Aalto-yliopisto
Aalto-universitetet
Aalto University

Kemian, biokemian ja materiaalitekniikan Maisterin koulutusohjelma
Pääaineena Sustainable Metals Prosessing

Kuparin rakeenkasvutaipumuksen selvittäminen laboratoriomittakaavassa

Milma Ainasoja

Diplomityö
2025

Copyright ©2025 Milma Ainasoja

Aalto-yliopisto
Aalto-universitetet
Aalto University

Tekijä Milma Ainasoja

Työn nimi Kuparin rakeenkasvutaipumuksen selvittäminen laboratoriomittakaavassa

Koulutusohjelma Kemian, biokemian ja materiaalitekniikan maisteriohjelma

Pääaine Sustainable Metals Processing

Vastuuopettaja/valvoja Professori Michael Gasik

Työn ohjaaja(t) Diplomi-insinööri Severi Ojanen

Yhteistyötaho Aurubis Finland Oy

Päivämäärä 23.7.2025 **Sivumäärä** 61 **Kieli** suomi

Tiivistelmä

Tässä työssä tutkitaan kuparisen nauhan rakeenkasvutaipumusta lämpökäsittelyä sisältävässä jatkoprosessoinnissa, jossa kupari liitetään yhteen keraamin kanssa. Työssä pyritään löytämään laboratoriomittakaavassa toimiva testausmenetelmä, jolla rakeenkasvutaipumus voidaan todentaa ennen materiaalin lähettämistä asiakkaalle jatkoprosessoitavaksi.

Työssä selvitetään piirilevyteknologian roolia ja kuparin merkitystä sähköistyvässä nyky-yhteiskunnassa, syvennytään yleisimpiin piirilevyteknologioihin sekä niissä käytettävien materiaalien ominaisuuksiin ja vaatimuksiin. Rakeenkasvuun vaikuttavia tekijöitä tutkitaan ja kuparin prosessoinnin aikana tapahtuvien muutosten merkitystä tunnistetaan lopullisten materiaaliominaisuuksien muodostumisessa.

Työn kokeellisessa osuudessa kuparin rakeenkasvutaipumuksessa pyrittiin havaitsemaan eroja erilaisten materiaalien välillä. Laboratoriokokeet toteutettiin hehkuttamalla näytekuparia erilaisissa asiakkaan prosessia mallintavissa olosuhteissa ja analysoimalla hehkutuksen jälkeistä raerakennetta sekä vertaamalla raekokoa määritettyihin raja-arvoihin.

Työn puitteissa suoritetuissa testeissä havaittiin rakeenkasvutaipumuksessa eroja materiaalien välillä ja löydettiin kriittisiä pisteitä, jolloin materiaali alkaa reagoida ei-toivotusti muista koeparametreistä huolimatta. Kriittisiä pisteitä tunnistettiin hehkutuslämpötiloissa ja happipitoisuuksissa. Näitä löydöksiä voidaan hyödyntää jatkotutkimuksessa, jossa parametrejä ja kokeen toistettavuutta pyritään toistojen kautta tarkentamaan.

Avainsanat Kupari, rae, rakeenkasvu, rakeenkasvutaipumus, piirilevy, tehoelektroniikka

Aalto-yliopisto
Aalto-universitetet
Aalto University

Author Milma Ainasoja

Title of thesis Determining the grain growth tendency of copper on a laboratory scale

Programme Master's Programme in Chemical, Biochemical and Materials Engineering

Major Sustainable Metals Processing

Thesis supervisor Prof. Michael Gasik

Thesis advisor(s) MSc. Severi Ojanen

Collaborative partner Aurubis Finland Oy

Date 23. 7.2025 **Number of pages** 61 **Language** Finnish

Abstract

This thesis investigates the grain growth tendency of a copper strip in further processing involving heat treatment, where the copper is joined with ceramic. The work aims to find a laboratory-scale testing method that can verify the grain growth tendency before the material is sent to the customer for further processing.

The work investigates the role and significance of printed circuit board technology and copper in today's electrifying society, delving into the most common printed circuit board technologies and the properties and requirements of the materials used in them. Factors affecting grain growth are studied and the significance of changes that occur during copper processing in the formation of final material properties are identified.

In the experimental part, the aim was to detect differences in the grain growth tendency of copper between different materials. Laboratory tests were carried out by annealing sample copper under various conditions that modelled the customer's process and by analysing the grain structure after annealing and comparing the grain size with the specified limit values.

In the tests, differences in grain growth tendency between materials were observed and critical points were found, at which the material begins to react in an undesirable way regardless of other test parameters. Critical points were identified in annealing temperatures and oxygen concentrations. These findings can be utilized in further research, where the parameters and test reproducibility are sought through repetitions.

Keywords Copper, grain, grain growth, grain growth tendency, circuit board, power electronics

Sisällys

Esipuhe 6
1 Johdanto 7
2 Kupari ja tehoelektroniikka osana sähköistyvää yhteiskuntaa 10
3 Piirilevyjen materiaaliratkaisut 14
3.1 Piirilevy 14
3.2 Kupari piirilevyissä 15
3.3 Keraamit piirilevyissä 16
3.3.1 Erilaisten keraamien käyttö 18
3.4 PCB eli Printed Circuit Board 18
3.5 DCB-menetelmä eli Direct Copper Bonding 20
3.6 AMB-menetelmä eli Active Metal Brazing 21
3.7 Piirilevyjen lämpökuorman hallinta 22
3.8 Yleisimmät käytössä olevat keraamien ja kuparin paksuudet DCB- ja AMB-menetelmissä 23
4 Piirilevyissä käytetyn kuparin ominaisuudet ja vaatimukset 25
5 Rakeenkasvu ilmiönä 29
5.1 Kuparin raekoon hallinta valmistusprosessin aikana 34
6 Kokeellinen osuus 37
6.1 Koelaitteisto ja koetila 39
6.2 DCB-koejärjestelyt 41
6.3 AMB-koejärjestelyt 44
7 Tulokset ja analyysi 47
7.1 DCB-kokeiden tulokset ja analyysi 47
7.2 AMB-kokeiden tulokset ja analyysi 51
8 Johtopäätökset 55
Lähdeluettelo 58

Esipuhe

Tämä diplomityö on tehty yhteistyössä Aurubis Finland Oy:n kanssa. Työn kokeellinen osuus sekä analyysit suoritettiin Aurubis Finland Oy:n tiloissa Porissa. Työn valvojana toimi Professori Michael Gasik ja ohjaajana diplomi-insinööri Severi Ojanen. Lisäksi Aurubis Finland Oy:ltä tekniikan tohtori Miia Kiviö ohjasi työn alkuun.

Haluan kiittää professori Gasikia mielenkiinnosta työtäni kohtaan sekä avusta ja ohjauksesta työni edetessä.

Aurubis Finland Oy:stä haluan kiittää DI Severi Ojasta ohjauksesta, korvaamattoman tärkeistä neuvoista sekä avusta ja tuesta koko projektin ajan.

Haluan myös kiittää Aurubis Finland Oy:stä TkT Miia Kiviötä ja TkL Ben Karlemoa kiinnostuksesta työni etenemiseen.

Aurubis Finland Oy:tä haluan kiittää työni rahoittamisesta ja kaikkien käytännön järjestelyjen sujumisesta. Kiitokset kuuluvat myös Aurubis Finland Oy:stä erityisesti Joni Mildille, joka avusti minua suuresti työn kokeellisen osuuden onnistumisessa sekä Juuso Järviselle useista mielenkiintoisista aiheeseen syventävistä keskusteluista.

Yleisesti haluan kiittää jokaista, joka on tukenut minua työni edetessä ja auttanut luomaan uskoa työni valmistumiseen.

Porissa 23.7.2025
Milma Ainasoja

1 Johdanto

Metallinen kupari on punertavan ruskea jalometalli, jota voidaan hyödyntää monipuolisesti erinomaisen sähkön- ja lämmönjohtokykynsä sekä helpon työstettävyyden ansiosta. Jotta kuparia voitaisiin hyödyntää nyky-yhteiskunnan vaativiin tarpeisiin, käy se pitkän jalostusketjun läpi, jonka lopputuloksena on kuvan 1 kaltaista puhdasta kuparinauhaa tai -levyä. [1]

Kuva 1. Puhdasta kuparia leikattuna paloiksi kuparinauhatuotannossa [2]

Kuparia on luonnon alkuaineyhdisteinä erilaissa muodoissa kaikkialla. Sitä on löydettävissä rikkaina esiintyminä maaperässä sekä hivenaineena maasta ja vesistöistä kaikkialla maapallolla. Kuparin yleisyyden takia ihmiset ovat osanneet käyttää kuparimetalleja noin 10 000 vuoden ajan. Kuparin tarve on kasvanut teknologian kehityksen mukana huomattavasti viimeisten vuosikymmenien aikana. [3]

Kaikkialla maailmassa tapahtuu muutoksia, kuten ilmastonmuutos, jotka horjuttavat luonnon ja yhteiskunnan tasapainoa aiheuttaen suuria vaihteluja muun muassa energian ja materiaalien tarpeeseen ja saatavuuteen. Tutkimustiedon pohjalta on tunnistettu, että ilmastonmuutosta voidaan hidastaa vähentämällä fossiilisten polttoaineiden käyttöä. [4] Fossiilisten polttoaineiden käyttö on kuitenkin korvattava muilla menetelmillä, kuten sähköisillä

ratkaisuilla. Sähköisiin ratkaisuihin tarvitaan kuitenkin suuria määriä erilaisia materiaaleja, kuten metalleja, myös kuparia, joiden tuottaminen luo lisää päästöjä. Kuitenkaan, ilman näitä metalleja maapallolle elintärkeä sähköistyminen ei voi edetä. [5]

Nyky-yhteiskunnassa käytetään päivittäin lukuisia sähköisiä laitteita, minkä takia kuparin tarve ja kysyntä ylittävät tällä hetkellä tarjonnan. [6] Kehittyvät teknologiat, kuten sähköautot, tuulivoimalat ja kaikki sähköiset laitteet tarvitsevat toimiakseen suuria määriä kuparia, joten sitä kuluu enemmän kuin koskaan aiemmin. Kuparisten tuotteiden laatu ja näin valmistus on muuttunut entistä vaativammaksi, sillä nykyiset teknologiat tarvitsevat käyttöönsä laadukkaita ja puhtaita kupariosia.

Maailmalla on pyritty vastaamaan kuparin kysynnän kasvuun avaamalla uusia kaivoksia ja tehostamalla louhintaa ja kuparin käsittelyä, mutta silti sen saatavuudessa on haasteita. Tähän haasteeseen on tartuttu myös Suomessa. Kuparihistoria on Suomessa pitkä, satoja vuosia, ja se jatkuu edelleen vahvana niin kaivostoiminnassa kuin kuparin jatkokäsittelyssä. Ajan saatossa Suomessa on kehitetty tärkeitä kuparin tuotantomenetelmiä, jotka mahdollistavat laadukkaan kuparin tuotannon. Suomessa tuotetaan erityispuhtaita sähkölaitteisiin soveltuvia kuparimateriaaleja, joista valmistetaan laitteiden komponentteja ympäri maailmaa. [7] Kuparin markkinatilanne lupaa hyvää myös Suomen teollisuudelle seuraavien vuosikymmenten aikana ja olemassa olevaa tietämystä päästään hyödyntämään ja kehittämään esimerkiksi sähköautojen tarvitseman kuparin tuotannossa. [8]

Sähkölaitteet voivat toimia, koska ne on pakattu täyteen pieniä komponentteja, jotka toimivat käskyjen lähettäjinä ja välittäjinä. Tätä toimintaa on onnistuttu nopeuttamaan ja tehostamaan tehoelektroniikan avulla aina 1900-luvun puolivälistä alkaen. Tehoelektroniikka kuitenkin vaatii erityisiä materiaaleja toimiakseen ja voidakseen palvella loputtomasti kasvavaa sähköistyvää markkinaa. [9] Niinpä kuvaan astuvat muun muassa kehittyvä

piirilevyteknologia ja erityisesti siinä hyödynnettävä hapeton kupari ja sen monet erityisominaisuudet, joita tässä työssä käsitellään.

Piirilevyt ovat sähköisten laitteiden toiminnanehto, mahdollistamassa tarvittavan sähköenergian virtaamisen oikea-aikaisesti oikeisiin kohteisiin. Ne mahdollistavat, että laite toimii kaikissa tilanteissa halutulla tavalla. Piirilevyillä on siis tärkeä rooli sähköisten laitteiden toiminnan kannalta. Tämän takia piirilevyillä on korkeita ja tarkkoja vaatimuksia, jotta niiden toimintaan voidaan luottaa kaikissa tilanteissa. Käytettävät materiaalit piirilevyissä on valittava tarkoin ja käyttökohteelleen soveltuviksi, jotta mikään käytön aiheuttama rasitus ei heikennä piirilevyn toimintakykyä ja laite toimii moitteettomasti. Materiaali, jolla on tärkeä rooli myös kaikissa piirilevyjä sisältävissä laitteissa, on sähköä ja lämpöä erinomaisesti johtava kupari. [10] [5]

Kupari on valikoitunut ylivertaisten ominaisuuksiensa ansiosta sähköistyvän yhteiskunnan yhdeksi tärkeimmistä materiaaleista. [5] Sähkölaitteissa käytettävän kuparin tulee olla toiminnaltaan luotettavaa, joten sen puhtaus ja laatuvaatimukset ovat todella korkealla. Näihin vaatimuksiin pyritään kuparin tuotannossa vastaamaan ja varmistamaan, että sähkölaiteisiin päätyy vain laadukkaita materiaaleja ja lopulta toimivia komponentteja.

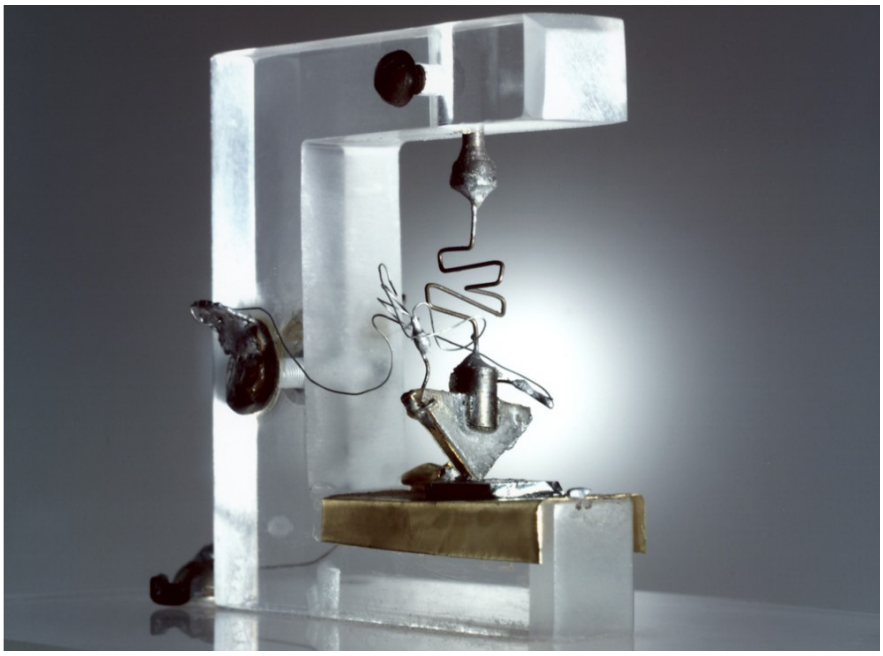
Tämän työn tarkoituksena on löytää hapettoman kuparimateriaalin toimittamista tukeva testausmenetelmä kuparin laadun varmistamiseksi ennen jatkoprosessointia piirilevyiksi. Pyritään löytämään testausmenetelmä, jonka avulla voidaan määrittään yhteistyöyrityksen valmistaman erityiskuparin rakeenkasvutaipumusta. Työssä keskitytään vain yhteistyöyrityksen käyttöön ja laitteistoihin soveltuvan testausmenetelmän määrittämiseen.

2 Kupari ja tehoelektroniikka osana sähköistyvää yhteiskuntaa

Kupari ja sen saatavuus vaikuttavat yhteiskunnan kehittymiseen ja toimintaan entistä enemmän. Vihreä siirtymä nojaa vahvasti sähköisiin ratkaisuihin ja uusiutuvaan sähköenergiaan. Uusiutuvan energian tuotannon, lämmityksen ja valaistuksen ohjauksessa sekä sähköautojen ja teollisuudenlaitteiden tehonsyötössä käytetään tehoelektroniikkaa.

