                     |
| Síla na výbrus [N]                  | 20                     | 20            | 20   | 15  | 10  |
| Doba [min]                          | Viz. broušení          | Viz. broušení | 2  | 2   | 0,5   |

Tabulka 4.20 – Tradiční metoda T-5 [1]

| Tradiční metoda T-5                 |                        |               |  |   |   |
|-------------------------------------|------------------------|---------------|--|---|---|
| Broušení/leštění                    | RB                     | B1            | L1   | L2  | L3  |
| Disk/textilie                       | SiC papír              | SiC papír     | Textilie,<br>nepočes, tvrdá,<br>tканá, umělá | Textilie,<br>nepočes, tvrdá,<br>tканá, hedvábná | Textilie,<br>nepočes, měkká,<br>pórovitá, umělá |
| Typ abrasiva                        | SiC                    | SiC           | Diamant, sprej<br>nebo suspenze              | Diamant, sprej<br>nebo suspenze                 | Silika  |
| Zrnitost/velikost<br>zrna [μm]      | P220                   | P1200         | 6  | 1   | 0,04/0,05                                       |
| Lubrikant                           | Voda                   | Voda          | Voda   | Voda  |   |
| Otáčky<br>talíře/držáku<br>[ot/min] | 300/150                | 300/150       | 150/150                                      | 150/150   | 150/150   |
| Otáčení držáku                      | Po nebo proti<br>směru | Po směru      | Po směru                                     | Po směru  | Proti směru                                     |
| Síla na výbrus [N]                  | 20                     | 20            | 20   | 15  | 10  |
| Doba [min]                          | Viz. broušení          | Viz. broušení | 2  | 2   | 0,5   |

## 4.7 Leptadla

Tabulka 4.21 – Leptadla z doporučených postupů [1, 10]

| Číslo leptadla | Složení leptadla   | Použití                                 |
|----------------|--|---|
| 1              | 5 ml HNO <sub>3</sub> (65%)<br>5 ml HF (40%)<br>90 ml vody                               | Namáčet, do 20 s                        |
| 2              | 10 ml HNO <sub>3</sub> (65%)<br>10 ml HF (40%)   | Namáčet několik minut                   |
| 3              | 50-100 g NaOH<br>100 ml vody   | Namáčet několik minut                   |
| 4              | 15 ml HCl (32%)<br>10 ml HF (40%)<br>90 ml vody  | Namáčet několik minut                   |
| 5              | 2 g FeCl <sub>3</sub><br>5 ml HCl<br>30 ml vody<br>60 ml etanolu nebo metanolu           | Namáčet několik minut                   |
| 6              | 1-5 ml HNO <sub>3</sub><br>100 ml etanolu nebo metanolu (95%)                            | Natírat nebo máčet několik minut        |
| 7              | 10 ml HNO <sub>3</sub><br>30 ml kyseliny octové<br>50 ml glycerinu                       | Namáčet 0,5 až 10 minut při 38 až 42 °C |
| 8              | 2 ml HCl<br>100 ml etanolu nebo metanolu (95%)   | Potírat 1 až 3 minuty                   |
| 9              | 10 ml HNO <sub>3</sub><br>10 ml kyseliny octové<br>80 ml glycerinu                       | Namáčet 0,5 až 10 minut při 38 až 42 °C |
| 10             | 2 kapky HF<br>1 kapka HNO <sub>3</sub><br>25 ml glycerinu                                | Namáčet 1 minutu                        |
| 11             | 1 g dichromanu sodného<br>1 g NaCl<br>4 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub><br>250 ml vody | Potírat několik sekund                  |



## **5 Praktická část**

Smyslem praktické části práce bylo ověření doporučených postupů pro přípravu metalografických výbrusů elektronických prvků. Postupy uvedené v kapitole 4 je však možné odpovídajícím způsobem provést jen v plně vybavené laboratoři, kde je k dispozici velké množství různých materiálů a produktů pro přípravu výbrusů. Zaměřil jsem se tedy především na určení hlavních problémů a nežádoucích jevů, které mohou při přípravě vzniknout, a které je nutné správnou přípravou odstranit nebo co nejvíce omezit. Při přípravě výbrusů jsem se pak snažil vybrané problémy odstranit použitím různých dostupných materiálů nebo úpravou postupů. Také jsem vyzkoušel použití a účinky některých leptadel. Během celé praktické části jsem získal základní poznatky o přípravě a používání různých materiálů, které se budu snažit popsat v následujícím textu. Vybrané výsledky jsem pak pozoroval a zaznamenal pomocí snímků, kterými bude text doplněn.

Praktická část pro mě začínala postupným poznáváním materiálů a přístrojů. První výbrusy jsem vytvořil metodou pokus-omyl a přestože výsledná kvalita nebyla mnohdy dobrá, tak získané poznatky a i osvojení základní manuální zručnosti posloužily k dalšímu zdokonalování přípravy.

### **5.1 Mikroskopy použité k pozorování výbrusů**

K pozorování a dokumentování vytvořených výbrusů byly použity dva odlišné mikroskopy. Invertovaný světelný mikroskop Olympus GX71, se kterým jsem pozorování prováděl osobně a konfokální laserový skenovací mikroskop Olympus Lext 3000, jehož použití jsem měl zprostředkované, a na kterém byla provedena některá přesná měření.

Mikroskop GX71 byl vybaven snímacím zařízením Leica, které umožňovalo přenos obrazu do počítače a jeho úpravu v programu IM50. Veškerá pozorování na tomto mikroskopu jsem prováděl ve světlém poli, protože byl vybaven objektivy pro tento druh pozorování. Tento mikroskop umožňoval pozorování výbrusu v takové poloze, kdy byl výbrus položen na vytvořenou rovinu určenou k pozorování. Nebylo tedy při přípravě nutné tvořit rovnoběžné roviny na obou stranách výbrusu.

Mikroskop Lext 3000 je elektronicky ovládaný mikroskop, který umožňuje velmi přesné

měření s nastavitelným pohybem objektivů ve třech osách. Je tak možné nastavit rastr, ve kterém je povrch pozorován a v každém bodě rastru je možné měřit výškový profil povrchu. Výbrusy určené pro pozorování na tomto mikroskopu neleží na rovině pozorování a musí mít vytvořenou rovnoběžnou rovinu, tak aby byla rovina pozorování kolmo k objektivu.

## **5.2 Odběr vzorku**

Odebrání vzorku byl první krok, který jsem při přípravě musel provést. Vyzkoušel jsem si několik dobrých i špatných způsobů. Vzorky jsem odebíral především z osazených desek plošných spojů. Mezi naprosto nevhodné způsoby bych zařadil stříhání nůžkami na plech a řezání pilkou na železo.

Stříhání nůžkami, byť bylo provedeno v dostatečné vzdálenosti od zkoumané roviny, způsobovalo velké mechanické namáhání desky plošných spojů. V pozdější části přípravy pak byly odhaleny poměrně velké praskliny ve struktuře materiálu, které byly s největší pravděpodobností způsobené právě nevhodným odběrem. Řezání pilkou na železo bylo o poznání citlivější, ale opět vznikly nežádoucí praskliny. Vyzkoušení těchto postupů se může zdát zbytečné, ale lze si tak jednoduše ověřit nežádoucí vliv nadměrného mechanického namáhání a nutnost použití odpovídajících postupů.

Jako vhodný postup se osvědčilo použití malé precizní pily VC-50 značky Leco, vybavené diamantovým řezným kotoučem o průměru 127 mm a šířce 0,38 mm. Desky plošných spojů jsem při řezání přidržoval ručně, jelikož jejich velikost neumožňovala uchycení do držáku. Uchycení také bránil fakt, že desky byly osazené a dobré upevnění by mohlo poškodit některé součástky. Řezání jsem prováděl v nižších otáčkách cca 150-200 ot/min. Jako chladicí médium jsem použil čistou vodu, kterou jsem musel při delším řezání kvůli znečištění vyměňovat. Při řezání jsem nemusel vyvíjet velký tlak na kotouč, řez probíhal dostatečně rychle a byl čistý i při průchodu tvrdým materiálem (keramickou součástkou). Řezanou desku jsem však musel orientovat tak, aby se řezný kotouč dotýkal co nejmenšího povrchu desky, v opačném případě jsem cítil tendenci desky sevřít se kolem kotouče. Takovéto zaseknutí může snadno způsobit vylomení části ostří kotouče a jeho zničení.

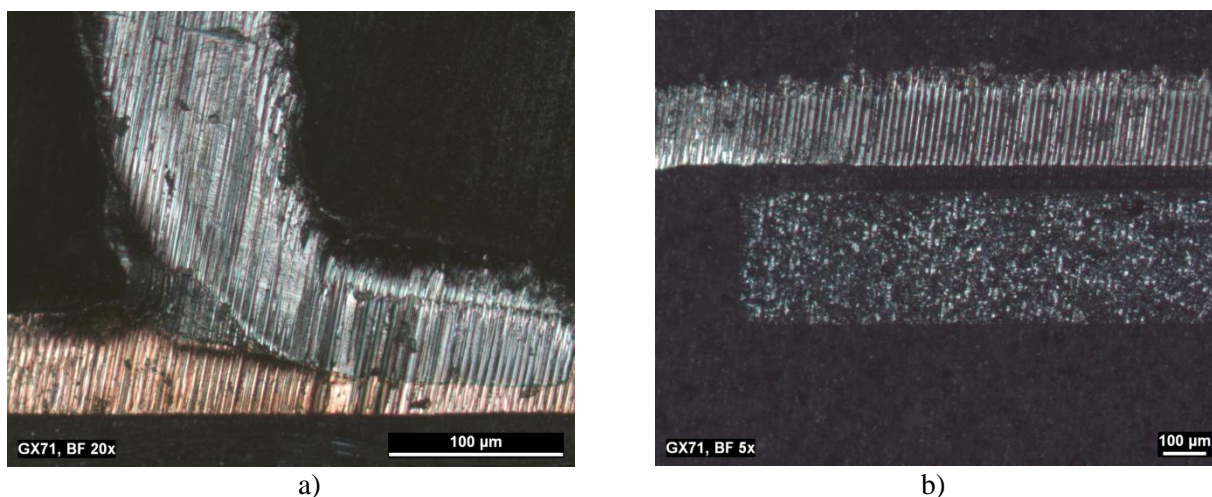
Pro řezání desek plošných spojů se mi tento postup osvědčil a bylo možné vytvořit rovné a čisté řezy. Řez jsem však vždy prováděl v dostatečné vzdálenosti od pozorované struktury, tak aby nedošlo k jejímu poškození.

### 5.2.1 Řezání zapouzdřeného vzorku

Řezání zapouzdřeného vzorku se při přípravě výbrusu používá k rychlému dosažení roviny pozorování a tím omezení hrubých kroků broušení. Vyzkoušel jsem si tři způsoby takového řezání.

Jako nejméně vhodný postup bych označil řezání ručně přidržovaného výbrusu na pile VC-50. Vzhledem k velké ploše materiálu po zapouzdření měl výbrus tendenci se zachytávat na řezném kotouči. Při otáčkách vyšších než 200 ot/min bylo také poměrně složité udržet výbrus v rukou. Kvůli menšímu řeznému kotouči (127 mm) bylo nutné výbrus naříznout ze dvou stran, což zhoršilo kvalitu výsledného povrchu.

