



SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE
MATERIÁLOVOTECHNOLOGICKÁ FAKULTA SO SÍDLOM V TRNAVE

Ing. Tomáš Meluš

Autoreferát dizertačnej práce

INTERAKCIA SPÁJKY PRI APLIKÁCIÍ
AKTÍVNEHO ULTRAZVUKU

Na získanie akademického titulu: doktor(philosophiae doctor, v skratke PhD.)

V doktorandskom študijnom programe: Strojárske technológie a materiály

V študijnom odbore: 5.2.7 Strojárske technológie a materiály

Forma štúdia: denná

Miesto a dátum: Trnava, dňa 31.5.2024



Dizertačná práca bola vypracovaná na:

Ústave výrobných technológií, Materiálovotechnologickej fakulty so sídlom v Trnave,
Slovenskej technickej univerzity v Bratislave.

Predkladateľ:

Ing. Tomáš Meluš

Ústav výrobných technológií
Materiálovotechnologická fakulta so sídlom v Trnave
Slovenská technická univerzita v Bratislave
Jána Bottu 2781/25
91724 Trnava

Školiteľ:

prof. Ing. Roman Kolečák, PhD.

Ústav výrobných technológií
Materiálovotechnologická fakulta so sídlom v Trnave
Slovenská technická univerzita v Bratislave
Jána Bottu 2781/25
91724 Trnava

Oponenti:

prof. Ing. Ján Viňáš, PhD., IWE

Technická univerzita v Košiciach
Strojnícka fakulta,
Ústav technologického a materiálového inžinierstva,
Katedra technológií, materiálov a počítačovej podpory výroby
Mäsiarska 74,
040 01 Košice, Slovensko

Ing. Igor Kostolný, PhD. IWE

Medzinárodný zvarací technolog,
Výskumný ústav zvaračský z. z. p. o.
Račianska 1523/71
831 02 Bratislava - Nové Mesto
Slovensko

Autoreferát bol rozoslaný:.....

Obhajoba dizertačnej práce sa bude konať dňa 27.8.2022 o 9:35 h.

**na Materiálovotechnologickej fakulte so sídlom v Trnave, Slovenskej technickej
univerzity v Bratislave**

.....
prof. Ing. Miloš Čambál, CSc.
dekan Materiálovotechnologickej fakulty STU

OBSAH

ÚVOD	4
1 Prehľad o súčasnom stave spájkovania	5
2 Ciele dizertačnej práce	5
2.1 Opis problému.....	6
3 Dosiahnuté výsledky	7
3.1 DTA analýza spájkovacích zliatin	7
3.2 Pevnosť v ťahu spájkovacích zliatin	14
3.3 Mikroanalýza EDX spájkovacích zliatin.....	15
3.4 XRD analýza spájkovacích zliatin	20
3.5 Mikroanalýza EDX spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag3Ti}/\text{Ni-SiC}$	22
3.6 Mikroanalýza EDX spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}/\text{Ni-SiC}$	27
3.7 Mikroanalýza EDX spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}/\text{Ni-SiC}$	33
3.8 Šmyková pevnosť spájkovaných spojov	37
3.9 Analýza lomových plôch.....	38
3.10 XRD analýza lomových plôch	40
3.11 Prínosy dizertačnej práce	42
ZÁVER.....	43
ZOZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH ODKAZOV	44
PUBLIKAČNÁ ČINNOSŤ AUTORA	45

ÚVOD

Spájkovanie a ultrazvukové spájkovanie sú techniky spojovania materiálov, ktoré sa používajú v širokej škále priemyselných odvetví, najmä v elektronike. V súčasnosti elektronický priemysel prechádza obrovským vývojom a rastom, čo vyžaduje neustále inovácie aj v oblasti spojovacích techník. Trend smeruje k výrobkom s menšími rozmermi a hmotnosťou, pričom zároveň musia zariadenia ponúkať vyššiu výkonnosť a spoľahlivosť. V tejto súvislosti je spájkovanie stále dôležitou súčasťou výrobných procesov. Jednou z významných novinek je spájkovanie bez použitia tavenia, čo prináša viacero výhod oproti tradičným spôsobom spájkovania. Eliminácia tavenia zabráňuje novej kontaminácii spoja a zjednodušuje čistenie, čo znižuje náklady a zvyšuje efektívnosť procesu. Táto technika nájde uplatnenie najmä v automobilovom, leteckom a elektronickom priemysle, kde sú požiadavky na odolnosť a spoľahlivosť komponentov nesmierne vysoké. Avšak, v niektorých prípadoch je potrebné pracovať s materiálmi, ktoré vyžadujú nižšie pracovné teploty, čo vylučuje tradičné metódy spájkovania. Tu vstupuje do popredia ultrazvukové spájkovanie, ktoré umožňuje spájať materiály bez použitia tavenia a pri nižších teplotách. Táto metóda je ekonomicky efektívna a zároveň šetrná k životnému prostrediu.

V súvislosti s rastúcim dôrazom na ekologické hľadiská je dôležité poznamenať, že moderné spájkovacie zliatiny musia byť bez obsahu škodlivých látok, ako sú olovo a kadmium. Vzhľadom na legislatívne normy, ktoré obmedzujú používanie týchto látok, je v súčasnosti výskum zameraný na vývoj ekologicky prijateľných alternatív. Okrem toho, spájky na báze bizmutu (Bi) sa stávajú populárnou voľbou pre ich nízku teplotu tavenia a ekologickú prijateľnosť. Tieto spájky ponúkajú spoľahlivé spoje a sú vhodné pre aplikácie, kde je potrebné minimalizovať teplotné zaťaženie materiálov. Ich použitie môže prispieť k ekologickejšiemu a efektívnejšiemu spájkovacím procesom v elektronickom priemysle.

Spájanie s Ni-SiC substrátmi a Al_2O_3 keramikou si vyžaduje špeciálnu pozornosť. Tieto materiály predstavujú jedinečné výzvy pre spájkovacie techniky, kvôli ich špecifickým vlastnostiam a nárokom na spoje. Aby sa dosiahli optimálne výsledky, je potrebné prispôbiť spájkovací proces ich individuálnym charakteristikám a zabezpečiť pevné a spoľahlivé spoje. Takýto prístup kombinuje technickú logiku so schopnosťou byť kreatívnym pri riešení problémov a optimalizácii procesov. Preto je dôležité vyvíjať a optimalizovať spájkovacie postupy a zliatiny, ktoré zabezpečia spoľahlivé a odolné spoje medzi týmito materiálmi.

Táto dizertačná práca sa zameriava na technológiu spájkovania Ni-SiC materiálu a Al_2O_3 keramiky bez použitia tavenia. Rovnako sa venuje aj možnostiam beztavivového spájkovania kovokeramických kompozitných materiálov. Súčasťou práce je dôkladný literárny prehľad a aktuálne poznatky v oblasti beztavivového spájkovania, kde sa sleduje najnovší vývoj a trendy. V rámci riešenia konkrétnych problémov je v práci podrobne definovaný opis problému a navrhnutý vlastný prístup k ich riešeniu. Experimentálna časť práce potom obsahuje detailné výsledky a hodnotenie, získané prostredníctvom rôznych experimentálnych analýz. Pri analyzovaní tejto práce sa kladie veľký dôraz na kreatívne prístupy a inovatívne myšlienky, ktoré prispievajú k posunu vpred v oblasti spájkovacích techník. Tieto aspekty sú kľúčové pre prieskum nových možností a dosahovanie pokroku v tejto špecifickej oblasti.

Cieľom je nájsť nové spôsoby spojovania materiálov, ktoré sú nielen efektívne a spoľahlivé, ale aj šetrné k životnému prostrediu. Výskum sa tak sústreďuje rovnako na technické aspekty spájkovania, ako aj na jeho ekologickú udržateľnosť a možné aplikácie v rôznych priemyselných odvetviach.

1 Prehľad o súčasnom stave spájkovania

V súčasnosti je spájkovanie používané v rôznych odvetviach priemyslu. Pri výrobe rezných nástrojov, spájkovaní častí karosérií automobilov, leteckom a vesmírnom priemysle, výrobe šperkov alebo elektronickom priemysle. Mäkké spájkovanie sa využíva pri elektrotechnike spájkovanie plošných spojov a integrovaných obvodov. Pri spájaní elektronických súprav tvorí mäkké spájkovanie v elektronike až výše 90 % z procesov spájania v priemysle, najmä drobných elektronických častí a plošných spojov. Pri vyhotovovaní takého značného množstva spojov sa používajú najmä automatizované postupy spájkovania (linky) alebo sa spája jednoduchým postupom a to je zatečenie spájky do medzery spoja dôjde pôsobením kapilárnych síl. Pri kusovej, prototypovej a malosériovej výrobe sa naopak používa ručné spájkovanie. (Lipa a kol. 2003)

V modernom priemysle na procese spojovania materiálov je potrebné používať technológiu spájkovania. Následne pri spájkovaní dvoch materiálov je potrebné sa zamyslieť hlavne nad tým ako dosiahnuť čo najlepšie vlastnosti spojov, a ktoré materiály chceme spájkovať a v akom prostredí sa bude používať. V spájkovaní je vzhľadom na prítomný materiál potrebné používať rôzne spájky. Aby nastal vznik spojenia rozličných materiálov, je vhodné vybrať správne spájky pre vznik spoja. Pri spojení dochádza k vzájomnému spojeniu za pomoci difúzie a zmáčavosti základného materiálu. (Koleňák, Turňa, 2006)

Trendy smerujúce k miniaturizácii elektronických zariadení a používania drahých komponentov citlivých na teplotu, ktoré sa používajú v priemysle telekomunikačných zariadení, viedli k dopytu po nových, vysoko kontrolovateľných technológiách spájkovania.

Cena mnohých moderných pokrokových materiálov je taká vysoká, a ich vlastnosti také špecifické, že budú použité len vtedy, ak je to nevyhnutné. V dôsledku toho výroby obsahujú viac spojov, ktoré spájajú rôznorodé materiály. Niekoľko tradičných procesov spájania je využiteľných v tejto situácii; je to výzva pre nové konštrukcie dielcov a nové aplikácie procesov spájania. Vhodná je aj aplikácia lepidiel, ale vlastnosti spoja často kladú výrazné obmedzenia na konštrukciu alebo funkciu dielca. (Kah a Martikainen 2012)

Použitie nových materiálov bude obmedzené schopnosťou využiť procesy spájania, skôr ako schopnosťou navrhnuť alebo vyrobiť takéto nové materiály. Súčasný smer zlepšenia spájkovaných dielcov v elektronike je zníženie ich hmotnosti a požiadavky energie vo výrobe a zlepšovaní konzistencie a životnosti. (Sepúlveda a kol. 2010)

2 Ciele dizertačnej práce

Na základe odbornej literatúry a analýzy súčasného stavu v oblasti spájkovania pri vyšších aplikačných teplotách boli stanovené prvé ciele dizertačnej práce nasledovne:

- zistiť interakciu spájkovacích zliatin typu Bi-Ag-Ti, Bi-Ag-Mg a Bi-Ag-Ti-Mg s povrchom vybraných substrátov pri aplikácii aktívneho ultrazvuku,
- tieto nové aktívne spájky budú spájkované primárne na keramiku Al_2O_3 , a kompozitný materiál Ni-SiC,
- keďže bežné spájky keramiku nezmáčajú, vyvíjajú sa nové spájkovacie zliatiny legované aktívnym kovom s vysokou afinitou k niektorej zo zložiek keramických materiálov,
- tento výskum sa bude orientovať na vplyv aktívneho kovu v nových spájkach na vznik reakčných produktov na rozhraniach spájkovaných materiálov a bude sa identifikovať mechanizmus vzniku spojov,
- téma práce priamo súvisí s riešením projektu VEGA a APVV.

Na štúdium vlastností spájkovacích zliatin a vytvárania spojov s keramickými a kompozitovými materiálmi boli vybrané nasledujúce kritériá:

- možnosť vytvárať spoje technológiou ultrazvukového spájkovania,
- rozsah tavenia spájky od 280 °C do 420 °C,
- zmáčanie keramického substrátu,
- spájka má dostatočné fyzikálne a mechanické vlastnosti (dobrá elektrická a tepelná vodivosť, pevnosť spájky vyššia ako 20 MPa, pevnosť v šmyku vyššia ako 15 MPa),
- cenová dostupnosť zliatiny.

Vychádzajúc z hlavného cieľa spájkovania keramických materiálov spájkami na báze bizmutu, striebra, horčíka a titanu sa stanovili čiastkové ciele, ktoré sú ďalej identifikované:

- na základe výsledkov optickej mikroskopie posúdiť veľkosť a fázovú distribúciu v spájke a na rozhraní spájkovaného spoja,
- stanoviť presnú teplotu tavenia spájky pomocou DTA analýzy,
- röntgenová difrakčná (XRD) analýza na určenie fázového zloženia spájky,
- identifikovať mechanizmus interakcie na rozhraní spájkovaného spoja pomocou analýzy EDX,
- stanoviť mechanické vlastnosti spájky skúškou v ťahu,
- zistiť mechanické vlastnosti spájkovaných spojov šmykovými skúškami.

2.1 Opis problému

Ultrazvukové spájkovanie oxidickej keramiky Al_2O_3 a kovokeramického kompozitu Ni-SiC bez použitia taviva je v súčasnosti technológia, ktorá ponuka celý rad výhod. Veľký záujem automobilového, leteckého či elektronického priemyslu sa sústreďuje hlavne na používanie ľahkých zliatin či kompozitov pretože výrazne znižujú hmotnosť používaných komponentov. Kovokeramické kompozity s niklovou maticou má vyššiu koróziu odolnosť, vyššiu odolnosť voči opotrebeniu, vyššiu pevnosť, nižší koeficient trenia a nižšiu hmotnosť. Tieto žiaduce kombinácie fyzikálnych a mechanických vlastností robia kovokeramické kompozity s niklovou maticou veľmi atraktívne pre široký rozsah použitia. Ultrazvuková technológia poskytuje vylúčenie ďalších nežiaducich javov ako sú napr.: kontaminácia spájkovaného materiálu tavivom a s tým spojená neprítomnosť čistenia spájkovaných spojov. Hlavným problémom pri spájkovaní týchto materiálov je, že spájky tieto keramické materiály nezmáčajú, čím nemôže prísť k vytvoreniu spoja. Na spojenie treba, aby sa v kontaktnej ploche vytvoril tesný spoj na atómovú vzdialenosť. Preto sa na zabezpečenie zmáčavosti týchto nezmačateľných materiálov používa technológia spájkovania ultrazvukom a prvky, ktoré majú vysokú afinitu voči kyslíku, ktoré vytvárajú oxidy. Výber vhodnej technológie spájkovania ako aj vhodný typ spájky, je základným predpokladom pre realizáciu experimentu a vytvorenie kvalitného spájkovaného spoja. Práca sa zaoberá voľbou vhodnej technológie spájkovania pre spájkovanie Al_2O_3 keramických materiálov s Ni-SiC kovokeramickým materiálom pomocou aktívnych bezolovnatých spájk. Podstatným problémom pri spájkovaní keramických materiálov je nezmáčavosť týchto materiálov bežnými spájkami. Tento fakt znemožňuje vytvorenie samotného spoja medzi materiálmi. Na to aby sa zabezpečila zmáčavosť u keramických materiálov je potrebné spájkovať tieto materiály spájkami legovanými prvkami, ktoré majú vysokú afinitu ku keramickému materiálu.

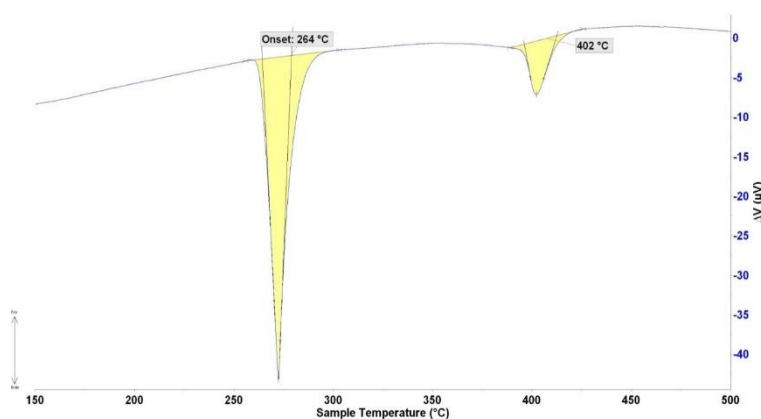
Aby vznikla reakcia medzi keramickým materiálom a spájkou je potrebné tieto materiály aktivovať. Pre aktiváciu povrchov sa môže použiť napríklad výkonný ultrazvuk. Spájkované spoje budú vyhodnotené a výsledky budú vzájomne porovnané.

3 Dosiahnuté výsledky

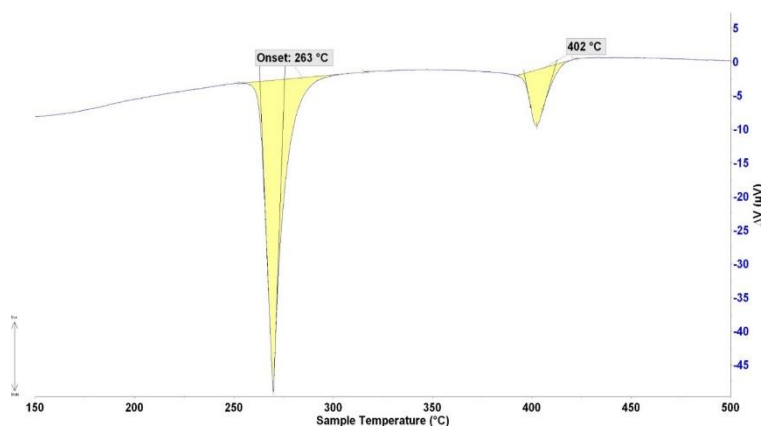
V tejto časti sú uvedené výsledky dosiahnuté pomocou metód štúdia spájkovacích zliatin a spojov.

3.1 DTA analýza spájkovacích zliatin

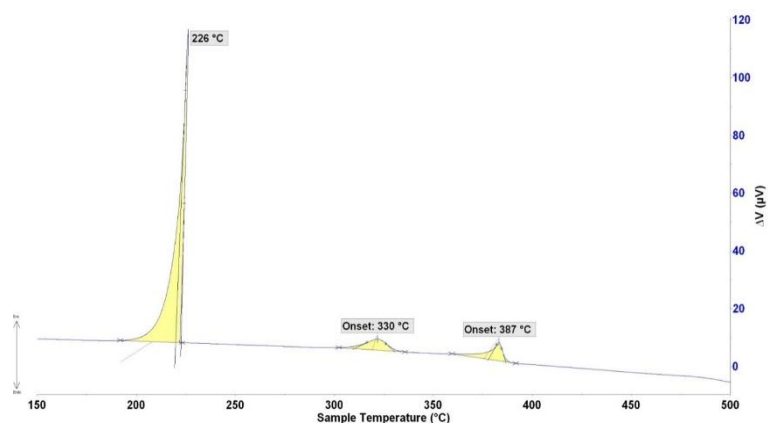
Diferenciálnou termickou analýzou (DTA) boli testované všetky varianty experimentálnych spájk. Táto analýza umožnila sledovať endotermickej reakcie počas zahrievania zliatiny až po jej roztavenie. Merania boli uskutočnené v rozmedzí teplôt od 200 °C do 400 °C v závislosti od konkrétneho typu spájky. Rýchlosť zahrievania bola pre všetky varianty spájk nastavená na 5 °C/min. Analýza DTA bola vykonaná vždy dvakrát pri rýchlosti ohrevu a ochladzovania 5 °C/min obr. 1-4. Hlavným cieľom DTA analýzy je určiť interval tavenia. Jej výsledkom je krivka DTA, čo je graf tepelného toku. Významne teploty fázových premien v spájkovacej zliatiny typu Bi11Ag3Ti stanovené analýzou DTA sú dokumentované v tab. 1.