Yleisimmin tehoelektroniikkaa käytetään pyöriviin sähkömoottoreihin, jolloin moottorin nopeutta ja momenttia säädetään sopivaksi jatkuvasti käyttötilanteen mukaan. [11] Näin saadaan tuotettua käyttöön mm. lämpöä, valoa ja mahdollistetaan monia sähköisiä prosesseja. Kuparisten johtimien avulla tätä virtaa siirretään tehokkaasti laitteistojen välillä, sähkön kulkua muutetaan kuparisilla kytkimillä ja sen muotoa voidaan muuttaa erilaisten sähkökomponenttien avulla. Kuparia käytetään muun muassa akuissa, johtimissa ja liittimissä sähkön siirtämiseen ja muuntamiseen hyödynnettäväksi energiaksi. Kuparisia komponentteja käytetään myös tasaamaan ja johtamaan muodostunut lämpökuorma pois laitteen toiminnalle tärkeiltä tehoelektroniikan komponenteilta, kuten piirilevyiltä. [12]

Ensimmäiset tehoelektroniikan komponentit, bipolaaritransistorit, mistä on esimerkki kuvassa 2, keksittiin 1940- luvulla ja lopulta ne päätyivät tuotantoon 1950- luvun alkupuolella. Transistori on komponentti, joko toimii pienellä teholla, jolloin se pystyy ohjaamaan suurempaa virtaa haluttuun suuntaan. Bipolaaritransistorin keksimisestä ja tuotantoon otosta syntyi maailman mullistava ilmiö, joka johti elektroniikan yleistymiseen päivittäisessä elämässä. [9]



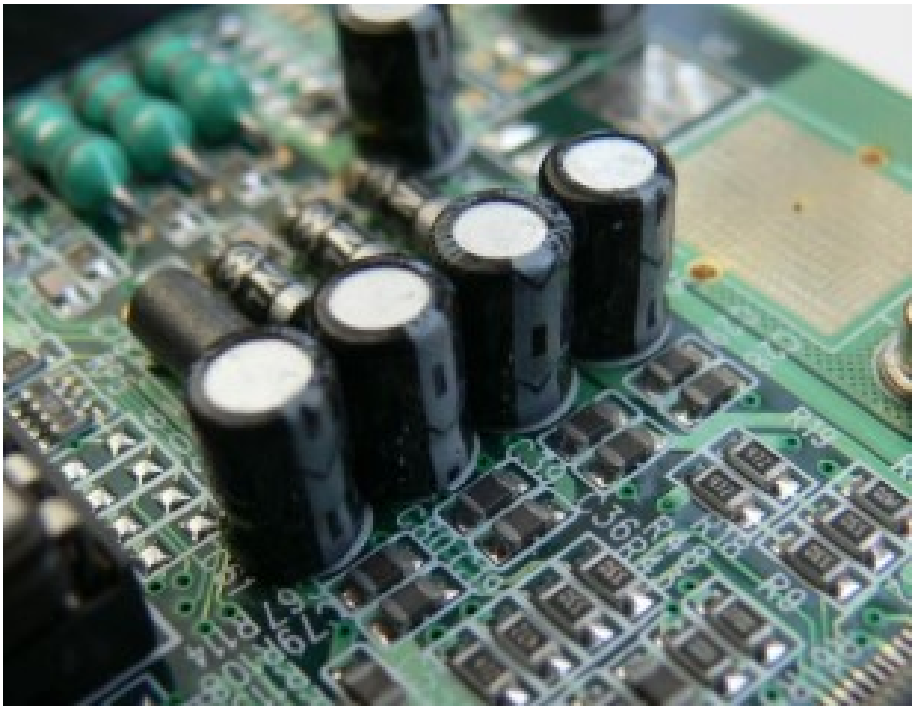
Kuva 2. Kopio ensimmäisestä bipolaaritransistorista, joka kehitettiin vuonna 1947

Tehoelektroniikka on termi, joka kuvaa laajaa kirjoa sähköisiä komponentteja, joilla on suuri vaikutus laitteen toimivuuteen. Tehoelektroniikan avulla sähkövirtaa muutetaan sähköverkkoon sopivaksi ja sähköisille laitteille käytettävään muotoon. Ilman tehoelektroniikkaa ei voisi olla sähkölaitteita, koska energiaa ei saataisi muutettua laitteelle soveltuvaan muotoon. Näin ollen, tehoelektroniikkaa löytyy nykyään lähes jokaisesta sähkölaitteesta, kuluttajatuotteista teollisiin sovelluksiin. [13] Tehoelektroniikan avulla voidaan hyödyntää tehokkaammin sähköä, kun käytettävä teho on säädetty oikein kuhunkin käyttötilanteeseen [11]. Ilman tehoelektroniikkaa sähköistyvä yhteiskunta ei pysty kehittymään, toimimaan tehokkaasti sekä samanaikaisesti säästämään ja hyödyntämään uusiutuvaa energiaa. [14]

Uusiutuvista energian lähteistä saatava energian määrä on vaihtelevampi kuin fossiilisissa polttoaineissa. Uusiutuvista energian lähteistä monet, kuten aurinko- ja tuulivoima, ovat riippuvaisia sääolosuhteista, jolloin ne tuottavat riittäviä määriä energiaa käyttöön vain tiettyinä aikoina vuodesta tai vuorokaudesta. Energiaa kuitenkin kulutetaan ympäri vuoden ja vuorokauden. Jotta voidaan edetä kohti, fossiilivapaata energian tuotantoa pitää

energiaa saada varastoitua ja sieltä muutettua pienissä erissä laitteille sopivaan muotoon käytettäväksi heikompina sähkön tuottoaikoina. [15]

Tehoelektroniikan komponenttien keskeinen tehtävä on siirtää sähkötehoa itsensä läpi ja toteuttaa se lähes ilman häviöitä [11]. Tämä vastaa hyvin uusiutuvan energian tuomiin haasteisteisiin, mutta asettaa tehoelektroniikassa käytettäville komponenttien materiaaleille tiukat kriteerit, jotta laitteisto voisi toimia toivotulla tavalla. Tehoelektroniikka rakentuu monista komponenteista, kuten kuvassa 3, joissa useista pääraaka-aineena on kupari. Kuparisia osia käytetään esimerkiksi muuntimissa, siirtämään tehoa sähköverkkoon virtakaapeleita pitkin ja muuntamaan sähkövirta laitteen piirilevyssä määrätyksi käskyksi. [16]



Kuva 3. Tehoa säätäviä elektroniikan komponentteja kiinnitettynä piirilevyyn [17]

Tehoelektroniikan määrän kasvaessa tuotteisiin tarvitaan huomattavat määrät kuparia. Kehittyvä ja sähköistyvä markkina vaativat jatkuvasti lisää raaka-aineita tuottaa uusia komponentteja juuri tehoelektroniikan laitteistoihin, erityisesti myöhemmin esiteltävän hapettoman kuparin kysyntä on

kasvanut huomattavasti. Esimerkiksi yhdessä sähköautossa on noin 80 kg kuparia, joka on nelinkertainen määrä verrattuna perinteiseen polttomoottoriautoon. Kuparin käytön lisääntymisen takia sen kysyntä on kasvanut viimeisen vuosikymmenen aikana noin 1,9 % vuodessa. Tämän kasvun oletetaan jatkuvan ja jopa kasvavan tulevien vuosikymmenten aikana. [12]

Kysynnän kasvusta sekä tarjonnan rajallisen kasvun takia kuparin hinta on elänyt vuosikymmenten saatossa yleisen markkinan heilahtelujen mukaan, mutta selvää nousua kuparin markkinahinnassa on tapahtunut 2000-luvun alusta lähtien, jonka aikana se on lähes nelinkertaistunut. [12]

Lisääntyneeseen kysyntään on pyritty löytämään ratkaisuja. Nykyään maailmassa vuosittain käytettävästä kuparista saadaan noin 34 % kierrätyksen kautta, koska kuparisen tuotteen elinkaaren lopussa se voidaan hyödyntää uudelleen 100 % kierrätettävyyden ansiosta. Uudelleen sulatus ja lukuisat muokkaukset eivät heikennä metallin ominaisuuksia, mikäli käsittelyssä käytetään puhtaita kupareja ja vältetään kontakteja epäpuhtauksiin. Kierrätetyn sekundäärikuparin käsittelyyn kuluu 85 % vähemmän energiaa verrattuna louhittuun primäärikupariin, joka tukee kansainvälisiä energiansäästötavoitteita. [3] [18]

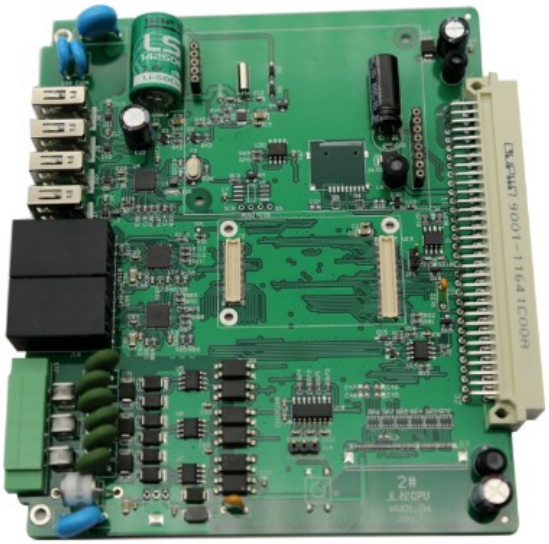
Kohde, jossa vuosittain hyödynnetään puhdasta kuparia kasvavissa määrin, on jo aiemmin mainittu piirilevyteknologia. Piirilevyjä rakennetaan ja kehitetään kaikkiin sähköisiin laitteistoihin monin eri menetelmin, riippuen kohteen vaatimuksista. Tulevissa luvuissa käsitellään piirilevyissä käytettyjen materiaalien ominaisuuksia ja vaatimuksia sekä tunnistetaan yleisimpiä ratkaisuja piirilevyjen rakenteissa. Pyritään myös selventämään tämän työn aiheen taustaa ja teoriaa ratkaisua vaativan ongelman takana.

3 Piirilevyjen materiaaliratkaisut

Tässä kappaleessa pureudutaan piirilevyjen rakenteeseen ja toimintaan sekä tunnistetaan yleisimmissä piirilevyissä käytettäviä materiaaleja ja niiden ominaisuuksia ja tehtäviä.

3.1 Piirilevy

Piirilevy on johtimin varustettu alusta, johon elektroniikan komponentit kiinnitetään. Piirilevylle kiinnitetään erilaisia pienempiä komponentteja, kuten vastuksia ja mikroprosessoreita, joiden välityksellä lähetetään signaaleja ja sähköisellä jännitteellä toimintakäskyjä laitteen eri osiin kuten kuvassa 4 on havaittavissa. Lisäksi piirilevyn rakenteen ansiosta se tukee komponentit paikoilleen ja sen avulla voidaan johtaa muodostunut lämpö pois herkiltä komponenteilta lämmönhaihduttimille. Piirilevyjä on erilaisia, riippuen käyttökohteesta ja teknologiasta. Piirilevyt on rakennettu kerroksittain liittäen yhteen tarpeelliset materiaalit, jotka takaavat soveltuvan tuen, eristyskyvyn sekä sähkön- ja lämmönjohtumisen. [10]



Kuva 4. Yleinen piirilevymalli (PCB), jonka pinnalla on kiinnitettynä erilaisia sähköisiä komponentteja [19]

3.2 Kupari piirilevyissä

Kaikissa piirilevytyypeissä käytettävä johdinmateriaali on kupari, tarkemmin erityispuhdas hapeton kupari, sen ominaisuuksien takia. Kuparin loistavat ominaisuudet, joita esitellään taulukossa 1, selittyvät osin atomitason ominaisuuksista.

Taulukko 1. Kuparin ominaisuuksia

sulamispiste [°C]	1 083
kiehumispiste [°C]	2 595
tiheys [g/cm3]	8,9
lämmönjohtavuus [W/(m·K)]	400
sähkönkohtavuus [Sm*m/mm2]	58

Hyvä sähköjohtavuus selittyy vapaiden elektronien olemassaololla ja niiden kyvyllä siirtyä ionien välillä vapaasti. Hapettomalla kuparilla on ensiluokkainen sähkönjohtokyky, kuten taulukosta 1 on nähtävissä. Tämä on 100 % IACS-järjestelmän (Intenational Annealed Copper Standard) arvona ja vain hopealla on parempi sähkönjohtavuus kuin hapettomalla kuparilla. [20] Tämän takia sitä käytetään sovelluksissa, joissa sähkön tulee päästä virtaamaan vapaasti.

Kuparia myös on helppo muokata haluttuihin muotoihin, eivätkä sen ominaisuudet kärsi muokkauksesta. Kuparin helppo muokattavuus mahdollistuu atomitasolla olevien metallisten sidosten ansiosta. Metallisten sidosten osat pääsevät liukumaan toisiinsa nähden toisin kuin kovalenttisilla sidoksilla, jolloin metallin rakenne ei murru vaan muotoutuu uudelleen. [20]

Lisäksi taulukossa 1 on nähtävissä näissä sovelluksissa olennaisena ominaisuutena oleva lämmönjohtokyky, joka erityisesti puhtaalla kuparilla on korkea. Tämä ominaisuus riippuu kuparin puhtaudesta. Kuparin lämmönjohtavuus on moninkertainen, jopa monikymmenkertainen verrattuna muihin

metalleihin kuten teräkseen ja alumiiniinkin. Kulta ja hopea yltävät lämmönjohtavuudessa kuparin tasolle, mutta ovat selvästi kalliimpia ja harvinaisempia metalleja, mikä vahvistaa kuparin valintaa teollisuuden käyttöön. Tätä ominaisuutta käytetään hyväksi, sillä kuparisten levyjen välityksellä laitteiston hukkalämpöä voidaan johtaa nopeasti eteenpäin piirilevyn lämpöherkiltä osilta kuten johtimilta ja erilaisilta säätökomponenteilta. [21]

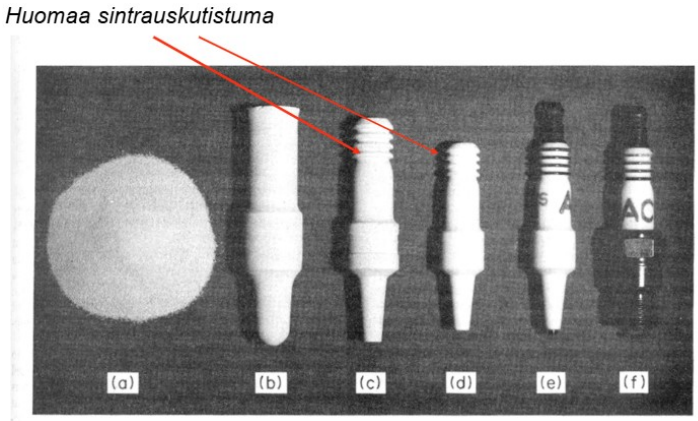
Hapettoman kuparin ominaisuuksiin ja piirilevyteknologian asettamiin vaatimuksiin pureudutaan syvemmin luvussa 4.