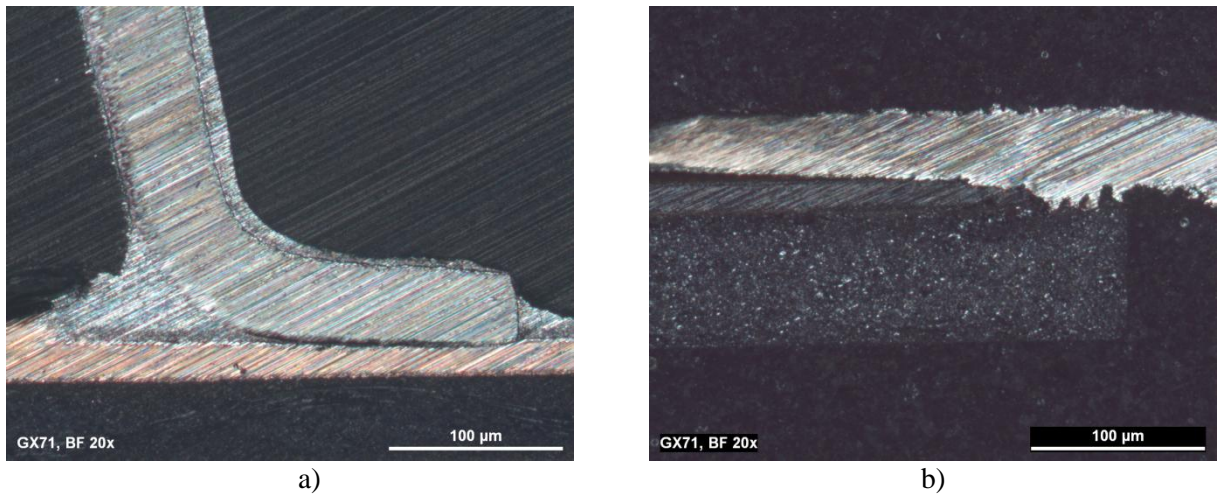
Na stejné pile jsem vyzkoušel přeříznout výbrus pevně uchycený do držáku. Pomocí závaží jsem nastavil sílu působící na vzorek na 5 N (0,5 kg) a otáčky kotouče na 150 ot/min. Pevné uchycení sice snížilo snahu výbrusu zachytit se na kotouči, ale zcela ji neodstranilo. Také bylo nutné výbrus otočit a řez provést z druhé strany. Výsledná kvalita řezaného povrchu byla ale díky pevnému uchycení poměrně dobrá (obrázek 5.1 a) a b)). Takto vytvořený povrch již nebylo nutné v následujících krocích brousit na hrubých zrnitostech, ale šlo použít rovnou jemnější (P600, P1200).



Obrázek 5.1 – Povrch výbrusu po řezání na diamantovém kotouči a) Pájený spoj b) Křemíkový substrát čipu

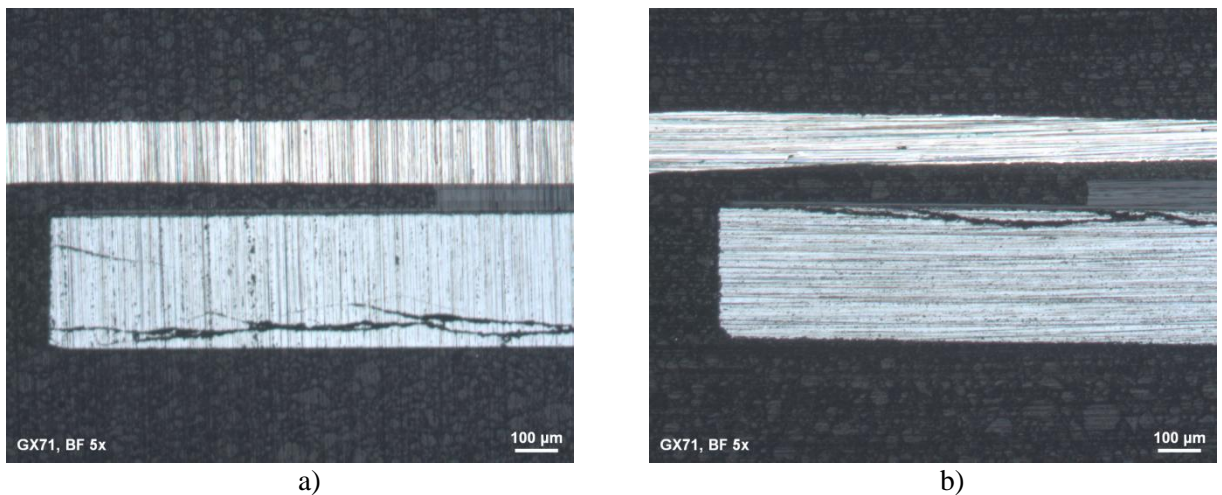
Další řezání zapouzdřeného vzorku bylo na požádání provedeno na větší precizní pile IsoMet4000 značky Buehler. Pila byla vybavena CNB (kubický nitrid bóru) řezným kotoučem, který je vhodný spíše pro řezání tvrdých kovů, ale jiný nebyl k dispozici. Výbrus byl pevně uchycen do držáku, rychlost řezu nastavena na 2 mm/min a otáčky kotouče na 1600

ot/min. K chlazení byla použita chladicí kapalina tvořená převážně vodou. Po cca 15 minutách byl výbrus přeříznut. Výsledný povrch (obrázek 5.2 a) a b)) byl zcela rovný a velmi dobré kvality. Takto vytvořený povrch bylo možné brousit rovnou na zrnitosti P1200 nebo s použitím 9 $\mu$ m diamantových abrasiv. Záleží samozřejmě na množství materiálu, který musí být po řezu ještě odebrán.



Obrázek 5.2 – Povrch výbrusu po řezání na CNB kotouči a) Pájený spoj b) Křemíkový substrát čipu

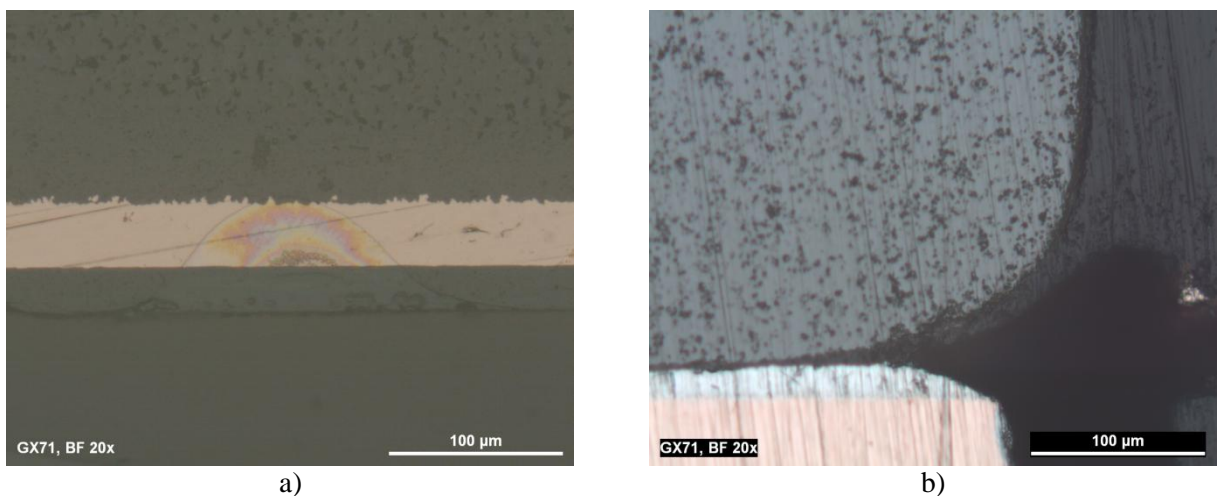
Na obrázku 5.1 b) a 5.2 b) je vidět část křemíkového substrátu čipu. Na žádném z obrázků není patrné žádné poškození křemíkového substrátu, nicméně po prvním kroku broušení (SiC brusný papír, P1200) byly odhaleny poměrně významné praskliny v křemíku (obrázek 5.3) způsobené s největší pravděpodobností právě řezáním. Tento fakt potvrzuje vysokou křehkost polovodičových čipů a jejich citlivost na způsob přípravy. Možným řešením by mohlo být použití co nejtenčího diamantového řezného kotouče určeného pro tento materiál a snížení rychlosti řezu pod 2 mm/min.



Obrázek 5.3 – a), b) Praskliny v křemíkovém substrátu vzniklé nejspíše řezáním

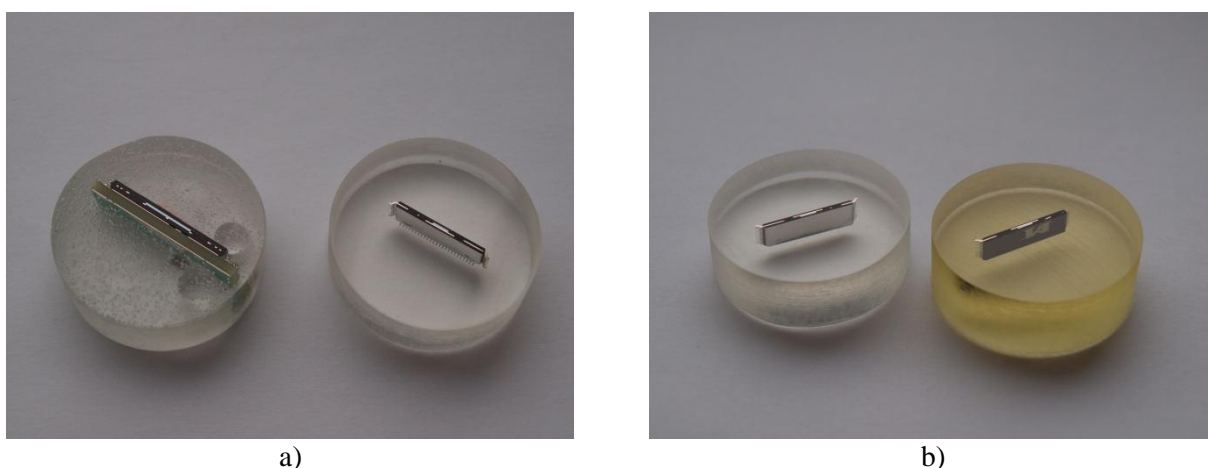
### 5.3 Zalévání

Správná volba zalévací hmoty může zamezit vzniku některých nežádoucích jevů. Hmota, která je měkčí než zalévaný vzorek, je často během jemnějších kroků broušení a především během leštění rychleji odstraněna a vzniká výškový reliéf mezi vzorkem a hmotou (více kapitola 5.5). Vzniklý reliéf pak úzce souvisí se zaoblením odhalených hran. Dalším nežádoucím jevem je vznik trhlin mezi vzorkem a hmotou. To je způsobeno především smrštitostí jednotlivých zalévacích hmot. Trhliny pak opět umožňují vznik zaoblených hran a navíc se v nich udržuje voda (obrázek 5.4 a)) a nečistoty z jemnějších kroků broušení a leštění. Volba pryskyřice také souvisí s možností použít vakuové zalévání. Zde je nutné zmínit, že byly používány pouze pryskyřice pro zalévání za studena.



Obrázek 5.4 – Nežádoucí jevy a) Vyvzlínání vlhkosti z mezery mezi vzorkem a hmotou b) Vzduchová bublina zachycená v akrylátové zalévací hmotě

Co se týče zalévání ve vakuu a v přetlaku, byly vyzkoušeny obě metody a následně používány pro přípravu všech dalších výbrusů. Zalévání v přetlaku jsem používal pro akrylátové pryskyřice. Vliv působení přetlaku byl dobře patrný po vytvrzení pryskyřice. Akrylátová pryskyřice zalitá běžným způsobem obsahuje po vytvrzení ve svém objemu množství vzduchových bublinek, které mohou v pozdější přípravě zachytávat nečistoty. Při zalití v přetlaku je velikost a množství vzduchových bublinek výrazně menší a průhlednost pryskyřice je vyšší.



Obrázek 5.5 – Zapouzdřené vzorky a) Akrylátová pryskyřice VariKleer zalitá normálně a v přetlaku b) Odtrhnutí pryskyřice způsobující lesklý povrch a dokonale přimknutá epoxidová pryskyřice

Na obrázku 5.5 a) je porovnání akrylátové pryskyřice VariKleer zalité normálním způsobem (vlevo) a v přetlaku (vpravo). Zalévání ve vakuu je použitelné pouze pro epoxidové pryskyřice. Rozdíl od normálně provedeného zalití není na první pohled patrný, ale s použitím vakua dochází k proniknutí pryskyřice do všech dostupných míst materiálu a nevznikají tak nežádoucí vzduchové bubliny (obrázek 5.4 b)).