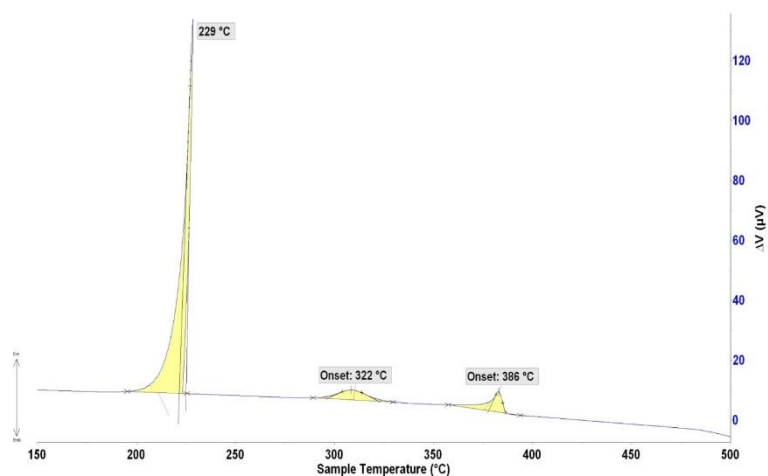
Obr. 1 DTA analýza spájky Bi11Ag3Ti, 1st ohrev 5°C/min



Obr. 2 DTA analýza spájky Bi11Ag3Ti, 1st ohrev 5°C/min



Obr. 3 DTA analýza spájky Bi11Ag3Ti, 1st chladnutie 5°C/min



Obr. 4 DTA analýza spájky Bi11Ag3Ti, 2nd chladnutie 5°C/min

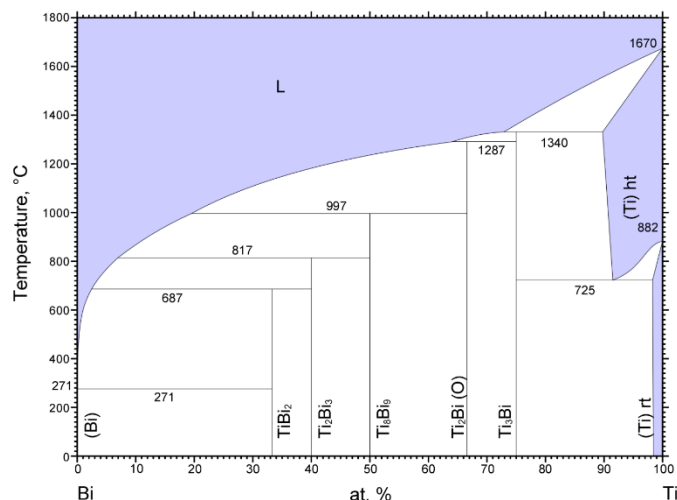
Tab. 1 Významné teploty (°C) vzorka č. 1: Bi11Ag3Ti zistené pomocou DTA

Bi11Ag3Ti	Bod začiatku	Bod začiatku	TL	TE (diagr.)	TL (diagr.)
Ohrev	264	-	402	Bi-Ag: 260-262	400 (28 at. % Ag)
	263	-	402	Bi-Ti: 271	660
Chladnutie	226	330	387	-	-
	226	322	386	-	-

Pri procese kryštalizácie sa vylučovala fáza s vysokým obsahom Ti a Bi. Avšak analýza pomocou EDX ukázala vysoký obsah kyslíka, čo naznačuje prítomnosť oxidov TiO_2 + Bi_2O_3 . Prítomnosť kyslíka pravdepodobne spojená s procesom prípravy zliatiny, kde pravdepodobne došlo ku kontaminácii kyslíkom, najpravdepodobnejšie zo vzduchu. U ďalších vzoriek neboli zistené oxidy. Intermetalická fáza Bi_3Ti_2 sa vytvára pri teplote 817 °C (viď obr. 5). Preto je pravdepodobné, že v prvom štádiu dochádzalo k vylučovaniu fázy Bi_3Ti_2 .

Pri SEM/EDX analýze sa v štruktúre zistila fáza s vysokým obsahom striebra (tuha zmes Ag). Ďalej sa tam našiel obsah Bi približne 1,6 at. %. Bi je v Ag obmedzene rozpustný, na strane Ag má retrográdny charakter krivka pevného roztoku s maximálnou rozpustnosťou Bi v (Ag) okolo 3 at. % pri teplote približne 550 °C.

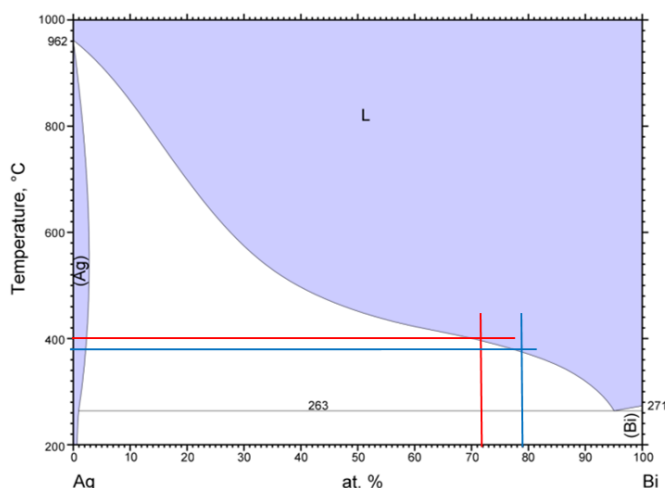
Počas kryštalizácie zliatiny BiAg11Ti3 preto primárne dochádzalo k vylučovaniu tuhej zmesi (Ag), v ktorej bola rozpustená Mg aj Bi. Počas tohto stupňa solidifikácie bola spotrebovaná väčšina striebra.



Obr. 5 Binárny diagram bizmut-titan (ASM International 2011, diagram no. 103109)

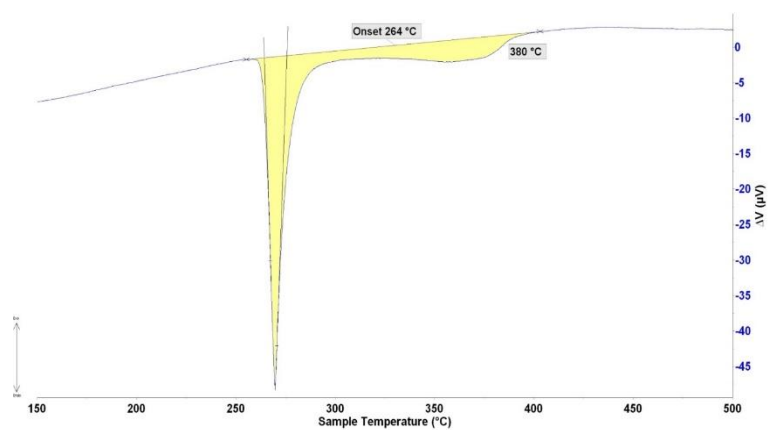
V tretej etape kryštalizácie máme k dispozícii taveninu s vysokou koncentráciou Bi obohatenou o striebro. Treba brať do úvahy, že analýza ICP-AES potvrdila koncentráciu Ag na úrovni 17 hm. %, čo zodpovedá približne 28,3 at. % Ag, čo je výrazne viac, než sa predpokladalo. Táto koncentrácia Ag zodpovedá teplote tavenia okolo 400 °C podľa fázového diagramu Ag-Bi (viď červené čiary na obr. 6), čo dobre korešponduje s teplotou zistenou pomocou DTA.

V štvrtej etape tavenina Bi-Ag prejde eutektickou reakciou za vzniku jemných listov v matici Bi pri teoretickej aj reálnej meranej teplote 263 °C podľa DTA. Zistené poznatky dobre korešpondujú so všetkými analýzami tejto zliatiny.

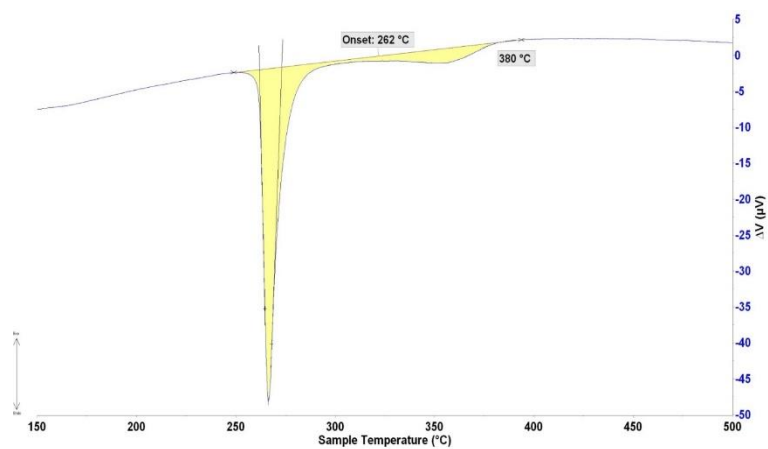


Obr. 6 Binárny diagram striebro-bizmut (ASM International 2011, diagram no. 103006)

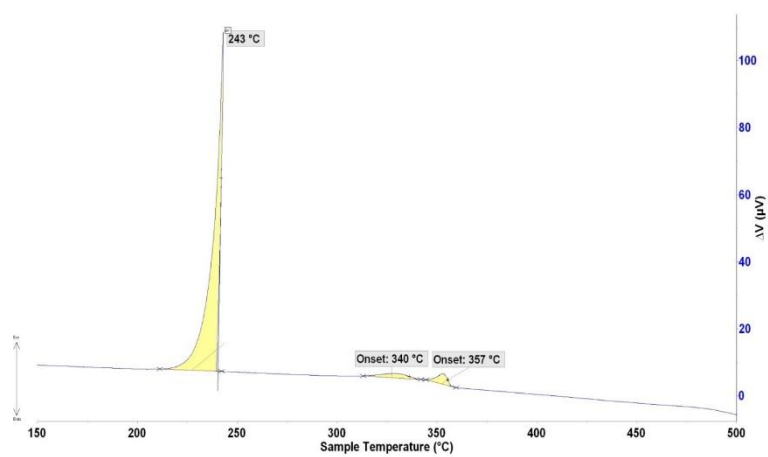
Významne teploty fázových premien v spájkovacej zliatiny typu Bi11Ag1Mg stanovené analýzou DTA sú dokumentované v tab. 2 a na obr. 7-10.



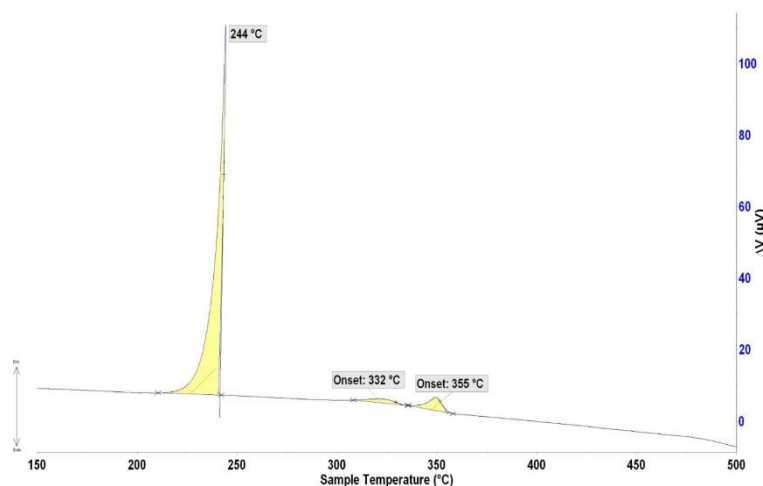
Obr. 7 DTA analýza spájky Bi1Ag1Mg, 2nd ohrev 5°C/min



Obr. 8 DTA analýza spájky Bi1Ag1Mg, 2nd ohrev 5°C/min



Obr. 9 DTA analýza spájky Bi1Ag1Mg, 1st chladnutie 5°C/min

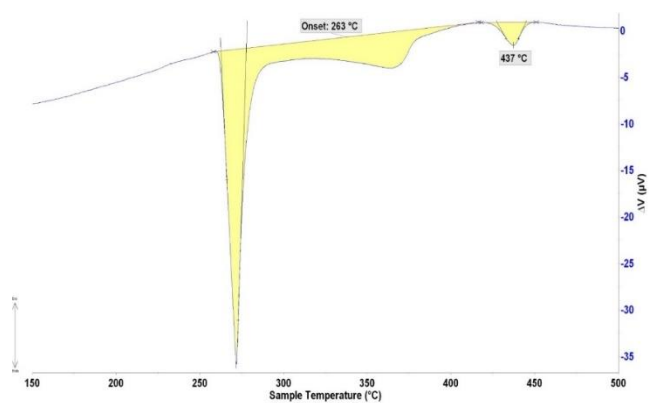


Obr. 10 DTA analýza spájky Bi11Ag1Mg, 2nd chladnutie 5°C/min

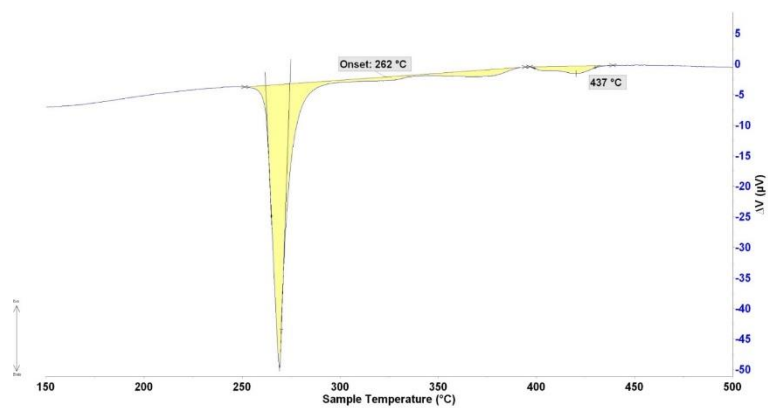
Tab. 2 Významné teploty (°C) vzorka č. 1: Bi11Ag1Mg zistené pomocí DTA

Bi11Ag1Mg	Bod začiatku	Bod začiatku	T _L	T _E (diagr.)	T _L (diagr.)
Ohrev	264	-	380	263	380
	262	-	380	-	-
Chladnutie	243	330	357	-	-
	244	332	355	-	-

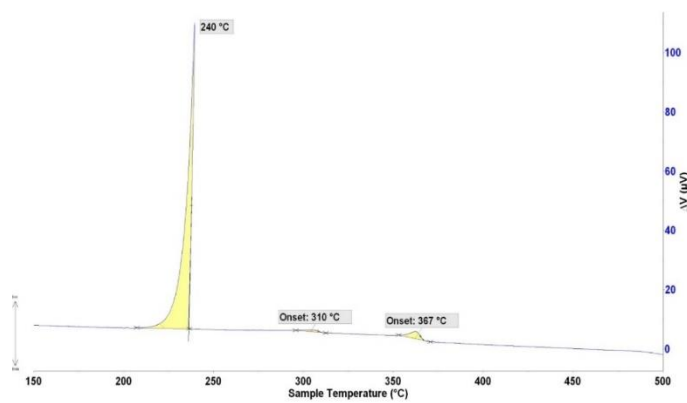
Pri procese kryštalizácie sa primárne oddelila fáza obsahujúca 49 at. % Ag, 25 at. % Mg a 26 at. % Bi, čo by mohlo byť popísané vzorcom Ag(Mg, Bi). Fáza MgAg existuje v pomerne širokom rozsahu koncentrácií a jej teplota topenia je podľa väčšiny autorov 820 °C. Podobne v systéme Bi-Mg je teplota topenia fázy Mg₃Bi₂ tiež 820 °C. Predpokladá sa teda, že táto fáza bude primárne oddelená. V tejto etape prišlo teda k spotrebe určitého množstva striebra aj horčíka. V menšom objemovom zastúpení sa v štruktúre zliatiny vyskytoval tuhý roztok (Ag), ktorý obsahoval 11,5 at. % Mg a 1 at. % Bi, zvyšok 87,5 at. % tvoril striebro, podobne ako u predchádzajúceho. Obsah Mg bol v tejto fáze nižší. Podľa analýzy ICP-AES bola zistená celková priemerná koncentrácia striebra vo vzorke 12,2 hm. %, čo zodpovedá 21,2 at. % Ag. Na obr. 22 je znázornená pozícia tohto zloženia modrými čiarami, z čoho vyplýva, že teplota topenia podľa fázového diagramu Ag-Bi zodpovedá veľmi presne teplote zistenej pomocou DTA. V ďalšej etape kryštalizácie dochádzalo k obohacovaniu taveniny bizmutom pri súčasnom raste kryštálov bohatých na Ag až do eutektického bodu pri teplote 263 °C za vzniku jemných lamel (Ag) + matrice (Bi). Horčík sa v eutektiku nevyskytoval. Aj v tomto prípade sa na krivkách ochladzovania objavili dva tepelné efekty, ktoré pri ohreve neboli pozorované. Môže to súvisieť s existenciou dvoch reakcií: primárne oddelenej fázy Ag (Mg,Bi) a v ďalšej etape tvorby tuhého roztoku (Ag) obohateného horčíka a v menšej miere Bi. Významne teploty fázových premien v spájkovacej zliatiny typu Bi11Ag1,5Ti1Mg stanovené analýzou DTA sú dokumentované v tab. 3 a na obr. 11-14.



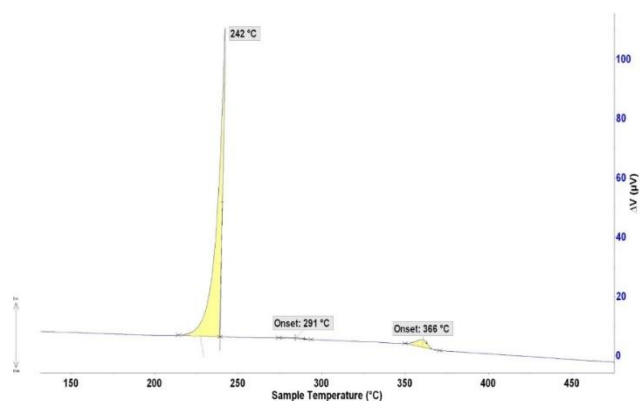
Obr. 11 DTA analýza spájky Bi1Ag1,5Ti1Mg, 1st ohrev 5°C/min



Obr. 12 DTA analýza spájky Bi1Ag1,5Ti1Mg, 2nd ohrev 5°C/min



Obr. 13 DTA analýza spájky Bi1Ag1,5Ti1Mg, 2nd chladnutie 5°C/min



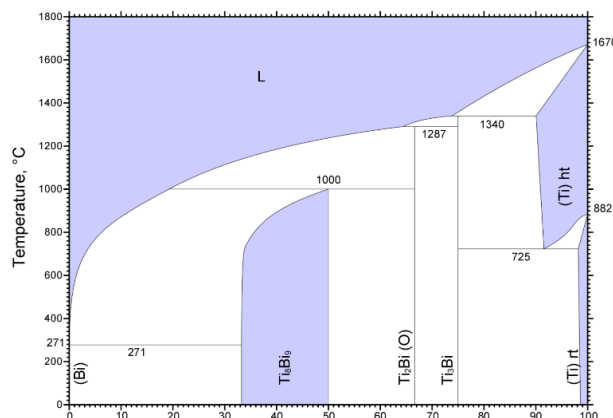
Obr. 14 DTA analýza spájky Bi11Ag1,5Ti1Mg, 2nd chladnutie 5°C/min

Tab. 3 Významné teploty (°C) vzorka č. 1: Bi11Ag1Mg zistené pomocou DTA

Bi11Ag1,5Ti1Mg	Bod začiatku	Bod začiatku	TL
Ohrev	263	-	437
	262	-	437
Chladnutie	240	310	367
	242	291	366

V tomto prípade boli na základe štruktúrálnej SEM/EDX analýzy identifikované nasledujúce fázy: Ag(Mg, Bi) s približne 50 at. % Ag, 31 at. % Mg, 19 at. % Bi, čo zodpovedá stechiometrickému vzorcu $\text{Ag}_5\text{Mg}_3\text{Bi}_2$. Ich zastúpenie v štruktúre bolo dominantné. Ďalej bola zistená fáza Ti_8Bi_9 , ktorá podľa fázového diagramu na obr. 15 vzniká peritektickou reakciou pri teplote približne 1000 °C. Pri interakcii taveniny bizmutu s titanom aj pri oveľa nižších teplotách dochádza k presýteniu taveniny titanom, čo má za následok vznik fázy Ti_xBi_y , v našom prípade sa jednalo podľa pomerov Ti : Bi o Ti_8Bi_9 .

Je otázne, ktorá z uvedených fáz kryštalizovala ako prvá. Zistená teplota likvidu je v tomto prípade 437 °C, čo je vyššie ako u predchádzajúcich vzoriek. Matricu zliatiny tvoril čistý bizmut, v ktorom sa nepravidelne objavovali ostrovčeky binárneho eutektika (Ag) + (Bi) s lamelami striebra.