3.3 Keraamit piirilevyissä

Edellä mainituissa sovelluksissa mainittiin keraami, johon kuparinen levy kiinnitetään. Keraami toimii eristeenä ja erottaa kupariset johtimet toisistaan. Keraamit ovat hauraita ja kovia epäorgaanisia epämetalliyhdisteitä, jotka on valmistettu muun muassa metallien oksideista ja nitrideistä [22]. Keraameja valmistetaan korkeissa 1400–2200 asteen lämpötiloissa ja ne ovat usein keveitä materiaaleja, joille on kehitetty käyttösovelluksia teollisuudessa, yleensä liitettynä metalleihin. [23]

Keraami valmistetaan jauheista monivaiheisessa prosessissa, vaiheita on havainnollistettu kuvassa 5. Jauhemuodossa olevan keraamin ominaisuudet vaikuttavat voimakkaasti lopullisen keraamin ominaisuuksiin, eikä ilmeneviä negatiivisia ominaisuuksia pystytä myöhemmin poistamaan. Jauheiden ominaisuudet ja koostumus valitaan tarkasti, jonka jälkeen ne jauhatetaan, sekoitetaan tasaiseksi ja granuloidaan myllyssä, jossa niihin lisätään tarvittavat lisäaineet jatkovaiheita varten. Lisäaineina käytetään muun muassa sideaineita, joilla kappaleet pysyvät prosessoinnin aikana koossa, voiteluaineita, jotka helpottavat halutun muodon saavuttamista ja sintrauslisäaineita parantamaan rakenteen tiivistymistä. Keraamit voidaan muotoilla monin eri menetelmin haluttuun loppumuotoon. Yleisimpiä menetelmiä ovat esimerkiksi erilaiset puristus- ja valumenetelmät. Muodonannon jälkeisessä tilassa

kappaleet ovat vielä pehmeitä ja helposti rikkoutuvia, mutta myös helposti muokattavissa haluttuun muotoon erilaisin hionta ja sorvausmenetelmin. Lopulliset ominaisuudet saavutetaan kuivaamisen ja sintrauksen avulla, jossa kappaleen lämpötilaa nostetaan hitaasti, jolloin alussa seokseen lisätyt lisäaineet poistuvat ja materiaali alkaa tiivistyä saavuttaen lopulliset ominaisuutensa. Lämpötila on keraamin sulamislämpötilaa alempana, noin 0,5–0,8 kertaa sulamislämpötila. Keraamin rakeet kuitenkin kasvavat ja kappale kutistuu hieman sintrauksen edetessä, kuvan 5 osoittamalla tavalla. Keraamit harvoin saavuttavat tarvittavia ominaisuuksia, kuten muotoa, kokoa tai pinnankarheutta, suoraan muodonantoprosessin aikana. Keraameja voidaan työstää vielä haluttuun muotoon tai kiiltävyysasteeseen, joka nostaa komponentin lujuusominaisuuksia. Kovan keraamin muokkaus on materiaalin haurauden takia aikaa vievää ja kallista, mutta esimerkiksi kemiallisia, sähkökemiallisia tai lasertyöstömenetelmiä käyttäen niistä voidaan muokata kiiltävä pintaisia erittäin lujia komponentteja. [23]



Kuva 5. Keraamin muutos valmistusvaiheiden edetessä [23]

Liitettynä metalliin keraamin käyttöä eniten rajoittava ominaisuus, hauraus, vähenee metallin tukiessa keraamia taipumiselta. Keraami on itsessään jäykkä ja kova materiaali ja ohuena levynä ilman metallin tarjoamaa tukea se murtuu helposti. [23]

Keraameja käytetään elektroniikassa niiden loistavan sähköneristys- ja lämmönjohtokyvyn takia. Keraamit eristävät laitteiston kupariset osat toisistaan, jolloin se ohjautuu oikein mahdollistaen laitteen toiminnan. Keraamin välityksellä sähköenergian siirron ja muuntamisen aiheutunut hukkalämpö johdetaan lämmönhaihduttimiin ja näin paikallisilta lämpökuormilta ja laitteiston rasitukselta vältytään. [24]

3.3.1 Erilaisten keraamien käyttö

Piirikorteissa käytettävillä keraameilla on erilaisia ominaisuuksia, ja ne soveltuvat eri sovelluksiin luotettavimmin. Esimerkiksi alumiinioksidi (Al_2O_3) on edullinen, mutta sen lämmönjohtokyky on heikko eli sen käyttökohteet ovat rajoitetut, piinitridi (Si_3N_4) ja alumiininitridi (AlN) puolestaan ovat kalliimpia, mutta johtavat lämpöä huomattavasti paremmin, jolloin niitä voidaan käyttää muun muassa sähköautoissa ja junissa. [25]

Sähkön siirrosta vapautuu lämpöenergiaa, joka johdetaan keraamin välityksellä lämmönhaihduttimille, tämän takia keraamien hyvä lämmönjohtokyky on tärkeää. Keraamien lämpölaajeneminen on vähäistä, jolloin ne säilyttävät toivotun muotonsa myös ankarissa olosuhteissa. [26] Keraamit eivät johda sähköä juuri ollenkaan, joka on johtanut niiden valikoitumiseen elektroniikkasovelluksien eristeenä. Keraami on tämänhetkisellä tiedolla tehokkain monipuolisesti toimiva materiaali, jolla voidaan täyttää kehittyvän elektroniikkatekniikan tarpeet. [25] [27]

3.4 PCB eli Printed Circuit Board

PCB eli Printed Circuit Board on perinteinen piirilevymalli, joka on tunnistettavissa kuvasta 4. Niitä voidaan valmistaa useista eri materiaaleista kerroksittain ja kerrokset liitetään yhteen prässäämällä. Kerrokset on esitelty yksinkertaisesti kuvassa 6. Tässä yleisessä sovelluksessa ei käytetä keraameja

eriste- ja tukimateriaalina vaan erilaisia laminaattimateriaaleja, yleensä lasikuitua tai komposiittiepoksia. [10] [28]

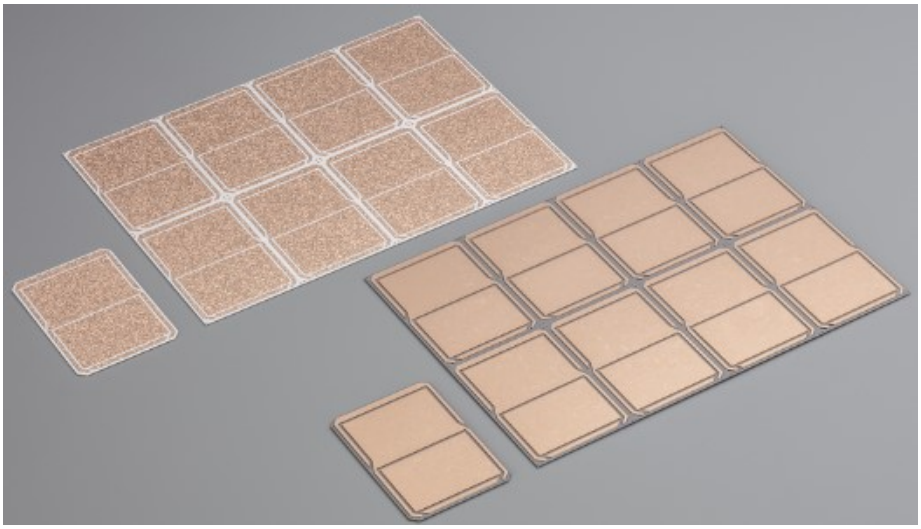
Komponentit istutetaan PCB-levyihin ja johtimille on uurrettu uria, joita pitkin komponentit liitetään toisiinsa [29]. PCB-levyjä voidaan kerrostaa, jolloin osa komponenteista on levyn sisällä ja kerroksissa olevia komponentteja liitetään toisiinsa läpivienti reikien kautta [30]. PCB-piirilevyissä käytetyt materiaalit eivät ole hyvin lämpöä eristäviä tai johtavia, jonka takia niiden suoja lämpökuormaa vastaan on hyvin pieni. Elektroniset komponentit ja johtimet eivät itsessään kestä lämpöä, joten tukirakenteen lämmöneristyskyvyn heikkous nostaa riskin ylikuumenemiselle, joka puolestaan estää tämänkaltaisten piirilevyjen käytön kohteissa, joissa virrat ovat suuria. PCB piirilevyt soveltuvat parhaiten pienille virroille ja matalille lämpötiloille, kuten pienlaitesovelluksiin muun muassa kodinkoneissa. [31] Yhteiskunnan sähköistymisen edetessä vaativammat sovellukset yleistyvät jatkuvasti, erityisesti tehoelektroniikan sovelluksissa, mikä on johtanut piirilevyihin kohdistuvien vaatimusten kiristymiseen. PCB:n tarjoamat ominaisuudet eivät enää riitä vastaamaan kiristyneisiin vaatimuksiin monessakaan tapauksessa ja rajoitteiden takia on kehitetty kestävämpiä teknologioita.

Kehittyneemmillä menetelmillä valmistettuja piirilevyjä voidaan hyödyntää korkeiden virtojen ja siitä muodostuvien lämpöjen takia laajemmin erilaisissa sovelluksissa, kuten sähköautoissa, joissa vaaditaan suurten virtojen siirtämistä. Näissä piirilevyissä on kupari molemmin puolin liitettynä keraamiseen levyyn kuten kuvassa 6 on havainnollistettu. Kupariin liitetään komponentteja, joita liitetään toisiinsa levyä pitkin. Kupariin voidaan työstää pieniä uria, jotka eristävät osia kuparisesta levystä, jolloin sen alueen komponentit voivat toimia itsenäisesti. Näitä eristettyjä alueita voidaan liittää esimerkiksi alumiinisilla johtimilla toisiin, jolloin piirikortin toimintaa voidaan ohjata halutusti. [32]

Kuva 6. Yleisimpien piirilevymenetelmien rakenteet kerroksittain alkaen vasemmalta PCB-, DCB- ja AMB-menetelmät

3.5 DCB-menetelmä eli Direct Copper Bonding

DCB-menetelmä eli Direct Copper Bonding on prosessi, jossa kupari ja keraami liitetään yhteen typpikaasussa hehkuttamalla. Kuvassa 7 on malli DCB-piirilevyn aihiosta, jossa kupari ja keraami on liitettynä yhteen. Kuparin ja keraamin välille saadaan muodostettua tiivis sidos, kun kuparia ensin hapetetaan maltillisesti, jonka jälkeen materiaaleja hehkutetaan päällekkäin, jolloin kuparin pintaan muodostunut oksidikerros sulaa. DCB-menetelmällä valmistetun piirilevyn rakenne on nähtävissä keskellä kuvassa 6.



Kuva 7. Piirilevyn aihio, jossa kupari ja keraami on liitetty yhteen. Yllä DCB-piirilevy ja alla AMB-piirilevy [33]

DCB-menetelmässä kuparia lämmitetään rekristallisaatiolämpötilan yläpuolelle, jolloin sen raerakenne muuttuu. Tavoite on, että kuparin raekoko säilyy mahdollisimman pienenä, mikä on sähköisissä sovelluksissa käytettävälle

johdinmateriaalille tärkeä ominaisuus. Pieni ja tasainen raekoko mahdollistaa sähköisen viestin liikkumisen piirilevyn rakenteita pitkin rakeelta toiselle. Liian suuri raekoko aiheuttaa riskin liitäntöjen tekoon saman rakeen sisään, jolloin jännite ei etene eikä laite toimi. [34]

DCB-prosessi on valittu ratkaisuksi moniin sovelluksiin, vaikka muodostuvien liitosten laatu ei ole kaikkiin sovelluksiin optimaalinen. DCB-prosessia kuitenkin käytetään sen kohtuullisen valmistushinnan takia sovelluksissa, joissa se on todettu toimivaksi. [25] DCB-piirilevy kestää perinteistä PCB-piirilevyä paremmin lämpö- ja jännitekuormaa, jolloin se on luotettavampi ja mahdollistaa tehokkaampien laitteiden käytön. Käytännössä tämä tarkoittaa sovelluksia aina 1,7 kV käyttöjännitteisiin asti, tätä suuremmilla jännitteillä on valittava jokin muu piirilevytyyppi. [35]

3.6 AMB-menetelmä eli Active Metal Brazing

Vaihtoehtona DCB-piirilevylle toimii AMB-menetelmä eli Active Metal Brazing, jonka kerrokset on havainnollistettu kuvassa 6. Kuparin ja keraamin yhteenliittämisprosessi tapahtuu eräänlaisella kovajuotoksella. Tässä keraamin ja kuparin väliin syötetään metallista väliainetta, joka sulaessaan mahdollistaa tiiviin sidoksen. [36] Prosessi tapahtuu korkeissa lämpötiloissa, joka on kuitenkin kuparin sulamislämpötilaa matalampi. Käytettävä lämpötila on yleensä noin 50–100 astetta väliaineen sulamislämpöä korkeampi. Liitosprosessin on tapahduttava tyhjiössä tai inertissä kaasussa. Ympäristön on oltava hapeton, jotta kuparin pintaan ei muodostu oksidia, joka heikentää liitoksen laatua ja kestävyyttä. [37]

Juotosaineina käytetään yleisesti muun muassa titaania, zirkonia, tinaa, hopeaa ja kuparia sisältäviä sekoitemetalleja niiden ominaisuuksien takia, kuten hyvän vettymisen keraamin kanssa. [38] Ne sulavat alhaisemmassa lämmössä kuin puhdas kupari, jolloin kuparin rakenne voidaan säilyttää lähes muuttumattomana. Erityisesti arvometallit parantavat juotosaineen

muodostamaa hienorakeista sidosta kuparin ja keraamin välille. [39] Arvometalleja sisältävien juotosaineiden käyttö nostaa AMB-prosessin kokonaishintaa korkealle. Näissä tapauksissa tiettyihin sovelluksiin valitaan muita teknologioita, mikäli AMB-prosessin tarjoama laadullisesti erinomainen liitos ei ole välttämätön. [25]

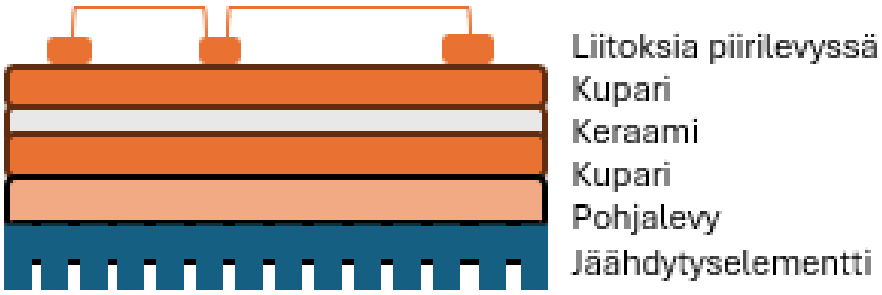
AMB-piirilevyjen valmistusprosessi on hitaampi, pitkän lämmitys- ja jäähdytysvaiheen takia, joka nostaa sen hintaa edelleen korkeammalle. DCB-piirilevyjä voidaan tuottaa samassa ajassa selvästi enemmän sillä prosessi voi olla jatkuva eikä AMB:n tapaan keskeytyvä. [25] [38] Kuten jo aiemmin on mainittu, DCB-liitos on hieman heikompi kuin kilpailevassa AMB-prosessissa, jotka on nähtävissä vierekkäin kuvassa 7. AMB-liitoksessa osittaista erkaantumista ei pääse tapahtumaan äärimmäisen tiiviin kuparin, keraamin ja juotosaineen muodostaman liitoksen ansiosta korkeissakaan käyttöjännitteissä. AMB-piirilevy soveltuu siis luotettavasti sovelluksiin ja laitteisiin, joissa siirrettävät virrat ovat suuria ja laitteen on esimerkiksi turvallisuuden takia toimittava moitteettomasti, kuten sähköjunissa. [35]

3.7 Piirilevyjen lämpökuorman hallinta

Edellä esitettyjä menetelmiä on käytössä monissa sähköisissä sovelluksissa. Käytettävä liitosmenetelmä valikoituu sovelluksen vaatimusten perusteella. Mitä tahansa piirilevymenetelmää käytettäessä sähköisessä piirissä muodostuu laitetta käytettäessä lämpöä, joka on johdettava pois herkiltä laitteistoilta, jotta ylikuumeneminen vältetään. Kuvassa 8 havainnollistetaan, kuinka valittu piirilevy ja sen pintaan tehdyt sähköiset liitoksen kiinnitetään pohjalevyyn, joka on yleensä valmistettu kuparista. Pohjalevy on kiinnitetty jäähdytyselementtiin, jolla lämpö saadaan johdettua pois laitteistosta.

Tämän hukkalämmön poistotarkoitukseen liitoksilta on valikoitunut lämpöä erinomaisesti johtava keraami. Laitteiston kannalta keraamin ominaisuudet mahdollistavat sen toiminnan, koska sähkövirta säilyy laitteiston käytössä ja

vain haitallinen lämpö johtuu keraamin välityksellä kupariselle sähköä johtavalle pohjalevylle ja siitä jäähdytyselementille. Ilman keraamin luomaa eristystä, laitteiston käyttämä ja tarvitsema sähkö hukkuisi pohjalevyyn ja laitteisto ei toimisi.



Kuva 8. DCB-piirilevy liitettynä kupariseen pohjalevyyn.

3.8 Yleisimmät käytössä olevat keraamien ja kuparin paksuudet DCB- ja AMB-menetelmissä

DCB- ja AMB-piirilevymenetelmissä on tiettyjä suosituksia käytettävien materiaalien paksuuksille. Keraamin ja kuparin ominaisuuksien on oltava sovelluksissa toisiinsa nähden tasapainossa, jotta järjestelmä olisi mahdollisimman kestävä ja luotettava. Kuvassa 9 on kuvattuna käytetyt vahvuudet yleisimpien käytettyjen keraamimateriaalien suhteen molempiin liitosmenetelmiin. Taulukot on jaettu käytettävän keraamin suhteen, menetelmiin soveltuvat keraamien paksuudet ovat kuvan taulukoissa vasemmalla ja niihin suhteessa soveltuvat kuparin paksuudet on esitetty taulukoiden ylälaidassa. Kuvassa 9 mustalla merkityt ympyrät ovat DCB-sovelluksia ja valkoiset ympyrät AMB-sovelluksia, mittayksiköksi on ilmoitettu millimetri. [25] Kuvan 9 jako keraamityyppien ja paksuuksien suhteen johtuu eri keraamien soveltuvuuksista ja ominaisuuksista, joita on esitelty kappaleessa 3.4.