### 5.3.1 Smrštivost zalévacích hmot

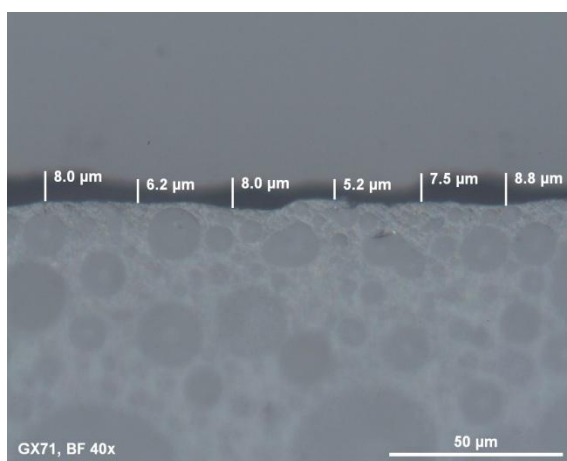
Smrštivost zalévací hmoty je vlastnost, která může po vytvrzení způsobit odtrhnutí pryskyřice od vzorku a vznik nežádoucí mezery. Na obrázku 5.5 b) je stejný vzorek (čip) zalitý v akrylátové pryskyřici VariKleer (vlevo) a epoxidové pryskyřici EpoThin (vpravo). U čipu v akrylátové pryskyřici odšlo k odtrhnutí pryskyřice a vzniku mezery. Vlivem optického lomu se tak povrch čipu jeví jako lesklý, stříbrný. U čipu v epoxidové pryskyřici ke vzniku mezery nedošlo a jeho povrch je viditelný i s jeho označením.

Pro stanovení smrštivosti jsem použil tři pryskyřice značky Buehler. Akrylátovou

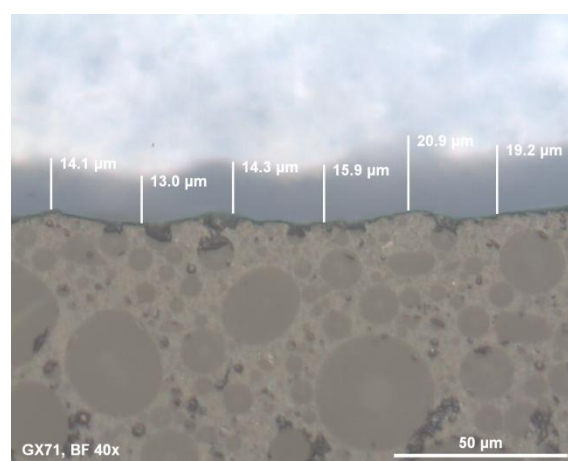
pryskyřici VariKleer, akrylátovou pryskyřici s keramickým plnivem VariDur 3000 a epoxidovou pryskyřici EpoThin. Akrylátové pryskyřice jsem zalil v přetlaku, epoxidovou ve vakuu. Vzniklé mezery mezi vzorkem a pryskyřicí jsem pozoroval na mikroskopu a pomocí počítačového programu programu IM50 na několika místech změřil. V tabulce 5.1 jsou uvedeny průměrné hodnoty určené z měření na šesti místech a odkazy k jednotlivým obrázkům. U pryskyřice VariKleer došlo k odtrhnutí a vzniku mezery na obou stranách vzorku a průměrnou hodnotu je třeba vynásobit dvěma.

Tabulka 5.1 – Velikosti mezer vzniklých u různých pryskyřic

| Pryskyřice   | Průměrná hodnota mezer                    | Obrázek        |
|--------------|---|----------------|
| VariKleer    | 7,28 $\mu\text{m}$ (14,56 $\mu\text{m}$ ) | Obrázek 5.6 a) |
| VariDur 3000 | 16,23 $\mu\text{m}$                       | Obrázek 5.6 b) |
| EpoThin      | Bez odtrhnutí                             | Obrázek 5.7 a) |
| EpoThin      | Bez odtrhnutí                             | Obrázek 5.7 b) |

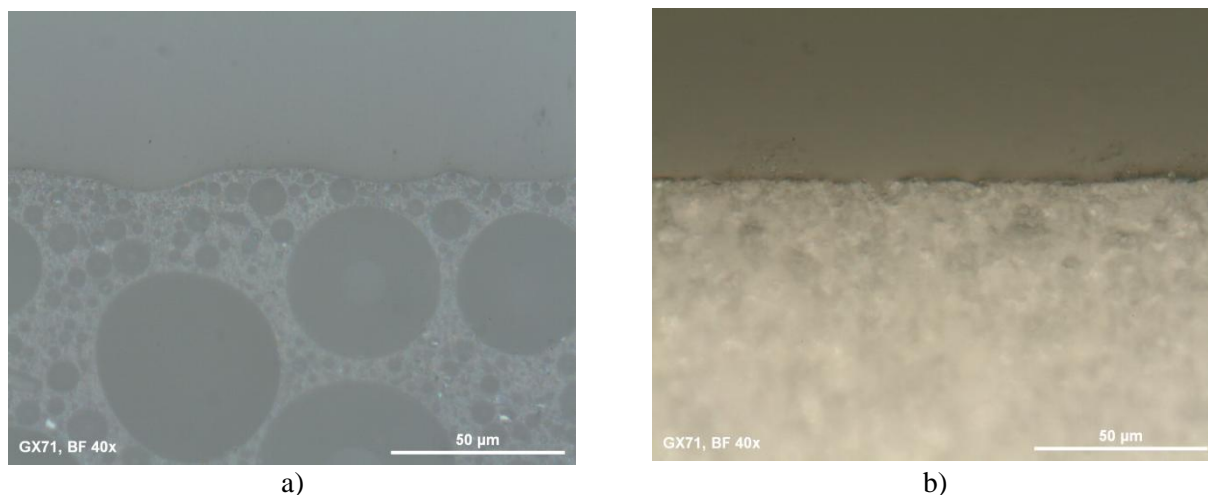


a)



b)

Obrázek 5.6 – Odtrhnutí zalévací hmoty od povrchu vzorku a) Akrylátová pryskyřice VariKleer, u které došlo ke stejnému odtrhnutí na obou stranách vzorku b) Akrylátová pryskyřice s keramickým plnivem VariDur 3000, u které došlo k odtrhnutí jen a jedné straně vzorku



Obrázek 5.7 – a, b) Epoxidová pryskyřice EpoThin, u které nedošlo k odtrhnutí od vzorku

Ze získaných výsledků je vidět, že u epoxidové pryskyřice EpoThin nedošlo k odtrhnutí a vzniku mezery. U této pryskyřice tedy nehrozí zaoblení hran na rozhraní vzorek-pryskyřice a zachytávání nečistot a kapalin do mezer. U akrylátových pryskyřic VariKleer a VariDur 3000 vznikla mezera podobné velikosti. Může tedy dojít k zaoblení hran vzorku nebo zachycení nečistot. Nelze však říct, že epoxidová pryskyřice je celkově lepší. Její použití je lepší pouze v tomto ohledu a pro omezení těchto specifických jevů. V přípravě výbrusu totiž hraje roli více vlastností zalévacích hmot.

### 5.3.2 Tvrdost zalévacích hmot

Tvrdost zalévací hmoty je důležitá vlastnost, která určuje rychlost obroušení materiálu během přípravy. Čím tvrdší hmota je, tím pomaleji ubývá během broušení a leštění. Při přípravě výbrusů se má použít hmota obdobné tvrdosti jako je tvrdost vzorku.

Pro zjištění rozdílů v tvrdosti jsem opět použil pryskyřice VariKleer, VariDur 3000 a EpoThin. Opět byly zalaty v přetlaku, případně ve vakuu. Jako vzorky jsem použil tři stejné křemíkové čipy. Vytvořené výbrusy jsem připravil pomocí SiC brusných papírů a od zrnitosti P1200 jsem připravoval všechny tři výbrusy stejným způsobem. Broušení na papíru P1200 trvalo 10 s při 180 ot/min. Další krok bylo broušení na papíru P2500, trvajícím 15 s a při 150 ot/min. Závěrečné leštění jsem provedl na textilií MicroCloth s použitím 0,05µm lešticí suspenze MasterPrep ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Leštění trvalo shodně 4 minuty při 150 ot/min. Po této přípravě byly vzorky pozorovány na mikroskopu Lext 3000 a byl změřen jejich výškový profil.

Výškový profil byl změřen mezi pryskyřicí a prostředkem vzorku a pro jednotlivé pryskyřice je uveden v tabulce 5.2. Na obrázcích 5.8, 5.10 a 5.12 jsou pořízené snímky



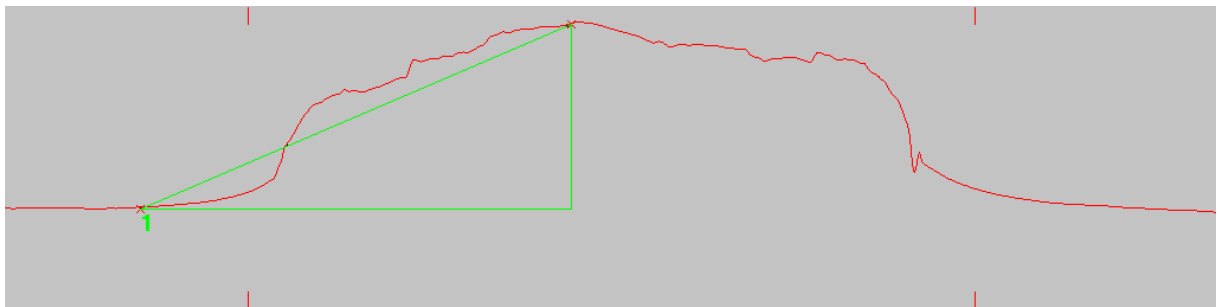
s vyznačeným místem měření a na obrázcích 5.9, 5.11 a 5.13 naměřené výškové profily.

Tabulka 5.2 – Výškový profil vzniklý u různých pryskyřic

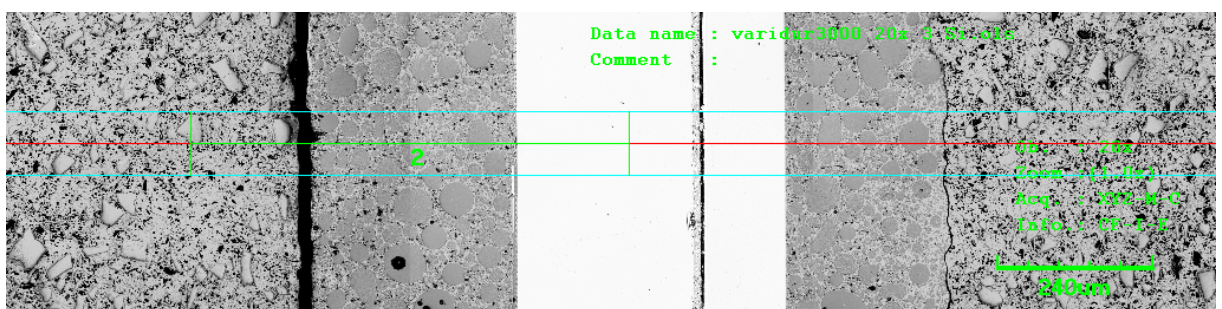
| Pryskyřice   | Výškový rozdíl [ $\mu\text{m}$ ] | Obrázek             |
|--------------|----------------------------------|---------------------|
| VariKleer    | 10,327                           | Obrázek 5.8 a 5.9   |
| VariDur 3000 | 0,716                            | Obrázek 5.10 a 5.11 |
| EpoThin      | 6,518                            | Obrázek 5.12 a 5.13 |



