論 文

Bi를 첨가한 Sn-3.5wt.%Ag 땜납의 미세조직 및 기계적 성질

이경구† · 백대화* · 서윤종* · 이도재**

Microstructure and Mechanical Properties of Sn-3.5wt.% Ag Solder with Bi Addition

Kyung-Ku Lee†, Dae-Hwa Baek*, Youn-Jong Seo* and Doh-Jae Lee**

Abstract

Microstructure and mechanical properties of Sn-3.1 wt.%Ag-6.9 wt.%Bi system solders on Cu-substrate were studied. The Sn-3.1 wt.%Ag-6.9 wt.%Bi alloy was designed by phase diagram and chemical properties and was prepared by melting in argon atmosphere. The mechanical properties of solder/Cu joints were examined by shear strength test, and also creep test. The microstructure of Sn-3.1 wt.%Ag-6.9 wt.%Bi alloy consists of Bi-rich phase and Ag_3Sn precipitate in β-Sn matrix phase. The shear strength of the joint was decreased with aging treatment. Crack path under shear test was through the solder. Similar crack path change mode was observed at the creep test of solder/Cu joint. The creep behavior of Sn-3.1 wt.%Ag-6.9 wt.%Bi alloy represented the inverse primary creep behavior at all test condition. It is suggested that the inverse primary creep behavior is induced from Bi solute atoms in Sn-matrix. The creep resistance of Sn-3.1Ag-6.9Bi alloy is better than that of Sn-3.5 wt.%Ag alloy at all test conditions.

(Received Jun 16, 2001)

Keywords : Sn-3.5Ag, Pb-free solder, Creep, Shear strength

1. 서 론

Pb은 쉽게 분해되지 않는 금속으로서 인체에 일단 섭취되면 체외로 방출되지 않고 체내에 축적되며, 폐기물은 산성비에 녹아서 토양을 오염시킨다. 미국 질병규제 센터에서 명시한 바에 의하면 Pb의 독성은 혈중농도 10 μg/dl 이상이면 생명에 치명적이고, 어린이에게는 미량이라도 지능의 저하를 유발시킬 수 있는 것으로 알려져 있다. 미국에서는 1978년 상용페인트 분야에서 Pb사용이 전면 규제된 이래 미국환경보호청(EPA)은 독극물 취급법(Toxic Substance Control Act, TSCA)에서 Pb을 함유한 중간 생성물의 폐기와 회수에 대한 의무를 부여하고 있다[1,2]. 미국 하원은 Pb제거 기금의 재원으로 100~200%의 세금을 부과하도록 제안(HR2479)하였으며, 미국 상원에서도 Pb 방치규제법(Lead Exposure Act, S-729)을 발표, 산업용 Pb의 전면규제를 제안하였다. 또한 직업안전 건강협회(OSHA)에서는 대기 중에서와 산업장소에서 허용되는 Pb의 농도를 규제하는 표준을 제정하였고, 대기 중에 방출되는 Pb에 대한 작업인의 노출을 최소화 하도록 요구하고 있다[3]. 이를 바탕으로 1986년에 수도관과 같은 음용수의 배관재에 Pb계 땜납의 사용을 금지하였으며, 최근에는 전자제품에 Pb계 땜납의 사용을 법적으로 금지하는 법안이 상정중인데, 전자업계인 AT&T. Motorola. GE 등의 주도로 표면실장회의백서(Surface Mount Council White Paper)가 발표되면서 Pb계 땜납의 사용이 제한되고 있다[4].

무연 땜납에 대한 개발의 필요성은 이러한 이유뿐만

한려대학교 신소재공학과(Dept. of Advanced Material Engineering, Hanlyo University)
*광주 · 전남지방 중소기업청(Kwangju Chonnam Regional Small and Medium Business Office)
**전남대학교 공과대학 금속공학과(Dept. of Metallurgical Engineering, Chonnam National University)
†E-mail : kklee@hlu.hanlyo.ac.kr

아니라 최근에 전자장비의 소형화, 고집적화 및 소자와 회로의 접합부 크기의 미소화에 의해 납땜된 부위를 통과하는 전기밀도, 열 밀도뿐만 아니라 기계적 외력의 영향도 커지게 되어, 기존 땜납보다 우수한 물성의 합금이 요구되고 있기 때문이기도 하다[5,6].