Al2O3	Cu							
Ceramic	0.127	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5	0.8	1.0
0.25	●	●	●					
0.32	●	●	●	●				
0.38	●	●	●	●				
0.5	●	●	●	●	●	●		
0.63	●	●	●	●	●	●		
1.0	●	●	●	●	●	●		

Zr-Al2O3	Cu							
Ceramic	0.127	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5	0.8	1.0
0.25	●	●	●	●				
0.32	●	●	●	●	●			
0.38								
0.5								
0.63								
1.0								

Si3N4	Cu							
Ceramic	0.127	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5	0.8	1.0
0.25				○		○	○	
0.32				○		○	○	○
0.38								
0.5								
0.63								
1.0								

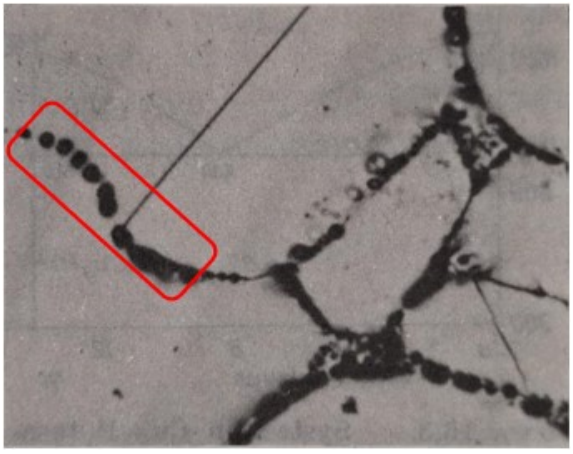
AlN	Cu							
Ceramic	0.1X	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5	0.8	1.0
0.25								
0.32								
0.38	●	●	●	●				
0.5								
0.63	●○	●○	●○	●○	●○	●		
1.0	●○	●○	●○	●○	●○	●		

Kuva 9. Kuparin ja keraamin käytetyt paksuudet materiaaleittain ja sovelluksittain. [25]

4 Piirilevyissä käytetyn kuparin ominaisuudet ja vaatimukset

Käsiteltävään sovellukseen materiaalia valittaessa on otettava huomioon tarvittavat ominaisuudet, kuten äärimmäisen hyvä sähkön- ja lämmönjohtokyky. Edellisessä luvussa mainitut prosessit ovat lämpökäsittelyprosesseja korkeissa lämpötiloissa, joten hyvin lämpökäsittelyä kestävä materiaali on välttämätön. Hapeton kupari vastaa näihin vaatimuksiin. Lämmönjohtokyky on kuparilla korkea ja hapettomassa kuparissa ei ole riskiä vetysairauteen, joten sitä voidaan lämpökäsitellä huoletta. [40]

Vetysairaus on ilmiö, joka tapahtuu yli 400 asteen lämpötilassa, kun kuparin liukenee vetyä, joka reagoi kuparin hapen kanssa muodostaen vesihöyryä. Höyry ei pääse poistumaan kuparin rakenteesta vaan varastoituu raerajoille heikentäen kuparin rakennetta kuten kuvassa 10 on esitetty. Vetysairauden mahdollisuus voidaan tarkastaa laboratoriotutkimuksella. Hapeton kupari ei kärsi tästä, joten se kestää hyvin erilaisia lämpömuokkauksia, kuten hitsausta tai hehkutusta.



Kuva 10. Vetysairaus näkyy kuplina kuparin raerajoilla, Punaisella ympyröity kaasukuplista vaurioitunut raeraja. Kuvasuurennos 250:1. [20]

Kuparilaatujen koostumukset on standardisoitu, niille on annettu standardinimikkeet, joita voidaan käyttää tunnistamaan helposti kuparilaadut toisistaan esimerkiksi kaupankäyntitilanteissa. Hapettomia kupareja on useita eri laatuja, mutta tässä työssä käsitellään yleisesti hapetonta kuparia. Erityispuhtaille laaduille on omat tiukemmat rajansa.

Tarkimmat rajat alkuaineiden pitoisuuksille eri kuparilaaduissa on ilmoitettu standardissa SFS-EN 13599. Hapettomassa kuparissa tulee olla vähintään 99,95 % kuparia, jonka pitoisuuteen on sisällytetty myös mahdolliset hopeajäämät. Vismuttia saa olla enintään 0,0005 %, lyijyä 0,005 % ja muita alkuaine epäpuhtauksia pois lukien jo mainittu hopea 0,03 %, fosforin maksimipitoisuutta ei ole määritelty. [41] Vismutti ja lyijy ovat erikseen mainittuna, sillä ne aiheuttavat kupariin liuenneena raerajojen mukaisia repeämiä kuumamuokkauksessa. Alhaisissa, alle 500 astetta, lämpötiloissa ne eivät juurikaan liukene kupariin. [20] Hapettoman kuparin happipitoisuuden tulee olla tasolla, joka on määritetty standardissa EN 1976 seuraavasti. ”Valmistajan tulee kontrolloida happipitoisuutta niin, että materiaali vastaa vetyhaurausvaatimuksiin”. Nämä vaatimukset on määritetty standardissa EN ISO 2626 jonka mukaan materiaalin tulee kestää määritetyt taivutuskokeet. [42] Käytännössä hapen enimmäismäärä asettuu alle 0,001 %, jotta se on luotettavasti immuuni vetysairaudelle. [40] Japanin standardi määrittää kuparin happipitoisuuden niin, että tuotteen tulee olla vetysairaudelle lähes immuuni. [43]

Eri maiden standardien välillä on siis pieniä eroja, kuinka sallittujen epäpuhtauksien määrä on ilmoitettu. Yhteistä kuitenkin on, että sallittujen epäpuhtauksien määrä on todella alhainen. Alla olevassa taulukossa 2 on esitetty yleisimmin käytettyjen standardien vaatimukset hapettoman kuparin kemialliselle koostumukselle.

Taulukko 2. Eri standardien vaatimukset Cu-OF laadun kemiallisesta koostumuksesta kupari- ja happipitoisuuden osalta. [1] sisältäen hopean. [44]

Standardi	Kuparipitoisuus	Happipitoisuus	Muut epäpuhtaudet			
			Vismutti	Lyijy	Hopea	Yhteensä
SFS-EN 1976:2012	99,95 % [1]	Vaatimus vetysairauden suhteen	5 ppm	50 ppm	Maksimissaan 0,015 %	300 ppm, pois lukien hopea
ASTM B152/152M	99,95 % [1]	Maksimissaan 10 ppm	Muille epäpuhtauksille ei ole säädetty tarkkoja yksittäisiä rajoja, mutta niiden yhteispitoisuus saa olla enintään 500 happi mukaan lukien.			
JISH H 3100:2018	99,96 %	Vaatimus vetysairauden suhteen	Muille epäpuhtauksille ei ole säädetty tarkkoja yksittäisiä, mutta niiden yhteispitoisuus saa olla enintään 400 ppm happi mukaan lukien.			

Valetun kuparin epäpuhtauspitoisuuksiin voidaan vaikuttaa valitsemalla valun lähtömateriaaliksi puhtaita katodeja sekalaisen romukuparin sijaan. Kuparin sulamis- ja valutapahtumissa ympäröivää kaasuatmosfääriä voidaan hallita tai sula voidaan vaihtoehtoisesti peitostaa esimerkiksi hiilellä, jolloin kupariin ei pääse liukenemaan ei-toivottuja aineita ja lopputuotteena saadaan ensiluokkaisia hapettomia kuparivalanteita, joita voidaan käyttää sähköisissä sovelluksissa. [44]

Sähköisissä sovelluksissa käytettyjen johdinmateriaalien tulee olla pinnaltaan virheetöntä. Pienetkin pintavirheet voivat aiheuttaa katkoksia sähkön johtumisessa tai liitosten laadussa, jotka estävät laitteen toiminnan. Käsiteltäessä pehmeää kuparia on siis tuotanto-olosuhteet oltava kontrolloidut ja laitteistoista ei saa jäädä materiaaliin vierasaineita eikä jälkiä. [34]

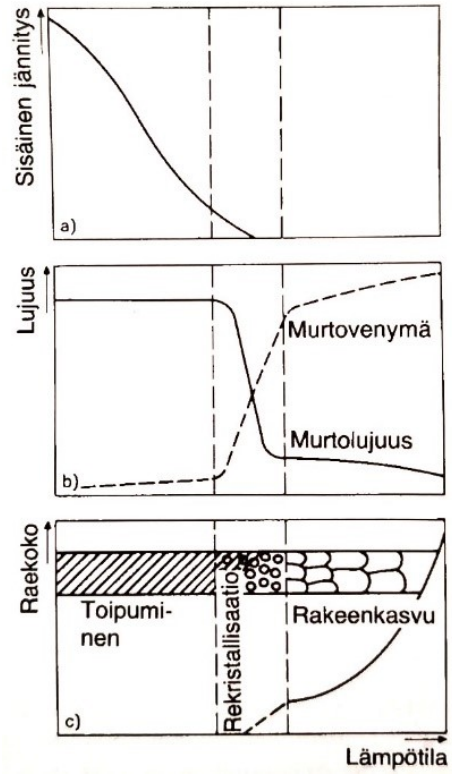
Tässä työssä tutkittavissa sovelluksissa on päädytty hapettoman kuparin käyttöön, koska hapettoman kuparin mekaaniset ominaisuudet sekä muokattavuus ovat paremmat kuin muilla kuparilaaduilla. [20] Kuparin mekaanisista ominaisuuksista erityisesti raekoko vaikuttaa lopputuotteen

toimintaan. Nykyajan elektroniset laitteet ja niiden säätöjärjestelmät ovat pieniä, jolloin johtimien liitoksia tulee vierekkäin paljon pieneen tilaan. Liian suuri kuparirae estää sähköisen viestin kulkemisen materiaalissa eteenpäin, koska pieni johdin on liitettynä yhteen kuparirakeeseen. [34]

5 Rakeenkasvu ilmiönä

Käsiteltävissä elektroniikkateollisuuden sovelluksissa erityisen tärkeää on, että kuparin raerakenne on tasainen. Raekoko ei ole erityisen määräävä ominaisuus, mutta tasaisen raerakenteen saavuttaminen suurilla rakeilla on käytännössä erittäin vaikeaa, koska rakeet kasvavat epätasaiseen tahtiin toisiinsa nähden. Voidaan siis todeta, että raekoko tulee olla tasainen ja pieni mainituissa sovelluksissa. Kuparin rakeenkasvuun vaikuttavat kuparin muokkaus ja siihen liittyvät lämpökäsittelyt. Kuparin ns. alkuperäinen raerakenne muodostuu valussa ja tämä alkuperäinen raekoko vaikuttaa myös lopputuotteen raekokoon. Kylmämuokkausta edeltävä raekoko vaikuttaa muodostuvaan raekokoon, joten on tärkeää, että jokaisessa vaiheessa onnistutaan tuottamaan tasainen raerakenne eivätkä hehkutuslämpötila- tai aika ole liian suuret, jotta rae ei pääse kasvamaan missään tuotannon vaiheessa liikaa. [45] Jotta tämä rakeiden liiallinen kasvu estyy, ovat juuri mainitut hehkutuslämpötila tai -aika tarkkaan kokeellisesti määritettyjä.

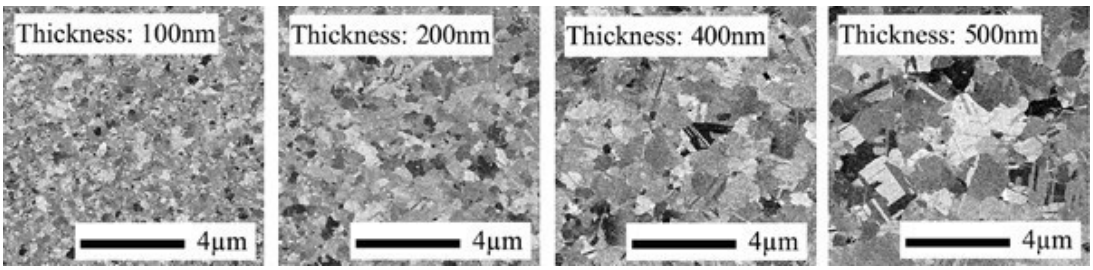
Kuparia valssatessa raerakenne venyy ja selkeä raerakenne häviää näkyvistä. Pehmennyshehkutuksessa lämpötila ja hehkutusaika vaikuttavat raerakenteen palautumiseen ja lopulta raekokoon. Hehkutuksen aikana tapahtuvia muutoksia metallin rakenteessa kutsutaan rekristallisoitumiseksi. [20] Tätä havainnollistaa kuva 11, jossa on esitetty rekristallisaatiossa tapahtuvia ominaisuuksien muutoksia materiaalin sisäisten jännitysten poistuessa.



Kuva 11. Sisäisten jännitysten poistossa tapahtuvat muutokset. [45]

Kuparirae alkaa lämmönvaikutuksesta toipua eli materiaalin sisäiset jännitykset häviävät kuten kuvasta 11 a) voidaan havaita eikä mekaanisissa ominaisuuksissa tapahdu merkittäviä muutoksia. Hehkutuksen edetessä, noin 200°C ylöspäin riippuen kuparin laadusta, alkaa tapahtua rekristallisaatiota, johon vaikuttaa valssauksessa rakenteeseen varastoitunut jännitys (energia). Tämä energia saa aikaan voimakkaan rakeiden uudelleen muodostumisen eli rekristallisaation. Rekristallisaation jälkeen jatkuva lämmitys ja sen kesto vaikuttavat kuinka suureksi muodostuneet rakeet kasvavat, kuten kuvassa 11 c). Tämä rakeenkasvu on kuitenkin hitaampi prosessi kuin edellä mainittu rekristallisaatio, koska jännitysten aikaansaama energian vapautuminen on voimakkaampaa kuin ulkoisesti tuotettu energia. Rekristallisaation aikana materiaalin mekaaniset ominaisuudet palautuvat voimakkaasti muokkausta edeltänyttä tilaa kohti. [20]

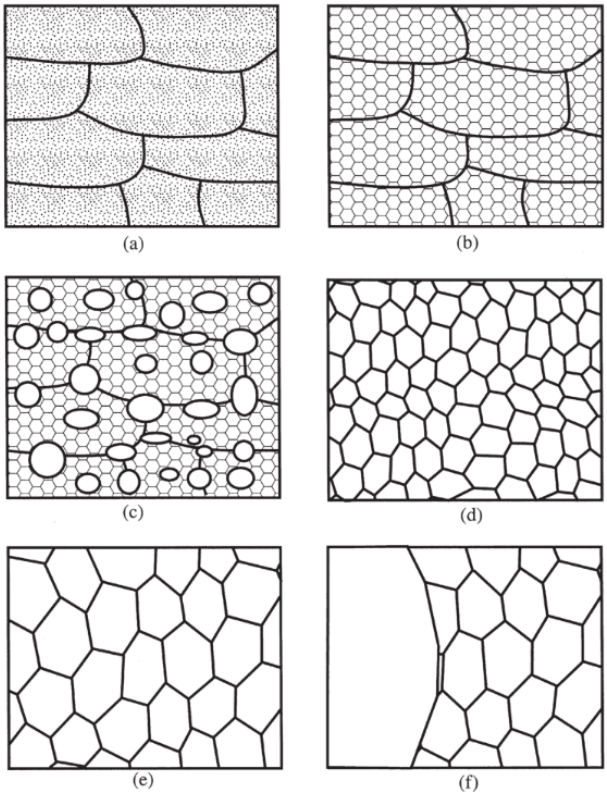
Alkuperäiset rakeet muodostuvat sulan metallin jähmettyessä. Jähmettyvä metalli harvoin jäähtyy tasaisesti vaan yleensä pinta alkaa jähmettyä ensimmäisenä. Tämä johtaa rakeiden eriaikaiseen muodostumiseen, jolloin osa rakeista ehtii kasvaa toisia suuremmiksi. Rakeiden kasvu pysähtyy viereisiin kasvaviin rakeisiin raerajoilla tai viimeistään, kun rakeen koko saavuttaa materiaalin paksuuden. Materiaalin paksuuden vaikutusta on kuvattu kuvassa 12. Rakeet muodostuvat muodoltaan epäsymmetrisiksi, ne kasvavat yhtäaikaisesta jokaiseen suuntaan ja pysähtyminen voi tapahtua suunnan mukaan eri hetkinä. [20]



Kuva 12. Kuparin paksuuden (thickness) vaikutus raekoon muodostumiseen [46]

Kuparin lujittuessa muokkauksen edetessä on hyödynnettävä välihehkutuksia, jotka perustuvat rekristallisaatioon eli uudelleen kiteytymiseen, joka tapahtuu vaiheissa kuten kuvassa 11 c) on esitetty. Nämä vaiheet eivät ole tasaisesti tapahtuvia, vaan vaiheet etenevät mahdollisesti materiaalin eri osissa eriaikaisesti. Tämä tulee ottaa huomioon ja lämpötilan kasvatus täytyy tehdä hallitusti, jotta materiaaliin ei muodostu kuumenemismurtumaa, kun materiaalin pinta kuumenee sisäosaa nopeammin. Ohuella materiaalilla tämä ei ole ongelma kuparin erinomaisen lämmönjohtokyvyn ansiosta. Tässä työssä käsiteltävä materiaali on niin ohutta, että lämmön vaikutukset ovat pitkälti yhtäaikaisia jo ensimmäisissä välihehkutuksissa. Rekristallisaation vaiheet on esitelty seuraavaksi vaiheittain, jotta välihehkutuksessa tapahtuvat muutokset on helpompi hahmottaa. [45]

Toipuminen on vaihe, jossa kuparia lämmitetään rekristallisaatiolämpötilaa matalammassa lämmössä. Kuparin rakenteelle ei tapahdu muutoksia kuten kuvassa 13 b), mutta sisäiset jännitykset häviävät ja mekaanisten ominaisuuksien muutokset ovat marginaalisia. Sisäiset jännitykset vaikuttavat materiaalin mekaanisiin ominaisuuksiin negatiivisesti, ne pyritään poistamaan, jotta materiaali olisi mahdollisimman tasalaatuista. Tämän tyylisissä hehkutuksissa tasapainotellaan juuri rekristallisaatiolämpötilan alapuolella, jotta raerakenne ei lähde uudelleen järjestymään ja kasvamaan, mutta mahdollisimman paljon jännityksiä saadaan poistettua, joka mahdollistaa suuremman muokkauksen seuraavissa vaiheissa tuotantoa. [45] Käytettävät lämpötilat ja hehkutusajat on teollisuudessa määritetty kokeellisesti.