Obr. 15 Binárny diagram bizmut-titan (ASM International 2011, diagram no. 103108)

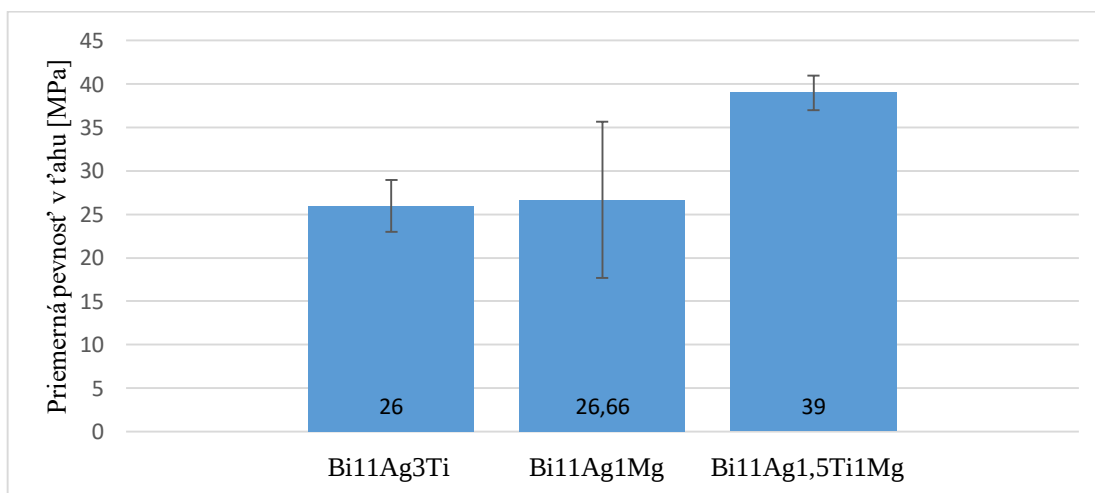
Na obr. 11 bol zistený bod začiatku point pri 263 °C, čo zodpovedá eutektickej reakcii. Pri prvom ohreve sa na DTA krivke objavili plochy, kedy dochádzalo k výraznému tepelnému zafarbeniu reakcií, čo súviselo s postupným rozpúšťaním fáz Ag-Mg-Bi a Ti_3Bi_9 , ktoré boli jednoznačne identifikované v štruktúre vzoriek v dodanom stave. Pri druhom ohreve sa takýto výrazný tepelný efekt už neprejavil v dôsledku zmien v štruktúre po pomalom ochladzovaní. Na krivkách ochladzovania boli rovnako ako u predchádzajúcich vzoriek pozorované dva body začiatku, ktoré môžu súvisieť s určitými transformáciami, ktoré nie je možné jednoznačne identifikovať.

3.2 Pevnosť v ťahu spájkovacích zliatin

Na vyhodnotenie pevnosti v ťahu boli použité tri vzorky z každej experimentálnej spájkovacej zliatiny. V každom prípade boli vzorky zaťažované až do úplného zlyhania. Výsledky ťahovej skúšky pre všetky vzorky sú uvedené v tab. 4. Na obr. 16 je vizuálne znázornenie priemernej pevnosti v ťahu spájkovacích zliatin.

Tab. 4 Výsledky pevnosti v ťahu spájkovacích zliatin

Spájka	Vzorka č. 1 [MPa]	Vzorka č. 2 [MPa]	Vzorka č. 3 [MPa]	Priemerná hodnota [MPa]
Bi11Ag3Ti	23	29	26	26
Bi11Ag1Mg	17	30	33	26,66
Bi11Ag1,5Ti1Mg	41	37	39	39

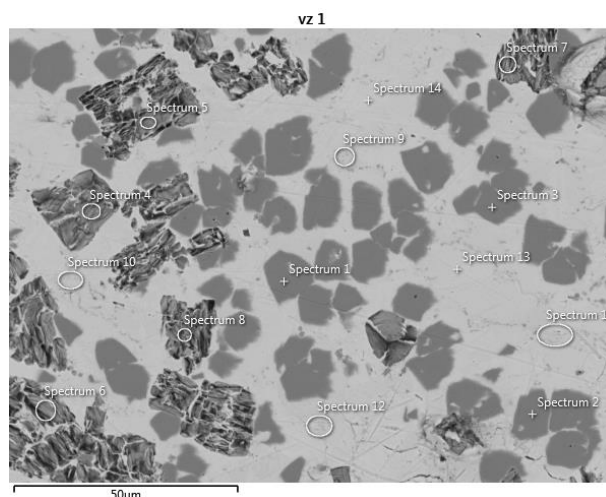


Obr. 16 Priemerné hodnoty pevnosti v ťahu spájkovacích zliatin

Najvýraznejšie a najväčšie hodnoty v pevnosti v ťahu dosahuje spájka Bi11Ag1,5Ti1Mg. Na druhej strane, spájky Bi11Ag3Ti a Bi11Ag1Mg dosahuje najnižšie hodnoty pevnosti. Výsledky jednoznačne ukazujú, že pridaním len 1,5 hmotnostného % Ti do spájkovacej zliatiny typu Bi-Ag-Mg sa výrazne zvýši jej pevnosť v ťahu. Táto malá prísada titánu efektívne zvyšuje mechanickú odolnosť zliatiny, čím ju robí odolnejšou voči ťahovému namáhaniu. Titán zvyšuje pevnosť spájky takmer o tretinu (35 %).

3.3 Mikroanalýza EDX spájkovacích zliatin

Na analýzu mikroštruktúry spájkovacích zliatin sme využili riadkovací vysokorozlišovací elektrónový mikroskop JEOL JSM7600F, dostupný v laboratóriách štruktúrnych analýz na MTF STU v Trnave. Mikroanalýzou EDX je možné identifikovať chemické zloženie spájok v konkrétnych miestach merania podľa ich významu. Bodová analýza umožňuje meranie chemického zloženia v malých bodoch alebo vo vybraných oblastiach. Na obr. 17 je zobrazená bodová mikroanalýza EDX spájky Bi11Ag3Ti. V tab. 5 sú uvedené zaznamenané hodnoty atómového zloženia spájky Bi11Ag3Ti. Počas merania boli vylúčené nečistoty identifikované analytickými metódami, ktoré sa dostali do spájky počas procesu výroby alebo metalografickej prípravy.



Obr. 17 Mikroštruktúra spájky Bi11Ag3Ti

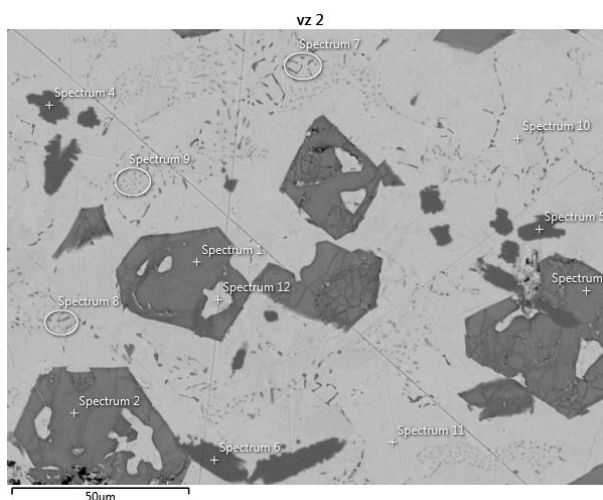
Tab. 5 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spájky Bi11Ag3Ti

Spektrum	O [at.%]	Ti [at.%]	Ag [at.%]	Bi [at.%]	Fáza
1	-	-	95.2	1.8	-
2	-	-	95.5	1.4	-
3	-	-	95.1	1.6	-
4	64.0	17.4	-	18.6	intermetalické fázy $\text{TiBi}_{12}\text{O}_{20}$ a $\text{Ti}_3\text{Bi}_4\text{O}_{12}$ alebo Bi_3Ti_2
5	63.5	18.2	-	18.3	intermetalické fázy $\text{TiBi}_{12}\text{O}_{20}$ a $\text{Ti}_3\text{Bi}_4\text{O}_{12}$ alebo Bi_3Ti_2
6	62.5	19.5	-	18.0	intermetalické fázy $\text{TiBi}_{12}\text{O}_{20}$ a $\text{Ti}_3\text{Bi}_4\text{O}_{12}$ alebo Bi_3Ti_2
7	59.9	19.9	-	20.3	intermetalické fázy $\text{TiBi}_{12}\text{O}_{20}$ a $\text{Ti}_3\text{Bi}_4\text{O}_{12}$ alebo Bi_3Ti_2
8	61.1	21.0	-	17.8	intermetalické fázy $\text{TiBi}_{12}\text{O}_{20}$ a $\text{Ti}_3\text{Bi}_4\text{O}_{12}$ alebo Bi_3Ti_2
9	-	-	10.4	89.6	Eutektická zmes typu (Bi) + (Ag)
10	-	-	7.8	92.2	Eutektická zmes typu (Bi) + (Ag)
11	-	-	7.3	92.7	Eutektická zmes typu (Bi) + (Ag)
12	-	-	10.0	90.0	Eutektická zmes typu (Bi) + (Ag)
13	-	-	-	100.0	Čistý bizmut
14	-	-	-	100.0	Čistý bizmut

Šedé nepravidelné útvary v spektrách 1 - 3 obsahujú vysokú koncentráciu striebra (95 at. % Ag). Binárny diagram Ag-Bi ukazuje, že solidus na strane striebra má retrográdny charakter s maximálnou rozpustnosťou 3 at. % Bi pri teplote 600 °C. V spektrách 4 až 8 bola zistená vysoká koncentrácia kyslíka. Čiastočný ternárny diagram Bi-O-Ti uvedený v systéme obsahuje informácie o dvoch typoch oxidických intermetalických fáz, a to $\text{TiBi}_{12}\text{O}_{20}$ a $\text{Ti}_3\text{Bi}_4\text{O}_{12}$.

Avšak Lelievre a Marchet vo svojom článku uvádzajú existenciu intermetallickej zlúčeniny $\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$, ktorá veľmi dobre korešponduje s pomermi medzi Bi:Ti:O = 19:19:62, ktoré sme zistili. Povrch tejto fázy je veľmi nerovný a je veľmi pravdepodobné, že pri príprave zliatiny došlo k interakcii so vzdušným kyslíkom. (Lelievre, J and Marchet, P. 2017). Ak by sme nevzali do úvahy prítomnosť kyslíka v tejto fáze, zloženie by zodpovedalo stechiometrickému vzorcu Bi_3Ti_2 , ako zistili aj Weber a Rettenmayr. Dvojfázová oblasť spektrách 9 až 12 obsahujú zmes (Bi) + (Ag) s prevahou Bi. Binárny systém Ag-Bi je eutektického typu s eutektickým bodom pri 95 at. % Bi a teplotou reakcie 262,5 °C. Svietiace plochy v spektrách 13 a 14 sú matrice, ktoré obsahovali čistý bizmut. Matricu teda tvoria oblasti prakticky čistého Bi a eutektickej zmesi (Bi) + (Ag). Rozpustnosť Ag v Bi je zanedbateľná. (Lelievre, J a Marchet, P. 2017) (Weber, F a Rettenmayr, M. 2021)

Na obr. 18 je zobrazená bodová mikroanalýza EDX spájky Bi11Ag1Mg. V tab. 6 sú uvedené zaznamenané hodnoty atómového zloženia spájky Bi11Ag1Mg. Počas merania boli vylúčené nečistoty identifikované analytickými metódami, ktoré sa dostali do spájky počas procesu výroby alebo metalografickej prípravy.

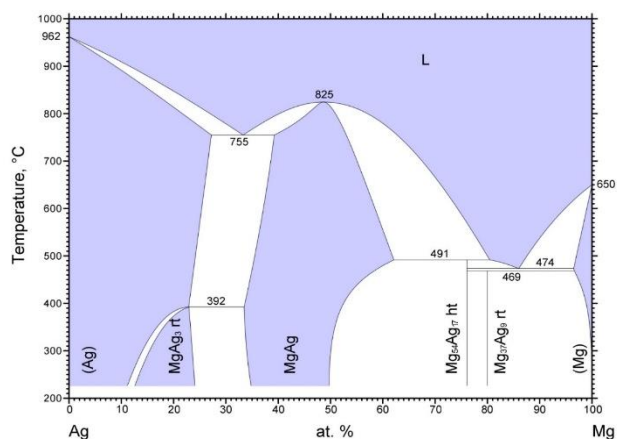


Obr. 18 Mikroštruktúra spájky Bi11Ag1Mg

Tab. 6 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spájky Bi1Ag1Mg

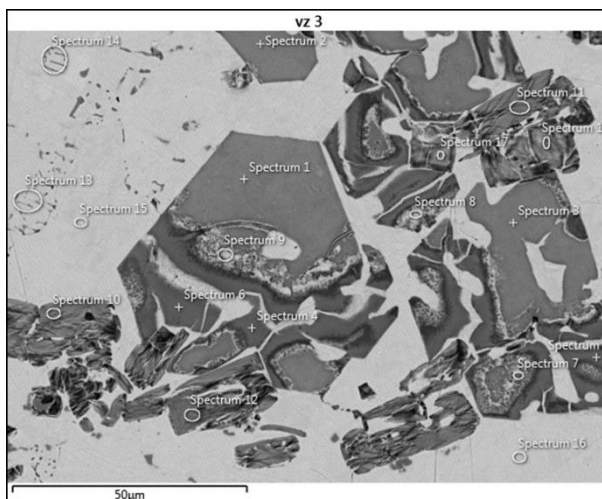
Spektrum	Mg [at.%]	Ag [at.%]	Bi [at.%]	Fáza
1	25.4	47.7	26.9	intermetalická fáza α -Mg ₃ Bi ₂
2	25.0	49.2	25.8	intermetalická fáza α -Mg ₃ Bi ₂
3	24.6	49.0	26.4	intermetalická fáza α -Mg ₃ Bi ₂
4	11.4	87.6	1.0	intermetalická fáza Ag ₃ Mg
5	11.3	87.6	1.1	intermetalická fáza Ag ₃ Mg
6	11.6	87.1	1.3	intermetalická fáza Ag ₃ Mg
7	-	12.1	87.9	Eutektická zmes (Bi) + (Ag)
8	-	17.6	82.4	Eutektická zmes (Bi) + (Ag)
9	-	10.7	89.3	Eutektická zmes (Bi) + (Ag)
10	-	-	100.0	Čistý bizmut
11	-	-	100.0	Čistý bizmut
12	-	-	100.0	Čistý bizmut

Veľké šedé nepravidelné útvary v spektrách 1 - 3 obsahovali 25 at. % Mg, 26 at. % Bi a 49 at. % Ag. Binárny systém Ag-Bi je eutektického typu s minimálnou rozpustnosťou oboch zložiek v matrici. V systéme Bi-Mg existuje stabilná intermetalická fáza α -Mg₃Bi₂ a v systéme Ag-Mg existuje fáza AgMg v relatívne širokej rozsahu koncentrácií Mg₃Bi₂. Kryštalická mriežka fázy AgMg je kubická, stereocentrická, zatiaľ čo α -Mg₃Bi₂ je hexagonálna. Vzhľadom na existenciu fázy AgMg v širokej rozsahu koncentrácií je pravdepodobné, že tam dochádzalo k substitúcii atómov Mg s atómami Bi, z čoho vyplýva, že stechiometricky by mohla táto fáza byť popísaná vzorcom Ag(Mg,Bi), kde pomer atómov Mg : Bi = 1 : 1. Ternárny diagram systému Ag-Bi-Mg nie je k dispozícii. Menšie tmavé oblasti v spektrách 4 až 6 obsahovali približne 87,5 at. % Ag, 11,5 at. % Mg a 1 at. % Bi. Tieto zložky naznačujú, že tieto oblasti majú vysoký obsah striebra, s menšími prísadami horčíka a bizmutu, čo ovplyvňuje ich celkové vlastnosti. Pravdepodobne ide o intermetalickú fázu Ag₃Mg s relatívne širokým rozsahom koncentrácií tejto fázy (pozri obr. 19). Dvojfázová oblasť v spektrách 7 až 9 s eutektickou zmesou (Bi) + (Ag). Podiel Ag je tu o niečo vyšší ako u predchádzajúcej spájkovacej zliatiny. Spektra 10 až 12 obsahovali matrice čistého bizmutu (Nayeb-Hashemi, A.A., Clark, J.B, 1986) (Nayeb-Hashemi, A.A., Clark, J.B, 1984).



Obr. 19 Binárny diagram striebro-horčík (ASM International 2009, diagram no. 101007)

Na obr. 20 je zobrazená bodová mikroanalýza EDX spájky Bi11Ag1,5Ti1Mg. V tab. 7 sú uvedené zaznamenané hodnoty atómového zloženia spájky Bi11Ag1,5Ti1Mg. Počas merania boli vylúčené nečistoty identifikované analytickými metódami, ktoré sa dostali do spájky počas procesu výroby alebo metalografickej prípravy.



Obr. 20 Mikroštruktúra spájky Bi11Ag1,5Ti1Mg

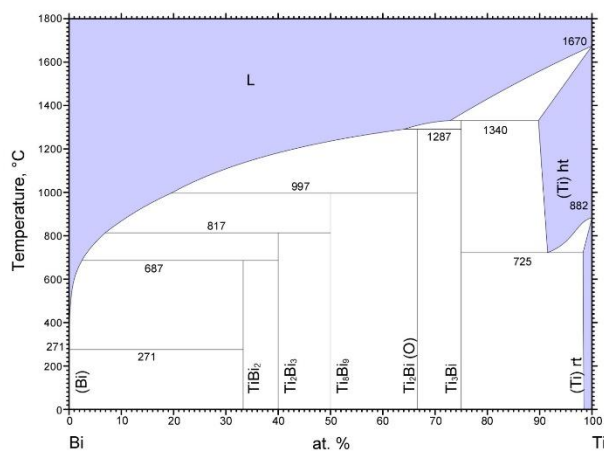
Tab. 7 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spájky Bi11Ag1,5Ti1Mg

Spektrum	Mg [at.%]	Ti [at.%]	Ag [at.%]	Bi [at.%]	Fáza
1	25.9	-	47.4	26.7	Ag (Mg, Bi)
2	24.6	-	47.4	28.0	Ag (Mg, Bi)
3	27.1	-	46.9	26.0	Ag (Mg, Bi)
4	31.0	-	50.9	18.1	Ag ₅ Mg ₃ Bi ₂
5	31.9	-	48.2	19.9	Ag ₅ Mg ₃ Bi ₂
6	30.7	-	50.5	18.9	Ag ₅ Mg ₃ Bi ₂
7	25.5	-	44.8	29.7	-
8	14.1	-	37.0	48.9	-
9	10.2	-	30.2	59.6	-
10	-	49.0	-	51.0	intermetalická fáza Ti ₈ Bi ₉
11	-	43.7	-	56.3	intermetalická fáza Ti ₈ Bi ₉
12	-	51.0	-	49.0	intermetalická fáza Ti ₈ Bi ₉
13	3.5	-	9.1	87.5	-
14	3.8	-	11.3	84.9	-
15	-	-	-	100.0	-
16	-	-	-	100.0	-
17	-	45.2	-	54.8	intermetalická fáza Ti ₈ Bi ₉
18	-	47.5	-	52.5	intermetalická fáza Ti ₈ Bi ₉

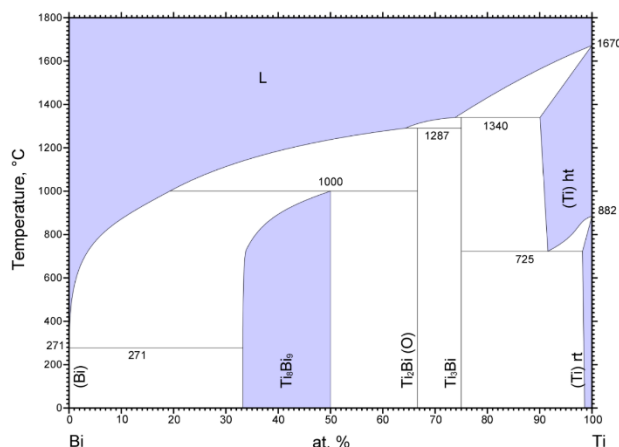
Spektrá 1 až 3: Veľké šedé útvary v spektrách 1 až 3 nepravidelného členitého tvaru obsahovali 26 at. % Mg, 27 at. % Bi a 47 at. % Ag. Sú úplne identické ako u prechádzajúcej vzorky. Môžu byť opísané sumárnym vzorcom Ag(Mg, Bi), kde atómy Mg a Bi sú substituované v mriežke. Ich pomer je aj v tomto prípade 1 : 1. Ternárny diagram systému Ag-Bi-Mg nebol doteraz zostavený alebo nájdený na internete. Vychádzam aj tu z jednotlivých binárnych diagramov. Tmavšie útvary nepravidelného tvaru v spektrách 4 až 6 sa vyskytovali v blízkosti vyššie identifikovanej fázy (spektra 1 až 3) a obsahovali tie isté prvky, avšak v inom pomere: 31 at. % Mg, 19 at. % Bi a 50 at. % Ag. Tieto útvary naznačujú variácie v chemickom zložení, čo ovplyvňuje ich mikroštruktúrne vlastnosti a správanie v materiáli. Fázu je možné považovať za typ Ag(Mg, Bi) s podobnou substitúciou atómov v mriežke Ag, s vyšším podielom Mg. Fázu by bolo možné popísať vzorcom Ag₅Mg₃Bi₂. V literatúre táto fáza doteraz nebola popísaná. Analýzy v spektrách 7 až 9 boli identifikované Ag, Mg a Bi. Koncentrácie však vykazujú väčší rozptyl. Zo SEM analýzy je viditeľná dekorácia svetlej farby, čo naznačuje vyššiu koncentráciu Bi.

Táto fáza je pravdepodobne metastabilná, čo naznačuje nehomogenitu v chemickom zložení. Takéto vlastnosti môžu ovplyvniť mechanickú a chemickú stabilitu materiálu. V spektrách 10 až 12, 17 a 18 sa vyskytuje len titan a bizmut v pomere približne Bi : Ti = 53 : 47. Podľa fázových diagramov podľa najnovších údajov ide o intermetalickú fázu Ti₈Bi₉ – pozri obr. 21-22, ktoré sa od seba dosť líšia, viac menej uvedená fáza sa vyskytuje v oboch prípadoch. Analýza v spektrách 13 a 14 sa bude jednať o ternárne eutektikum lamelárneho typu s vysokým podielom bizmutu, približne 10 at. % Ag a približne 3,5 at. % Mg.