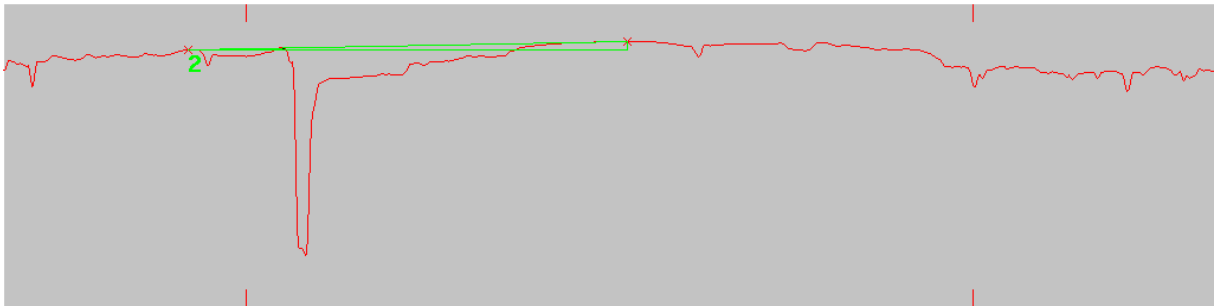
Obrázek 5.8 – Si čip zalitý v pryskyřici VariKleer



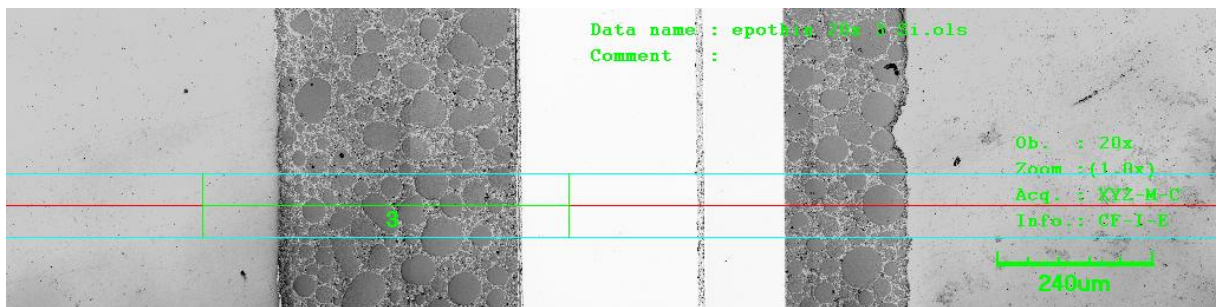
Obrázek 5.9 – Vzniklý reliéf u vzorku v pryskyřici VariKleer



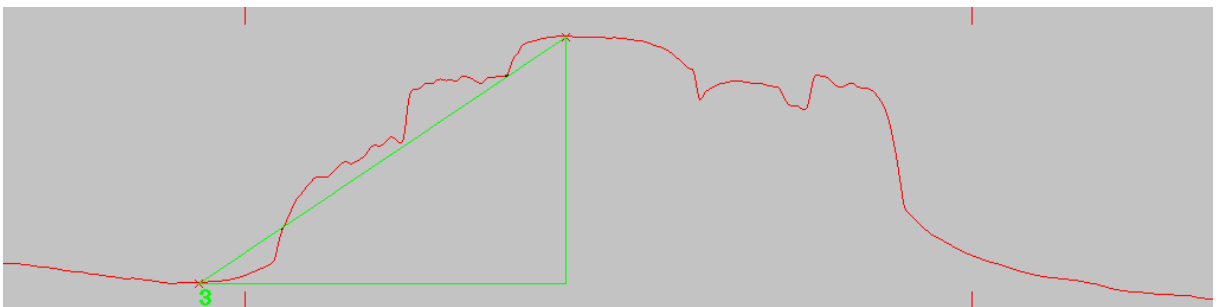
Obrázek 5.10 – Si čip zalitý v pryskyřici VariDur 3000



Obrázek 5.11 - Vzniklý reliéf u vzorku v pryskyřici VariDur 3000



Obrázek 5.12 – Si čip zalitý v pryskyřici EpoThin



Obrázek 5.13 - Vzniklý reliéf u vzorku v pryskyřici EpoThin

Na první pohled je vidět, že u pryskyřic VariKleer a Epothin došlo k úbytku zalévací hmoty a tím ke vzniku reliéfu. U pryskyřice VariDur 3000, která má keramické plnivo a tedy i vysokou tvrdost, nedošlo k rozdílnému obroušení mezi hmotou a vzorkem a reliéf nevznikl. Z těchto výsledků lze usuzovat, že buď byly použity některé pryskyřice s menší tvrdostí než jakou má vzorek, nebo došlo k příliš dlouhému leštění, během kterého vzniká reliéf nejčastěji.

## 5.4 Broušení

U broušení jsem se zaměřil na vliv brusného materiálu na křehčí materiálové struktury, především křemíkové čipy a také na omezení počtu jednotlivých kroků broušení použitím diamantových brusných past. K dispozici jsem měl klasické SiC brusné papíry různých

zrnitostí (P80, P180, P220, P320, P400, P600, P1200, P2000, P2500) a diamantové brusné pasty značky Buehler, MetaDi II v zrnitostech 9, 6 a 3  $\mu\text{m}$ . Broušení jsem prováděl na manuální brusce/leštičce značky MTH, Kompakt 1031.

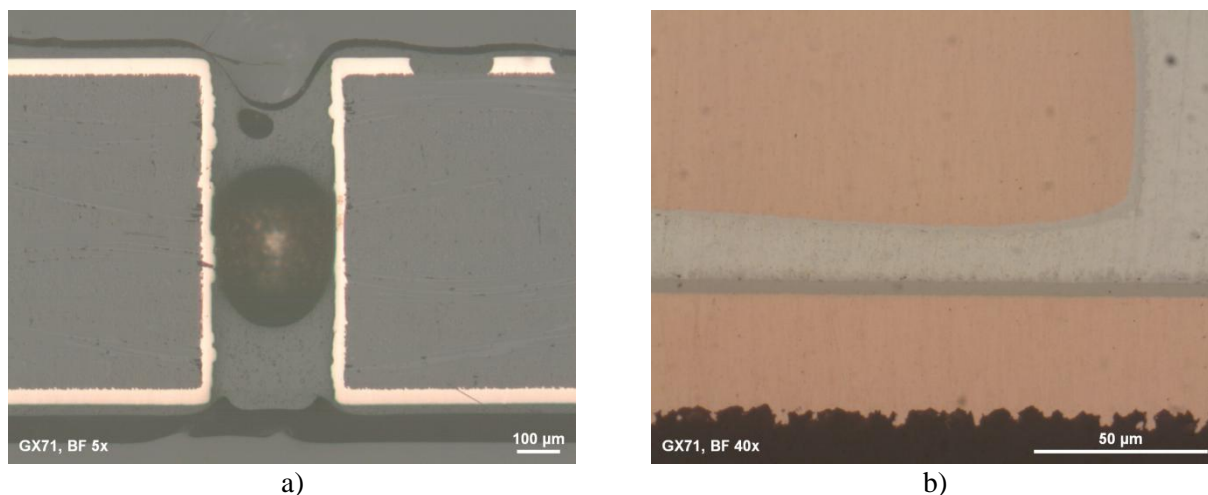
### 5.4.1 Broušení méně citlivých materiálů

Broušení méně náročných materiálů jsem prováděl pomocí SiC brusných papírů. Jejich použití je snadné a po získání základní zručnosti je příprava hladkého povrchu rychlá. Nejhrubší dostupné zrnitosti (P80, P220 a P320) jsem používal především pro vytvoření roviny a rychlý úběr materiálu. Zrnitost P600 měla stále ještě dobrý úběr materiálu, ale již ne tak velký. Zrnitosti P1200, P2000 a P2500 se osvědčili k přesnému přiblížení k rovině pozorování a zároveň k vytvoření povrchu vhodného pro leštění. Použití nejhrubších zrnitostí jsem volil podle množství materiálu určeného k odebrání. Poté jsem používal postupně zrnitosti P600, P1200 a P2500.

Parametry broušení jsem se snažil odhadnout podle doporučených postupů. Jediný nastavitelný parametr byly otáčky nosného talíře. Do zrnitosti P600 jsem používal cca 200-250 ot/min, pro kroky P1200 a P2500 pak nižší 150-200 ot/min. Jako chladicí médium jsem používal výhradně vodu, přiváděnou přímo na brusný papír. Při přechodu na jemnější zrnitost jsem používal ultrazvukového čištění ve vodní lázni, aby nedošlo ke kontaminaci jemnějších kroků hrubším abrasivem.

Co se týče SiC brusných papírů, mají dobré brusné vlastnosti a snadno se s nimi pracuje. Problém může být nižší životnost, kdy po několika broušeních ztrácí papír své vlastnosti a musí být vyhozen. Zvláště pak papíry P1200 a jemnější vydrží jen několik kratších broušení a po opotřebením abrasiva povrch výbrusu spíše poškrábou. Další nevýhodou je nutnost provést větší počet kroků broušení a tedy větší časová náročnost i spotřeba materiálu.

Pomocí SiC brusných papírů jsem manuálním broušením a následným vyleštěním připravil poměrně kvalitní výbrusy (obrázek 5.14 a) a b)). Jako vhodné se mi osvědčili především pro přípravu desek plošných spojů a pájených spojů. Jako méně vhodné bych je označil, alespoň tedy zrnitosti P1200 a jemnější, pro přípravu vzorků s větším množstvím tvrdých materiálů (keramika). U těchto tvrdších materiálů pak po broušení vzniká reliéf a zároveň životnost papírů je podstatně nižší. Další problematiku skupinou mohou být křehké materiály, kde může dojít použitím SiC brusných papírů k poškození vnitřní struktury (polámání hran křehkých materiálů).



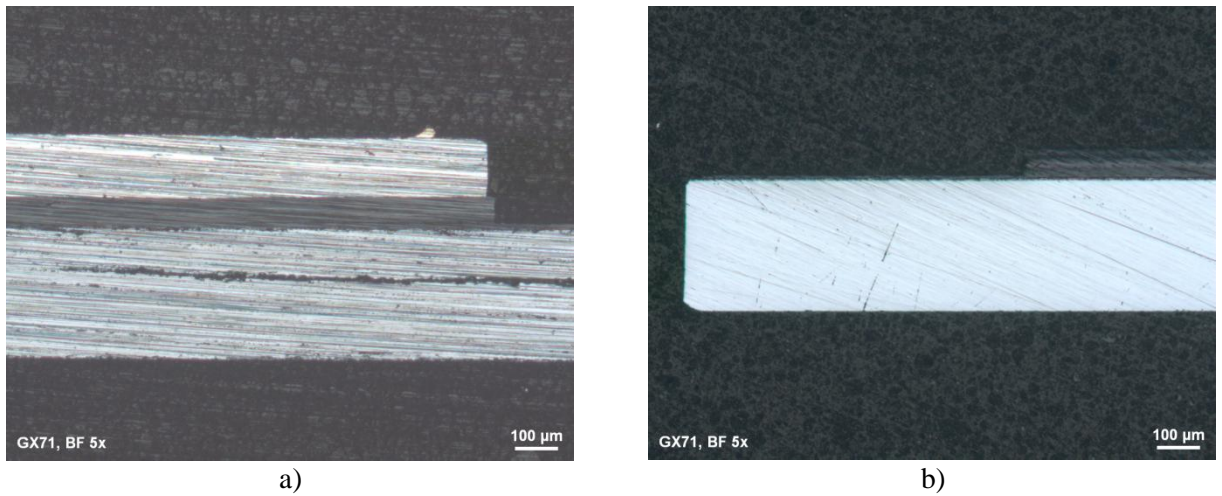
Obrázek 5.14 – Výbrusy broušené pouze SiC papíry a) Pokovený otvor v DPS b) Detail pájeného spoje na DPS