Kuva 13. Kuparin hehkutuksen aikaiset muutokset raerakenteessa [47]

Kuvassa 13 kohdissa c) ja d) on havainnollistettu, kuinka primäärisessä rekristallisaatiossa muodostuu uusia raeytimiä, jotka kasvavat ja lopulta syövät muokatun rakenteen kokonaan. Mekaanisissa ominaisuuksissa tapahtuu

muutos muokkausta edeltäneeseen muotoon, kuten kuvassa 11 on esitetty. Rakeenkasvuvaiheessa tasakokoiset rakeet kasvavat toistensa kustannuksella ja materiaalin mekaaniset ominaisuudet jatkavat palautumistaan muokkaamatonta tilaa kohti. Rakeenkasvu perustuu kylmävalssauksessa materiaaliin varastoituneeseen energiaan. Tämän takia hehkutusta edeltävän muokkauksen voimakkuus vaikuttaa rekristallisaation tapahtumiseen ja näin myös lopulliseen raekokoon. Kylmämuokkauksen määrä vaikuttaa rekristallisaatio lämpötilaan alentavasti eli jos materiaalia on voimakkaasti kylmämuokattu se rekristallisoituu alhaisemmissa lämpötiloissa Rekristallisaatiota ei tapahdu ollenkaan, mikäli hehkutusta edeltävä muokkaus on alle 3 % ja tätä hieman suuremmissa muokkauksissa vasta korkeissa lämpötiloissa.

Lämmityksen edetessä alkaa sekundäärinen rekristallisaatiovaihe, jossa yksittäisten rakeiden rakeenkasvu kiihtyy ja ne voivat kasvaa erittäin suuriksi, kuten kuvassa 13 kohdat e) ja f). Suurien rakeiden väliin voi jäädä pieniä rakeita, minkä takia vaihetta kutsutaan myös epäjatkuvaksi rakeenkasvuksi. Raerakenne muodostuu tässä vaiheessa epätasaiseksi, kun aiemmissa vaiheissa raerakenne on tasainen. [20]

Rekristallisaatio ei ole homogeenisesti tapahtuva tapahtuma vaan vaiheita tapahtuu limittäin materiaalin eri osissa kuten jo aiemmin on todettu. Rekristallisaatiossa pyrkimys on materiaalin sisäisen energian vähentämisessä lämpöenergiaa hyväksikäyttäen. [40] Kuparin rekristallisaatio lämpötilaa on helppo nostaa seostamalla siihen pieniä määriä epäpuhtauksia, mutta tässä työssä käsiteltävän materiaalin tulee olla erityispuhdasta seostamatonta kuparia. [20] Rakeiden kasvu puhtaassa kuparissa on väistämätöntä ilman epäpuhtauksia ja seostuksen luomaa rakeenkasvun rajoitusta. Rakeenkasvun edetessä raerakenne kasvaa ja muuttuu osin epätasaiseksi, joka ei ole sähköisissä sovelluksissa toivottava ominaisuus. Tämän haasteen takia tärkeitä ominaisuuksia, joita pyritään puhtaassa kuparissa hallitsemaan ja

saavuttamaan tarkkaan ohjelmoiduissa valssaushehkutussykleillä, ovat tasainen raerakenne ja maltillinen keskimääräinen raekoko. [40]

Kuparin ominaisuudet reagoivat eri tavoin vaihteleviin raekokoihin. Myötölujuus kasvaa raekoon pienentyessä, joka tarkoittaa sitä, että materiaali kestää suurempia jännityksiä ja enemmän taivutusta ennen kuin se muuttaa pysyvästi muotoaan eli myötörajan arvo nousee. Tätä muutosta on kuvattu kuvassa 11 b). [20] Suurempi raekoko tarjoaa kuitenkin tiettyihin ominaisuuksiin positiivisia vaikutuksia, kuten murtovenymään ja -kuroumaan ja virumisrajaan. Osa edellä mainituista muutoksista materiaalin ominaisuuksiin on kuvattuna kuvassa 11 b). Loputtomiin nämäkään ominaisuudet eivät kasva sillä selkeä heikkeneminen tapahtuu, kun raekoon mitta lähentelee materiaalin paksuutta. Yksittäiset suuret rakeet voivat näin aiheuttaa helpostikin materiaalin murtumisen muokkauksen yhteydessä. [20]

Tutkittavissa sovelluksissa rakeenhallinnan merkitys on korostunut elektroniikan herkkyyden ja toimintavarmuuden tärkeyden takia. Raekokoa hallitsemalla hallitaan raerakenteen tasaisuutta, joka takaa elektronisten liitäntöjen toimivuuden, kun kyseessä on paljon pieniä liitäntöjä sisältäviä laitteita. Raekoon kasvutaipumus olisi tärkeä pystyä todentamaan kokeellisesti, jotta voidaan varmistua materiaalin soveltuvuudesta tuleviin lämpökäsittelyä sisältäviin jatkoprosesseihin. Seuraavassa kokeellisessa tutkimusosassa pyritään selvittämään, kuinka materiaalin rakeenkasvutaipumusta voitaisi laboratoriomittakaavan kokeella todentaa ennen materiaalin todellista prosessointia.

5.1 Kuparin raekoon hallinta valmistusprosessin aikana

Jotta kuparista voidaan valmistaa tiettyjä erityistuotteita teollisuuden käyttöön, on puhtaasta kuparista valettava hapetonta kuparia. Elektrolyyttisesti puhdistetut kuparikatodit sulatetaan ja valetaan suojakaasussa. Kupari

suojataan koko prosessin ajan, jotta siihen ei liukene happea. Kupariin liuennut happi on haitaksi, mikäli tuotetta kuumennetaan jatkokäsittelyssä kuten hitsauksessa tai hehkutuksessa. Tavallinen kupari, josta happea ei ole poistettu, kärsii vetysairaudesta, kun taas kappaleessa 4 esitelty hapeton kupari on immuunia vetysairaudelle.

Piirilevyihin käytettävä materiaali valmistetaan valssaamalla kuparia ohueksi nauhaksi. Valssaamoprosessi alkaa valetusta laatasta, jota muokkaamalla saadaan haluttu tuote. Valssaamossa kylmävalssaus- ja hehkutussyklit vaikuttavat materiaalin rakenteeseen ja ominaisuuksiin. Kupari kovenee kylmävalssauksissa ja pehmenee hehkutuksissa. Käsiteltävässä erityisprosessissa lähtömateriaalin raekoko on oltava pientä, jotta materiaalin lopullinen raekoko säilyy pienenä. Tähän pyritään vaikuttamaan hallitulla, suunnitelmallisella valssaamoprosessilla.

Valssauksessa materiaalin raerakenne muokkautuu. Valssauksessa materiaali venyy pituussuunnassa eikä sen anneta leventyä, jolloin kaikki litistyminen tapahtuu pituussuunnassa eli valssaussuunnassa. Valssaus vaikuttaa kuparin mekaanisiin ominaisuuksiin kuten myötölujuuteen, murtolujuuteen ja kovuuteen. Esimerkiksi myötölujuus on korkea, kun raekoko on pieni. [20] Materiaalia ei voida loputtomiin valssata ilman välihehkutuksia, sillä valssauksen aiheuttaman muokkauslujittuminen nostaa vaadittavaa valssausvoimaa, jotta muutosta saadaan aikaan. Välihehkutuksella kuparin raerakenne palautuu normaaliksi hilarakenteeksi. Hehkutuksissa on tavoite palauttaa kuparin raerakenne ja vapauttaa sisäiset jännitykset seuraavia työstövaiheita varten.

Pehmennys- eli rekristallisaatiohehkutuksessa, jota kutsutaan myös uudelleenkiteytymis- tai välihehkutukseksi, käytetään kuparin sulamispistettä alhaisempia lämpötiloja, maksimissaan 650 °C. Enimmäislämpötilan ylittäminen altistaa kuparin tietyissä olosuhteissa vetysairaudelle ja kasvattaa raekokoa epätoivotulla tavalla. [45] Rekristallisaatiossa halutaan ainoastaan, että

raerakenne järjestäytyy uudelleen ja materiaali pehmenee. Hehkutuslämpötilaa rajoitetaan, jotta liiallista rakeenkasvua ei tapahdu. Materiaalista pyritään myös poistamaan kiderakenteiden suuntaisuus, joka on muodostunut valssauksessa eli palautetaan pintakeskinen kuutiollinen kiderakenne, jossa kiteet ovat suuntautuneet umpimähkään. Tällaisella kuparilla on homogeeniset ominaisuudet niin valssaussuuntaan kuin valssaussuuntaa vastaan. [40]

Välihehkutuksessa kaasuatmosfrääriä on hallittava, jotta vältytään vetysairaudelta. Hehkutus tapahtuu suojakaasussa, koska lämpötilat ovat korkeat ja ilman suojakaasua ilmassa olevaa happea ja vetyä liukenisi kupariin, joka voisi johtaa vetysairauteen myöhemmissä prosessointivaiheissa. [45] Happipitoisessa atmosfäärissä hehkuttaminen voi aiheuttaa kuparin pinnan hapettumista, joka ei ole tässä prosessoinnin vaiheessa toivottavaa.

Hehkutusaikaa ja -lämpötilaa sekä valssauksien muokkausastetta säätelemällä voidaan kuparin rakenteeseen muodostaa halutut ominaisuudet, jotka vaikuttavat suuresti rekristallisaation ja rakeenkasvun toteutumiseen. Hehkutusaika, -lämpötila ja kuparin muokkausaste on optimoitu ja ne on tarkkaan säädelty, jotta prosessissa ei tapahdu heiluntaa. [40] Hehkutusaika ja -lämpötila, jotka ovat rakeen kasvuun pääasiassa vaikuttavat parametrit, tasapainoilevat mahdollisimman alhaalla, jotta raerakenne ei pääse kasvamaan, mutta materiaali rekristallisoituu, eikä jää muokattuun muotoon. Muokkausta edeltävä raekoko vaikuttaa myös hehkutuksessa muodostuvaan raekokoon, joten jokaisessa välihehkutuksessa pyritään säilyttämään pieni raekoko, jotta lopputuote olisi mahdollisimman pieni- ja tasarakeista. [45]

6 Kokeellinen osuus

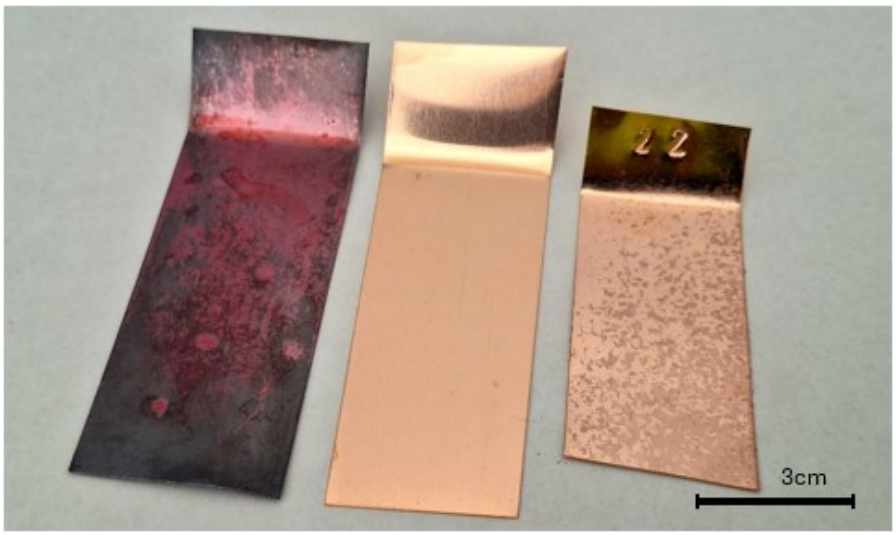
Tässä luvussa kuvataan työn kokeellinen osuus, jossa pyrittiin selvittämään ja todentamaan laboratoriomittakaavaan soveltuva koe määrittämään hapettoman kuparin rakeenkasvutaipumus lämpökäsittelyä sisältävässä jatkoprosessoinnissa. Kokeellinen osuus voidaan jakaa kahteen osaan kahden toisistaan poikkeavan koetyypin mukaan. Kokeiden kulku ja parametrit eroavat toisistaan, mutta karkeasti ne suoritettiin samalla kaavalla, joka voidaan jakaa kolmeen osaan, näytteiden valinta ja valmistelu, hehkutus sekä analysointi. Tässä luvussa esitellään tarkemmin myös analyysimenetelmät ja käytetyt analyysilaitteistot.

Kokeella pyrittiin mallintamaan ohuen kuparinauhan raerakenteen käyttäytymistä asiakkaan prosessissa. On olemassa materiaalia, joka kestää voimakkaasti lämpöä sisältävän jatkokäsittelyn sekä materiaali, joka ei tätä kestä. Asiakkaan prosessissa on havaittu kuparin rakeenkasvutaipumuksessa vaihtelua materiaalissa, jonka tulisi kestää jatkokäsittelyä. Kokeissa pyrittiin löytämään laboratoriomittakaavassa toimiva testausmenetelmä, jolla materiaalin rakeenkasvutaipumus olisi testattavissa ennen materiaalin lähettämistä asiakkaalle. Asiakkaalla toivotunlaisesti toimivassa materiaalissa raekoko ei kasva radikaalisti eikä raerakenne muutu epätasaiseksi jatkoprosessissa.

Diplomityön puitteissa suoritettujen kokeellisten hehkutuskokeiden suunnitellussa pohjana hyödynnettiin teollisuudessa olemassa olevia koemenetelmiä. Nämä menetelmät ovat huomattavasti nopeutettuja versioita todellisesta jatkoprosessista, joten tieteellinen tarkkuus ja todenmukaisuus on epäselvää. Kokeissa tavoiteltiin syvempää tieteellistä tarkkuutta ja parempaa toistettavuutta hallitsemalla kokeen kulkua ja ympäristöä tarkasti. Kokeiden tarkoituksena oli löytää ja todentaa materiaalien välille eroja raerakenteen kasvussa, kun näytteitä altistetaan erilaisille lämpökäsittelyille.

Kokeita suoritettiin kahta eri tyyppiä, jotka ovat DCB-materiaalille ja AMB-materiaalille soveltuvat erilliset kokeet. Mainittujen materiaalien todelliset valmistus- ja jatkoprosessit poikkeavat toisistaan huomattavasti. Valitut arvot perustuvat olemassa olevaan koemenetelmään, kaupallisen toimijan ilmoittamiin arvoihin ja patenttitekstistä löytyneeseen pohjatietoon. Osa arvoista oli suoraan asiakkaan käyttämistä prosesseista, osan määrittävät kuparin materiaaliominaisuudet. Testauksessa käytettiin myös olemassa olevasta testausmenetelmästä tiettyjä aikamääreitä. Suoritettujen kokeiden määrä rajattiin kattamaan arvoja koematriisin ääripäistä sekä keskeltä, jotta kokeiden perusteella saatiin laaja kokonaiskuva materiaalin käyttäytymisestä valitussa koeympäristössä.