Svetlé plochy v spektrách 15 a 16 sú viditeľné v matici obsahujúcej čistý bizmut. Tieto svetlé oblasti jasne naznačujú prítomnosť bizmutu v jeho takmer čistej forme, čo je charakteristické pre tieto spektrálne oblasti.



Obr. 21 Binárny diagram bizmut-titan (ASM International 2011, diagram no. 103109)

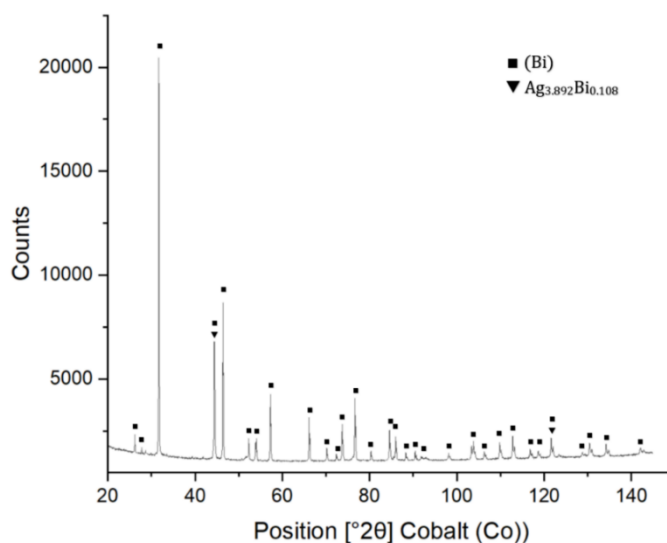


Obr. 22 Binárny diagram bizmut-titan (ASM International 2011, diagram no. 103109)

3.4 XRD analýza spájkovacích zliatin

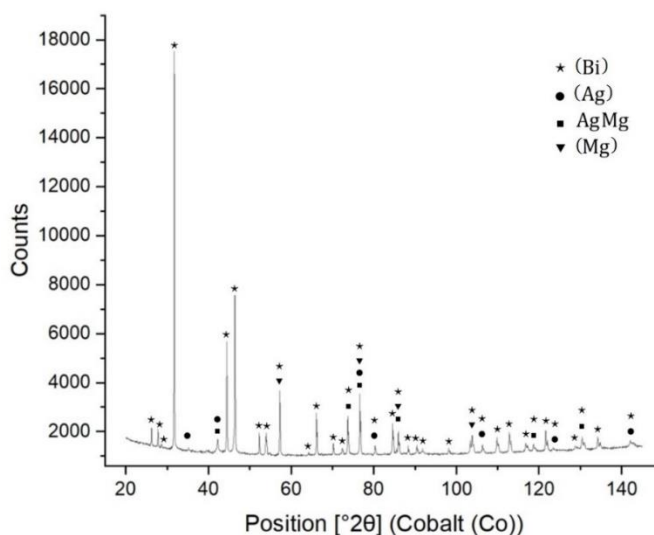
Röntgenová difrakcia bola použitá na určenie fázovej kompozície. XRD analýza sa uskutočňovala na kovových pilinách z odliatych a žíhaných vzoriek spájkovacích zliatin pomocou röntgenového difraktometra PANalytical Empyrean (XRD) (Malvern Panalytical Ltd., Malvern, UK). Postup merania sa vykonával na kovových pilinách, namiesto objemových odliatkov bol zvolený na obmedzenie vplyvu textúry odliatku na zaznamenaný XRD obrazec. Merania sa uskutočňovali v geometrii Bragg-Brentano. Bol zvolený rozsah uhla Theta–2theta medzi 20° a 145°. Zdrojom XRD bola koanódová lampka nastavená na 40 kV a 40 mA. Dopadajúci lúč bol modifikovaný Sollerovou štrbinou 0,04 rad, 1/4° divergenciou štrbinou a 1/2° antirozptylovou štrbinou. Dráha difraktovaného lúča bola vybavená 1/2° antirozptylovou štrbinou, 0,04 rad Sollerovou štrbinou, Fe beta filtrom a PIXcel3D polohovo citlivým detektorom pracujúcim v 1D skenovacím režime. Kvalita fázy bola analyzovaná pomocou programu PANalytical Xpert High Score (HighScore Plus verzia 3.0.5) s databázou ICSD FIZ Karlsruhe. Skúmaná bola fázová kompozícia spájk Bi11Ag3Ti, Bi11Ag1Mg a Bi11Ag1,5Ti1Mg.

XRD analýza spájky Bi11Ag3Ti je znázornená na obr. 23, analýza merania neodhalila titánové fázy, pretože spájky obsahovali len malé množstvo titánu (3 hm. %), čo bolo pod úrovňou detekcie použitého zariadenia. Analýza odhalila fázu $\text{Ag}_{3,892}\text{Bi}_{0,108}$ a tuhý roztok (Bi).



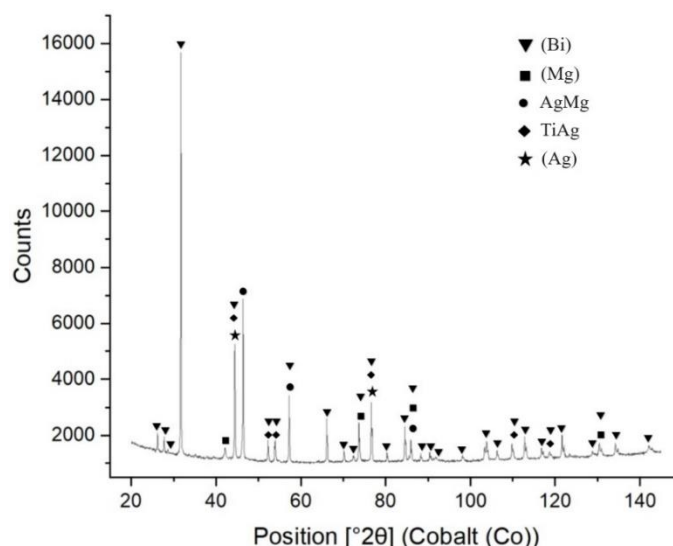
Obr. 23 XRD analýza spájky Bi11Ag3Ti

XRD analýza spájky Bi11Ag1Mg je znázornená na obr. 24, analýza merania neodhalila horčíkové fázy, pretože spájky obsahovali len malé množstvo horčíku (3 hm. %), čo bolo pod úrovňou detekcie použitého zariadenia. Analýza odhalila fázu AgMg a tuhé roztoky (Bi), (Ag) a (Mg).



Obr. 24 XRD analýza spájky Bi11Ag1Mg

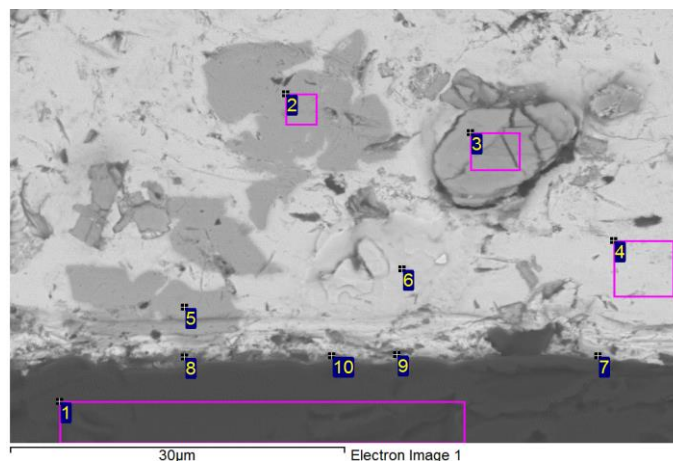
XRD analýza spájky Bi11Ag1,5Ti1Mg je znázornená na obr. 25, analýza merania neodhalila Ti a Mg fázy, pretože spájky obsahovali len malé množstvo Ti (1,5 hm. %) a Mg (1 hm. %), čo bolo pod úrovňou detekcie použitého zariadenia. Analýza odhalila fázu AgMg a TiAg a tuhé roztoky (Bi), (Ag) a (Mg).



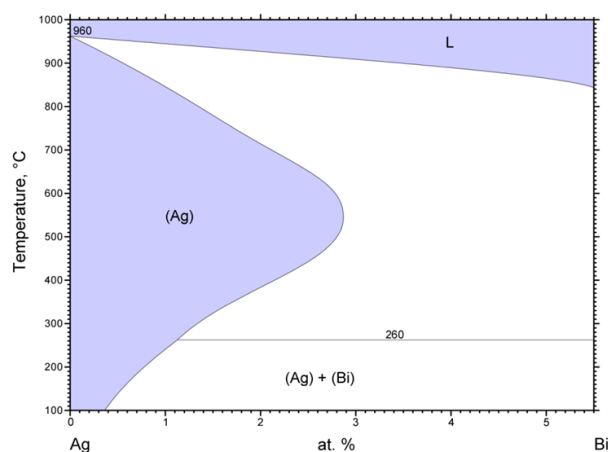
Obr. 25 XRD analýza spájky Bi11Ag1,5Ti1Mg

3.5 Mikroanalýza EDX spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}/\text{Ni-SiC}$

Charakter spájkovaných spojov bol analyzovaný pomocou mikroanalýzy EDX. Metóda čiarovej analýzy, bodovej analýzy a plošnej distribúcie prvkov bola využitá na posúdenie týchto spojov. Spoj $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}/\text{Ni-SiC}$ bol prvým, ktorý bol hodnotený. Pri analýzach sa zohľadňovali rozhrania medzi Al_2O_3 a spájkou a medzi spájkou a nanokompozitným substrátom. Na obr. 26 je zobrazená bodová analýza pre presnejšie určenie chemických prvkov v obsahu atómových percent prechodovej oblasti. Výsledky nameraných hodnôt sú prezentované v tab. 8. Spektrum 1 predstavuje substrát Al_2O_3 . V spektre 2 a 5 sa nameral vysoký obsah striebra, ktorý naznačuje prítomnosť tuhého roztoku (Ag), v ktorom je rozpustený bizmut - pozri binárny diagram Ag-Bi na obr. 27. Spektrum 3 predstavuje intermetalickú fázu Ti_8Bi_9 - pozri binárny diagram Bi-Ti na obr. 22. Plošná analýza v spektre 4 ukázala, že matrica spájky obsahuje tuhý roztok (Bi), zatiaľ čo drobné tmavé bodky naznačujú prítomnosť tuhého roztoku (Ag). Pravdepodobne ide o eutektickú zmes (Bi) + (Ag) s menším podielom Ag. Miestami bol prítomný aj hliník zo substrátu. Lokálna analýza svetlo sivej oblasti v spektre 6 ukázala, že ide o eutektickú zmes (Bi) + (Ag). Bodové analýzy z oblasti rozhrania substrátu Al_2O_3 - spájka BiAgTi ukázali pomerne veľký rozptyl chemického zloženia prvkov: hliníka, titánu, striebra a bizmutu. Toto svedčí o interakcii spájky so substrátom. Spoj môžeme považovať za kompaktný. Hliník sa pravdepodobne na rozhraní vyskytuje vo forme oxidu. Prišlo k skoncentrovaniu titánu (spektrá 8 až 10) a striebra (spektrá 7, 9 a 10). V tomto prípade ide pravdepodobne o zmes rôznych fáz.

Obr. 26 Bodová mikroanalýza EDX rozhrania spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}$ Tab. 8 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}$

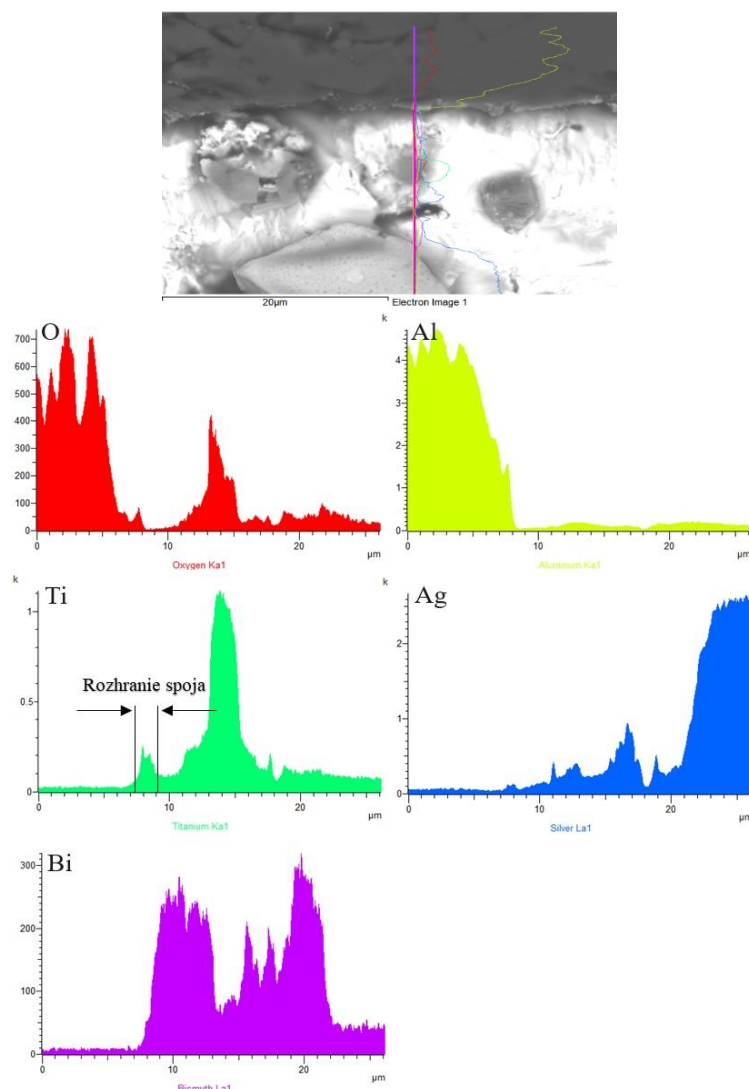
Spektrum	Al [at.%]	Ti [at.%]	Ag [at.%]	Bi [at.%]	Fáza
1	99,2	-	0,77	-	Substrát Al_2O_3
2	-	-	98,1	1,87	Tuhý roztok (Ag)
3	0,67	45,3	0	54	Ti_8Bi_9
4	2,06	-	4,85	93,1	Eutektická zmes (Bi)+(Ag)
5	1,03	-	96,7	2,31	Tuhý roztok (Ag)
6	2,64	-	19,4	77,9	Eutektická zmes (Bi)+(Ag)
7	24,3	0,71	8,15	66,9	Zmesi rôznych fáz Al, Bi, Ag a Ti
8	27,5	47,9	0,86	23,7	Zmesi rôznych fáz Bi, Ag a Ti
9	18,4	22,3	9,36	50	Zmesi rôznych fáz Bi, Ag a Ti
10	9,35	53,9	4,06	32,7	Zmesi rôznych fáz Bi, Ag a Ti



Obr. 27 Binárny diagram striebro-bizmut (ASM International 2006, diagram no. 905746)

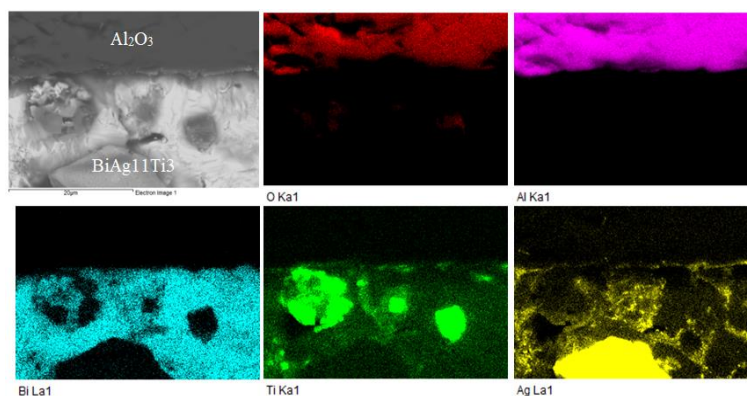
Obr. 28 znázorňuje čiarovú EDX analýzu rozhranie $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}$, kde je znázornená koncentrácia prvkov v jednotlivých úsekoch vyznačenými čiarami. Fialová, modrá a zelená čiara predstavuje zložku spájky. V reakčnej vrstve na rozhraní s Al_2O_3 je možné spozorovať vysoký podiel aktívneho Ti (zelená farba), ktorý podporil zmáčanie substrátu. Červená a žltá farba predstavuje základný materiál.

Je zrejmé z obr. 28, že na vznik spoja napomáhal Ti. Hrúbka reakčnej vrstvy Ti v tomto spoji bola približne 2 μm . Na rozhraní bola preukázaná aj malá prítomnosť Ag, hrúbka reakčnej vrstvy bola približne 1 μm .

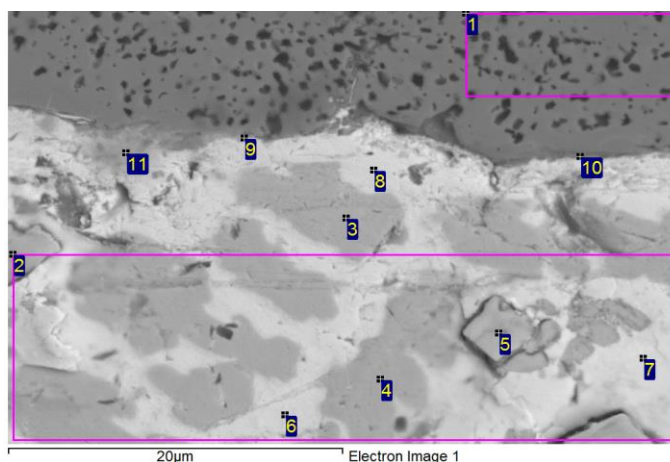


Obr. 28 Čiarová EDX analýza spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}$ a koncentračne profily jednotlivých prvkov cez rozhranie

Z mapy kvalitatívneho zoskupenia chemickej analýzy je zreteľne viditeľné rozloženie jednotlivých prvkov v oblasti rozhrania $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}$ (obr. 29). Toto rozhranie je hlavne rovnomerne tvorená bizmutom (Bi), čo naznačuje homogénnu distribúciu tohto prvku v danej oblasti. Pričom Ag a Ti je rozložený v spájke vo forme fáz, ktoré sa následne viažu na rozhranie keramiky. Na tesnom rozhraní medzi spájkou a substrátom Al_2O_3 sa vytvorila tenká prechodová oblasť.

Obr. 29 Mapa EDX analýzy rozhrania chemických prvkov spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}$

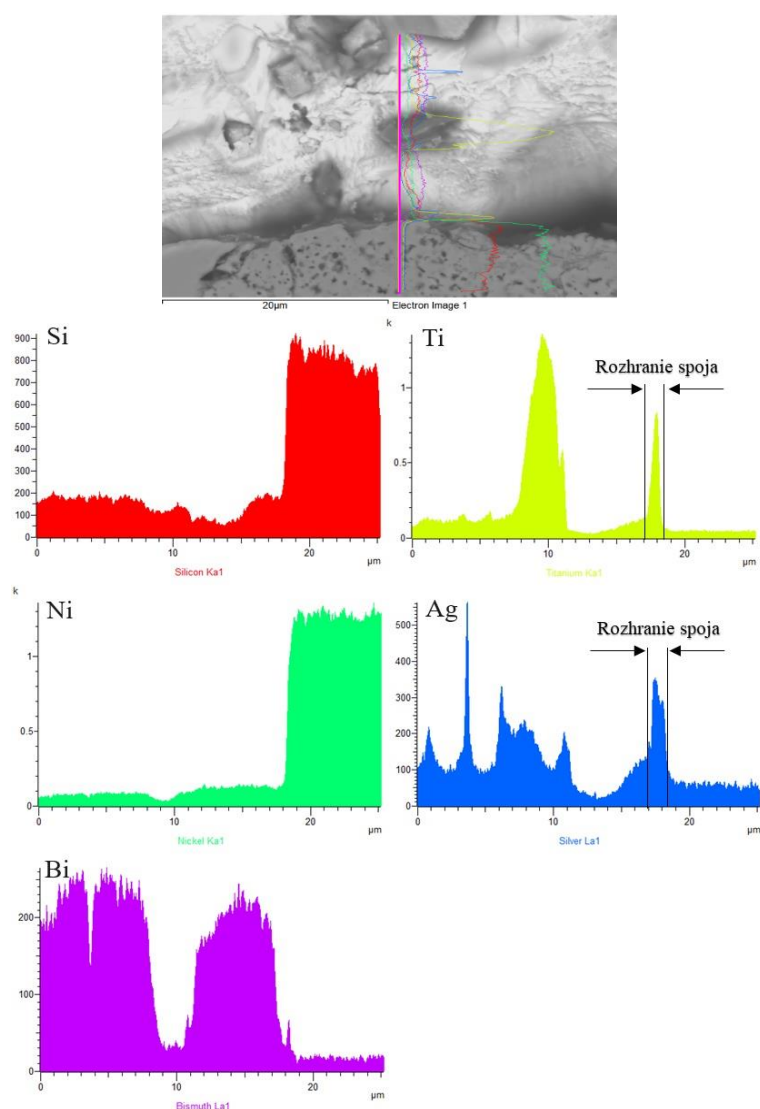
Nasledujú výsledky hodnotenia rozhrania spoja $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}/\text{Ni-SiC}$. Toto rozhranie bolo analyzované bodovou mikroanalýzou EDX a jeho výsledky sú zobrazené na obr. 30. Namerané hodnoty v jednotlivých spektrách sú uvedené v tab. 9. Vytvorený spoj nevykazoval žiadne nečistoty ani trhliny. Spektrum 1 predstavuje substrát Ni-SiC. Plošná analýza v spektre 2 zachytáva rôzne typy fáz v štruktúre. V spektrách 3 a 4 sa nameral vysoký obsah Ag, ktorý svedčí o tuhom roztoku (Ag), v ktorom je rozpustený Bi. Spektrum 5 predstavuje vysoký výskyt koncentrácií Bi a Ti. Pravdepodobne sa bude jednať o dvojfázovú zmes $\text{Bi} + \text{Ti}_m\text{Bi}_n$ (napr. Ti_8Bi_9 alebo TiBi_2). V spektrách 6 a 7 je matrica zložená z tuhého roztoku (Bi) s malým obsahom (Ag) - eutektická zmes. Spektrum 8 predstavuje eutektickú zmes (Bi) + (Ag). Prítomnosť niklu súvisí s procesmi prebiehajúcimi pri ultrazvukovom spájkovaní. Lokálna analýza v spektrách 9 a 10 zistila prítomnosť Si (alebo SiC) a Ni zo substrátu a obsahu jednotlivých prvkov Bi, Ag a Ti zo spájky. Na rozhraní sa vytvorila difúzna vrstva a došlo k správnej interkalácii spájky so substrátom. Spektrum 11 tvorí tuhý roztok (Bi) + (Ag) + (Ni) zo substrátu.