기존 Sn-Pb계 땜납의 공정온도가 180°C임에 비해 Sn-Ag합금은 221°C로 고온에서 사용할 수 있는 대체 합금으로 최적이라고 알려져 있으나, Sn-Ag계 합금연구의 대부분이 금속조직, 계면반응(계면층의 성장속도), 주조땜납의 기계적 특성시험에 치우쳐 있는 등, 거의 초기단계에 머무르고있는 실정이다. 따라서 본 연구에서는 무연땜납/기판간의 장시간 사용에 따른 기계적 파단기구와 시험방법을 정립하고, 물성이 우수하면서도 연구가 거의 진행되지 않았던 Sn계 땜납 개발을 위해, 상태도 및 열역학적인 자료를 활용하여 기존 특허범위에 들어 있지 않은 Sn-Ag-X계 합금을 기본조성으로 설계한 후 미세조직 변화, 계면반응층 분석 및 기계적 시험을 통하여 고강도 무연 땜납의 제 특성을 평가하고, 기존의 Sn-3.5Ag계 땜납과 비교 관찰하였다.

2. 실험방법

땜납 합금은 Sn-3.1Ag-6.9Bi계 조성으로 순도 99.9%이상인 각각의 원소를 무게비를 달리하여 합금을 제조하였다. 시료의 용해는 산화 방지를 위하여 고순도 아르곤 분위기로 유지된 관상로의 탄소도가니에 먼저 Sn을 용해한 뒤 Ag, Bi를 각각 첨가하여 합금을 제조하였으며, 이때 용해온도는 600°C로 유지하였다. 용해과정에서 발생될 수 있는 합금의 불 균일성을 최대한 억제하기 위해 직경 5 mm의 석영관을 사용하여 용탕을 혼합하였으며, Sn과 Bi는 괴 형태를, Ag의 첨가원소는 약 1 mm의 쇼트형태의 것을 첨가하여 용해하였다.

본 실험에서는 전자부품이 사용도중 발열할 수 있는 온도인 100°C에서 유지시간을 달리하여 시효시킨 후, 열처리 시간에 따른 미세조직 변화를 관찰하였다. 이와 같이 열처리된 시편은 SiC연마지로 #2000번까지 습식 연마하고 0.05 μm 알루미나에서 마무리 연마하였다. 조직 관찰을 위한 부식액은 5%HNO_3 + 2%H_2SO_4 + 알콜을 사용하여 상온에서 수초간 부식시킨 후 광학현미경(Olympus Co.,PMG-3)으로 시효시간에 따른 조직의 변화를 관찰하였다.