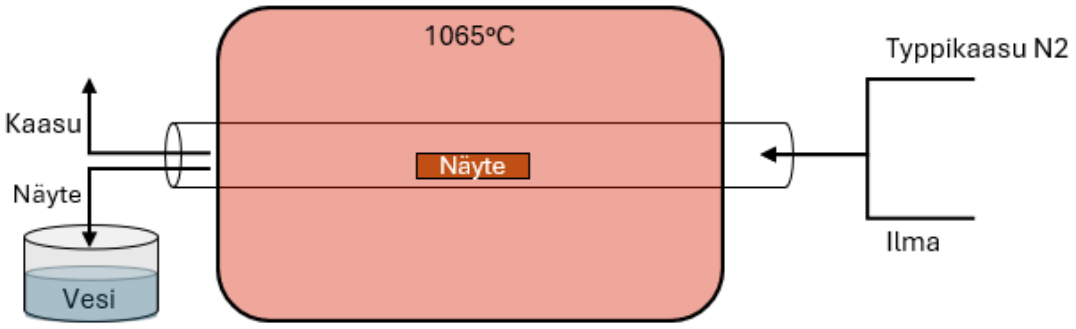
Kokeet alkoivat näytemateriaalin valinnalla. Kokeissa käytettiin asiakkaan toimittamaa rakeenkasvuun taipuvaista materiaalia ja materiaalia, jonka potentiaali rakeenkasvuun on matala. Materiaalin valmisteluvaiheessa näytteitä valmisteltiin tarvittava määrä kerralla ja varmistettiin materiaalin riittävyys koesarjoihin. Testattavaksi valikoitunut kuparinauha leikattiin noin 7x3 cm kokoisiksi näytepaloiksi. Kuvassa 14 on kuvattuna näytepaloja eri käsittelyvaiheissa.



Kuva 14. Näytepalojen malli ja koko. Vasemmalta oikealle hehkutettu DCB-näyte, hehkuttamaton DCB-näyte ja hehkutettu AMB-näyte.

6.1 Koelaitteisto ja koetila

Kokeet suoritettiin käyttäen Carbolite TS3 12/60/600-mallista hehkutusuunia, jossa on kvartsiputki hehkutusatmosfäärin rajaamiseksi. Kvartsi on materiaalina reagoimaton ja kestää korkeita lämpötiloja hyvin. Uunin tilavuus on pieni ja kvartsiputken halkaisija vain noin 10 cm, joka rajoitti näytepalojen kokoa ja määrää, sekä näytteiden orientaatiota uunissa. Tarvittaessa näytteiden sammutus hehkutuksen jälkeen tapahtui tiputtamalla näytteet suoraan hehkutusputkesta vedellä täytettyyn astiaan. Näytteet vedettiin suoraan veteen pitkä vartisella kuparisella työkalulla, jolloin vältyttiin kuuman hehkutusputken käsittelyltä. Havainnollistamaan hehkutusuunin ja sinkkiämpärin sijoittelua sekä kokeiden kaasuvirtoja kuvassa 15 on kuvattu koeasetelma DCB-materiaalille. Kuvassa 16 on myös nähtävissä uunin lämmityselementit sekä kvartsinen hehkutusputki.



Kuva 15. Piirroskuva hehkutusuunista ja DCB-kokeisiin liittyvät materiaali- ja kaasuvirrat

Kuva 16. Hehkutusuuni Carbolite TS3 12/60/600 avattuna, sisällä kvartsinen hehkutusputki

Lämmönsäätöä ja -hallintaa oli testattu tässä laitteistossa etukäteen ja se oli todettu erittäin tarkaksi. Uunin lämpötilan saavutettua tavoitearvon lämpötila ei nouse asetetun tavoitteen yli ennen stabiilin lämpötilan saavuttamista, vaan päätyy lähes suoraan oikeaan pitolämpötilaan. Uuni säätelee lämpötilaansa kolmella erillisellä lämmitysvyöhykkeellä, joten koko uunin pituudelta lämpötila säilyy tasaisena. Tasaisen lämmönpitokyvyn ansiosta voitiin suorittaa kokeita 1–3 näytteelle kerralla.

Näytteiden käsittely hehkutuksen jälkeen sisälsi kiillotusta ja elektrolyysipuhdistusta. Näin näytteen epätasainen ja mahdollisesti hapettunut pinta saatiin puhtaaksi ja raerakenne esiin, jotta sitä voitiin tarkastella mikroskoopilla. Näytteestä mitattiin raekokoa ja tarkasteltiin, onko siihen muodostunut suurentunutta raerakennetta. Raekoon arviointi tapahtui vertailuympyröiden avulla, jotka ovat ASTM-standardoitu menetelmä raekoon arviointiin [48]. Vertailuympyröiden keskimääräinen raekoko päättyy 200 µm. Kyseinen kokoluokka riitti erinomaisesti arvioimaan tutkittavan DCB-kokeiden materiaalin rakennetta. AMB-kokeiden arviointiin hyödynnettiin koneellista raekokolaskentaa.

6.2 DCB-koejärjestelyt

DCB-hehkutuskoe suoritettiin hehkuttamalla näytepalaa typpikaasussa, johon sekoitettiin haluttu määrä happea. Näin näytteen pintaan saatiin luotua ohut oksidikerros, joka muodostaisi todellisessa prosessissa liitoksen keraamin kanssa. On myös oletus, että oksidikerroksen paksuus vaikuttaa rakeenkasvutaipumukseen rajoittavasti, jolloin liian voimakas hapetus ei anna todellista kuvaa materiaalin käyttäytymisestä jatkoprosessissa.

Kokeet suoritettiin 1065 °C lämpötilassa. Muuttuvina parametreina olivat hehkutusaika ja hapenmäärä syötetyssä typpi-ilma seoksessa. Kaasua syötettiin hehkutusputkeen niin, että putken ulkopuolinen atmosfääri ei pääse vaikuttamaan putkessa vaan syötetty kaasu muodosti lievän ylipaineen. Koeparametrit on kuvattu tarkemmin taulukossa 3.

Taulukko 3. Suoritettava koematriisi DCB-materiaalille, jossa esitetty myös testattavien näytteiden määrät

Lämpötila [°C]	1065		
Hehkutusaika [min]	2,5; 3; 3,5		
Happi [0,2%]	2	3	3
Happi [0,4%]	2	3	3
Happi [0,6%]	2	3	3
Happi [1,54%]	2	3	3

Testausta suoritettiin materiaalilla, jossa on havaittu selittämätöntä eroa rakeenkasvutaipumuksessa. Näitä eri tavalla lämmitykseen reagoivia materiaalia kutsutaan selvyyden vuoksi tuloksissa nimillä materiaali A, jonka potentiaali rakeenkasvuun on matala ja materiaali B, jonka potentiaali rakeenkasvuun on korkea. Käytännössä materiaalit A ja B ovat saman valmistusprosessin läpikäynyttä samanlaatuista kuparia, mutta jokin tuntematon poikkeama aiheuttaa niiden rakeenkasvutaipumukseen ei-toivottua eroa.

Ensimmäinen koesarja suoritettiin molemmille materiaaleille hyödyntämällä kaikkia hehkutusaikoja ja happiprosentteja. Seuraava koesarja suoritettiin vain asiakkaalta palautuneella rakeenkasvulle alttiilla materiaalilla B, jolla varmistettiin materiaalin oletettua reagointia lämpökäsittelyyn. Lisäkokeista rajattiin pois 2,5min kokeet alkuperäisen koesarjan tuloksen perusteella.

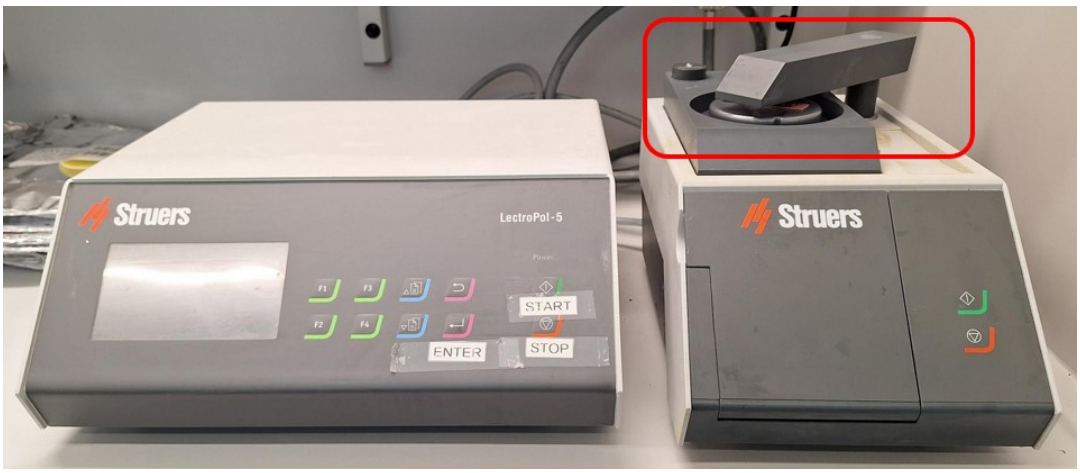
Suunniteltuja kokeita voitiin suorittaa useita päivässä, kokeen kesto mitataan minuuteissa. Koejärjestelyyn yhtä koesarjaa varten kului kokonaisuudessaan 2–3 tuntia, tähän aikaan lisätään vielä näytteiden käsittelyyn ja analysointiin kuluva aika.

Esilämmitettyyn hehkutusputkeen asetettiin näytteet yksi kerrallaan aina samaan kohtaan putkea ja ajanotto aloitettiin heti, kun näyte oli saavuttanut tavoitekohdan. Näytteen annettiin hehkua määrätty aika ja näyte poistettiin putkesta veteen, joka sammuttaa hehkutustapahtuman nopeasti. Näytteenpoisto tapahtui kuparista, tähän tarpeeseen suunniteltua pitkävartista työkalua käyttäen.

Kyseistä näytteiden poistomenetelmää käytettiin turvallisuussyistä. Vaihtoehtoisesti hehkutusputken voisi manuaalisesti nostaa pois uunista ja valuttaa näytteet putkea kallistamalla veteen. Käyttöön otettiin turvallisin tunnettu menetelmää, koska havaittiin turvallisuusriskejä kuumaa hehkutusputkea käsiteltäessä.

Näytteiden analysointi suoritettiin Aurubis Finland Oy:n laboratoriotiloissa. Näytteet kiillotettiin elektrolyyttisesti käyttäen kuvassa 17 nähtävää Struers LectroPol-5 laitteistoa ja raerakenne saatiin esiin upottamalla kiillotettu näyte ferrikloridiliuokseen ($FeCl_3$) noin 8 sekunnin ajaksi. Näytteet asetetiin kiillotukseen kuvassa punaisella ympyröidyn tuen alle, joka painoi näytettä alustaa vasten. Osa näytteistä taipui hehkutuksessa, joka vaikutti kiillotuksen

laatuun negatiivisesti. Tämän takia osasta näytteistä vain pieni alue kiillottui tarvittavalla tavalla.



Kuva 17. Struers LectroPol-5 laitteisto ja näytteiden painamiseen käytetty tuki

Käsitellyt näytteet tutkittiin käyttäen kuvan 18 Leica DM IRM-mikroskooppia ja raekokoa arvioitiin vertailukuvien avulla. Käytössä oli 25x linssi ja 75x suurennos, joka johtaa käytetyllä laitteistolla 75-kertaisiin mikroskooppi kuviin. Analysoinnissa todennettiin kokeen toimivuutta vertaamalla raerakenteen muutoksia ja rakeiden muodostumista tavoitearvoihin nähden määritetyillä hehkutusajan ja happiprosentin arvoilla.

Kuva 18. Leica DM IRM-mikroskooppi

6.3 AMB-koejärjestelyt

AMB-hehkutuskoe suoritettiin hapettomassa ympäristössä, asiakkaan prosessin kaltaisissa olosuhteissa. Kokeen muuttuvina parametreinä olivat hehkutusaika ja -lämpötila. Lämpötila-arvot ja hehkutusajat määräytyivät osin asiakkaan prosessin pohjalta. Ne eivät kuitenkaan suoraan vastanneet asiakkaan prosessia ja materiaalin tulisi kestää vielä pidempiä lämpörasituksia jatkokäsittelyjen aikana. Käytetty näytemateriaali oletettiin olevan matalan rakeenkasvupotentiaalin materiaalia.

Tässä kokeessa kupari ei saa hapettua ollenkaan, joka estettiin syöttämällä hehkutusuuniin typpeä ylimäärin ja putken toinen pää on yhdistettynä vedellä täytettyyn pulloon, joka muodosti ilmalukon estäen happea virtaamasta koeatmosfääriin. Happea ei saanut päästä prosessiin, koska AMB-liitokseen käytetyt juotosaineet reagoivat hapen kanssa eivätkä muodosta haluttua liitosta.

Suunnitellun kaltaisia kokeita voitiin suorittaa vain yksi päivässä pitkän lämmönnosto- ja jäähdytysvaiheen takia, mutta yhdessä erässä voidaan hehkuttaa kolme näytettä samanaikaisesti. Taulukossa 4 on esitetty suoritettava koematriisi, jossa kunkin kokeen tarkat parametrit on luetteloitu. Yleisesti kaikissa kokeissa näyte syötettiin kylmään hehkutusputkeen ja lämmönnosto tapahtui rauhallisesti, 2 tunnin nostoajalla. Kokeiden hehkutuslämpötilat vaihtelivat 800–1000 °C välillä. Näytettä pidettiin tavoitelämpötilassa vaihtelevia aikoja 1,5–2,5 tuntia. Näytteiden ja uunin annettiin jäähtyä vapaasti yön yli, edelleen typpikaasua hehkutusuuniin syöttäen. Suoritetuissa kokeissa yhden näyte-erän käsittelyyn kului noin 16 tuntia, tähän lisätään vielä näytteiden käsittelyyn ja analysointiin kuluva aika.

Taulukko 4. Suoritettava koematriisi AMB-materiaalille

Lämpötila [°C]	800	900	1000
Lämpötilan nostoaika [h]	2		
Lämpötilan pitoaika [h]	1,5; 2; 2,5		

Tiedetään, että asiakkaan prosessi kestää lähes vuorokauden eli lämmönnosto- ja jäähdytysvaihe ovat pitkät. Jotta päästiin lähelle asiakkaan prosessin vaikutusta kupariin, jouduttiin myös laboratoriokoe suorittamaan pitkällä aikavälillä. Pitkä koeaika aiheuttaa arjen toimintoihin aikataulullisia haasteita, mikäli tämän tyylistä koetta päädyttäisi jatkossa suorittamaan rutiininomaisesti kaikelle asiakkaalle lähtevälle AMB-materiaalille.

Näytteet toimitettiin tarkkaan analyysiin analysoitavaksi ulkopuoliselle toimijalle. Logistisista syistä jokaisesta hehkutuksesta näytteitä toimitettiin analysoitavaksi vain yksi. Ylimääräisten näytteiden raekokojakaumaa ja maksimiraekokoa tutkittiin kuitenkin myös mikroskoopin avulla laboratoriossa ja havainnot vastasivat analysoitujen näytteiden tuloksia. Paikallinen arviointi suoritettiin asettamalla kuvasuurennos näytölle vastaamaan todellisuutta ja mittaamalla viivoittimella rakeiden kokoja näytöltä.

Analysoitavat näytteet kiillotettiin elektrolyyttisesti, minkä jälkeen näytteitä tutkittiin ja analysoitiin käyttäen koneellista lineaarista leikkauspistemenetelmää Zeiss AXIO Imager.M2m -mikroskoopin ja IMS Client -ohjelman avulla. Ongelmaa raerakenteen muunlaiseen arviointiin muodosti epätasainen raerakenne. Ohjelman käyttämä leikkauspistemenetelmä on standardoitu raerakenteen arviointimenetelmä, jossa jokaisen rakeen leikkauspisteet merkitään manuaalisesti mikroskooppikuvaan, jonka jälkeen ohjelman algoritmi laskee leikkauspisteiden perusteella rakeiden määrän ja raekoon. Näin määritettiin keskiarvoinen raekoko sekä minimi- ja maksimiraekoko.

7 Tulokset ja analyysi

Tässä luvussa koesarjojen tulokset käydään läpi ja analysoidaan erikseen molemmille testausmenetelmille. Arvioidaan suoritettujen kokeiden luotettavuutta selvittää hapettoman kuparin rakeenkasvutaipumus.

7.1 DCB-kokeiden tulokset ja analyysi

DCB-kokeet toteutettiin tasaisessa lämpötilassa muuttaen hehkutusaikaa ja hehkutusatmosfäärin happipitoisuutta. Näytteet muuttivat uunissa väriään puhtaasta kuparista punertavan oranssin ja mustan eri sävyiksi. Muutos on nähtävissä kuvassa 14. Suuremmilla happipitoisuuksilla huomattiin selvästi eroa hapettumisen eli oksidinmuodostumisen määrässä. Suurimmilla happipitoisuuksilla näytteiden poistaminen hehkutusputkesta oli haastavampaa, sillä näytteet olivat pehmenneet huomattavasti enemmän kuin matalammilla pitoisuuksilla. Nämä näytteet pehmenivät ja takertuivat kiinni kvartsiseen hehkutusputkeen, jolloin niiden poistaminen putkesta vaurioitti näytteiden muotoa. Pehmenneet näytteet myös reagoivat äkilliseen lämpötilanmuutokseen taipumalla enemmän kuin muut näytteet.