Obr. 30 Bodová mikroanalýza EDX rozhrania spájkovaného spoja $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}/\text{Ni-SiC}$ Tab. 9 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spoja $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}/\text{Ni-SiC}$

Spektrum	Si [at. %]	Ti [at. %]	Ni [at. %]	Ag [at. %]	Bi [at. %]	Fáza
1	16,9	-	83,1	-	-	Substrát Ni-SiC
2	0,51	1,02	0,55	42	55,9	Zmesi rôznych fáz Si, Ni, Bi, Ag a Ti
3	0,2	-	0,73	95,7	3,34	Tuhý roztok (Ag)
4	-	-	0	92,7	7,27	Tuhý roztok (Ag)
5	0,43	13,4	0,59	1,49	84,08	Ti_8Bi_9
6	0,16	-	-	0,49	99,35	Eutektická zmes (Bi)+(Ag)

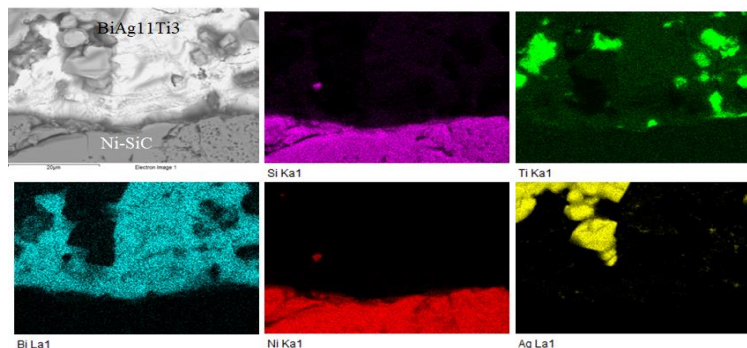
7	0,12	0,19	-	0,69	99	Eutektická zmes (Bi)+(Ag)
8	-	-	1,68	4,68	93,64	Eutektická zmes (Bi)+(Ag)
9	2,32	1,5	10,7	13,5	72,01	Zmesi rôznych fáz Si, Ni, Bi, Ag a Ti
10	3,24	3,1	44,9	3,44	45,32	Zmesi rôznych fáz Si, Ni, Bi, Ag a Ti
11	0,25	-	3,14	4,66	91,96	Tuhý roztok (Bi)+(Ag)+(Ni)

Obr. 31 znázorňuje čiarovú EDX analýzu rozhrania Bi11Ag3Ti/Ni-SiC, kde je znázornená koncentrácia prvkov v jednotlivých úsekoch vyznačenými čiarami. Fialová, modrá a žltá čiara predstavuje zložku spájky. V reakčnej vrstve na rozhraní s Ni-SiC je možné spozorovať vysoký podiel aktívneho Ti (žltá farba), ktorý podporil zmáčanie substrátu. Červená a zelená farba predstavuje základný materiál. Je zrejmé z obr. 49, že na vznik spoja napomáhal Ti. Hrúbka reakčnej vrstvy Ti v tomto spoji bola približne 2 μm . Na rozhraní bola preukázaná aj malá prítomnosť Ag hrúbka reakčnej vrstvy bola približne 1 μm .



Obr. 31 Čiarová EDX analýza spájkovaného spoja Bi11Ag3Ti/Ni-SiC a koncentračné profily jednotlivých prvkov cez rozhranie

Z mapy kvalitatívneho zoskupenia chemickej analýzy je zreteľné rozloženie jednotlivých prvkov v oblasti rozhrania Bi₁₁Ag₃Ti/Ni-SiC (obr. 32). Toto rozhranie je tvorené bizmutom (Bi), striebrom (Ag) a titánom (Ti), čo naznačuje rovnomernú distribúciu týchto prvkov v analyzovanej oblasti. Pričom Ti je rozložený na rozhraní vo forme fáz, ktoré sa viažu na rozhranie substrátu Ni-SiC.

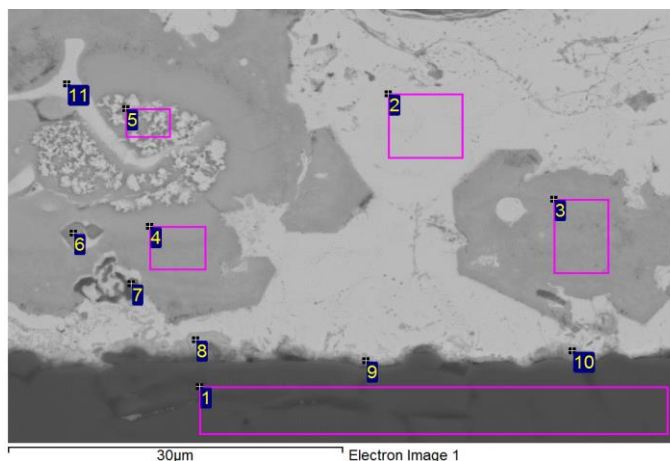


Obr. 32 Mapa EDX analýzy rozhrania chemických prvkov spoja Bi₁₁Ag₃Ti/Ni-SiC

3.6 Mikroanalýza EDX spájkovaného spoja Al₂O₃/Bi₁₁Ag₁Mg/Ni-SiC

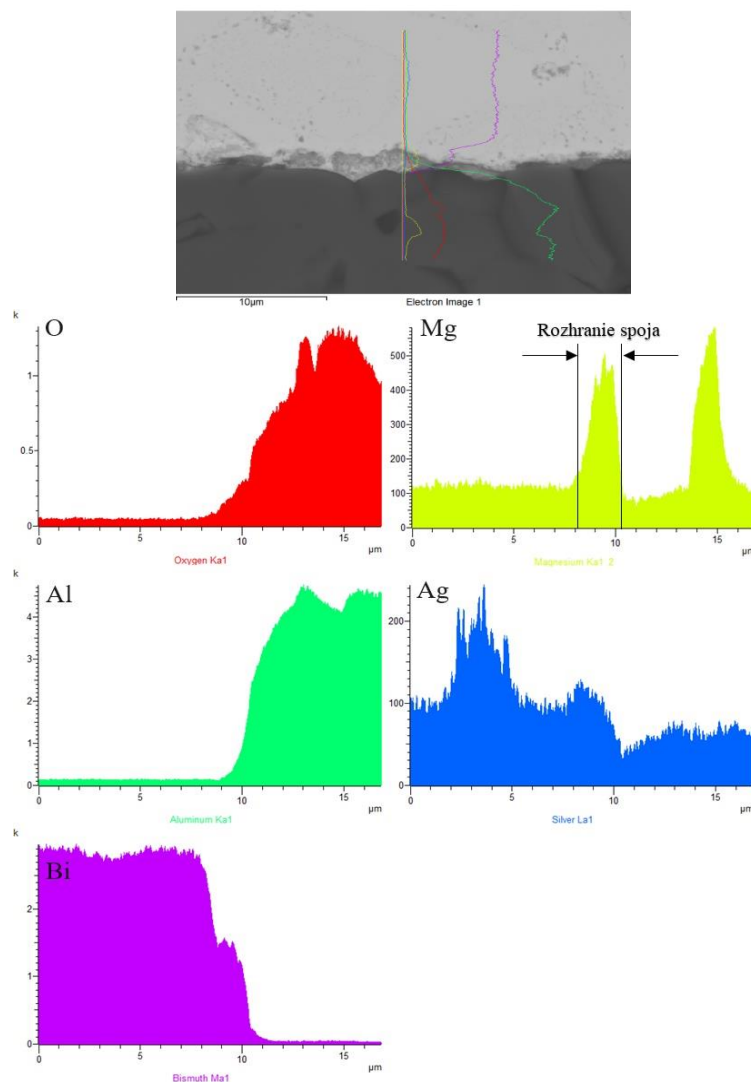
Nasledujúci spájkovaný spoj hodnotený mikroanalýzou EDX bol spoj Al₂O₃/Bi₁₁Ag₁Mg/Ni-SiC. Ako prvá bola hodnotená bodová analýza spojenia Al₂O₃/Bi₁₁Ag₁Mg. Na obr. 33 je zobrazená bodová analýza pre presnejšie určenie chemických prvkov v obsahu atómových percent prechodovej oblasti. Výsledky nameraných hodnôt sú prezentované v tab. 10. Spektrum 1 predstavuje substrát Al₂O₃. Plošná analýza v spektre 2 obsahuje maticu spájky, ktorá obsahuje tuhý roztok (Bi), zatiaľ čo drobné tmavé škvrny dokumentujú prítomnosť (Ag). Pravdepodobne ide o zmes (Bi) + (Ag) s menším podielom Ag. Spektrá 3 a 4 (plošné analýzy) boli namerané pomery Ag : Mg : Bi sú približne 50 : 30 : 20. Toto by mohlo stotožňovať s intermetalickou fázou Ag₅Mg₃Bi₂. Túto fázu identifikovali aj Weber a Rettenmayr. V systéme Bi-Mg existuje fáza Mg₃Bi₂ (pomer Mg : Bi = 60 : 40), v systéme Ag-Mg je známa oblasť roztoku AgMg. Spektrum 5 ukazuje oblasť s (Bi) a zlúčeninou Ag₅Mg₃Bi₂ v šedých plochách spektier 3 a 4, naznačujúce ich vzájomnú závislosť a chemickú komplexnosť. (Weber, F a Rettenmayer, M. 2021)

V spektre 6 predpokladáme, že sa jedná o roztok AgMg, ktorý má vysoký obsah kyslíka a môže súvisieť s existenciou oxidu Bi₂O₃. Ide iba o jednu analýzu. V spektre 7 sa namerala prítomnosť O, Mg, Ag a Bi, pričom Mg je v prevažnej väčšine. Pomery Mg : O sú približne 50 : 50. Ide o oxid MgO. Okrem toho boli zachytené aj Bi a Ag z okolia analyzovanej oblasti. Spektrá 8 až 10 sú merané priamo na rozhraní substrátu Al₂O₃ a spájky BiAgMg. Podľa meraní predpokladáme, že došlo k difúznym procesom, spoj je kompaktný. Jedná sa o zmes oxidu Bi₂O₃ a Al₂O₃ + (Bi) zo spájky. Spektrum 11 je oblasť matrice a ide o zmes (Bi) + (Ag) s prevahou Bi - viď aj spektrum 2. (Weber, F a Rettenmayer, M. 2021)

Obr. 33 Bodová mikroanalýza EDX rozhrania spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}$ Tab. 10 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}$

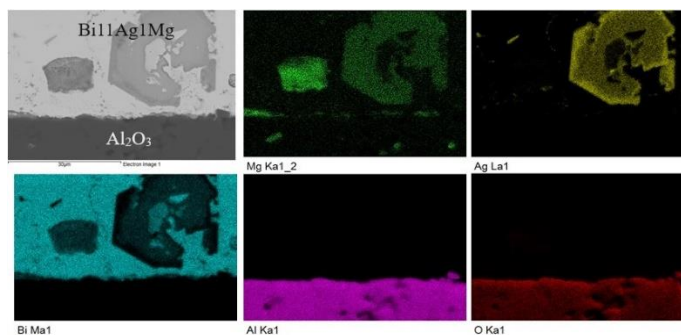
Spektrum	O [at.%]	Mg [at.%]	Al [at.%]	Ag [at.%]	Bi [at.%]	Fáza
1	60,17	0,27	39,34	0,22	-	Substrát Al_2O_3
2	-	-	0,91	3,33	95,77	Zmes tuhých roztokov (Bi)+(Ag)
3	-	32,47	-	47,18	20,35	Intermetalická fáza $\text{Ag}_5\text{Mg}_3\text{Bi}_2$
4	-	30,44	0,56	50,53	18,47	Intermetalická fáza $\text{Ag}_5\text{Mg}_3\text{Bi}_2$
5	-	14,78	-	46,13	39,09	(Bi)+ $\text{Ag}_5\text{Mg}_3\text{Bi}_2$
6	-	7,06	-	9,45	83,49	Roztok AgMg
7	50,21	40,25	0,43	2,65	6,46	Oxid MgO
8	67,11	1,27	5,19	0,31	26,12	Bi_2O_3 a Al_2O_3 + (Bi) zo spájky
9	64,81	1,6	18,67	0,8	14,12	Bi_2O_3 a Al_2O_3 + (Bi) zo spájky
10	64,34	0,59	18,61	0,48	15,98	Bi_2O_3 a Al_2O_3 + (Bi) zo spájky
11	-	-	1,06	2,09	96,85	Zmes tuhých roztokov (Bi)+(Ag)

Líniová analýza na obr. 34 prezentuje rozloženie prvkov v skúmanej časti spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}$. Na rozhraní spoja bol vylúčený najmä Mg. Hrúbka reakčnej vrstvy Mg v tomto spoji bola približne 2 μm . Na rozhraní bola preukázaná aj malá prítomnosť Ag.



Obr. 34 Líniová EDX analýza spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}$ a koncentračné profily prvkov Bi, Ag, Mg, Al a O

Plošná distribúcia prvkov na rozhraní je dokumentovaná na obr. 35. Z plošnej distribúcie je zrejmé, že Mg vytvára fázy, ktoré sa významne podieľajú na vzniku spoja. Zelená farba identifikuje prítomnosť horčíka na rozhraní. Horčík čiastočne difundoval do zóny substrátu.



Obr. 35 Plošná distribúcia prvkov Al, O, Mg, Ag a Bi na rozhraní spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}$

Na určenie chemického zloženia a identifikáciu jednotlivých fáz bola vykonaná EDX analýza v spájkovanom spoji – obr. 36. Meranie sa uskutočnilo v ôsmich bodoch. Spektrum 1 až 8 ich chemické zloženie uvedené v tab. 11.

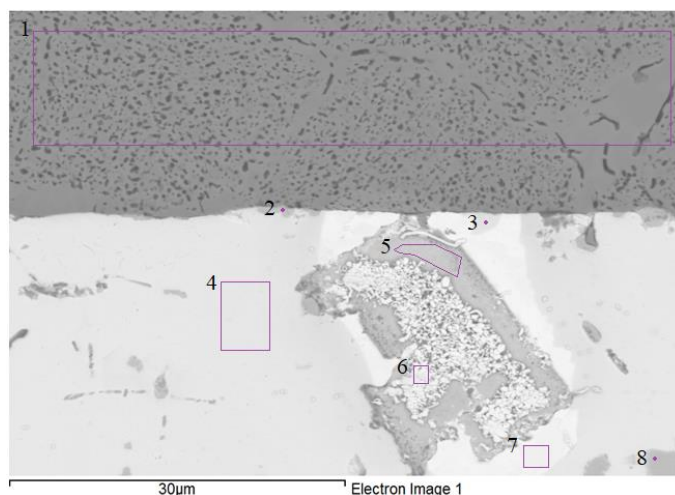
V mieste merania spektra 1 bola analýza vykonaná z oblasti substrátu Ni-SiC (uhlík nemožno analyzovať pomocou EDX) vo forme eutektika. Pomer Ni:Si je približne 75 : 25, čo stechiometricky zodpovedá fáze $\beta 1\text{-Ni}_3\text{Si}$, ako potvrdzuje binárny diagram systému Ni-Si. Menšie tmavé útvary pravdepodobne obsahujú uhlík.

V mieste spektrum 2 sa zistil vysoký obsah Ag (42 at. %), ďalej Mg (2.3 at. %) a Bi (7.7 at.%). Okrem toho sa zistil vysoký obsah Ni (41 at. %) a Si (7 at.%). Oba tieto prvky pochádzajú zo substrátu. Ag a Ni sú navzájom nerozpustné. V mieste spektrum 3 sa zistil vysoký obsah Bi (87 at. %) a Ni (11.8 at. %) čo môže naznačovať existenciu NiBi_3 fázy, ktorá bola identifikovaná v Bi-Ni binárnom diagrame (obr. 37) (stechiometrický pomer Bi:Ni = 75:25). Vyšší obsah Bi naznačuje zachytenie čistej Bi matrice počas analýzy. (Sheikhi, R and Cho, J. 2018)

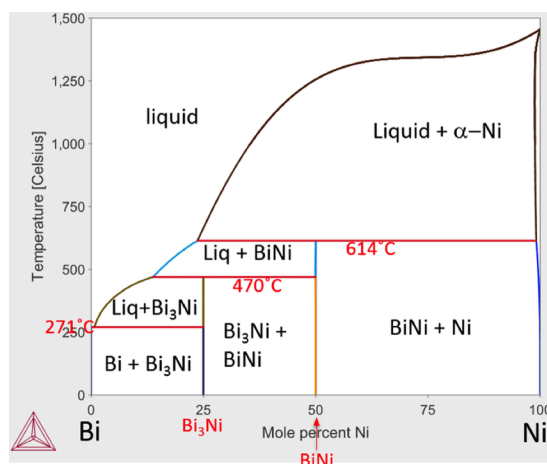
V nameraných spektrách 4 a 7 sa jedná o tuhý roztok s vysokým obsahom Bi v matrici a nízkym obsahom striebra pod 1 at.%. V jednom prípade bol v bizmutovej matrici zistený Mg. Boli identifikované aj Si a Ni pochádzajúce z Ni-SiC substrátu, čo bolo primárne spôsobené ultrazvukovým spájkovaním a sekundárne difúziou. Tvorba iných fáz nebola v týchto oblastiach pozorovaná.

Spoj medzi Ni-SiC substrátom a spájkou je rovinný, vysoko kvalitný bez viditeľných defektov, čo možno pripísať priaznivému účinku Bi pri interakcii spájky so substrátom. Plošná analýza svetlosivej oblasti (spektrum 5) ukázala vysoký obsah Ag (45.5 at. %), Mg (30.8 %) a Bi (21.2 %). Binárny systém Ag-Bi je eutektického typu s minimálnou rozpustnosťou oboch zložiek v matrici. V systéme Bi-Mg existuje stabilná intermetalická fáza $\alpha\text{-Mg}_3\text{Bi}_2$ a v systéme Ag-Mg existuje fáza AgMg s pomerne širokým rozsahom koncentrácií. Vzhľadom na existenciu AgMg fázy je pravdepodobné, že došlo k substitúcii atómov Mg s atómami Bi, čo naznačuje, že stechiometricky by sa táto fáza mohla opísať vzorcom $\text{Ag}(\text{Mg},\text{Bi})$. Pomer týchto atómov môže byť mierne ovplyvnený prítomnosťou Ni (1.9 at. %) a Si (0.6 at. %) zo substrátu. Ternárny diagram systému Ag-Bi-Mg nie je k dispozícii. Lokálna analýza spektra 6 ukázala prítomnosť Bi (75.8 at. %), vysoký obsah Ag (18.3 at. %) a 3.8 at. % Mg. Ide o zmes elementárnych prvkov, ktorá vzniká ternárnou eutektickou reakciou ako dvojfázové alebo trojfázové oblasti. Oblasť je veľmi heterogénny. Menšie tmavé oblasti spektra 8 obsahovali okolo 87.8 at. % Ag, 8.4 at. % Mg a 3 at. % Bi.

Bude sa s najväčšou pravdepodobnosťou jednať o intermetalickú fázu Ag_3Mg s pomerne širokou koncentračnou oblasťou.