기판용 Cu는 폭 50 mm, 두께 6 mm와 4 mm, 길이 120 mm의 것으로, Cu판 표면의 산화스케일은 연삭을 통하여 제거하였으며, #2000까지 SiC로 연마한 후, Cu판의 표면 거칠기를 일정하게 하기 위해 SiC 연마지 #1000으로 동일한 거칠기를 형성시켰다. 전단강도 시험용 시료는 Cu판 세트를 준비하여, 중앙에 6 mm×50 mm×120 mm를 좌우에는 4 mm×50 mm×120 mm를 사용하여 시료용 세트를 제작하였다. Cu판의 세트는 모서리에 드릴로 구멍을 가공하고, 나사를 끼우면서 3개의 Cu판 사이의 간격을 일정하게 하기 위하여 와이어 가공으로 제작한 두께 0.5 mm의 와셔를 Cu판들 사이에 끼워 Cu판 세트를 만들었다. 제작된 세트의 산화피막은 $HCl:H_2O = 1:1$인 용액에 약 20분간 침지하여 에틸알코올에서 초음파 세척함으로서 제거하였다. 제조된 땜납은 240°C까지 가열된 욕조(metal pot)에 넣고 용융시켰으며, Cu판 세트는 RMA 용제((주)알파메탈 flux: 615-15)를 도포한 후 예열하였다. 이때 용융 땜납의 산화를 억제하기 위해 Ar을 10 *l*/min로 흘려주었으며, 예열 중에 Cu판 표면에 생성된 산화 스케일을 제거하기 위해 RMA 용제를 5 ml 정도를 흘려주었다. 욕조에 용융된 땜납이 약 280°C에 이르면, 욕조에 천천히 장입시켜 Cu판들 사이에 와셔의 두께만큼 땜납이 채워지게 하였다. 장입이 완료되면, 제작용 포트의 뚜껑을 닫고 약 1분간 같은 온도에서 진공을 유지하여 땜납 내부의 기포를 제거하였다. 제작된 세트의 냉각은 금형과 함께 물에 급랭시켜 실제 reflow 납땜이나, wave 납땜과 유사한 조건을 유지하기 위해 땜납과 Cu판과의 반응시간을 최대한 짧게 하였다. 실제 시험에서는 Cu판을 욕조에 침지 완료 후 약 1분 30초가 소요되었으며, 이때 1분은 진공을 유지한 시간이다. 땜납 내부에 열전대를 설치하여 온도변화를 측정한 결과 냉각이 시작된 후 약 30초면 완전히 응고함을 알 수 있으며, 공정온도 221°C보다 10°C정도 과냉된 210°C에서 공정반응이 일어남을 알 수 있다. 270~210°C사이의 용융 솔더의 냉각속도는 평균적으로 2.4°C/sec이며, Cu와 액상 솔더와 Cu사이에 전체 반응시간은 약 2분 정도이다. 건전한 시험편을 제작하기 위해서는 Cu표면에 용제가 균일하게 도포되어 Cu의 산화스케일을 완전히 제거되도록 해야된다. 또한 젖음이 좋게 하기 위해서는, 접합부 내에 기공이 생성되지 않도록 천천히 (욕조에 Cu 세트의 침지속도 ; 10 cm/분 정도) Cu 세트를 용융된 솔더에 침지

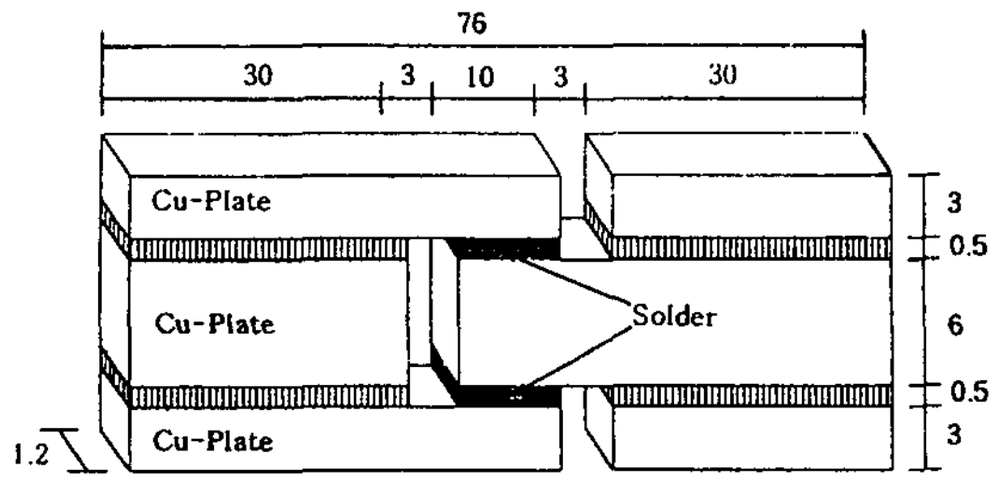

Fig. 1. Shape of modified double lap shear joint specimen to test the strength of solder joint.

시켜야 한다. 흔히 접합부내에 기공이 생길 수 있는데 첨가된 용제가 솔더에 의해 빠른 속도로 대체되지 못하고 잔류하면 기공이 생성된다. 이러한 기공은 입체현미경(독일, Zeiss사, model: Stemi SV11)으로 단면을 관찰할 때 붉은 색으로 관찰되었다.