Näytteiden ulkonäkö hehkutuksen ja sammutuksen jälkeen oli muodostuneeseen hypoteesiin nähden lupaava ja odotetusti hapen määrän lisääntyessä syötetyssä kaasuseoksessa, näytepalat johdonmukaisesti oksidoituivat merkittävästi enemmän. Näytteitä tarkasteltaessa huomattiin oksidikerroksen sulamiselta vaikuttava kiillottunut oksidipinta, joka antaa viitteitä siitä, että korkea happipitoisuus yhdistettynä korkeaan lämpötilaan on materiaalin rakeenkasvutaipumuksen testaamiseen liian voimakas käsittely.

Taulukossa 5. on esitetty DCB-kokeiden tulokset, joiden tulkittavuutta helpottamaan näytteet on nimetty kirjaimin. A-kirjain kuvaa materiaalia, jonka taipumus rakeenkasvuun on matala. B-kirjain kuvaa materiaalia, jolla on

vahva taipumus rakeen kasvuun hehkutusprosessissa. Taulukossa on vastattu ainoastaan kokeiden kannalta merkittävän ominaisuuden muutokseen, kasvoiko raekoko vai ei. Tavoite on, että keskimääräinen raekoko säilyy tasaisena ja pienenä, jolloin DCB-materiaalille yksittäiset laajentuneet rakeet ovat hylkäävä ominaisuus eikä muita parametreja tarvitse ottaa huomioon. Taulukossa yhdellä tähdellä *) on merkitty näytteitä, joissa on havaittavissa yksittäisiä vain hieman kasvaneita rakeita. Kaksi tähteä **) kuvaa näytettä, jonka kiillotus ei ole toivotunlainen eli vain pieni alue saatiin arvioitu. Uutta kiillotusta ei näiden kokeiden puitteissa tarvinnut suorittaa jo tältä kiillottuneelta alueelta havaittujen raerakenne muutosten takia.

Taulukko 5. Ensimmäisen DCB-koesarjan tulokset

Lämpötila [°C]	1065		
Hehkutusaika [min]	2,5	3	3,5
Happiprosentti [%]	0,2		
A.	Ei	Ei	Kyllä
B.	Kyllä	Kyllä	Kyllä
Happiprosentti [%]	0,4		
A.	Kyllä*	Kyllä*	Ei
B.	Kyllä	Kyllä	Kyllä
Happiprosentti [%]	0,6		
A.	Ei	Ei	Ei
B.	Kyllä**	Kyllä*	Kyllä**
Happiprosentti [%]	1,54		
A.	Kyllä*	Ei	Ei
B.	Kyllä	Kyllä	Kyllä

DCB- materiaalille suoritettiin tulosten varmentamiseksi lisäkoesarja, asiakkaan toimittamalla korkean rakeenkasvutaipumuksen omaavalla materiaalilla B, jonka tulokset on esitelty taulukossa 6 alla.

Taulukko 6. Toisen DCB-koesarjan tulokset

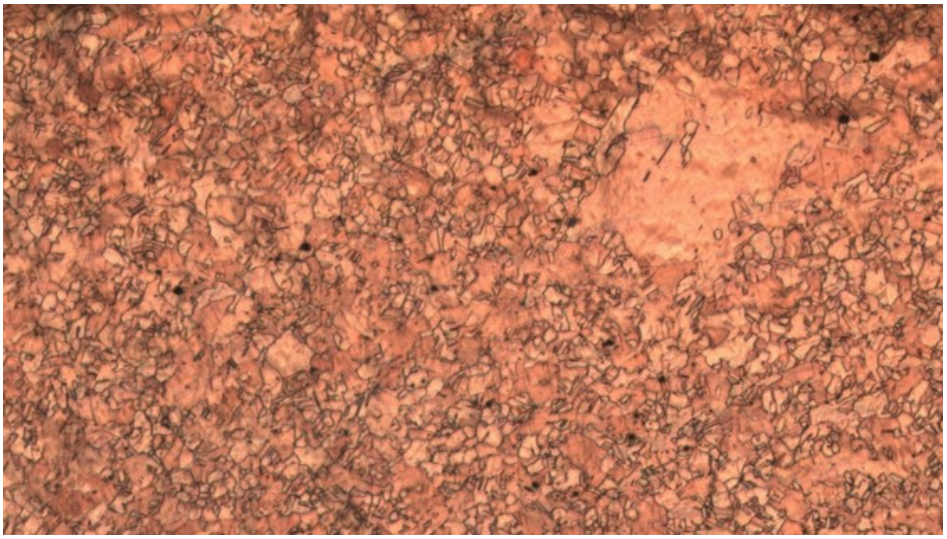
Lämpötila [°C]	1065	
Hehkutusaika [min]	3	3,5
Happiprosentti [%]	0,2	
B.	Kyllä	Kyllä
Happiprosentti [%]	0,4	
B.	Kyllä	Kyllä
Happiprosentti [%]	0,6	
B.	Kyllä*	Kyllä**
Happiprosentti [%]	1,54	
B.	Ei**	Kyllä

Monissa DCB-kokeiden näytteissä materiaalin raerakenne säilyi melko pienenä, mutta yksittäisiä kasvaneita rakeita oli kuitenkin havaittavissa kuten kuvassa 19.

Kuva 19. Kuparin pieni raerakenne, jossa havaittavissa yksittäisiä laajentuneita rakeita. Mikroskooppi kuva (suurennos 75:1) matalan rakeenkasvutaipumuksen näytteestä, jota on hehkutettu 3 min 0,4 % happipitoisuudessa.

Kiillotettuja näytteitä tarkasteltaessa havaittiin, että keskimääräisessä raekoossa ei ole suurta, tai riskiä nostavaa, hajontaa. Yhdessäkään näytteessä keskimääräinen raekoko ei lähestynyt riskirajaa. Osa korkean rakeenkasvupotentiaalin näytteistä sisälsi enemmän selvästi laajentuneita rakeita, kuten kuvassa 20, kuin matalan rakeenkasvupotentiaalin näytteet, joissa oli

havaittavissa yksittäisiä laajentuneita rakeita. Suurimmat löydetyt rakeet olivat selvästi yli 200µm, joka ylittää riskiominaisuuksien rajan ja estäisi materiaalin käytön jatkoprosessissa.



Kuva 20. DCB-kuparin epätasainen raerakenne hehkutuskokeen jälkeen. Mikroskooppikuva (suurennos 75:1) korkean rakeenkasvutaipumuksen näytteestä, jota on hehkutettu 3 min 0,4 % happipitoisuudessa.

Suoraa korrelaatiota ei suoritetuissa kokeissa havaittu hehkutusajan tai happipitoisuuden vaikutuksessa raerakenteen muutoksiin. Asiakkaan todellisessa prosessissa happipitoisuudella on merkitystä prosessin toimivuuden kannalta, mutta näiden kokeiden valossa merkitys jää matalaksi tai vähintään vaikeasti havaittavaksi. Hapen määrää on syytä silti jatkossakin rajoittaa ja hallita, jotta voidaan varmistua kokeen mahdollisimman tarkasta toistettavuudesta.

Lähes kaikkiin DCB-lisäkokeiden näytteisiin saatiin todennettua rakeenkasvua, joka vahvistaa koemenetelmän toimivuutta. Yksittäinen näyte, joka altistettiin korkealle happipitoisuudelle, ei kiillottunut riittävästi, koska pinnan oksidikerros oli täysin kiillottunut sammutuksen jälkeen. Tämä johti heikkoon analysointitarkkuuteen. Siinä osassa, joka voitiin analysoida, ei havaittu kasvaneita rakeita, joka poikkeaa muiden lisäkokeiden tuloksista.

Matalariskiseksi tunnistettu materiaali reagoi kokeissa harvemmin, eikä kasvaneita rakeita ollut kuin osassa näytteissä, kuten taulukosta 6. voidaan havaita. Tästä voidaan päätellä, että valittu menetelmä ei vaikuta materiaalin rakenteeseen ilman tiettyjä materiaalissa jo olevia epätoivottuja ominaisuuksia.

7.2 AMB-kokeiden tulokset ja analyysi

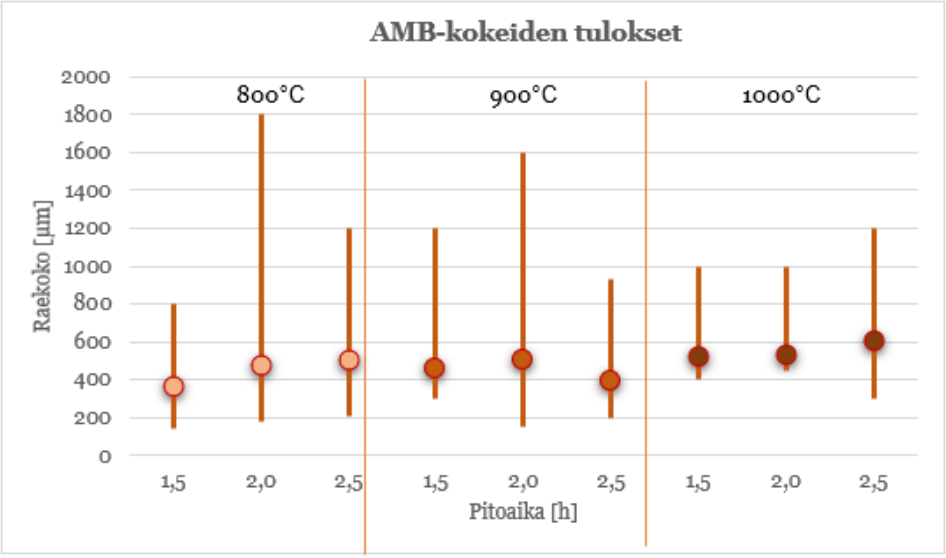
AMB-kokeita suoritettiin altistamalla näytemateriaalia erilaisille hehkutusajoille ja -lämpötiloille. Kaikissa kokeissa uunin lämpötila nostettiin hehkutuslämpötilaan yhtä nopeasti ja kokeiden kaasuatmosfääri pidettiin täysin hapettomana syöttämällä hehkutusuuniin typpikaasua.

Kaikissa näytteissä, havaittiin selvää keskimääräisen raekoon kasvua. Näytteiden analyysituloksista taulukosta 7 havaitaan, että keskimääräinen raekoko ylittää materiaalin sallitut maksimiarvot, jotka ovat keskimääräiselle raekoolle 200–400 µm ja yksittäiselle rakeelle 1000 µm.

Taulukko 7. AMB-kokeiden tulokset. Taulukkoon on merkitty vihreällä näytteet, joiden tulokset ovat hyväksyttäviä

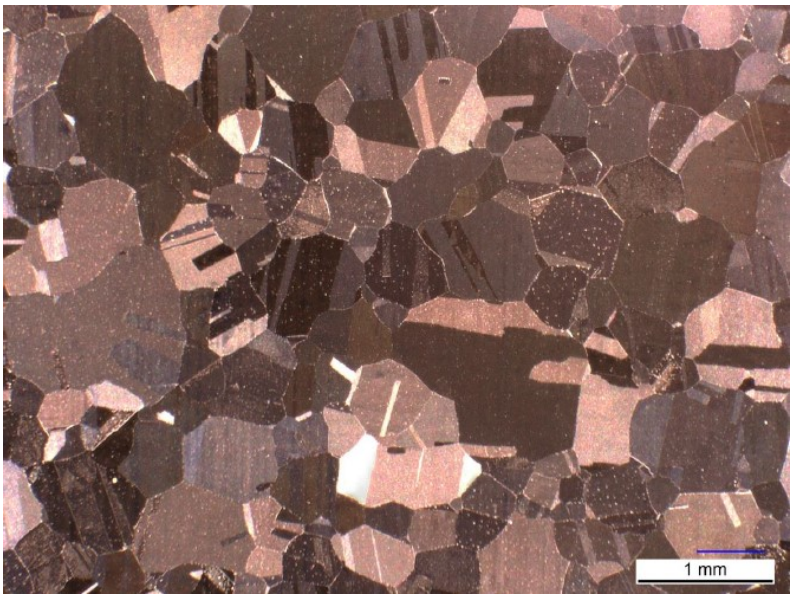
Lämpötila [°C]	*800*	*900*	*1000*
Lämpötilan nostoaika [h]	*2*		
Pitoaika [h]	*1,5*		
Minimi raekoko [µm]	**140**	**300**	**400**
Maksimi raekoko [µm]	**800**	**1200**	**1000**
Keskimääräinen raekoko [µm]	**364**	**459**	**520**
Pitoaika [h]	*2*		
Minimi raekoko [µm]	**180**	**150**	**450**
Maksimi raekoko [µm]	**1800**	**1600**	**1000**
Keskimääräinen raekoko [µm]	**477**	**501**	**532**
Pitoaika [h]	*2,5*		
Minimi raekoko [µm]	**210**	**200**	**300**
Maksimi raekoko [µm]	**1200**	**930**	**1200**
Keskimääräinen raekoko [µm]	**505**	**395**	**603**

Kuvan 21 avulla voidaan visuaalisesti havaita, kuinka näytteiden miniraekoko on korkeammalla 1000 °C koetuloksissa ja, että ajan suhteen voidaan tunnistaa trendi yhtä poikkeusta lukuun ottamatta. Keskimääräinen raekoko kasvaa hehkutusajan kasvaessa. Maksimaalisen raekoon vaihteluun ei voida tuloksista tunnistaa selvää vaikuttavaa tekijää.



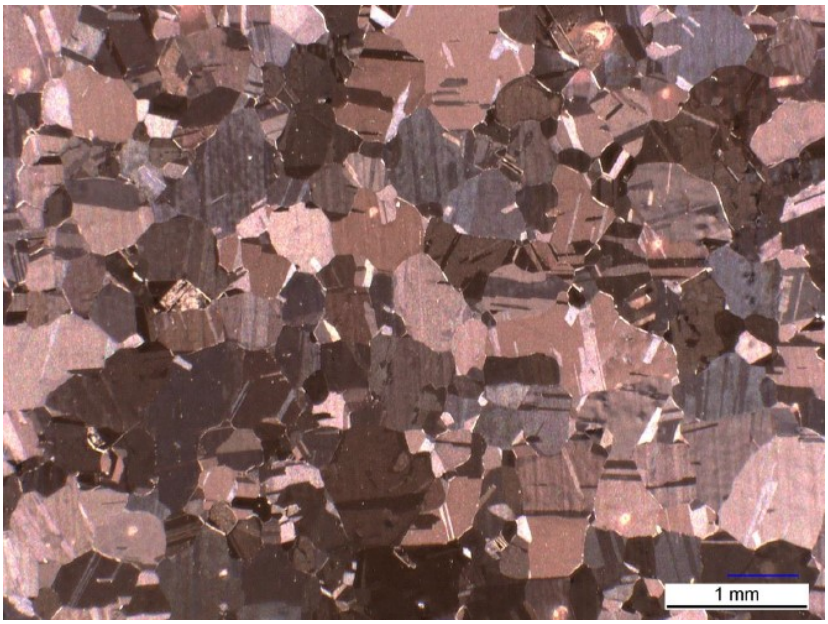
Kuva 21. AMB kokeiden tulokset eriteltyinä pitoajan mukaan

Suoritetussa kokeessa raerakenne muuttui liikaa eli yksittäiset rakeet kasvoivat jopa 1800 µm kokoisiksi ja keskimääräinen raekoko ylittää 400 µm, epätasainen ja kasvanut raerakenne on esitetty mikroskooppikuvassa 22. Tämä raerakenteen reaktio viittaa materiaalin taipumukseen rakeenkasvusta, joka on ei-toivottu ominaisuus. Vaikka materiaali oli testausvaiheessa oletettu matalan rakeenkasvupotentiaalin materiaaliksi, tulosten perusteella se vaikuttaa kuitenkin reagoivan rajusti lämpökäsittelyyn. Joko materiaalissa on jokin ominaisuus, joka vaikuttaa rakeenkasvu taipumukseen tai testausmenetelmä ei tällaisenaan toimi ja parametreja täytyy hakea matalammalta tasolta vielä pidemmällä koesarjalla.



Kuva 22. AMB-kuparin epätasainen ja kasvanut raerakenne hehkutuksen (900 °C/ 2 h) jälkeen. Kuvassa 1 mm mittakaavaaviiva

Ainoastaan kahdessa näytteessä arvot säilyivät juuri ja juuri hyväksyttävissä rajoissa, näistä ei kuitenkaan voida vielä päätellä lopulliseen testausmenetelmään soveltuvia parametrejä. Hyväksytyissä rajoissa olevat kokeet ovat nähtävissä taulukossa 7 merkittynä vihreällä. Toinen hyväksytyissä rajoissa olevista kokeista, josta mikroskooppikuva on esitetty kuvassa 23, on suoritettu koesarjan lievimmillä parametreilla, kun taas toinen on ajallisesti suoritettu pisimmällä testausajalla. Samoin kuin DCB-kokeissa, voidaan tässäkin todeta lämpötilan olevan määräävämpi parametri kuin hehkutusaika.