Obr. 36 Bodová mikroanalýza EDX rozhrania spájkovaného spoja Bi11Ag1Mg/Ni-SiC

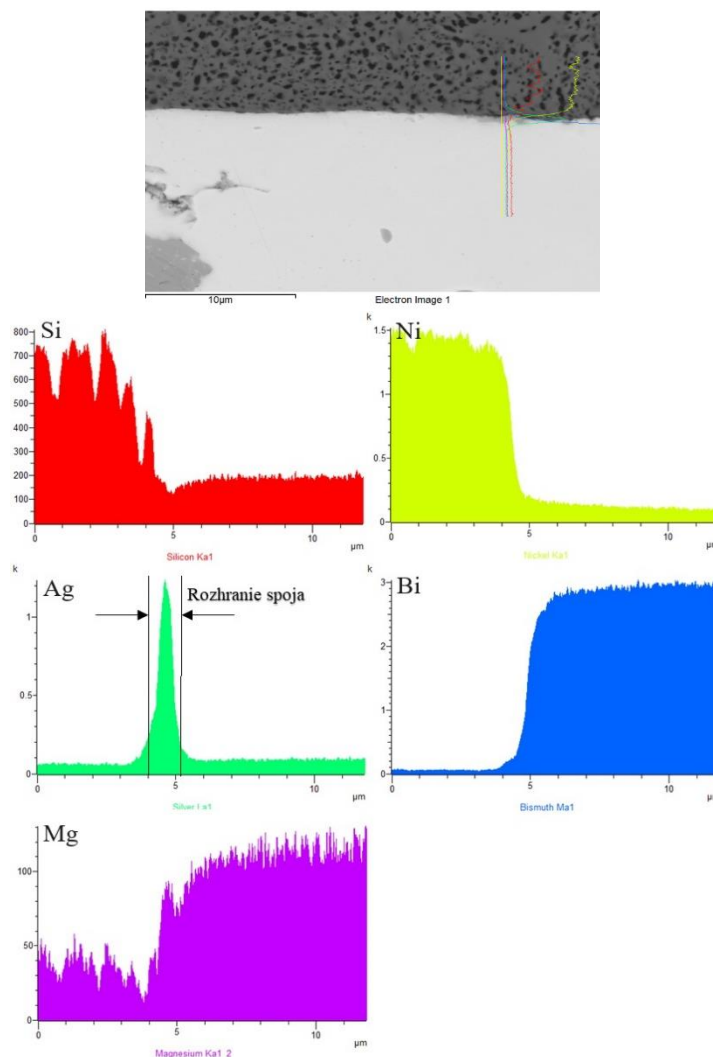


Obr. 37 Vypočítaný Bi–Ni binárny fázový diagram (Sheikhi, R and Cho, J. 2018)

Tab. 11 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spoja Bi11Ag1Mg/Ni-SiC

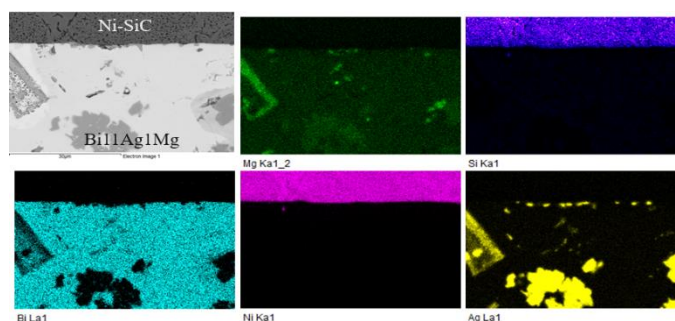
Spektrum	Mg [at. %]	Si [at. %]	Ni [at. %]	Ag [at. %]	Bi [at. %]	Fáza
1	-	29.57	70.43	-	-	β_1 -Ni ₃ Si
2	2.25	6.99	40.95	42.15	7.67	-
3	-	1.21	11.79	-	87.00	NiBi ₃
4	-	1.16	1.56	0.79	96.48	tuhý roztok (Bi)
5	30.79	0.58	1.88	45.52	21.23	Ag(Mg,Bi)
6	3.78	0.83	1.26	18.33	75.80	-
7	-	1.10	-	0.75	98.15	tuhý roztok (Bi)
8	8.43	0.66	-	87.78	3.13	Ag ₃ Mg

Líniové analýzy obr. 38 prezentujú koncentračný profil cez rozhranie Bi11Ag1Mg/Ni-SiC v celkovej dĺžke 10 μm . Vzniknuté prechodové pásmo je tvorené prvkami Bi a Ag ako ukazujú čiarové profily prvkov. Väzba sa vytvorila v dôsledku zvýšenej koncentrácie Ag. Hrúbka reakčnej fázy Ag na rozhraní v tomto spoji bola približne 1 μm . Na rozhraní bola preukázaná aj malá prítomnosť Mg.



Obr. 38 Líniová EDX analýza spoja Bi11Ag1Mg/Ni-SiC a koncentračné profily prvkov Ni, Si, Mg, Ag a Bi

Z plošnej EDX analýzy môžeme vidieť distribúciu prvkov na rozhraní, ktorá je dokumentovaná na obr. 39. Analyzovaná bola najmä prechodová oblasť spoja. Na rozhraní spoja Bi11Ag1Mg/Ni-SiC nastala interakcia medzi tekutou bizmutovou spájkou a Ni-SiC substrátom. Oblasť rozhrania a spájky je hlavne rovnomerne tvorená fázami Ag a Mg.

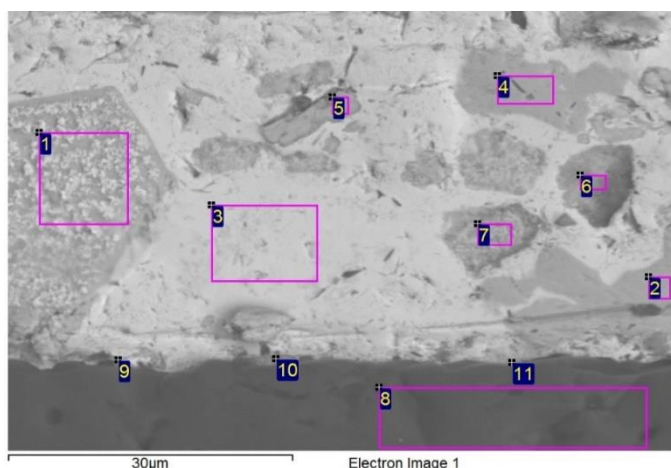


Obr. 39 Mapa prvkov Cu, Ti, Ag a Bi na rozhraní Bi11Ag1Mg/Ni-SiC

3.7 Mikroanalýza EDX spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}/\text{Ni-SiC}$

Posledný nasledujúci spájkovaný spoj hodnotený mikroanalýzou EDX bol spoj $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}/\text{Ni-SiC}$. Ako prvá bola hodnotená bodová analýza spojenia $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}$. Na obr. 40 je zobrazená bodová analýza pre presnejšie určenie chemických prvkov v obsahu atómových percent prechodovej oblasti. Výsledky nameraných hodnôt sú prezentované v tab. 12. Plošná analýza v spektre 1 zachytila heteroštruktúrnú oblasť. Pomerne vysokým obsahom Mg, Ag aj Bi. Titan tu nebol identifikovaný. Lokálna bodová analýza v spektre 2 a 4 zachytila vysoký obsah Ag a Mg. Ide o fázu MgAg_3 . Plošná analýza v spektre 3 identifikovala - eutektickú zmes (Bi) + (Ag). Mierne kontaminácia hliníkom, ktorá pochádza zo substrátu. V spektre 5 bol nameraní pomer Bi : Ti = 55 : 45. Ide o intermetalickú fázu Ti_8Bi_9 .

V spektre 6 sa zaznamenala prítomnosť Bi, Ti a Mg, minoritne prítomné Ag a Al. S veľkou pravdepodobnosťou ide o zmes fáz $\text{TiBi}_2 + \text{Mg}_3\text{Bi}_2 + (\text{Ag})$. V spektre 7 analýza zachytila prítomnosť Bi, Mg a Ag vo vzájomnom pomere Bi : Mg : Ag = 8 : 4 : 2, čo by teoreticky mohlo zodpovedať fáze $\text{Bi}_4\text{Mg}_2\text{Ag}$. Pravdepodobne ide o zmes $\text{Bi}_3\text{Mg}_2 + \text{MgAg}$ (z analýzy je zjavná heterogénna štruktúra). Spektrum 8 predstavuje percentuálny pomer substrátu Al_2O_3 . Lokálne bodové analýzy na rozhraní substrát – spájka v spektrách 9 až 11. Zistené prakticky všetky prvky v rôznom vzájomnom pomere, čo súvisí s pozíciou pri analýze EDX. Došlo k interakcii spájky so substrátom za vzniku kvalitného kompaktného spoja.



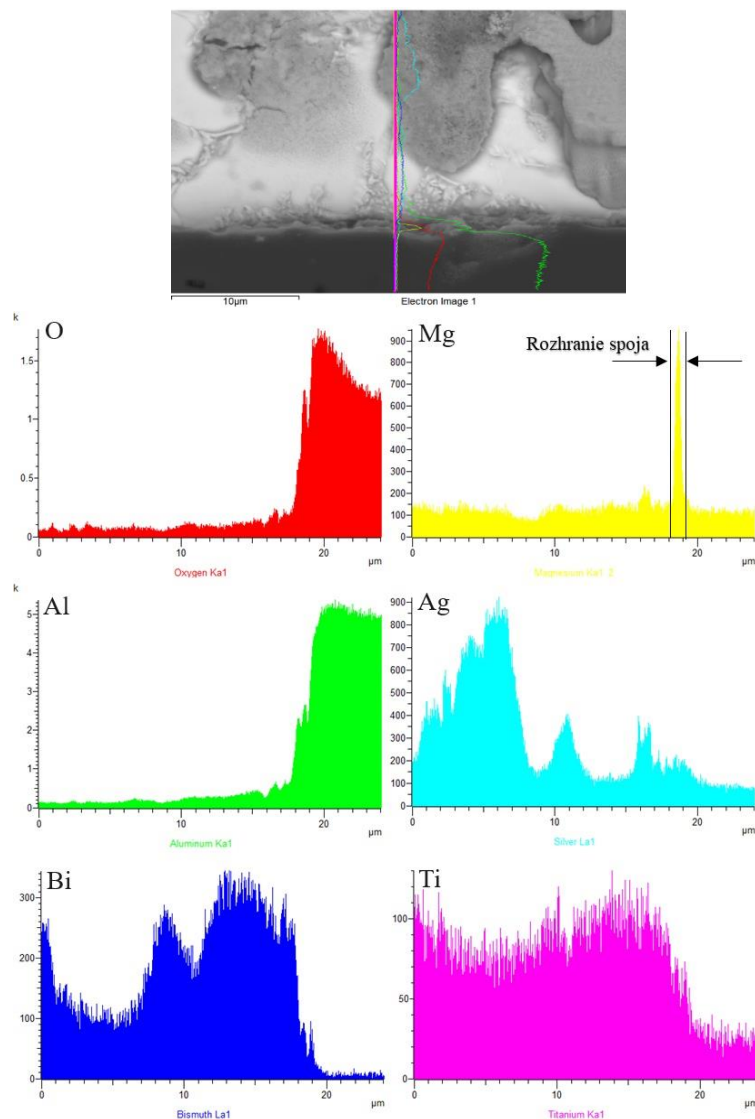
Obr. 40 Bodová mikroanalýza EDX rozhrania spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}$

Tab. 12 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}$

Spektrum	Ti [at. %]	Mg [at. %]	Al [at. %]	Ag [at. %]	Bi [at. %]	Fáza
1	-	13,29	-	45,88	40,83	-
2	-	11,48	0,55	86,9	1,07	fáza MgAg_3
3	-	1,29	1,53	7,41	89,77	Eutektická zmes (Bi) + (Ag)
4	-	12,16	0,62	85,89	1,33	fáza MgAg_3
5	44,6	-	0,85	-	54,55	intermetalická fáza Ti_8Bi_9
6	24,58	20,47	1,89	3,38	49,67	zmes fáz $\text{TiBi}_2 + \text{Mg}_3\text{Bi}_2 + (\text{Ag})$
7	-	27,79	1,97	13,81	56,43	fáza $\text{Bi}_4\text{Mg}_2\text{Ag}$
8	-	0,52	98,69	0,79	-	Substrát Al_2O_3

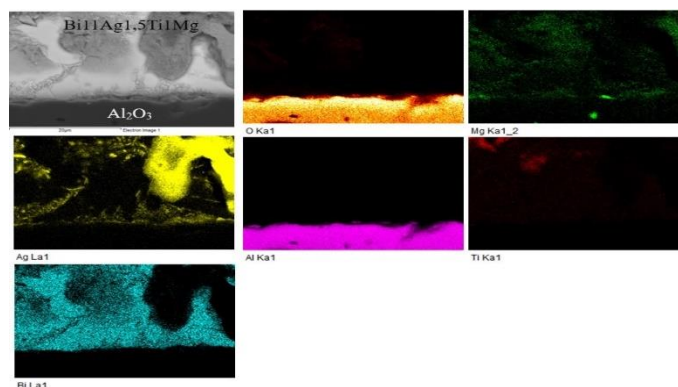
9	2,32	2,72	50,69	3,05	41,22	-
10	37,04	34,62	7,06	1,21	20,07	-
11	2,89	-	48,74	1,37	47,01	-

Čiarová EDX analýza na rozhraní spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1.5Ti1Mg}$ (obr. 41) tvoril hlavne Mg. Hrúbka reakčnej vrstvy Mg v tomto spoji bola približne 1 μm . Prítomnosť Ti, Bi a Ag nebola v na tomto rozhraní identifikovaná. Na rozhraní bola preukázaná aj malá prítomnosť Ag. Väzba sa vytvorila v dôsledku zvýšenej koncentrácie Mg.



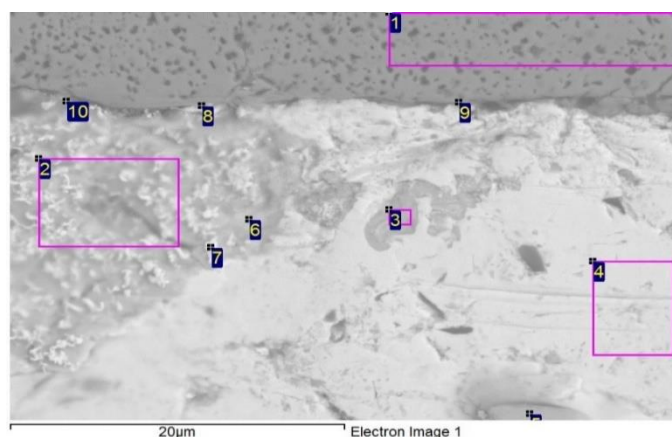
Obr. 41 Čiarová EDX analýza spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1.5Ti1Mg}$ a koncentračne profily jednotlivých prvkov

Analýza rozhrania $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1.5Ti1Mg}$ je znázornená na obr. 42. Z mapy kvalitatívneho zoskupenia chemickej analýzy je zreteľne rozloženie jednotlivých prvkov v oblasti rozhrania. Pričom Ag a Mg sú rozložené na rozhraní vo forme tenkej vrstvy, ktorá sa viaže na rozhranie keramiky.



Obr. 42 Rovinné rozloženie prvkov Bi, Ag, Ti a Mg na hranici spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_{1.5}\text{Ti}_1\text{Mg}$

Na určenie chemického zloženia a identifikáciu jednotlivých fáz bola vykonaná EDX analýza v spájkovanom spoji $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_{1.5}\text{Ti}_1\text{Mg}/\text{Ni-SiC}$ obr. 43. Meranie sa uskutočnilo v ôsmich bodoch spektrum 1 až 10 tab. 13. Plošná analýza z veľkej oblasti spájky v spektre 1 predstavuje percentuálny pomer substrátu Ni-SiC. Spektrum 2 obsahovalo percentuálne rozloženie spájky. Lokálna analýza v spektre 3 v šedej oblasti má vysoký podiel Bi a Ti. Ide o intermetalickú fázu Ti_8Bi_9 . Prítomnosť Ni a Si pochádza zo substrátu v dôsledku čiastočnej kontaminácie spájky. V spektre 4 sa jedná o eutektickú zmes (Bi) + (Ag). Mierne kontaminácia Si a Ni pochádza zo substrátu. Lokálne analýzy v spektrách 5 a 6 v šedej oblasti - vysoký podiel Bi a Ti. Ide o intermetalickú fázu Ti_8Bi_9 s vyšším podielom Bi. Prítomnosť Ni a Si pochádza zo substrátu. Svetlá oblasť (spektrum 7) má prevládajúci podiel Bi + Ag. Ide o eutektickú zmes (Bi) + (Ag). Mg pochádza z spájky, Si + Ni zo substrátu (jav difúzie a konvekcie). Lokálne analýzy v spektrách 8 až 10 priamo na rozhraní substrátu Ni-SiC a spájky. Veľký rozptyl koncentrácií prvkov Si, Mg, Ni, Ag, Bi a Ti v meraní sú spojené s ich umiestnením na rozhraní. Tento jav naznačuje, že chemické procesy na rozhraní ovplyvňujú distribúciu prvkov, ponúkajúc cenné poznatky o ich interakciách v danom prostredí. Fázu nie je možné objektívne vyhodnotiť. Spájaný spoj je kompaktný, bez defektov. Jednoznačne došlo k interakcii všetkých prítomných prvkov.



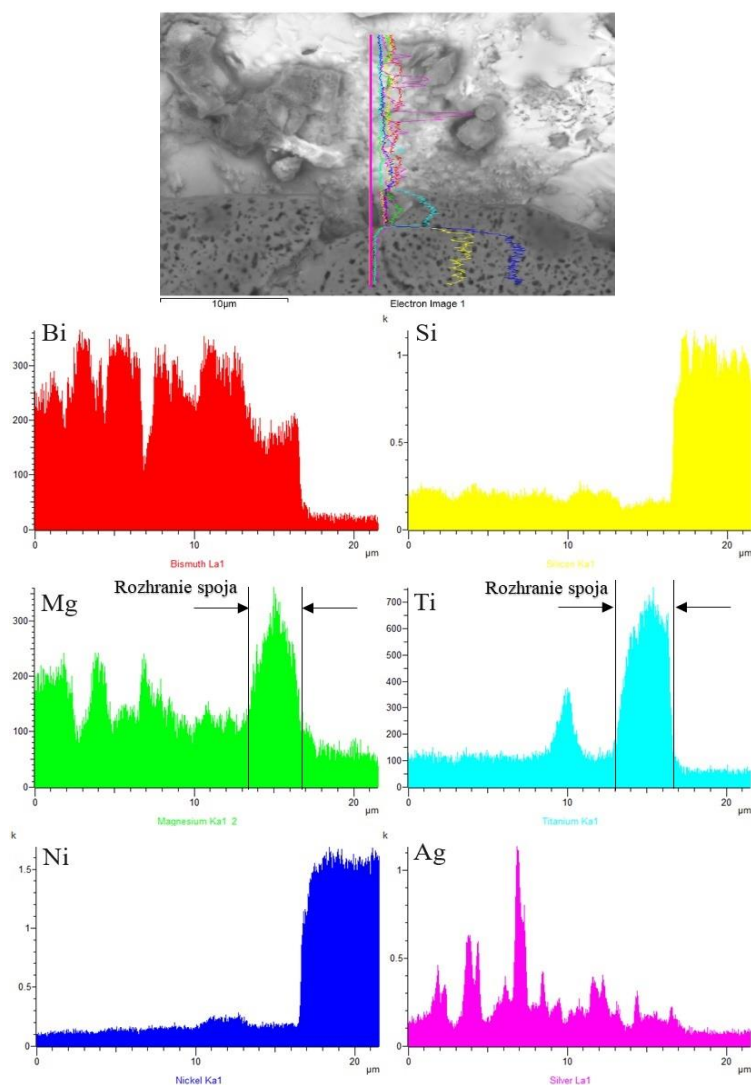
Obr. 432 Bodová mikroanalýza EDX rozhrania spájkovaného spoja $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_{1.5}\text{Ti}_1\text{Mg}/\text{Ni-SiC}$

Tab. 13 Chemické zloženie v nameraných bodoch mikroanalýzy EDX spoja $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_{1.5}\text{Ti}_1\text{Mg}/\text{Ni-SiC}$

Spektrum	Si [at. %]	Mg [at. %]	Ni [at. %]	Ag [at. %]	Bi [at. %]	Ti [at. %]	Fáza
1	26,83	-	73,17	-	-	-	Substrát Ni-SiC
2	3,51	15,89	3,89	41,87	34,07	0,77	-

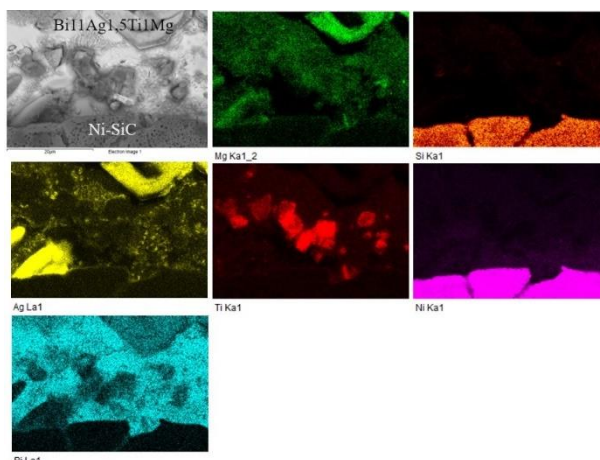
3	2,67	1,34	5,08	0,85	49,37	40,69	intermetalická fáza Ti_8Bi_9
4	2,48	1,32	3,78	5,94	86,48	-	Eutektická zmes (Bi) + (Ag)
5	5,08	-	2,3	0,95	62,99	28,68	intermetalická fáza Ti_8Bi_9
6	6,15	4,05	4,32	4,81	56,91	23,77	intermetalická fáza Ti_8Bi_9
7	1,85	3,36	4,32	17,22	73,25	-	Eutektická zmes (Bi) + (Ag)
8	3,87	0,65	83,48	1,8	9,33	0,88	-
9	15,19	0,22	80,62	0,81	3,02	0,14	-
10	3,04	0,72	58,5	2,86	7,66	27,22	-

Čiarová EDX analýza na rozhraní spájkovaného spoja $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_{1.5}\text{Ti}_1\text{Mg}/\text{Ni-SiC}$, uvedená na obr. 44, zobrazuje presne rozloženie prvkov v skúmanom úseku spájkovaného spoja. Na rozhraní spoja sa vylúčil hlavne Ti a Mg. Na rozhraní bola preukázaná aj malá prítomnosť Ag. Väzba sa vytvorila v dôsledku zvýšenej koncentrácie Ti. Hrúbka reakčnej vrstvy Ti v tomto spoji bola približne 3 μm a hrúbka reakčnej vrstvy Mg bola približne 4 μm .