전단시험 및 크리프 시험을 위한 시료는 제조한 Cu판과 땜납의 접합체를 자동 절단기로 열 영향이 가해지지 않도록 수랭하면서 서서히 두께 1.2 mm로 정밀절단하였다 (독일, Struers사, model: Extrom). 이렇게 제조된 시편을 다시 미세 다이아몬드 절단기(미국, Leco사, model:VC-50)로 절단하여 Fig. 1과 같은 시험편을 완성하여 시험하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 2a, -d는 Sn-3.5Ag합금의 미세조직을 관찰하기 위해 3% HNO_3 용액에서 부식시킨 후 광학 현미경으로 관찰한 것이다. Fig. 2a는 Sn-3.5Ag땜납의 주조상태의 조직으로 Sn수지상과 Ag-Sn의 공정상인 2상의 혼합조직이 나타났으며, 공정상은 층상조직을 나타냄을 알 수 있다. 여기서 공정상은 Ag_3Sn이며, Ag_3Sn의 응고상은 서냉 시 rod-like형태로 정출하기도 하지만[7] 본 실험의 경우에는 땜납이 급랭되었기 때문에 이와 같은 상이 관찰되지 않은 것으로 판단된다. Fig. 2c는 100°C에서 60일 동안 열처리한 경우로 판상의 Ag_3Sn 상은 조대화되고 구형화됨을 알 수 있다. 또한 열처리에 따른 미세한 석출상은 급랭에 의해 Sn기지에 과포화 상태로 존재하던 Ag원자가 Ag_3Sn으로 석출하였기 때문으로 판단된다. Fig. 2b, d는 Sn-3.1Ag-6.9Bi 땜납의 미세조직으로 (b)는 주조한 상태의 것을, (d)는 100°C에서 60일간 열처리한 미세조직 변화이다. 그림