## 5.4.2 Broušení citlivých materiálů

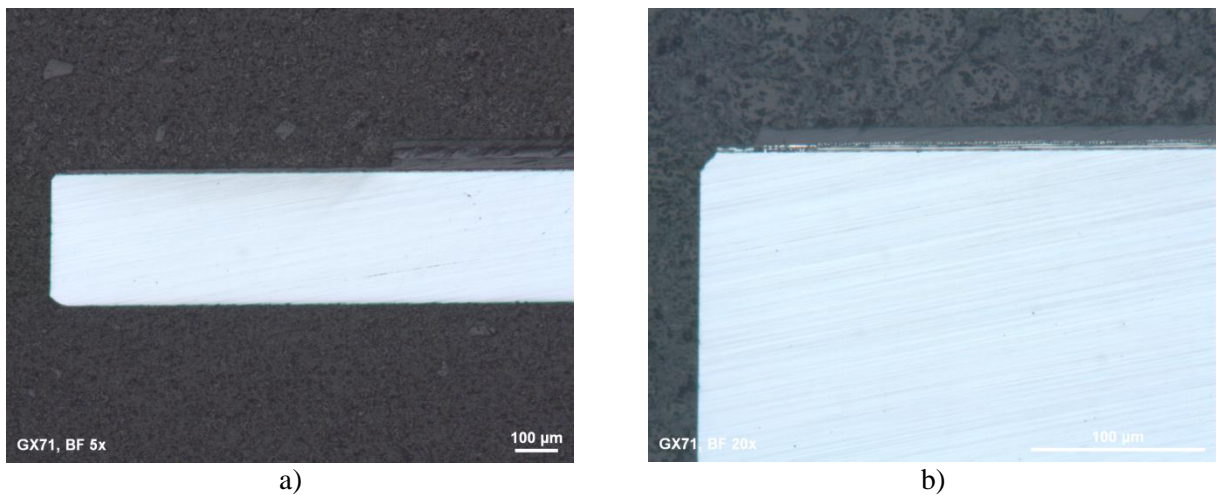
Pro přípravu křehkých a citlivějších vzorků jsem zkusil použít podle doporučených postupů diamantové brusné pasty. K dispozici jsem měl tři brusné pasty s polykrystalickým diamantovým abrasivem MetaDi II (9, 6 a 3  $\mu\text{m}$ ), lubrikant MetaDi Fluid a dvě textilie TexMet 1000. Diamantové pasty není možné po aplikaci na textilii dokonale vymýt, a proto jsem zvolil jednu textiliu pro velikost diamantových zrn 9  $\mu\text{m}$  a jednu pro 3  $\mu\text{m}$ . Textilie TexMet 1000 je nepočesaná, tvrdá, netkaná a umělá. Svými vlastnostmi je navržena tak, aby během broušení nedocházelo ke vzniku reliéfů, jak tomu je u měkčích textilií.

Jako citlivý materiál jsem vybral křemíkové čipy a broušení jsem zkusil provést s použitím diamantových past. Jedná se o stejné výbrusy jako v kapitole 5.2.1. Tyto výbrusy byly říznuty na precizní pile VC-50 s diamantovým řezným kotoučem a pro další přípravu jsem vybral ty s nejmenší prasklinou v křemíkovém substrátu, protože se mi nepodařilo řezáním vytvořit zcela neporušenou strukturu. Vzhled povrchu výbrusu po řezání je na obrázku 5.1 a) a b). Vzhledem k dobrému stavu povrchu výbrusu jsem jako první krok broušení zvolil SiC brusný papír P1200. Brousil jsem při 200 ot/min, tak abych odstranil poškození vzniklé řezáním (cca 10s broušení). Pak jsem použil první textiliu TexMet 1000 s 9 $\mu\text{m}$  diamantovou pastou. Brousil jsem při 150 ot/min. Tuto fázi broušení jsem několikrát zopakoval (cca 4 min), až se mi podařilo odbrousit část s poškozenou strukturou. Poslední krok broušení jsem provedl na druhé textilii TexMet 1000 s 3 $\mu\text{m}$  diamantovou pastou. Otáčky byly shodné jako v předchozím kroku, doba broušení pouze taková, aby bylo odstraněno poškození předchozího kroku. Vzniklý povrch výbrusu byl již vhodný k leštění. Leštění jsem

provedl na měkké umělé textilii ChemoMet, určené pro koloidní siliku. Stav povrchu po jednotlivých krocích jsem zaznamenal a jsou uvedeny na obrázcích 5.15 a) a b) a 5.16 a) a b).



Obrázek 5.15 – Vzhled povrchu výbrusu a) Po broušení na P1200 b) Po broušení na P1200 a 9 $\mu$ m diamantové pastě



Obrázek 5.16 – Vzhled povrchu výbrusu po broušení na P1200, 9 a 3 $\mu$ m diamantové pastě a) Celkový pohled b) Detailní pohled

Použití diamantového abrasiva se mi velmi osvědčilo a povrch po posledním kroku broušení nevykazoval žádné poškození hran ani vnitřní struktury. Manuální broušení s diamantovým abrasivem bylo z počátku náročnější na osvojení a také aplikace pasty do textilie byla zpočátku méně obratná. Brusný účinek byl však velmi dobrý po celou dobu broušení a nebylo ani nutné doplňovat další abrasivo. Během broušení jsem ke zvlhčení povrchu nepoužíval vodu, ale lubrikant MetaDi Fluid aplikovaný ze stříčky. Podle získaných zkušeností bych řekl, že 9 $\mu$ m pasta MetaDi II a nejspíš i jiné diamantové produkty stejné

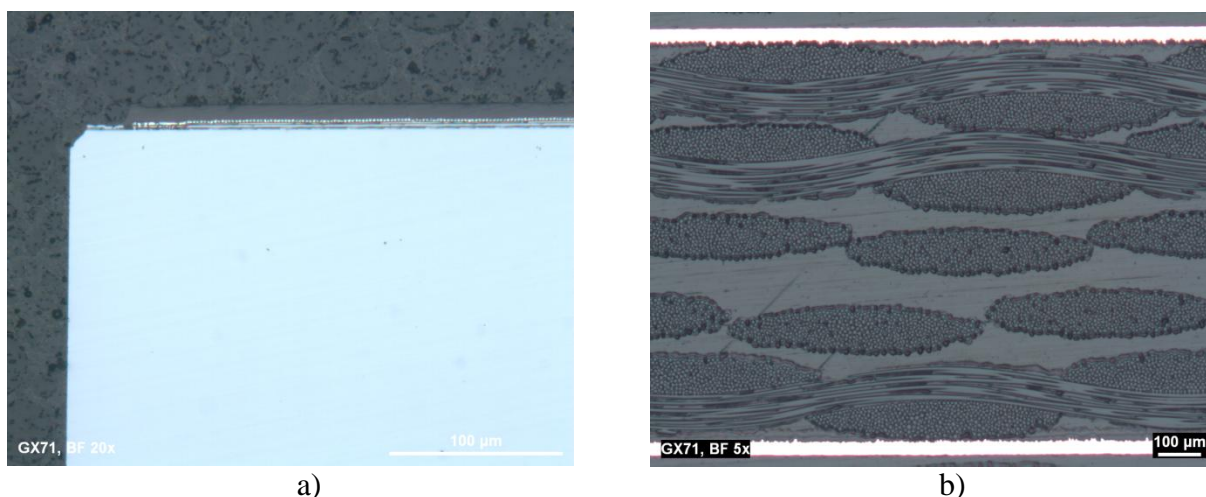
zrnitosti mohou při delším čase broušení nahradit SiC papír P1200. Tato zkušenost potvrzuje moderní metody využívající diamantových abrasiv pro snížení počtu kroků přípravy.

## 5.5 Leštění

Pro leštění jsem měl k dispozici tři druhy textilie. Umělou textilií ChemoMet vhodnou pro koloidní siliku MasterMet 2, textilií MicroCloth vhodnou pro suspenzi oxidu hlinitého MasterPrep a textilií TexMet C vhodnou pro suspenzi MasterPolish 2. Leštění, stejně jako ostatní kroky, vyžadovalo určitý čas pro správné zvládnutí. Poté se již jednalo o snadnou činnost. Veškeré leštění, bez ohledu na média nebo textilie, jsem prováděl při cca 150 ot/min a na výbrus jsem působil menší silou než během kroků broušení. Také se mi osvědčil pozvolný pohyb výbrusu proti směru otáčení leštící textilie. Během leštění jsem zvlhčoval textilií vodou, ale jen lehce, aby nedošlo k odplavení leštící suspenze.

Pro leštění většiny vzorků jsem použil kombinaci textilie MicroCloth a suspenze MasterPrep, která vytváří vyleštěný, chemicky nenaleptaný povrch. Účinky leštění jsem průběžně sledoval v mikroskopu, jestli už došlo k dokonalému vyleštění povrchu. Pokud byl povrch i po delším leštění poškrábán, musel jsem zopakovat nejjemnější krok broušení. S použitím suspenze MasterPrep jsou například vytvořeny finální povrchy výbrusů v kapitole 5.3.1 (obrázek 5.6 a) a 5.7 a)).

Textilii ChemoMet a suspenzi MasterMet 2 jsem použil především při zkoušení různých leptacích médií, a pro leštění výbrusů s křemíkovými čipy, protože její vyšší pH způsobuje i chemické leptání povrchu výbrusu a usnadňuje tak proces leštění. Na obrázku 5.17 a) je finální povrch výbrusu z kapitoly 5.4.2. Chemicko-mechanický účinek leštící suspenze krásně zvýraznil křemíkový substrát a provedení povrchové části čipu. Na obrázku 5.17 b) je pak vidět struktura substrátu DPS na které byl čip umístěn.

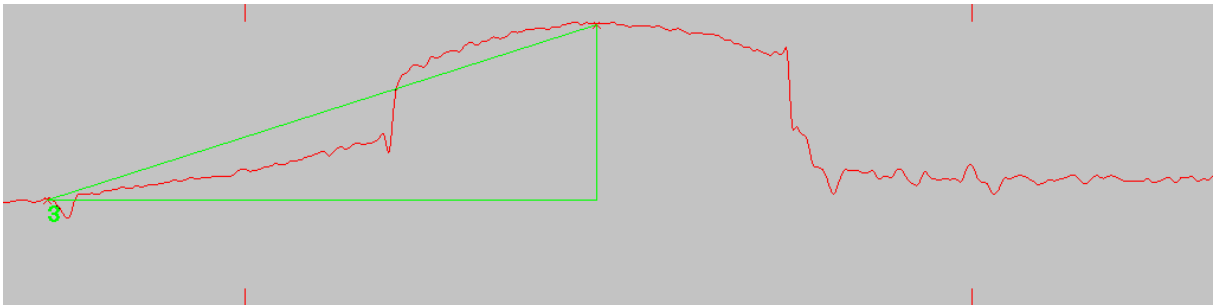


Obrázek 5.17 – Povrchy vyleštěné pomocí suspenze MasterMet 2 a) Si čip z obrázku 5.16 b)  
b) Vnitřní struktura DPS

### 5.5.1 Vliv dlouhého leštění

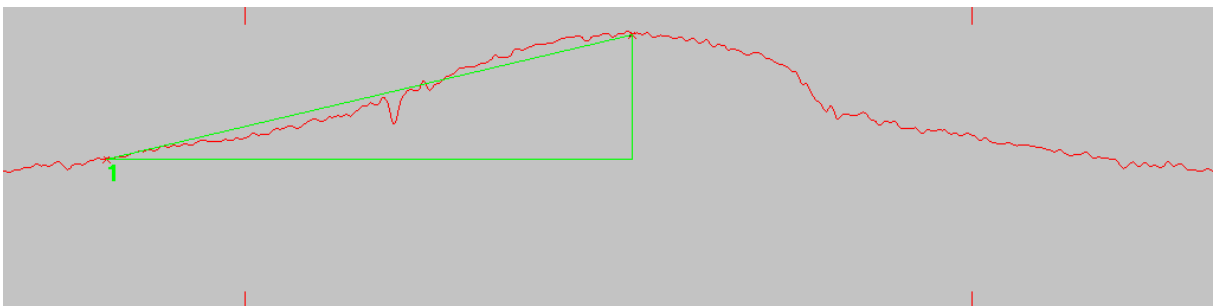
Pro ověření vlivu dlouhého leštění jsem si připravil tři výbrusy v různých pryskyřicích. Opět jsem použil pryskyřice VariKleer, VariDuru 3000 a EpoThin. Zapouzdřený vzorek byl u všech tří výbrusů totožný a jednalo se o malý kousek keramického substrátu se zlatými elektrodami. Výbrusy jsem opět připravil zaléváním v přetlaku nebo ve vakuu. K vytvoření hladkého povrchu jsem použil sekvenci klasických SiC brusných papírů. Po získání dostatečně dobrého povrchu, jsem přistoupil k leštění. Vzorky zalité pryskyřicemi VariKleer a EpoThin jsem leštil na textilií MicroCloth s použitím suspenze MasterPrep a vzorek zalitý ve VariDuru 3000 na textilií TexMet C a s pomocí lešticí suspenze MasterPolish 2. Tato suspenze je přímo určena pro velmi tvrdé materiály, což akrylátová pryskyřice s keramickým plnivem je. Leštění jsem u všech tří výbrusů provedl pohybováním proti směru otáčení textilie za působení mírného přitlaku. Všechny kroky leštění byly shodně provedeny při 150 ot/min a po dobu 3 minut. Vyleštěné výbrusy pak byly změřeny pomocí mikroskopu Lext 3000.