Obr. 44 Čiarová EDX analýza spájkovaného spoja $\text{BiAg}_{11}\text{Ti}_1,5\text{Mg}_1/\text{Ni-SiC}$ a koncentračne profily jednotlivých prvkov cez rozhranie

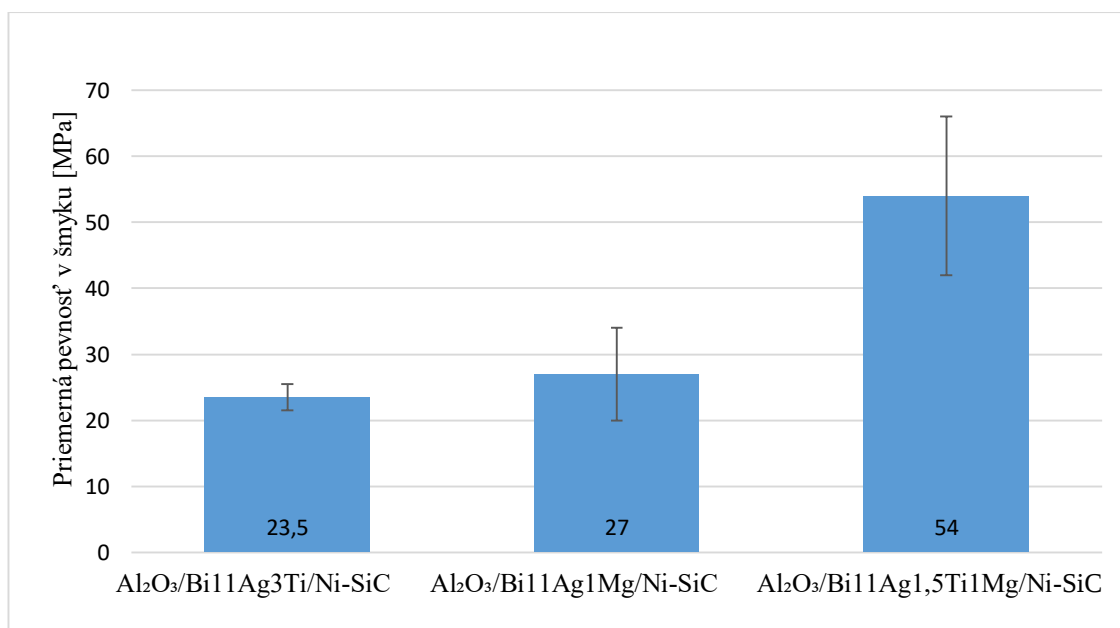
Analýza rozhrania Bi11Ag1.5Ti1Mg/Ni-SiC (obr. 45). Oblasť rozhrania a spájky je hlavne rovnomerne tvorená Mg, Ag, Bi a Ti. Pričom Ag, Ti a Mg sú rozložené na rozhraní vo forme tenkej vrstvy, ktorá sa viaže na rozhranie substrátu Ni-SiC.



Obr. 43 Rovinné rozloženie prvkov Bi, Ag, Ti a Mg na hranici spoja Bi11Ag1.5Ti1Mg/Ni-SiC

3.8 Šmyková pevnosť spájkovaných spojov

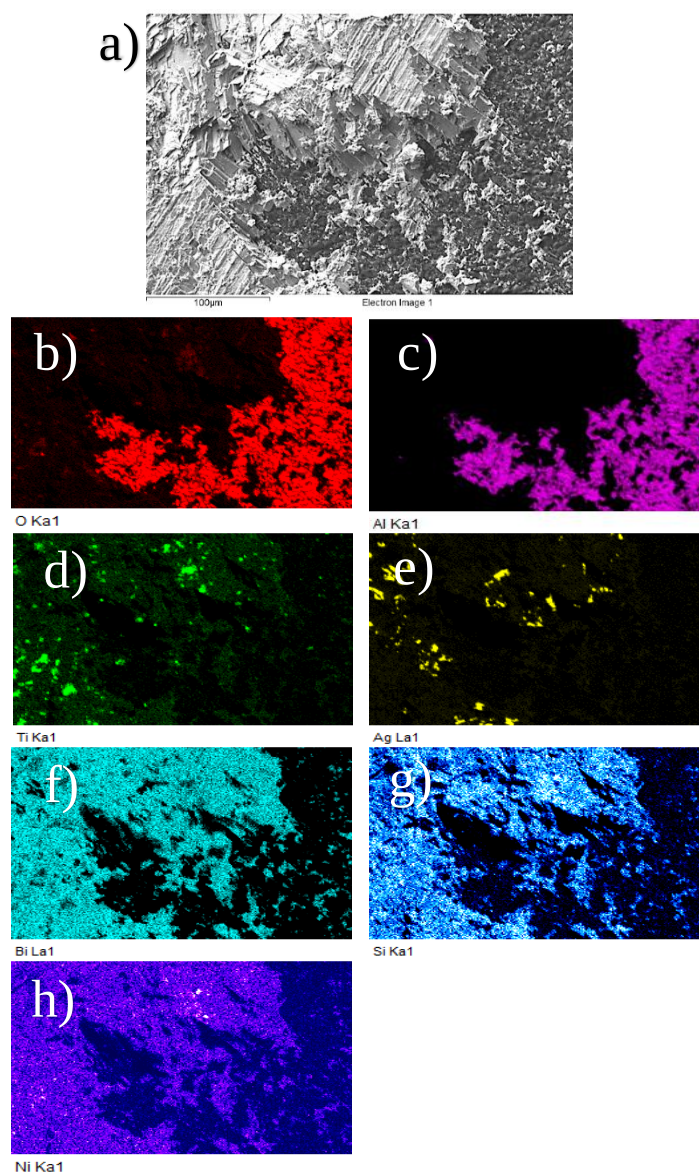
Výskum v tejto práci bol orientovaný na spájkovanie Al_2O_3 keramiky a Ni-SiC kompozitu. Cieľom tejto štúdie bolo posúdiť vhodnosť novo vyvinutých aktívnych spájok typu Bi-Ag-Ti, Bi-Ag-Mg a Bi-Ag-Ti-Mg. Šmyková pevnosť spájkovaných spojov bola testovaná až do úplného zlyhania. Na každom spájkovanom spoji bolo vykonané testovanie na troch vzorkách. Výsledky meraných hodnôt sú zaznamenané na obr. 46. Skúmaná kombinácia Al_2O_3 keramiky a Ni-SiC kompozitu z použitím spájky Bi11Ag1.5Ti1Mg bola dosiahnutá priemerná pevnosť v šmyku 54 MPa (obr. 46). Výsledky jasne ukazujú, že pri pridaní len 1.5 at. % Ti v spájkovacej zliatine Bi-Ag-Mg sa zvýši jej priemerná pevnosť v šmyku takmer o polovicu.



Obr. 46 Priemerné hodnoty pevnosti v šmyku spájkovacích spojov

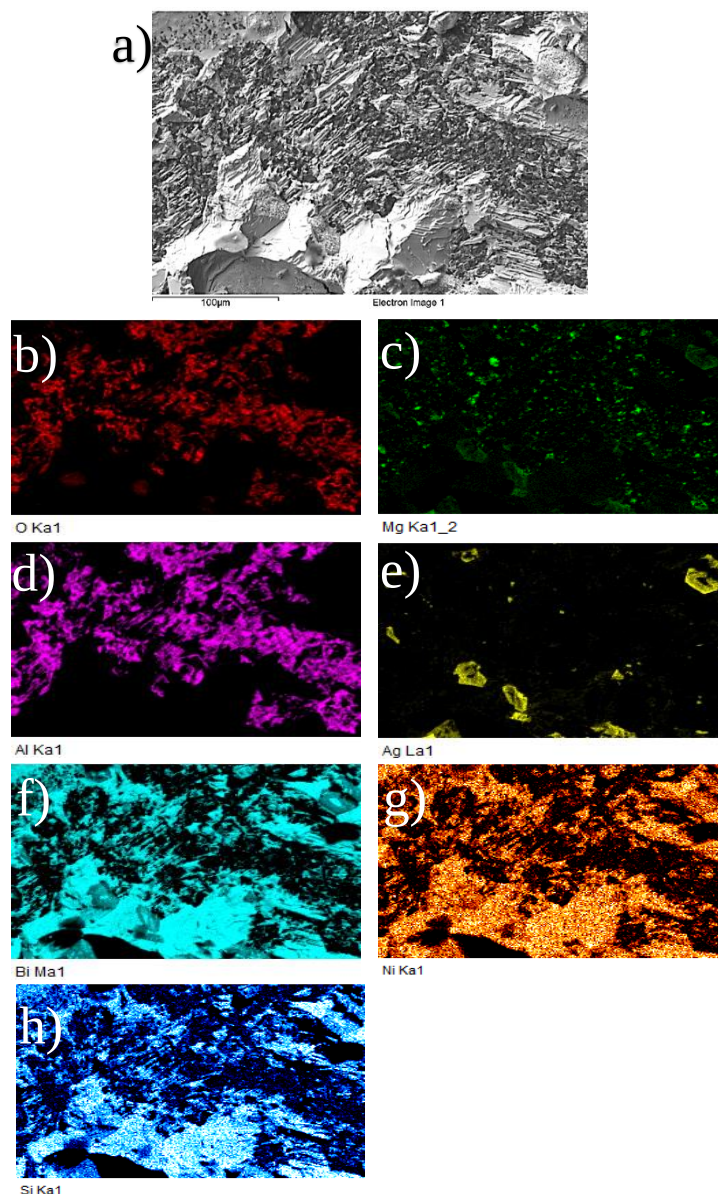
3.9 Analýza lomových plôch

Po dokončení procesu spájkovania boli vytvorené spoje podrobené testu šmykovej pevnosti až do úplného porušenia. Po získaní hodnôt z týchto testov bolo potrebné detailne preskúmať lomové plochy každého spoja, aby sme mohli zistiť ich charakter a identifikovať chemické zloženie lomových plôch. Tieto analýzy nám umožnili určiť, či došlo k porušeniu v základnom materiáli (substráte), v spájke alebo v prechodovej oblasti medzi nimi. Lomová plocha spájkovaného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag3Ti}/\text{Ni-SiC}$ je zobrazená na obr. 47 a). Pri pozorovaní lomovej plochy na obr. 65 je možné konštatovať, že ide o zmiešaný lom. Viditeľné sú oblasti tvárneho spoja spolu s miestami krehkého lomu. Ďalším charakteristickým znakom je oblasť jamkového lomu, ktorá ukazuje prítomnosť častíc Al_2O_3 zo substrátu a Ni-SiC kompozitu.



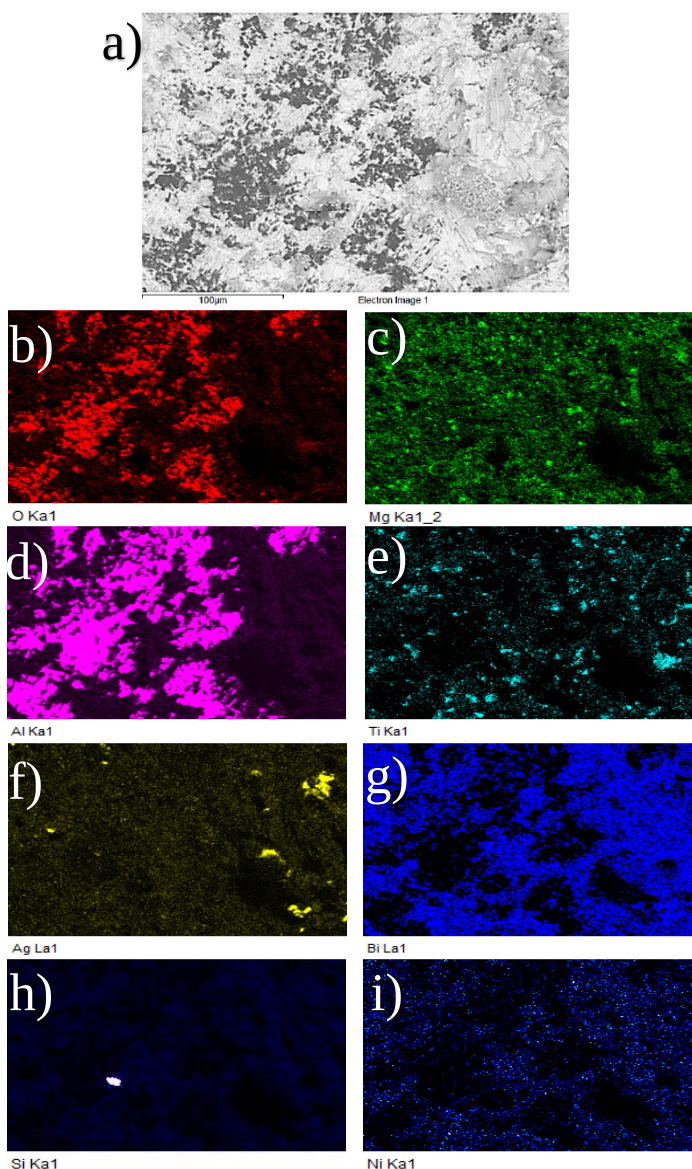
Obr. 47 Rovinné rozloženie prvkov Al, O, Ni, Si, Bi, Ag a Ti na hranici spoja zo strany $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag3Ti}/\text{Ni-SiC}$

Ďalšia lomová plocha, ktorú sme hodnotili, patrila k spájkovanému spoju $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}/\text{Ni-SiC}$. Na obr. 48 a) je zobrazená jej mikroštruktúra. Aj v prípade tohto spoja sme pozorovali zmiešaný lom. Identifikovaný bol krehký lom, ktorý naznačuje oddeľovanie častíc Al_2O_3 a Ni-SiC substrátu. Plošná distribúcia prvkov bola tiež analyzovaná v tomto prípade a výsledky sú znázornené na obr. 48. Prítomnosť bizmutu na lomovej ploche bola pozorovaná len v oblasti substrátu Ni-SiC. Striebro a horčík v objeme spájky ovplyvnilo výslednú pevnosť spoja.



Obr. 48 Rovinné rozloženie prvkov Al, O, Ni, Si, Bi, Ag a Ti na hranici spoja zo strany $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}/\text{Ni-SiC}$

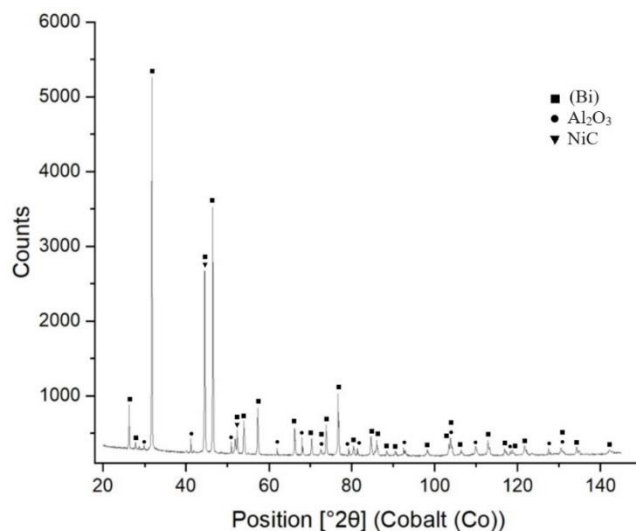
V prípade posledného spoja $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}/\text{Ni-SiC}$ sme pozorovali kombináciu krehkého a jamkového lomu, ktorý bol spôsobený vytrhávaním častíc Al_2O_3 . Pri detailnejšom preskúmaní sme zistili, že porušenie sa vyskytlo v prechodovej oblasti medzi spájkou a Al_2O_3 substrátom. Pri analýze výsledkov plošnej distribúcie prvkov na lomovej ploche tohto spoja (obr. 49) sme zistili malú oblasť kremíka, čo naznačuje lom v oblasti keramiky. Lomová plocha znova vykazuje vysokú prítomnosť Mg a Ti. Z dostupných výsledkov je možné tvrdiť, že lom nastal za hranicou prechodovej oblasti spoja.



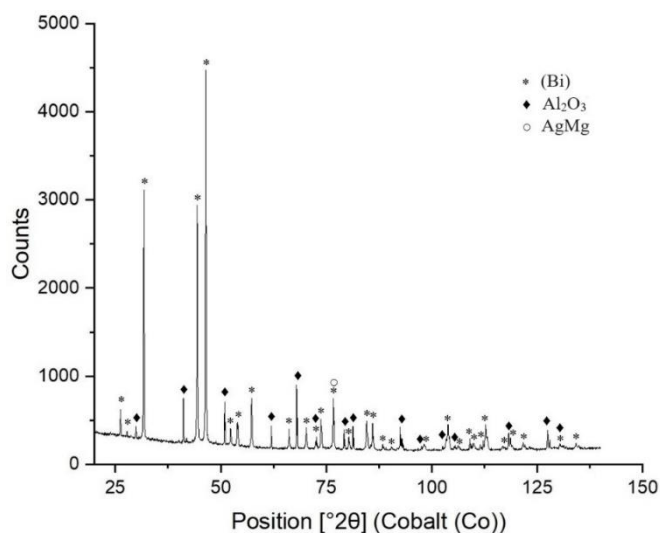
Obr. 49 Rovinné rozloženie prvkov Al, O, Ni, Si, Bi, Ag a Ti na hranici spoja zo strany $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_{1.5}\text{Ti}_1\text{Mg}/\text{Ni-SiC}$

3.10 XRD analýza lomových plôch

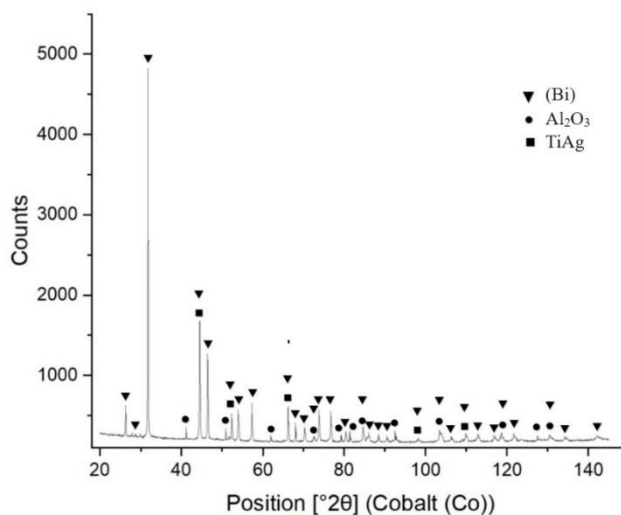
Na analýzu sa použili substráty Al_2O_3 keramiky z lomových plôch, ktoré mali rozmery kotúča s priemerom $\varnothing 15 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$. Skúmala sa fázová zložka spojov na rozhraní spájok $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}$, $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_1\text{Mg}$ a $\text{Bi}_{11}\text{Ag}_{1.5}\text{Ti}_1\text{Mg}$ a substrátov Al_2O_3 keramiky a Ni-SiC kompozitu. XRD analýza rozhrania $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}/\text{Ni-SiC}$ je znázornená na obr. 50. Analýza neodhalila fázy, pretože spájka obsahovala len malé množstvo Ti (3 hm. %), čo bolo pod úrovňou detekcie používaného zariadenia. XRD analýza potvrdila tvorbu tuhého roztoku Bi.