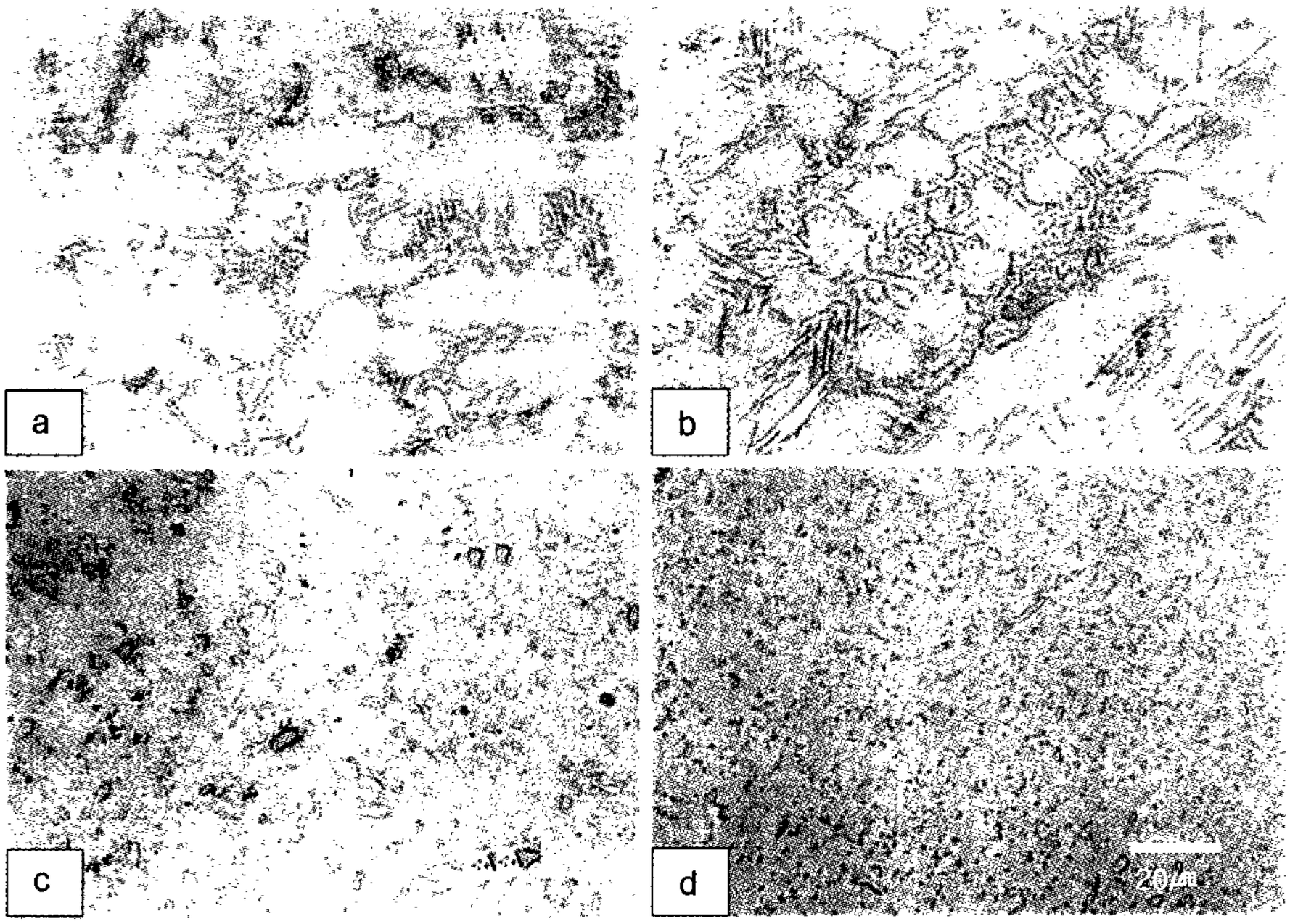

Fig. 2. Changes in microstructure of Sn-3.5Ag(a, c) and Sn-3.1Ag-6.9Bi alloy with aging time. The specimens were heat treated at 100°C for 0day(a, b) and 60days(c, d).