Výsledky byly velice podobné jako v kapitole 5.3.2. U všech tří výbrusů vznikl po leštění výrazný reliéf. U vzorku zalitého ve VariDuru 3000 byl však reliéf nejmenší, a jeho profil je uveden na obrázku 5.18.



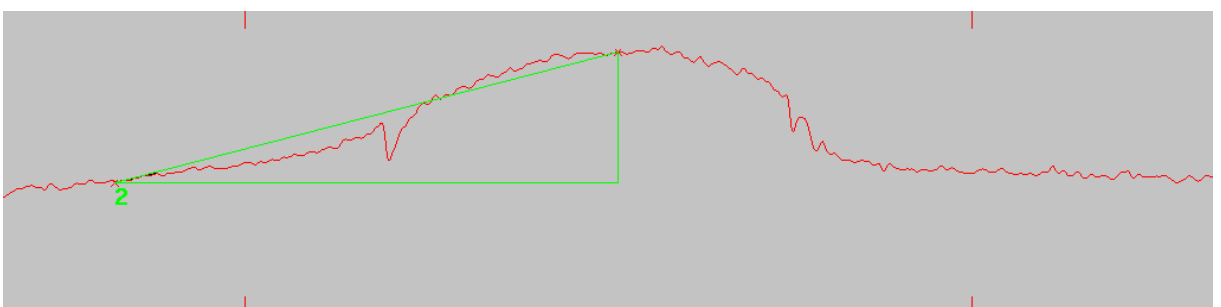
Obrázek 5.18 – Výškový profil výbrusu leštěného 3 minuty

Po tomto zjištění jsem chtěl ověřit vliv delší doby leštění na vznik reliéfu. Vzal jsem tedy tento výbrus a znovu jej obrousil na SiC brusném papíru P1200, abych odstranil vzniklý reliéf a mohl tak pokus provést znovu. Broušení trvalo jen nezbytně dlouhou dobu, aby vznikl zbroušený povrch. Po tomto kroku byl výbrus znovu měřen. Vzniklý profil je na obrázku 5.19.



Obrázek 5.19 – Výškový profil výbrusu po broušení na SiC papíru P1200

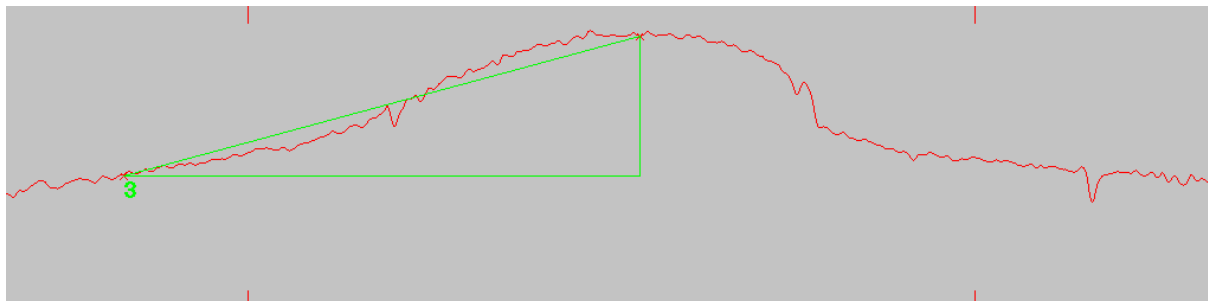
Z obrázku 5.19 je vidět, že i po samotném broušení na zrnitosti P1200 již vznikl určitý reliéf. Dále jsem přistoupil k broušení na papíru P2500. Broušení opět trvalo jen nezbytně dlouhou dobu a poté byl výbrus znovu změřen. Profil vzniklý po tomto kroku je na obrázku 5.20.



Obrázek 5.20 – Výškový profil výbrusu po broušení na SiC papíru P2500



Opět je zřejmá přítomnost reliéfu podobného jako po broušení na papíru P1200. Závěrečné leštění bylo provedeno stejně jako při přípravě původních třech výbrusů, ale čas leštění byl omezen jen na 1 minutu. Výsledný vzniklý profil je na obrázku 5.21.



Obrázek 5.21 – Výškový profil výbrusu po přebroušení na SiC papírech P1200 a P2500 a 1 minutovém přeštěnění

Je opět patrná přítomnost reliéfu, který je ovšem menší, než reliéf vzniklý při 3 minutovém leštění. Navíc se výsledný profil moc neliší od kroků broušení. V tabulce 5.3 jsou uvedeny hodnoty výšky naměřeného reliéfu po jednotlivých krocích přípravy.

Tabulka 5.3 – Výškový profil výbrusu po různých krocích přípravy

| Provedený krok přípravy | Výškový rozdíl [ $\mu\text{m}$ ] | Obrázek      |
|-------------------------|----------------------------------|--------------|
| Po 3 minutové leštění   | 18,488                           | Obrázek 5.18 |
| Po broušení na P1200    | 11,981                           | Obrázek 5.19 |
| Po broušení na P2500    | 10,678                           | Obrázek 5.20 |
| Po 1 minutovém leštění  | 10,546                           | Obrázek 5.21 |

Z hodnot v tabulce 5.3 je vidět, že reliéf vzniklý na povrchu výbrusu je po kratším leštění menší. Tento výsledek je shodný s faktem, že by leštění mělo trvat co nejkratší dobu [1, 7, 9]. Také je vidět, že reliéf může vzniknout již během broušení. To je většinou způsobeno provedením brusného kotouče. Klasické papírové brusné kotouče jsou totiž poddajnější a neposkytují dostatečně tvrdý a rovný podklad. Právě z těchto důvodů se v moderních postupech využívá pevných diamantových brusných kotoučů nebo lapovacích kotoučů, které mají tvrdý, případně tenký podklad, poskytující rovnoměrnou oporu pro povrch výbrusu. Takové povrchy pak svými vlastnostmi omezují vznik nežádoucího reliéfu.

## 5.6 Leptání – vliv leptadel na zvýraznění mikrostruktury

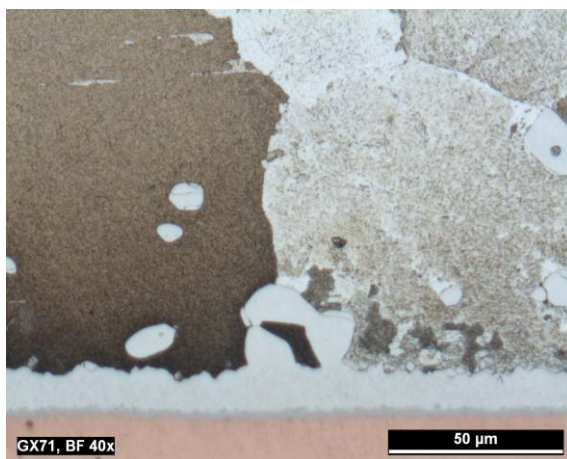
Poslední částí praktický pokusů bylo vyzkoušení vlivu různých leptadel na zvýraznění intermetalických vrstev. Intermetalické vrstvy vznikají na rozhraní odlišných kovů a jsou tvořeny jejich sloučeninami. U elektronických prvků je lze najít především u pájených spojů na rozhraní měď-pájka [17].

Pro vyzkoušení účinků leptadel mi byly poskytnuty tři hotové výbrusy a jedná se o výbrusy použité v práci [17]. Každý výbrus byl tvořený pěti vzorky pájených spojů a zapouzdřen v akrylátové pryskyřici s měděným plnivem Technovit 5000. Jednotlivé vzorky pájených spojů byly vytvořeny pomocí různých pájek, které byly připájeny na měděné plíšky o velikosti 10 x 10 mm. Účinky leptadel byly vyzkoušeny na pájených spojích tvořených pájkami: K100LD, SAC305 a Sn63Pb37.

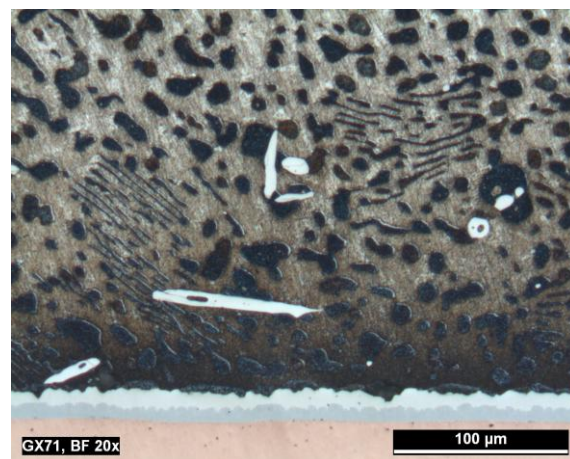
Vyzkoušel jsem pět různých leptadel a účinek leštící suspenze MasterMet 2. Použitá leptadla jsou uvedena v tabulce 4.21 pod číselným označením 5, 6, 7, 8 a 11. Při jejich aplikaci jsem postupoval nejprve podle uvedených doporučení. Pokud byl výsledný účinek leptadla příliš silný nebo slabý, zkoušel jsem měnit dobu vystavení výbrusu účinkům leptadla. Pokud byl i tak účinek příliš silný, přistoupil jsem k naředění části leptadla demineralizovanou vodou, abych tak snížil jeho agresivitu vůči výbrusu. U některých leptadel jsem vyzkoušel i několik různých poměrů naředění. Naleptané povrchy jsem pozoroval a zaznamenal pomocí snímků. Před vyzkoušením dalšího leptadla bylo nutné povrch výbrusu přebrousit a přešetřit a odstranit tak naleptanou vrstvu.

Aplikaci leptadel jsem prováděl buď namočením povrchu vzorku do Petriho misky naplněné leptadlem, nebo potíráním vzorku pomocí ušní vatičky namočené do leptadla.

Na obrázcích 5.22 až 5.27 jsou uvedeny některé dosažené výsledky. U každého obrázku je uveden druh pájky, která tvoří pájený spoj, číslo leptadla, poměr naředění demineralizovanou vodou, způsob aplikace a doba vystavení účinkům leptadla.