Obr. 50 XRD analýza rozhrania $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_3\text{Ti}/\text{Ni-SiC}$

XRD analýza rozhrania $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_1\text{Mg}/\text{Ni-SiC}$ je znázornená na obr. 51. Výsledok XRD analýzy bol podobný ako v predchádzajúcich analýzach. Jeden hm. % Mg bol tiež pod úrovňou detekcie tohto zariadenia. V spájke bola zistená len tuhá roztoková fáza Bi a fáza AgMg.

Obr. 51 XRD analýza rozhrania $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_1\text{Mg}/\text{Ni-SiC}$

XRD analýza rozhrania $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi}_{11}\text{Ag}_{1,5}\text{Ti}_1\text{Mg}/\text{Ni-SiC}$ je znázornená na obr. 52. Výsledok XRD analýzy bol podobný ako v predchádzajúcich analýzach. Jedna hm. % Mg a 1,5 hm. % Ti boli tiež pod úrovňou detekcie tohto zariadenia. V spájke bola zistená len tuhá roztoková fáza Bi a fáza TiAg.



Obr. 52 XRD analýza rozhrania $Al_2O_3/Bi_{11}Ag_{1,5}Ti_1Mg/Ni-SiC$

3.11 Prínosy dizertačnej práce

Pri tvorbe dizertačnej práce je možné analyzovať a rozdeliť prínosy do troch hlavných kategórií: vedecký výskum, aplikáciu v praxi a vplyv na pedagogickú oblasť.

Prínosy pre vedecký výskum:

- Vytvorenie modelov pre binárne a ternárne sústavy spájkovacích zliatin a stanovenie obsahu a objemu fáz v týchto zliatinách,
- Zhromaždenie informácií o pevnosti ťahu jednotlivých spájkovacích zliatin,
- Určenie správnej metalografickej prípravy pre skúmanie spájkovaných spojov,
- Získanie poznatkov o vzájomnom pôsobení použitých spájkovacích zliatin s rôznymi substrátmi,
- Identifikácia pojmu prechodovej oblasti spoja pri spájkovaní Ni-SiC kompozitu a sledovanie pohybu častíc Al_2O_3 ,
- Zhromaždenie informácií o pevnosti spájkovaných spojov pomocou použitých zliatin a substrátov,

Prínosy pre aplikáciu pre prax:

- Identifikácia možností pre spájkovanie Ni-SiC kompozitných materiálov s keramickým materiálom Al_2O_3 ,
- Určenie teploty tavenia a spájkovania pre jednotlivé typy spájkov,
- Vytvorenie postupu pre technológiu a nastavenie parametrov pre spájkovanie Ni-SiC kompozitu.

Prínosy pre pedagogickú oblasť:

- Implementácia poznatkov a výsledkov z dizertačnej práce do predmetu spájkovania,
- Možnosť ďalšieho rozvoja výskumu na základe dosiahnutých výsledkov dizertačnej práce s cieľom vypracovania ďalších záverečných projektov.

ZÁVER

Dizertačná práca skúmala spájkovanie kovokeramického kompozitu Ni-SiC s bizmutovou zliatinou a keramikou Al_2O_3 . Hlavným cieľom bolo vyvinúť vhodné spájkovacie zliatiny bez použitia taviva, analyzovať a merať kvalitu vytvorených spojov. Výskum sa zameriaval na progresívne materiály s vysokou pevnosťou a nízkou hmotnosťou, ktoré sú kľúčové najmä v elektronickom priemysle. Ni-SiC substrát obsahuje niklovú maticu s časticami SiC (karbid kremíka). Spoľahlivý spoj vyžaduje dôkladnú prípravu povrchu, vrátane čistenia od nečistôt a oxidov, čo zlepšuje príľnavosť spájkovacej zliatiny. Cieľom spájkovania bolo vytvoriť odolné spoje schopné znášať teplotné a mechanické zaťaženie, dôležité pre výrobu komponentov v elektronike a strojárstve. Beztavivé spájkovanie s ultrazvukom prináša ekonomické a environmentálne výhody.

Experimentálna časť zahŕňala návrh spájok na báze bizmutu: Bi11Ag3Ti, Bi11Ag1Mg a Bi11Ag1,5Ti1Mg. DTA analýza určila teploty tavenia: Bi11Ag3Ti (400 °C), Bi11Ag1Mg (380 °C), Bi11Ag1,5Ti1Mg (437 °C). Optimálna teplota spájkovania bola stanovená o 40 °C vyššie.

Mikroštruktúrna analýza odhalila rôzne fázy v spájkach. Spájka Bi11Ag3Ti obsahovala tuhý roztok (Ag). Bi11Ag1Mg preukázala tuhý roztok s 11,5 at. % Mg a 1 at. % Bi, s prevahou striebra. Spájka Bi11Ag1,5Ti1Mg prezentovala maticu zliatiny bizmutu s nepravidelným rozmiestnením eutektického binárneho Ag + Bi, vytvárajúc ostrovčeky v lamelovej štruktúre.

Testovanie pevnosti v ťahu ukázalo najvyššiu hodnotu 39 MPa pre Bi11Ag1,5Ti1Mg, zatiaľ čo Bi11Ag3Ti dosiahla najnižšiu hodnotu 26 MPa. Spájka Bi11Ag1Mg dosiahla priemerne 26,66 MPa. Tieto výsledky naznačujú, že pridaním 1,5 hm.% titánu do spájky na báze Bi-Ag-Mg sa zlepšia jej mechanické vlastnosti.

Pri analýze spojov bola využitá horúca doska a ultrazvukové vibrácie s frekvenciou 40 kHz. Spoje $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag3Ti}/\text{Ni-SiC}$ vykázali rozmanité chemické zloženie, kompaktnosť a interakciu titánu a striebra. Spoje $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}/\text{Ni-SiC}$ ukázali difúzne procesy s vysokým obsahom Ag, Mg, Bi, Ni a Si. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}/\text{Ni-SiC}$ spoje vykázali kvalitné, kompaktné spoje s interakciou všetkých prvkov.

Meranie šmykovej pevnosti spojov ukázalo najvyššiu pevnosť 57 MPa pre $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}/\text{Ni-SiC}$ a najnižšiu 23,5 MPa pre $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag3Ti}/\text{Ni-SiC}$. Lomové plochy analyzované EDX mikroanalýzou ukázali zmiešaný charakter lomu v prechodovej zóne medzi keramikou/kompozitom a spájkou.

XRD analýzy rozhraní $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag3Ti}/\text{Ni-SiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1Mg}/\text{Ni-SiC}$ a $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Bi11Ag1,5Ti1Mg}/\text{Ni-SiC}$ odhalili prítomnosť tuhého roztoku Bi. V prípade spájok Bi11Ag3Ti a Bi11Ag1Mg sa ukázalo, že obsah Ti a Mg bol pod úrovňou detekcie, a preto sa nevytvorili žiadne viditeľné fázy týchto prvkov. Avšak, v spájke Bi11Ag1,5Ti1Mg bola okrem tuhého roztoku Bi detegovaná aj fáza TiAg, čo naznačuje interakciu medzi titánom a striebrom. Tieto výsledky potvrdzujú, že aj pri nízkych koncentráciách legujúcich prvkov môže dochádzať k významným zmenám v mikroštruktúre spájok, ktoré ovplyvňujú ich mechanické a fyzikálne vlastnosti. Identifikácia fáz AgMg a TiAg v spájkach poukazuje na komplexnú povahu procesov, ktoré prebiehajú pri spájkovaní Ni-SiC substrátov s Al_2O_3 keramikou.

Tento výskum prispieva k lepšiemu porozumeniu mechanizmov tvorby spájkovaných spojov a poskytuje cenné informácie pre ďalší vývoj spájkovacích technológií. Budúce štúdie by mali skúmať vplyv rôznych spájok a kompozitných materiálov na vlastnosti výsledných spojov.

ZOZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH ODKAZOV

WEBER, F., RETTENMSYR, M. Joining of SiO₂ glass and 316L stainless steel using Bi–Agbased active solders. *J Mater Sci* 56, 3444–3454 (2021). <https://doi.org/10.1007/s10853-02005426-4>

SHEIKHI, R and CHO, J., Vypočítaný Bi–Ni binárny fázový diagram (2018)

SEPÚLVEDA, A., SCHLUEP, M., RENAUD, F.G., et al. A review of the environmental fate and effects of hazardous substances released from electrical and electronic equipments during recycling: Examples from China and India. In *Environmental Impact Assessment Review*, Vol. 30, 2010, pp. 28-41

NAYEB-Hashemi, A.A., CLARK, J.B.: The Bi-Mg (Bismuth-Magnesium) System. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*. 1986, Vol. 6, No. 6, pp. 528-533.

NAYEB-Hashemi, A.A., CLARK, J.B.: The Ag-Mg (Silver-Magnesium) System. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*. 1984, Vol. 5, No. 4, pp. 348-358.

LIPA Z., a kol. *Priemyselné technológie a výrobné zariadenia*. Bratislava: STU, 2003. 324 s. ISBN 80-227-1907-2

LELIEVRE, J., MARCHET, P. Structure and properties of Bi₂Ti₂O₇ pyrochlore type phase stabilized by lithium. *Journal of Alloys and Compounds*. October 2017, vol. 732. DOI: 10.1016/j.jallcom.2017.10.128.

KOLEŇÁK, R., TURŇA, M. *Spájkovanie mäkkými bezolovnatými spájkami*. Bratislava: STU, 2006. 150 s. ISBN 80-227-2390-8

KAH, P.; MARTIKAINEN, J.: Current trends in welding processes and materials: improve in effectiveness. *Rev. Adv. Mater. Sci.* 30 (2012) p. 189 – 200

ASM International 2009., Binárny diagram striebro-horčík (ASM International 2009, diagram no. 101007). Online. Asminternational. Dostupné z: <https://www.asminternational.org/>. [cit. 2024-05-26].

ASM International 2011., Binárny diagram striebro-bizmut (ASM International 2011, diagram no. 103006). Online. Asminternational. Dostupné z: <https://www.asminternational.org/>. [cit. 2024-05-26].

ASM International 2006., Binárny diagram striebro-bizmut (ASM International 2006, diagram no. 905746). Online. Asminternational. Dostupné z: <https://www.asminternational.org/>. [cit. 2024-05-26].

ASM International 2011., Binárny diagram bizmut-titan (ASM International 2011, diagram no. 103109). Online. Asminternational. Dostupné z: <https://www.asminternational.org/>. [cit. 2024-05-26].

ASM International 2011., Binárny diagram bizmut-titan (ASM International 2011, diagram no. 103108). Online. Asminternational. Dostupné z: <https://www.asminternational.org/>. [cit. 2024-05-26].

ASM International 2011., Binárny diagram bizmut-titan (ASM International 2011, diagram no. 103109). Online. Asminternational. Dostupné z: <https://www.asminternational.org/>. [cit. 2024-05-26].

ASM International 2011., Binárny diagram bizmut-titan (ASM International 2011, diagram no. 103109). Online. Asminternational. Dostupné z: <https://www.asminternational.org/>. [cit. 2024-05-26].

PUBLIKAČNÁ ČINNOSŤ AUTORA**ADC Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch**

ADC01 KOLEŇÁK, Roman [60 %] - MELUŠ, Tomáš [15 %] - DRÁPALA, Jaromír [1 %] - GOGOLA, Peter [15 %] - PAŠÁK, Matej [9 %]. Study of Bond Formation in Ceramic and Composite Materials Ultrasonically Soldered with Bi–Ag–Mg-Type Solder. In *Materials*. Vol. 16, iss. 8 (2023), art.no. 2991, s. 1-20. ISSN 1996-1944 (2022: 3.400 - IF, Q2 - JCR Best Q, 0.563 - SJR, Q2 - SJR Best Q). V databáze: DOI: 10.3390/ma16082991 ; SCOPUS: 2-s2.0-85156160189 ; WOS: 000979028600001 ; CC: 000979028600001. Typ výstupu: článok; Výstup: zahraničný; Kategória publikácie do 2021: ADC

Kategória výstupu: A+

ADE Vedecké práce v ostatných zahraničných časopisoch

ADE01 KOSTOLNÝ, Igor [20 %] - MELUŠ, Tomáš [20 %] - KOLEŇÁK, Roman [20 %] - BABINCOVÁ, Paulína [Zacková, Paulína] [20 %] - ŠIMEK, Michal [20 %]. Research on soldering of ceramic materials by hybrid laser/ultrasound technology. In *International Journal of Scientific and Technical Research in Engineering*. Vol. 6, iss. 6 (2021), s. 1-8. ISSN 2581-9941. Typ výstupu: článok; Výstup: zahraničný; Kategória publikácie do 2021: ADE

Kategória výstupu: B

ADE02 KOSTOLNÝ, Igor [20 %] - KOLEŇÁK, Roman [20 %] - PLUHÁR, Alexej [20 %] - MELUŠ, Tomáš [20 %] - BABINCOVÁ, Paulína [Zacková, Paulína] [10 %] - PAŠÁK, Matej [10 %]. Investigation of ultrasound assisted soldering of SiC ceramic by Zn-Al-Ga high-temperature solder. In *International Journal of Scientific and Technical Research in Engineering*. Vol. 7, iss. 3 (2022), s. 1-8. ISSN 2581-9941. Typ výstupu: článok; Výstup: zahraničný; Kategória publikácie do 2021: ADE

Kategória výstupu: B

ADF Vedecké práce v ostatných domácich časopisoch

ADF01 KOLEŇÁK, Roman [50 %] - MELUŠ, Tomáš [26 %] - DRÁPALA, Jaromír [1 %] - BABINCOVÁ, Paulína [Zacková, Paulína] [5 %] - PAŠÁK, Matej [17 %] - SLOBODA, Mikuláš [1 %]. Štúdium spájkovania kovokeramického kompozitu Cu-SiC a keramiky SiC pomocou aktívnej spájkovacej zliatiny Sn-Sb-Ti pri aplikácii aktívneho ultrazvuku. In *Zvárač - profesionál*. Roč. 21, č. 1 (2024), s. 3-7. ISSN 1336-5045. Typ výstupu: článok; Výstup: domáci; Kategória publikácie do 2021: ADF

Kategória výstupu: B

ADF02 MELUŠ, Tomáš [30 %] - KOLEŇÁK, Roman [30 %] - DRÁPALA, Jaromír [1 %] - GOGOLA, Peter [24 %] - PAŠÁK, Matej [15 %]. Štúdium spájkovania Al₂O₃ keramiky a Ni-SiC kompozitu pomocou spájky BiAg11Ti3 pri aplikácii aktívneho ultrazvuku. In *Zvárač - profesionál*, Roč. 20, č. 3 (2023), s. 7-11. ISSN 1336-5045. Typ výstupu: článok; Výstup: domáci; Kategória publikácie do 2021: ADF

Kategória výstupu: B

ADM Vedecké práce v zahraničných časopisoch registrovaných v databázach Web of Science alebo SCOPUS

ADM01 KOSTOLNÝ, Igor [30 %] - MELUŠ, Tomáš [25 %] - KOLEŇÁK, Roman [25 %] - BABINCOVÁ, Paulína [Zacková, Paulína] [10 %] - ŠIMEK, Michal [10 %]. Study of Ti Effect in Solder Type In-Ag-Ti on Bond Formation with Ceramic Materials by Use of Hybrid Soldering Process - Laser/Ultrasound. In *International Review of Mechanical Engineering*. Vol. 15, iss. 6 (2021), s. 287-293. ISSN 1970-8734 (2021: 0.258 - SJR, Q3 - SJR Best Q). V databáze: DOI: 10.15866/ireme.v15i6.21048 ; SCOPUS: 2-s2.0-

85117272074.

Typ výstupu: článok; Výstup: zahraničný; Kategória publikácie do 2021: ADM

Ohlasy:

1. [1] MUHMED, Ayad Abid - HUSSAIN, Mohammed Khazal - KHUDADAD, Ahmed Rahman - MAHDI, Hassan Hamoodi - MEJBEL, Mohanad Kadhim. Mechanical Behavior of Laser Engraved Single Lap Joints Adhered by Polymeric Material. In International Review of Mechanical Engineering, 2021-01-01, 15, 12, pp. 622-628. ISSN 19708734., Registrované v: SCOPUS
Ohlas: zahraničný

Kategória výstupu: A

ADM02 MELUŠ, Tomáš [10 %] - KOLEŇÁK, Roman [60 %] - DRÁPALA, Jaromír [10 %] - BABINCOVÁ, Paulína [Zacková, Paulína] [10 %] - PAŠÁK, Matej [10 %]. Ultrasonic soldering of Al₂O₃ ceramics and Ni-SiC composite by use of Bi-based active solder. In *AIMS Materials Science*. Vol. 10, iss. 2 (2023), s. 213-226. ISSN 2372-0484 (2022: 1.800 - IF, 0.424 - SJR, Q3 - SJR Best Q). V databáze: DOI: 10.3934/matricsci.2023012 ; SCOPUS: 2-s2.0-85153878761 ; WOS: 000928119700002.
Typ výstupu: článok; Výstup: zahraničný; Kategória publikácie do 2021: ADM

Ohlasy:

1. [2] LANIN, Vladimír L. Ultrasonic Technologies : Physical Effects and Modern Industrial Applications. London Scholars' Press 2023. 114 s. ISBN 978-620-5-52427-5.
Ohlas: zahraničný

Kategória výstupu: A

AFD Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách

AFD01 MELUŠ, Tomáš [20 %] - KOLEŇÁK, Roman [20 %] - KOSTOLNÝ, Igor [20 %] - BABINCOVÁ, Paulína [Zacková, Paulína] [20 %] - ŠIMEK, Michal [20 %]. Spájkovanie Al₂O₃ keramiky spájkou InAg10Ti4 hybridným spôsobom laser/ultrazvuk. In *Technológia zvarovania 2020 - Technológia rozvoja priemyslu Európskej únie : vedecký seminár, 12.11.2020, Bratislava*. 1. vyd. Trnava : AlumniPress, 2020, S. 1-7. ISBN 978-80-8096-275-3.

Kategória publikácie do 2021: AFD

Kategória výstupu: nezaradená publikácia

AFD02 MELUŠ, Tomáš [20 %] - KOLEŇÁK, Roman [20 %] - KOSTOLNÝ, Igor [20 %] - BABINCOVÁ, Paulína [Zacková, Paulína] [20 %] - ŠIMEK, Michal [20 %]. Výskum spájkovania keramických materiálov hybridnou technológiou laser/ultrazvuk. In *Technológia zvarovania 2021 : Technológia rozvoja priemyslu Európskej únie, 10. novembra 2021, Bratislava*. 1. vyd. Trnava : AlumniPress, 2021, S. 1-11. ISBN 978-80-8096-287-6.
Typ výstupu: príspevok z podujatia; Výstup: domáci; Kategória publikácie do 2021: AFD

Kategória výstupu: nezaradená publikácia

AFD03 MELUŠ, Tomáš [20 %] - KOLEŇÁK, Roman [58 %] - DRÁPALA, Jaromír [2 %] - BABINCOVÁ, Paulína [Zacková, Paulína] [10 %] - PAŠÁK, Matej [10 %]. Ultrazvukové spájkovanie Al₂O₃ keramiky a Ni.SiC kompozitu pomocou aktívnej spájky na báze Bi. In *Technológia zvarovania 2022 - Technológia rozvoja priemyslu Európskej únie*. 1. vyd. Trnava : AlumniPress, 2022, S. 1-9. ISBN 978-80-8096-294-4.
Typ výstupu: príspevok z podujatia; Výstup: domáci; Kategória publikácie do 2021: AFD

Kategória výstupu: nezaradená publikácia

Štatistika: kategória publikačnej činnosti

ADC	Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch	1
ADE	Vedecké práce v ostatných zahraničných časopisoch	2
ADF	Vedecké práce v ostatných domácich časopisoch	2
ADM	Vedecké práce v zahraničných časopisoch registrovaných v databázach Web of Science alebo SCOPUS	2
AFD	Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách	3
Súčet		10

Výstupy celej publikačnej činnosti: 10 – aktuálne k 27.5.2024

k 27.5.2024	Celá publikačná činnosť	Za obdobie 2019-2023
Výstupy kategórie A+	1	1
Výstupy kategórie A	2	2
Výstupy kategórie A-	0	0
Výstupy kategórie B	4	3
Výstupy nezaradené	3	
SPOLU	10	6

Štatistika: kategória ohlasov celé obdobie za obdobie 2019-2023

1	Citácia v publikácii registrovaná v citačných indexoch	1	1
2	Citácia v publikácii vrátane citácie v publikácii registrovanej v iných databázach okrem citačných indexov	1	1
Súčet		2	2

Štatistika: kategória ohlasov od 2022

1 Citácia v publikácii registrovaná v citačných indexoch				1
	Zahraničné		1	
2 Citácia v publikácii vrátane citácie v publikácii registrovanej v iných databázach okrem citačných indexov				1
	Zahraničné		1	
Súčet				2