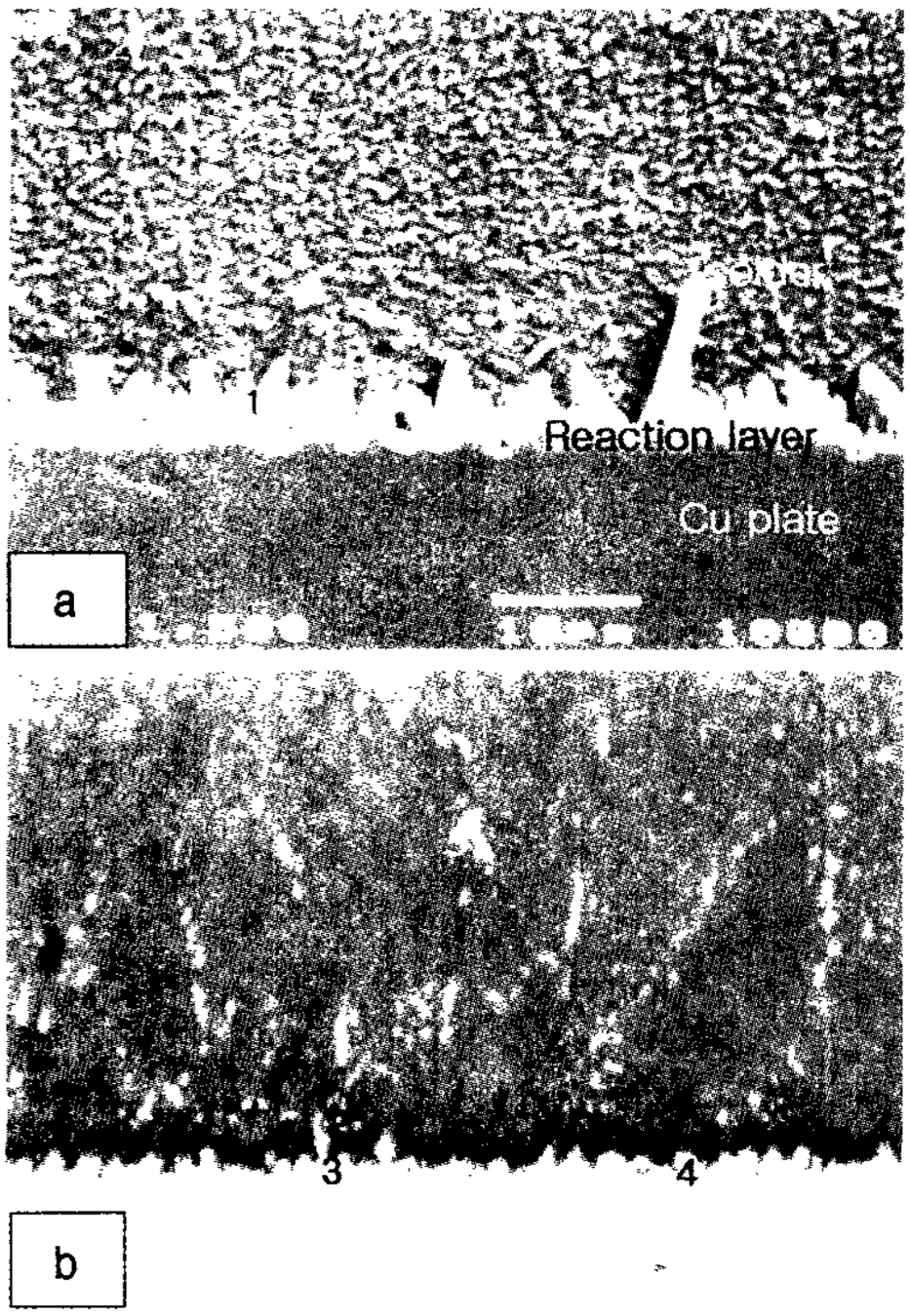

Fig. 3. SEM micrograph of Sn-3.5Ag/Cu (a) and Sn-3.1Ag-6.9Bi/Cu interface(b).

에서 Sn 수지상 사이에는 층상의 공정 상이 미세하게 분포되어 있으며, Sn-3.5Ag보다 공정 상이 균일하게 분포하고 있음을 알 수 있다. Bi는 상온에서 Sn에 약 4.5%정도가 고용되기 때문에 나머지가 정출될 것으로 판단되었으나, 땜납이 급랭되어 과포화 되었기 때문에 나타나지 않았다. 열처리에 따른 미세조직은 공정 상이 사라지며, Ag_3Sn상의 숫자가 줄어들면서 조대화 됨을 알 수 있는데, 이는 주조상태에서 급랭에 의해 Sn 기지 상에 과포화 되어있던 Ag가 시효에 의해 평형상이 되면서 빠져나와 Ag_3Sn상을 석출한 것으로 판단된다.

Table 1. EDS composition of Fig. 3

Point	Chemical composition(at%)			
	Cu	Sn	Ag	Bi
1	49.42	49.45	0.69	0.44
2	17.53	35.39	48.65	-
3	49.42	49.45	0.69	0.44
4	41.44	52.08	5.98	0.55
5	15.97	34.71	49.32	-