Kuva 23. AMB-kuparin hyväksyttävä raerakenne hehkutuksen (800 °C/ 1,5 h) jälkeen. Kuvassa 1 mm mittakaavaaviiva

Koska lähes kaikissa tuloksissa keskimääräinen raekoko sekä maksimiraekoko ovat ylittäneet sallitut raja-arvot, eikä eroja saatu esiin, ei voida luotettavasti todeta kokeiden toimivan materiaalin arvioinnissa tällaisenaan. Korkeimmalla lämpötilalla voidaan taulukosta 7 havaita minimi-, maksimi- ja keskimääräisen raekoon kasvua raja-arvojen yli selvemmin kuin matalammilla lämpötiloilla suoritetuissa hehkutuskokeissa. Erityisesti minimiraekoossa on havaittavissa eroja, joka antaa suuntaa jatkotestaukseen ja rajaa parametrejä tarkemmaksi.

Näytteiden raerakenteen muutoksessa on havaittu eräänlainen epäjatkuvuus, kun koelämpötila nostetaan 1000 asteeseen, näytteiden minimiraekoko kasvaa näytteissä selvästi, joka osoittaa hehkutuksen menevän liian pitkälle. Selvää eroa hehkutusaikaa pidentämällä ei saatu esiin, joka ohjaa edelleen ajattelemaan lämpötilan suuremman vaikutuksen merkitystä.

8 Johtopäätökset

Tämän työn puitteissa ei suoraan voitu luotettavasti todistaa laboratoriokokeen toimivuutta raerakenteen käyttäytymisen todentamiseen ennen asiakkaan prosessia. Kokeissa kuitenkin havaittiin materiaalien raerakenteen käyttäytymisessä eroja, joka antaa viitteitä koemenetelmän mahdollisuuksista. Viitteitä mahdollisesta yhteydestä DCB-kokeen happipitoisuuden ja raerakenteen kasvun välillä ei voitu todentaa, mutta silti on syytä olettaa, että hallittu kaasuatmosfääri eli rajoitettu hapen syöttömäärä on kokeen luotettavuuden kannalta jatkossakin oleellista säilyttää. Suuremmilla happipitoisuuksilla näytteiden pinnan oksidikertymän määrään ja kiillottumiseen muodostui selviä eroja, mikä vahvistaa hapen vaikuttavuutta materiaalin käyttäytymiseen. Hehkutusajan vaikutus jäi pieneksi, joskin pisimpään uunissa hehkutetut näytteet alkoivat muuttua ulkoisesti epätasaisiksi ja pinnan oksidikertymä muuttui kiillottuneeksi. Tämän takia huomattavasti pidempiä koeaikoja ei suositella hyödynnettäväksi testauksessa. Huomattava on se, että tutkimuslämpötila lähentelee kuparin sulamislämpötilaa, jolloin pidempi hehkutusaika vaikuttaa kuparin ominaisuuksiin voimakkaasti hyvin nopeasti.

Koemenetelmää on suositeltava kehittää jatkossa seuraavasti, jotta toistettavuudesta saadaan nykyistä tarkempaa ja kaasujen pitoisuudet pysyvät varmasti hallinnassa.

- Hehkutusaikaa tulisi rajata 3 minuuttiin
- Kaasuatmosfääri tulisi rajata maltillisempii happipitoisuuksiin, <1 %

Käytännössä tulisi siis rajata kokeiden ulkopuolelle testeissä ilmenneiden oksidin kiillottumis- ja uuniin tarttumistapausten takia 2,5 ja 3,5 minuutin hehkutusaika ja 1,54 % happipitoisuus.

AMB-kokeiden tuloksista ei suoraan voida todeta, että olisi löydetty luotettavaa ja käyttöön soveltuvaa koemenetelmää. Mutta erot näytteissä havaituissa minimiraekoissa antaa viitteitä, että lyhyempiä hehkutusaikoja testaamalla ja hehkutuslämpötila rajaamalla selvästi alle 1000 °C voidaan päästä lähemmäs toimivaa laboratoriotutkimusta. Keskimääräisen raerakenteen selvä kasvu antaa viitteen liian pitkälle viedystä prosessista, jolloin materiaali reagoi voimakkaasti riippumatta hehkutusajasta näissä kokeissa. Näin pitkäkestoisia laboratoriohehkutuskokeita ei ole myöskään käytännössä mahdollista toteuttaa osana laboratorion arkea kaikelle asiakkaalle lähtevälle AMB-materiaalille.

Todellisuudessa näytteiden analysointiin ja luotettavaan arviointiin muodostuu haaste riskitaipumuksen epätasaisuudesta materiaalissa eli laajentuneita rakeita voi ilmetä hyvin paikallisesti materiaalissa. Arviointi siitä, onko materiaali todella riskialtista rakeenkasvulle vai ei jää parhaaksi arvaukseksi, koska laajentuneiden rakeiden osuminen näytepalan kohtaan ei ole taattua.

Riskitaipumuksen todentamisen luotettavuutta voidaan parantaa suorittamalla useita koesarjoja ja tilastoimalla tuloksia, jolloin poikkeuksien osuus voi pienentyä kokonaisotannasta. Yksittäiset poikkeamat hypoteesista eivät heikennä kokeen validiutta, vaan todistavat kuparin olevan materiaalina lämpökäsittelylle herkkää. Matalan rakeenkasvutaipumusriskin materiaalikin saadaan reagoimaan epätoivotulla tavalla, mikäli kokeen parametrit on säädetty väärin tai kokeen toteutus jostain syystä heittelee.

Kokeissa havaitut viitteet raerakenteen hypoteesin mukaisesta käyttäytymisestä ja lupaavat tulokset luovat uskoa ja tarjoavat suunnan jatkaa tutkimusta eteenpäin jatkossa osana yrityksen sisäistä kehitystä. Suosittelen tutkimuksen jatkamista, jotta voidaan määrittää tarkemmat parametrit kokeen suorittamiseen niin, että rakeenkasvuun taipuvainen materiaali reagoi ja matalamman riskin materiaali ei reagoi hehkutukseen. Vaikka materiaalin rakeenkasvupotentiaalia ei voida tämänkaltaisella testillä täysi varmasti

todeta, rakeenkasvun epätasaisen esiintymisen takia, lisäisi testaus varmuutta materiaalin ominaisuuksien toivotusta laadusta ja loisi mahdollisuuden poistaa rakeenkasvulle taipuvainen materiaali toimituksista ennen tuotteen lähettämistä asiakkaalle. Käytännössä tämä säästäisi aikaa, rahaa ja ennen kaikkea luonnonvaroja.

Lähdeluettelo

[1] Valmistajat.fi, 21 4 2020. [Online]. Available: (https://valmistajat.fi/materiaalit/metallit/kupari-ja-kupariseokset). [Haettu 26 11 2024].

[2] A. Koskinen, Artist, [Art]. 2019.

[3] Scandinavian Copper Development Association, ”Tiesitkö että..?,” [Online]. Available: https://www.kupari.com/kupari-ja-kupariseokset/tiesitko-etta/. [Haettu 20 11 2024].

[4] WWF, ”Ilmastonmuutos,” [Online]. Available: https://wwf.fi/uhat/ilmastonmuutos/. [Haettu 4 12 2024].

[5] Aalto.fi, ”Sähköistyvä yhteiskunta,” [Online]. Available: https://www.aalto.fi/fi/sahkoistyva-yhteiskunta. [Haettu 2 12 2024].

[6] Sijoittaja.fi, ”Kuparimarkkinassa voi olla suuri alijäämä 2024 – miten sijoittaa kupariin?,” 3 1 2024. [Online]. Available: https://www.sijoittaja.fi/350748/kuparin-kysynta-kasvaa-miten-sijoitaa-kupariin/. [Haettu 16 6 2025].

[7] Scandinavian Copper Development Association, ”Kupariteollisuuden rakenne ja merkitys,” [Online]. Available: https://www.kupari.com/kupariteollisuus/kupariteollisuuden-rakenne-ja-merkitys/. [Haettu 2025 6 16].

[8] Cupori, ”Kuparin kulta-aika,” 15 5 2022. [Online]. Available: https://www.cupori.com/fi/kuparin-kulta-aika/. [Haettu 17 6 2025].

[9] J. Pyrhönen, ”Sähkömoottoreiden ohjaus, latauksen muutokset… Kaiken takana tehoelektroniikka,” *Suomen autolehti,* osa/vuosik. 22, nro 6, pp. 68-72, 2022.

[10] Printti-Valmiste Oy, ”Piirilevyjen ABC,” [Online]. Available: https://www.printtivalmiste.fi/piirilevyjen-abc. [Haettu 3 1 2025].

[11] L. Hietalahti, ”Tehoelektroniikan perusteet,” Tampere, AMK-kustannus oy, Tammertekniikka, 2011, pp. 1,6.

[12] T. Sollo, *Kupari sijoituskohteena yksityissijoittajalle,* AMK-opinnäytetyö: Haaga-Helia ammattikorkeakoulu, 2022.

[13] A. Malmi, ”Tehoenergian maailman huiput koolla Lappeenrannassa,” Yle.fi Tiede, 26 8 2014. [Online]. Available: https://yle.fi/a/3-7430986. [Haettu 2 12 2024].

[14] A. Trzynadlowski, ”Introduction to modern power electronics,” Hoboken, John Wiley&Sons, Inc., 2016, p. 2.

[15] Energia maailma, ”Aurinkoenergia,” [Online]. Available: https://energiamaailma.fi/energiasta/energiantuotanto/aurinkovoima/. [Haettu 13 12 2024].

[16] Scandinavian Copper Development Association, ”Sähkö ja energia,” [Online]. Available: https://www.kupari.com/. [Haettu 20 11 2024].

[17] Hangzhou NeoDen Technology Co., Ltd., ”12 Yleisesti käytettyjä komponentteja PCB-laitteissa,” 21 6 2019. [Online]. Available: https://fi.pnpmachine.com/news/12-commonly-used-components-on-pcbs-24990127.html. [Haettu 2025 6 17].

[18] S. Glöser, M. Soulier ja L. A. Tercero Espinoza, ”Dynamic Analysis of Global Copper Flows. Global Stocks, Postconsumer Material Flows, Recycling Indicators, and Uncertainty Evaluation,” American Chemical Society, Karlsruhe, 2013.

[19] UETPCB, ”Uutiset - Mitä ovat piirilevykomponentit ja mitä ne tekevät,” 15 3 2021. [Online]. Available: https://uetpcb.com/fi/circuit-board-components-and-what-they-do/. [Haettu 16 6 2025].

[20] H. M. Miekk-Oja, Metallioppi, Helsinki: Kustannusosakeyhtiö Otava, 1972.

[21] Scandinavian Copper Development Association, ”Ominaisuudet,” [Online]. Available: https://www.kupari.com/kupari-ja-kupariseokset/ominaisuudet/. [Haettu 14 3 2025].

[22] Materiakeskus, ”Keraamit,” [Online]. Available: https://www.materiakeskus.fi/tutkimuspalvelut/keraamit/. [Haettu 4 2 2025].

[23] E. Levänen, ”Keraamien ominaisuudet ja valmistus,” 1 6 2017. [Online]. Available: https://docplayer.fi/48664999-Keraaminen-ominaisuudet-ja-valmistus.html . [Haettu 14 2 2025].

[24] Wells engineered products, ”Power Electronics: Advantages of ceramic substrates over FR-4,” [Online]. Available: https://wellsengineeredproducts.com/2019/12/20/power-electronics-advantages-of-ceramic-substrates-over-fr-4/. [Haettu 15 2 2025].

[25] JMS Japan Marketing Survey Co., Ltd, ”Power Module & Ceramic Substrate Report,” JMS Japan Marketing Survey Co., Ltd, Tokio, 2020.

[26] C. C. Assembly, ”Miksi keraamiset piirilevyt ovat kalliimpia kuin tavalliset piirilevyt?,” Orinew Technology Co, [Online]. Available: https://circuitcardassembly.com/fi/blogi/miksi-keraamiset-

piirilevyt-ovat-kalliimpia-kuin-tavalliset-piirilevyt/. [Haettu 27 2 2025].

[27] FSQuality, ”Keraaminen piirilevy,” Sihui Fuji Elektroniikka Tekniikka Co., Oy, [Online]. Available: https://fi.fsqualitypcb.com/printed-circuit-board/ceramic-pcb.html. [Haettu 27 2 2025].

[28] I. Grout, ”Digital Systems Design with FPGAs and CPLDs,” tekijä: *CHAPTER 3 - PCB Design*, Newnes, 2008, pp. 123-176.

[29] Analog Devices, ”Glossary of EE Terms - Printed Circuit Board,” [Online]. Available: https://www.analog.com/en/resources/glossary/printed-circuit.html. [Haettu 6 2 2025].

[30] Analog Devices, ”Glossary of EE terms - Through-hole,” [Online]. Available: https://www.analog.com/en/resources/glossary/through-hole.html. [Haettu 6 2 2025].

[31] Zheijang Neoden Technology Co., Ltd, ”Mika on piirilevyn lämpötilankesto?,” 26 6 2023. [Online]. Available: https://fi.pnpmachine.com/news/temperature-resistance-of-pcb-board-70982908.html. [Haettu 23 3 2025].

[32] M. R. Elena Barbarini, ”Power Module Packing: Market and Technology Trends,” PCIM Europe 2019, Nuremberg, 2019.

[33] NGK ELECTRONICS DEVICES, ”DCB and AMB Substrates for Power Modules,” [Online]. Available: https://www.ngked.co.jp/en/product/dcb/. [Haettu 16 6 2025].

[34] J. Järvinen, Interviewee, *Senior Sales Manager, Power Electronics*. [Haastattelu]. 12 12 2024.

[35] M. D. M. Olivier Mathieu, ”Frequently Asked Power Electronics Questions,” Rogers Corporation, [Online]. Available: https://www.rogerscorp.com/blog/2020/frequently-asked-power-electronics-questions. [Haettu 10 3 2025].

[36] Työturvallisuuskeskus, ”KAMAT- tietokortti, Kovajuotos,” 9 10 2018. [Online]. Available: https://ttk.fi/wp-content/uploads/2022/04/Kovajuotos.pdf. [Haettu 25 3 2025].

[37] TWI Limited, ”What is active metal brazing?,” [Online]. Available: https://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/faq-what-is-active-metal-brazing. [Haettu 2 2 2025].

[38] C. Hecht, E. Schadow, M. Sprenger, F. Häußler, T. Stoll ja J. Franke, ”Additive metallization of alumina with copper-titanium powder blends for power electronic applications,” IEEE, Cambridge, 2023.

[39] TANAKA precious metals , ”Active Brazing Filler Metals,” TANAKA precious metals Group Co., Ltd., [Online]. Available: https://tanaka-preciousmetals.com/en/products/detail/active-brazing-for-brazing-filler-metals/. [Haettu 14 1 2025].

[40] L. Laakso, Kuparimetallit, Tampere: Metalliteollisuuden keskusliitto, MET, 2001.

[41] SFS-EN 13599, Kupari ja kupariseokset. Kuparilevyt ja -nauhat sähkötekniseen käyttöön, Helsinki: Suomen standardisoimisliitto SFS, 2014.

[42] ISO 2626, Copper-Hydrogen embrittlement test, Inrenational organization for standardization, 1973.

[43] JIS H 3100:2018, Copper and copper alloy sheets, plates and strips, Japanese Standards Association, 2018.

[44] R. Peltonen, *Kuparin pelkistys kaasuilla ja deoksidointi kiinteillä seoksidanteilla,* Espoo: Aalto University School of Chemical Engineering, 2024, p. 12.

[45] S. H. Seppo Kivivuori, Lämpökäsittelyoppi, Helsinki: Teknologiateollisuus ry, 2004.

[46] K. Vanstreels, S. Brongersma, Z. Tokei, L. Carbonell, W. De Ceuninck, J. D’Haen ja M. D’Olieslaeger, ”Increasing the mean grain size in copper films and features,” 1 3 2008. [Online]. Available: https://doi.org/10.1557/JMR.2008.0080. [Haettu 18 6 2025].

[47] I. Persechino, ”Development of a polycrystal plasticity simulation tool including recrystallization (DRX) phenomena,” 2017.

[48] International, ASTM, Standard Test Methodes for Detremining Average Grain Size, West Conshohocken: ASTM International, 2021.

[49] Scandinavian Copper Development Association, ”Seostamattomat kuparit,” [Online]. Available: https://www.kupari.com/kupari-ja-kupariseokset/kuparimetallit-ja-seokse/seostamattomat-kuparit/. [Haettu 12 1 2025].