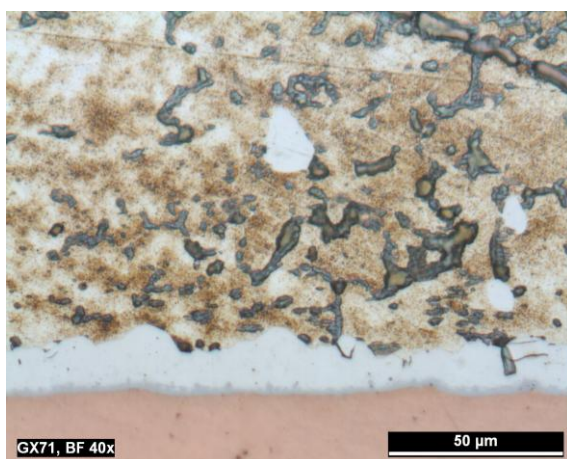


a)

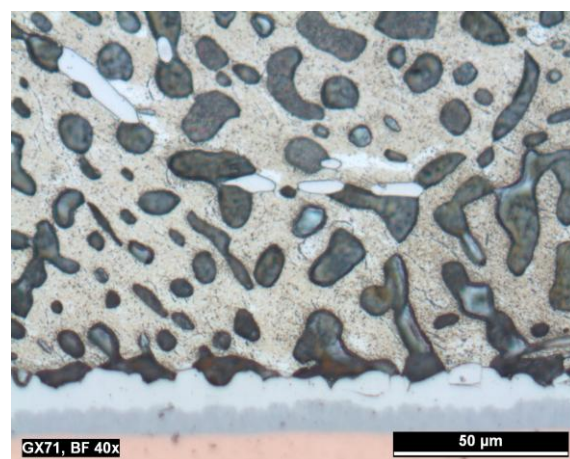


b)

Obrázek 5.22 – a) K100LD, lep. č. 5, naředěno 1:20, máčeno 10 s b) Sn63Pb37, lep. č. 5, naředěno 1:20, máčeno 10 s

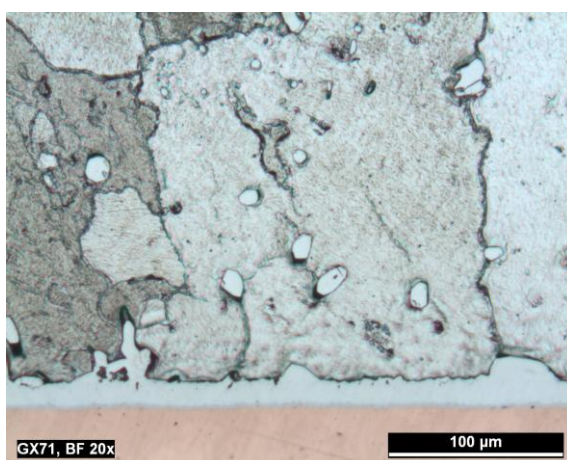


a)

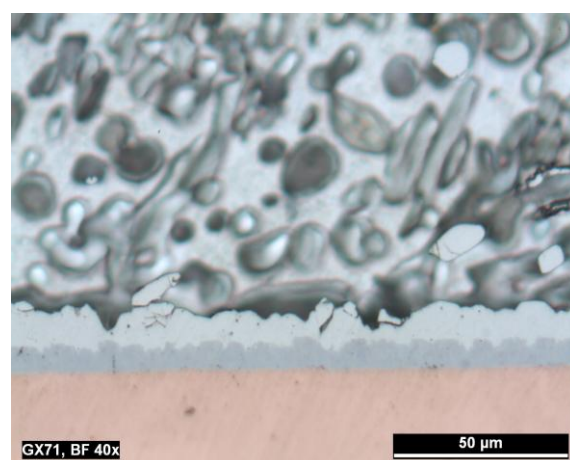


b)

Obrázek 5.23 – a) K100LD, lep. č. 6, neředěno, máčeno 10 s b) Sn63Pb37, lep. č. 6, neředěno, máčeno 10 s

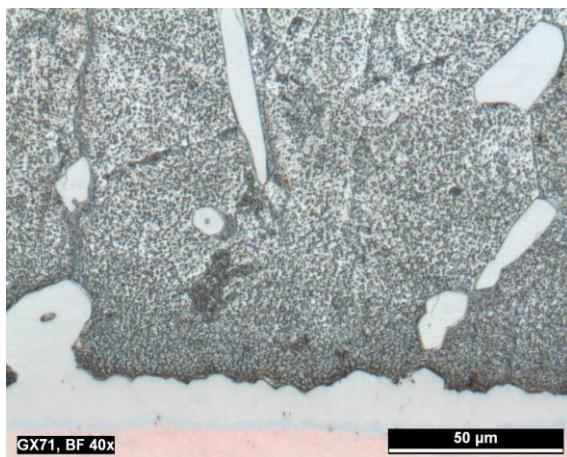


a)

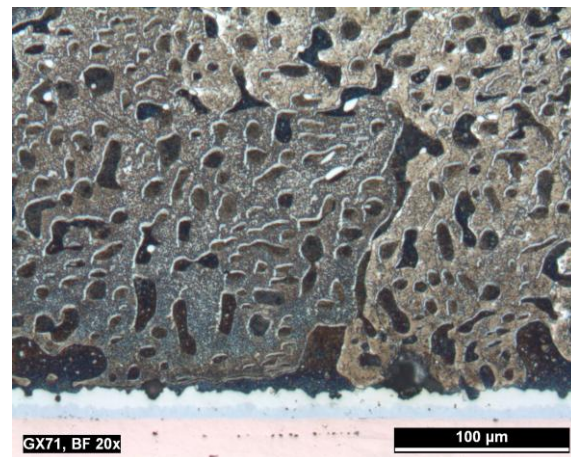


b)

Obrázek 5.24 – a) K100LD, lep. č. 7, neředěno, máčeno 60 s b) Sn63Pb37, lep. č. 7, neředěno, máčeno 60 s

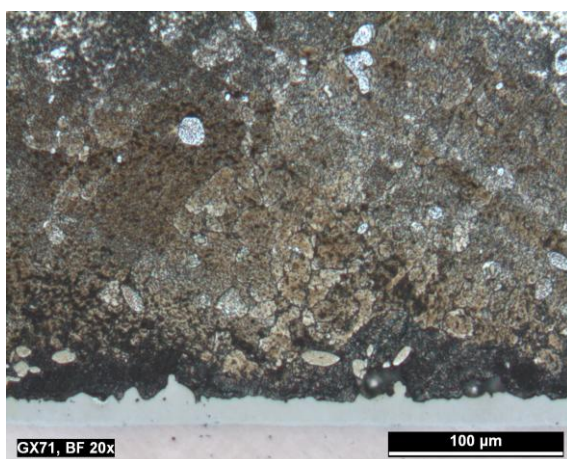


a)

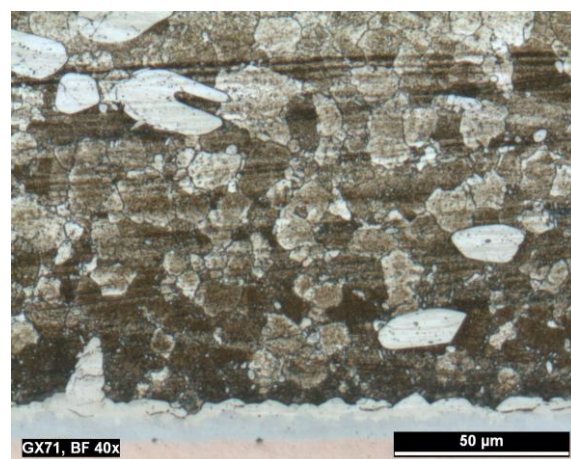


b)

Obrázek 5.25 – a) K100LD, lep. č. 8, naředěno 1:1, máčeno 10 s b) Sn63Pb37, lep. č. 8, naředěno 1:1, máčeno 10 s

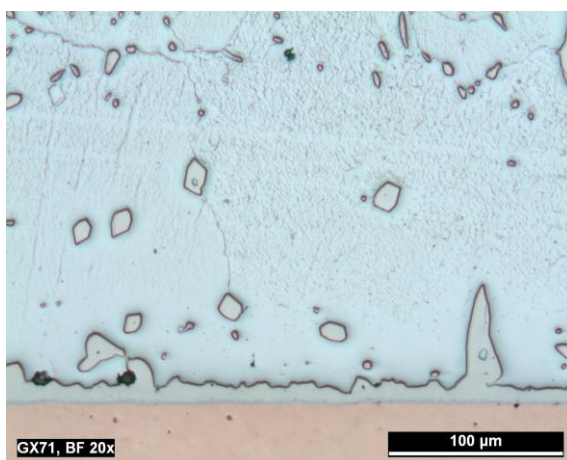


a)

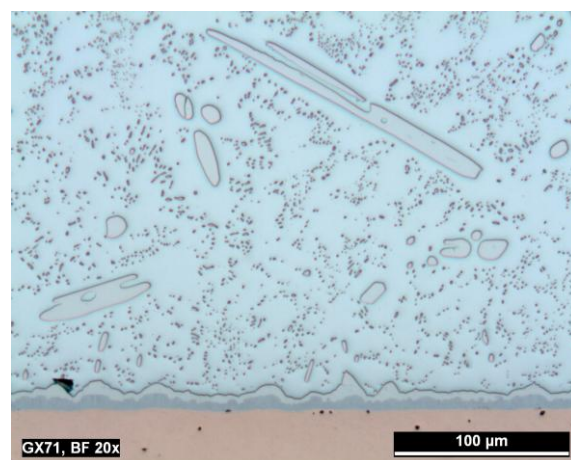


b)

Obrázek 5.26 – a) K100LD, lep. č. 11, neředěno, máčeno 5 s b) SAC305, lep. č. 11, neředěno, jednou natřeno vatičkou



a)



b)

Obrázek 5.27 – a) K100LD, leštící suspenze MasterMet 2, leštěno 2 minuty b) SAC305, leštící suspenze MasterMet 2, leštěno 2 minuty

Intermetalické vrstvy se nacházejí na rozhraní měď-pájka. Většinou jsou přítomny dvě intermetalické vrstvy. Blíže k měděnému podkladu se nachází vrstva  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  a nad ní pak vzniká vrstva  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ . Informace o vzniku a růstu těchto vrstev lze najít v [17].

Vyzkoušená leptadla napadala především samotnou pájku, tedy cín. Samotná měď a intermetalické vrstvy zůstaly většinou bez většího narušení. Nedošlo tedy k zvýraznění a lepšímu odlišení jednotlivých vrstev od sebe, ale došlo k poměrně dobrému odlišení od okolního cínu. To je dobře vidět například na obrázku 5.22 b) a 5.25 a). Použití těchto leptadel tedy usnadňuje identifikaci obou vrstev a částí se stejným složením rozptýlených v celém objemu cínu.

Některá leptadla pomohla zvýraznit strukturu pájky. Na obrázcích 5.22 a), 5.24 a), 5.25 b), 5.26 b) a 5.27 a) je vidět, že došlo k barevnému odlišení jednotlivých zrn, případně k zvýraznění hranic mezi zrn, což je hlavní důvod leptání – zvýraznění jinak nepozorovatelné struktury materiálu.

Výše uvedené obrázky představují nejlepší dosažené výsledky u jednotlivých leptadel. Parametry leptadel a leptání uvedené u obrázků lze tedy doporučit jako poměrně dobré pro jednotlivé použité pájky. Účinek na pájky jiných složení je již otázkou dalších pokusů. Během přípravy však vznikly i povrchy, které byly leptadlem napadeny v takové míře, že se při pozorování jeví prakticky černé. Tyto nežádoucí účinky jsem se právě snažil omezit různým nařazením leptadel a různými dobami působení.

Co se týče aplikace leptadla, tak se mi více osvědčilo namáčení vzorku. Při potírání povrchu ušní vatičkou docházelo ke vzniku šmouh, které znesnadňovaly pozorování struktury. Řešením tohoto problému by mohlo být použití velice jemné vaty nebo použití velmi jemné textilie.

K uvedeným obrázkům jsou na příloženém nosiči DVD-ROM uvedeny i další, pro lepší představu o působení leptadel o různých koncentracích.

## 6 Cenová kalkulace postupů

Stanovení jednoznačné cenové kalkulace jednotlivých postupů přípravy je podle mého mínění velice složitý úkol, který by při uvažování všech proměnných obsáhl jednu další samostatnou práci. Pro přesnější výpočet by bylo nutné znát životnost jednotlivých produktů, objem přípravy výbrusů a způsob provedení přípravy (manuální, poloautomatický). Bez znalosti životnosti produktů lze stanovit pouze náklady na pořízení materiálu, není však možné říci, jestli by se vyplatilo pořízení dražšího, ale trvanlivějšího produktu. Dalším faktem, který ztěžuje tento úkol, je nutnost ceny poptávat, protože nejsou moc často dostupné. Pokusím se tedy o úvahu a porovnání tradičních a moderních metod. Jelikož mi bylo zprostředkováno několik poptávaných cenových údajů, bude možné úvahu opřít i o některé hodnoty.

Prvním předpokladem je, že rozdíl mezi tradičním a moderním přístupem tvoří jiné brusné materiály. Zalévací hmoty je nutné použít v obou případech. Tradiční metody využívají ve velké míře SiC brusné papíry a ve větším množství kroků. Brusné papíry jsou většinou dodávány po 100 kusech a cena takového balení se pohybuje okolo 1500,- až 2000,-. Je však nutné uvažovat jejich nízkou životnost. Na jednom kotouči se dá rozumně připravit tak 5 výbrusů a pak musí být zahozen. Moderní metody využívají převážně diamantová abrasiva, která mají sice vyšší životnost a umožňují snížit počet kroků přípravy, ale jsou dražší. Například brusný disk značky Buehler Apex Hercules S stojí přibližně 3000,-. Pro jeho použití se však doporučuje současná aplikace diamantových suspenzí [3]. Jejich cena se pohybuje okolo 5000,-. Cena takového kompletu je nyní přibližně 4 krát vyšší než cena balení brusných papírů. Pro srovnání cen by diamantový kotouč se suspenzí musel nahradit 4 kroky klasických SiC brusných papírů a zároveň by jeho životnost musel být podobná jako životnost 100 kusů brusných papírů. V tuto chvíli přichází na řadu opět životnost produktů, která pokud není stanovena, tak lze dělat jen hrubé odhady. Podle zkušeností získaných během praktické části práce bych řekl, že déle vydrží 100 kusů brusného papíru než 1 diamantový brusný kotouč. Kromě opotřebení může totiž dojít i k nahodilému poškození kotouče. Takové poškození by vyžadovalo okamžitou investici dalších 3000,-, zatímco brusný papír by se vyměnil za další kus stojící 20,-. Je také nutné si uvědomit, že použití moderních postupů a materiálů nemá za cíl omezit náklady, ale zkrátit čas přípravy a zlepšit kvalitu vytvořených výbrusů.

Domnívám se tedy, že použití moderních materiálů a produktů bude nákladnější než klasická příprava s větším množstvím brusných papírů. Rozdíl nákladů na tyto metody by mohl snížit větší objem přípravy a především poloautomatické provedení přípravy.

Při rozhodování, kterou metodu přípravy zvolit, je tedy nutné vědět, jestli požadujeme nízkou cenu, kratší dobu přípravy, nebo vyšší kvalitu připravených výbrusů.

V tabulce 6.1 jsou pro lepší představu uvedeny některé poptané ceny.

Tabulka 6.1 – Ceny vybraných produktů

| <b>Produkt</b>                                 | <b>Cena</b> |
|--|-------------|
| Textilie TexMet C, Ø 250 mm, 10ks              | 3625,-      |
| Textilie Trident, Ø 250 mm, 10ks               | 3509,-      |
| Textilie UltraPad, 10ks                        | 4959,-      |
| Diamantový disk Apex Hercules S, Ø 250 mm, 1ks | 2833,-      |
| 3 µm MetaDi II pasta, 20 g                     | 2042,-      |
| 6 µm MetaDi II pasta, 20 g                     | 2801,-      |
| 9 µm MetaDi II pasta, 20 g                     | 3538,-      |
| MetaDi kapalina, 5 l                           | 1262,-      |
| 3 µm MetaDi diamantová suspenze, 1 l           | 3973,-      |
| 6 µm MetaDi diamantová suspenze, 1 l           | 4814,-      |
| 9 µm MetaDi diamantová suspenze, 1 l           | 5046,-      |
| MasterPrep, 950 ml                             | 2375,-      |
| VariKleer sada, 1 kg prášek, 500 ml tvrdidlo   | 2508,-      |
| Držák vzorků – spirálka, průhledná, 100 ks     | 922,-       |
| Držák vzorků – kolíček, umělý, 100 ks          | 1342,-      |

## **Závěr**

V rešeršní části práce jsou uvedeny materiály a média, které jsou dnes dostupné pro materiálografickou přípravu a svými vlastnostmi jsou vhodné pro elektronické prvky. Vzhledem k rozsáhlosti nabízeného sortimentu pro toto odvětví jsou jednotlivé materiály a produkty popsány všeobecně, ale pro ilustraci je uvedeno i několik konkrétních produktů jednotlivých výrobců. Dostupnost a rozmanitost nabízených produktů bych označil jako velmi dobrou.

V práci jsou uvedeny i základní postupy popisující materiálografickou přípravu. Jejich uvedení považuji za poměrně důležité, neboť bez jejich znalosti by bylo pochopení problematiky přípravy výbrusů náročnější.

Moderní navržené postupy pro přípravu různých elektronických prvků využívají pro tvorbu výbrusů nejnovější materiály a lze je tedy považovat za dostatečně soudobé. Uvedené tradiční postupy pak představují osvědčenou praxi využívanou po několik desítek let a nabízejí možnost vytvořit kvalitní výbrus s použitím tradičních a levnějších materiálů.

V praktické části jsem si vyzkoušel a postupně i osvojil všechny kroky přípravy materiálografických výbrusů. Vyzkoušel jsem si různé metody řezání vzorků, různé vlastnosti zalévacích hmot, některé povrchy a média pro broušení a leštění a i samotné leptání výbrusů.

Výsledky některých pokusů mi potvrdily vhodnost použití moderních metod pro přípravu. Například broušení pomocí diamantových past bylo velice účinné a zároveň nedocházelo k opotřebením brusných produktů, jak tomu je u klasických SiC brusných papírů. Použití těchto moderních médií také umožnilo nahradit více tradičních kroků. To odpovídá snaze redukovat počet kroků přípravy použitím nových materiálů. Také vyzkoušení různých zalévacích hmot mi potvrdilo teoretické znalosti jejich vlastností. Bylo změřeno odtrhnutí zalévací hmoty od vzorku, které se podle předpokladů projevilo u akrylátové pryskyřice. Také jsem vyzkoušel vliv tvrdosti zalévací hmoty na vznik reliéfu. Reliéf může být způsobený nevhodnou tvrdostí zalévací hmoty, použitím měkčích brusných povrchů nebo nadměrným leštěním, jehož vliv byl vyzkoušen. Při pokusech s různými leptadly se mi podařilo připravit několik výbrusů se správně zvýrazněnou strukturou. Zároveň jsem se ale také přesvědčil, že pro zacházení s leptadly a jejich správné použití na první pokus je potřeba značných praktických zkušeností.



Vypracování přesné cenové kalkulace jednotlivých postupů nebylo možné, neboť jsem neznal všechny potřebné informace a ceny jednotlivých produktů, které nejsou běžně dostupné a ve většině případů je nutné je poptávat. Z několika dostupných cenových údajů jsem se pokusil úvahou určit, který přístup, jestli tradiční nebo moderní, je levnější. Dospěl jsem k závěru, že použití moderních materiálů je nákladnější a to i za předpokladu, že pro přípravu výbrusu je potřeba méně kroků. Použití moderních materiálů a médií je podle mě vhodné především při tvorbě většího množství výbrusů a pro poloautomatickou nebo plně automatickou přípravu.

## Použitá literatura

- [1] GEELS, Kay. *Metallographic and materialographic specimen preparation, light microscopy, image analysis, and hardness testing*. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2007, 743 s. ASTM manual series. ISBN 08-031-4265-X.
- [2] MICHNA, Štefan, Sylvia KUŠMIERCZAK a Matúš BAJCURA. *Metalografie: metody a postupy*. 1. vyd. Prešov: Adin, 2010. ISBN 978-80-89244-74-4.
- [3] *Buehler: An ITW Company* [online]. © 2013 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.buehler.com/>
- [4] *Struers - Ensuring Certainty* [online]. © 2013 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.struers.com/>
- [5] *Pace Technologies: Metallographic products for Metallography* [online]. © 2013 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.metallographic.com/>
- [6] *Leco Corporation: Analytical instrumentation, mass spectrometers, metallography and optical equipment* [online]. © 2013 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.leco.com/>
- [7] VANDER VOORT, George F. *Buehler SUM-MET. The science behind materials preparation ; A guide to materials preparation and analysis*. 1. vyd. Lake Bluff (IL): Buehler, 2004, 135. ISBN 09-752-8980-2. Dostupné z: [https://www.buehler.com/sites/default/files/resources/Buehler\\_Summet.pdf](https://www.buehler.com/sites/default/files/resources/Buehler_Summet.pdf)
- [8] STRUERS. *Metalog guide*. 1. české vyd. Editor L Bjerregaard. Brno: TSI System, 1999, 111 s. ISBN 80-238-3488-6.
- [9] ZIPPERIAN, Donald C. *Metallographic handbook* [online]. 1. vyd. Tuscon (AZ): Pace Technologies, © 2011 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.metallographic.com/Brochures/Met-Manual-2b.pdf>
- [10] JOHNSON, Cornelius A. *Metallography, Principles and Procedures*. St. Joseph, MI: Leco Corporation, 1977, 70 s. Dostupné z: <http://www.materialografie.de/fileadmin/seiten/download/LECO-Materialografietipp.pdf>

- [11] SADDOW, Stephen E. a Anant AGARWAL. *Advances in silicon carbide processing and applications*. Norwood, MA: Artech House, 2004, 212 s. Artech House semiconductor materials and devices library. ISBN 15-805-3740-5.
- [12] SEM image of the monocrystalline industrial diamond. In: SIEGRIST, Marco E., David P. STEINLIN a Jörg F. LÖFFLER. Processing of diamond-reinforced bulk metallic glass composites. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2007, č. 447, s. 298-302 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509306021307>
- [13] High Efficiency Polycrystalline Diamond Powder. In: Henan Union Abrasives Corp. *EC21, Global B2B Marketplace* [online]. © 1997-2013 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: [http://unionamy.en.ec21.com/High\\_Efficiency\\_Polycrystalline\\_Diamond\\_Powder--5696262\\_5712976.html](http://unionamy.en.ec21.com/High_Efficiency_Polycrystalline_Diamond_Powder--5696262_5712976.html)
- [14] SEM micrograph of starting alumina powder. In: WU, Yiquan, Jing DU, Kwang-Leong CHOY a Larry L. HENCH. Laser densification of alumina powder beds generated using aerosol assisted spray deposition. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2007, č. 27, s. 4727-4735 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221907002877>
- [15] Fuso® silica spheres SEM. In: HARBOTTLE, David, Michael FAIRWEATHER a Simon BIGGS. The minimum transport velocity of colloidal silica suspensions. *Chemical Engineering Science* [online]. 2011, č. 66, s. 2309-2316 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009250911000996>
- [16] Environmental test methods. *IPC - Association Connecting Electronics Industries* [online]. © 2002 [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.ipc.org/TM/2.6.8E.pdf>
- [17] NOVÁK, Tomáš a František STEINER. Effect of Thermal Stress and Constitution of Lead-Free Soldering Alloys on Creation and Growth of IMC. *Electroscope: EDS 2010*. 2010, roč. 2010, č. 3. Dostupné z: <https://otik.uk.zcu.cz/handle/11025/579>

## **Přílohy**

Na nosiči DVD-ROM, který je součástí práce, jsou veškeré vytvořené obrázky uvedené v této práci. Dále jsou na něm uloženy obrázky související s kapitolou 5.6. Jedná se o snímky účinků leptadel. Obrázky jsou rozříděny podle druhu pájky a čísla leptadla. Názvy jednotlivých obrázků obsahují detaily (případné naředění demineralizovanou vodou a poměr naředění a způsob a dobu aplikace).

## Evidenční list

**Souhlasím** s tím, aby moje diplomová práce byla půjčována k prezenčnímu studiu v Univerzitní knihovně ZČU v Plzni.

Datum:

Podpis:

Uživatel stvrzuje svým podpisem, že tuto diplomovou práci použil ke studijním účelům a prohlašuje, že ji uvede mezi použitými prameny.

| <b>Jméno</b> | <b>Fakulta/katedra</b> | <b>Datum</b> | <b>Podpis</b> |
|--------------|------------------------|--------------|---------------|
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |
|              |                        |              |               |