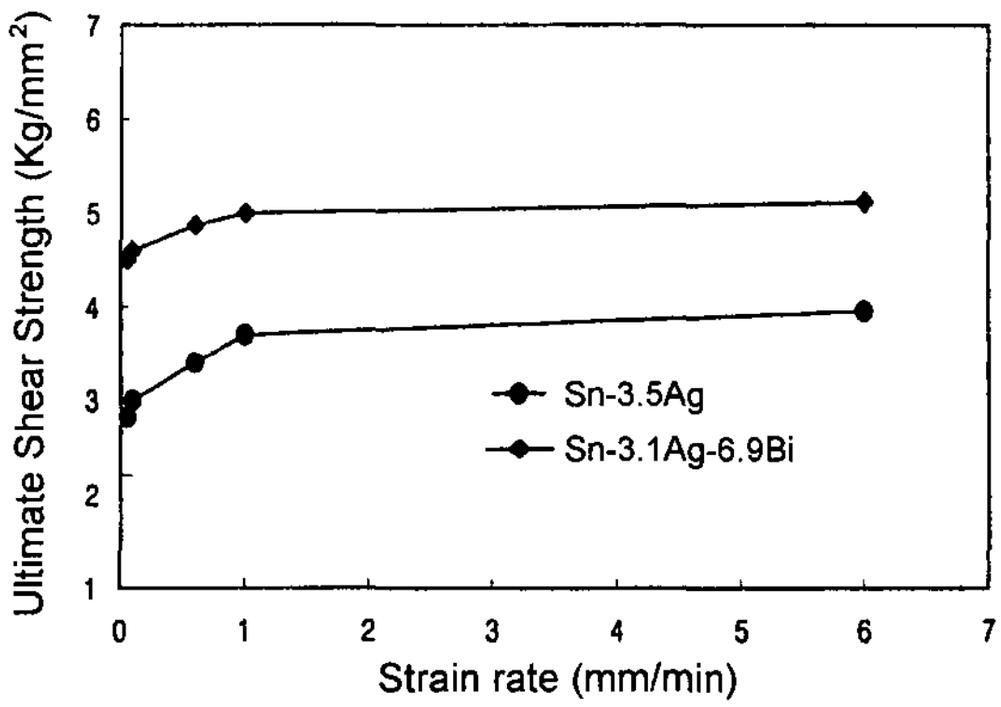

Fig. 4. Shear strength of solder/Cu joint at various strain rate.

Fig. 3a와 표 1은 Cu판에 Sn-3.5Ag땜납을 250°C에서 1분간 납땜 한 계면조직으로 SEM사진과 EDS분석 결과이다. 납땜 직후에 작은 기둥형태의 반응생성물이 성장하여 균일하게 분포하고 있음을 알 수 있으며 계면반응층이 땜납 쪽으로 성장하는 이유는 Cu_6Sn_5상이 Cu판과 땜납의 접합부사이에 생성 될 때 Cu가 Sn보다 더 빠르게 반응하여 땜납 쪽으로 침입형 확산을 하면서 들어가기 때문에 성장 방향이 땜납 쪽으로 향하는 것이다[8]. Cu판과 접합한 땜납부위에 존재하는 석출상은 Ag_3Sn상과 Ag-Sn-Cu상임을 알 수 있다. Fig. 3b는 Sn-3.1Ag-6.9Bi조성의 땜납과 Cu판과의 계면반응을 관찰한 것으로 계면에는 Sn과 Cu의 금속간 화합물인 η상(Cu_6Sn_5)이 형성되어 있음을 알 수 있다. 이는 Cu-Bi, Sn-Bi의 2원계 상태도에서 알 수 있듯이 Bi는 Cu나 Sn과 화합물을 형성하지 않고, 또한 Cu에 고용도가 거의 없기 때문에 초기에 Sn과 Bi는 공존하다가 Sn은 Cu와 반응하여 화합물을 형성하고 그 부분은 Sn이 고갈되고 Bi만이 남게 된다. 이렇게 형성된 Bi함량이 많은 상은 Sn와 Cu의 반응을 억제하는 역할을 하였을 것으로 생각된다.

Fig. 4는 Fig. 1과 같이 제조된 땜납과 기판 접합부의 변형률에 따른 전단강도를 측정한 결과이다. Joint 시편의 인장시험에 의한 응력이 전단변형에 의한 것임을 알아보기 위해 시편의 gage length부분에 grid를 만든 다음 변형후 grid를 관찰한 결과 gage length 부분의 땜납 전체에 걸쳐 균일한 변형이 일어나는 것으로 보아 본 실험의 인장시험은 전단응력에 의한 것임을 확인할 수 있었다. 그림에서 조성에 관계없이 변형률의 증가에 따라 전단강도가 상승함을 알 수 있으며, 이는 변형률의 증가가 땜납과 기판간의 변형에 따른

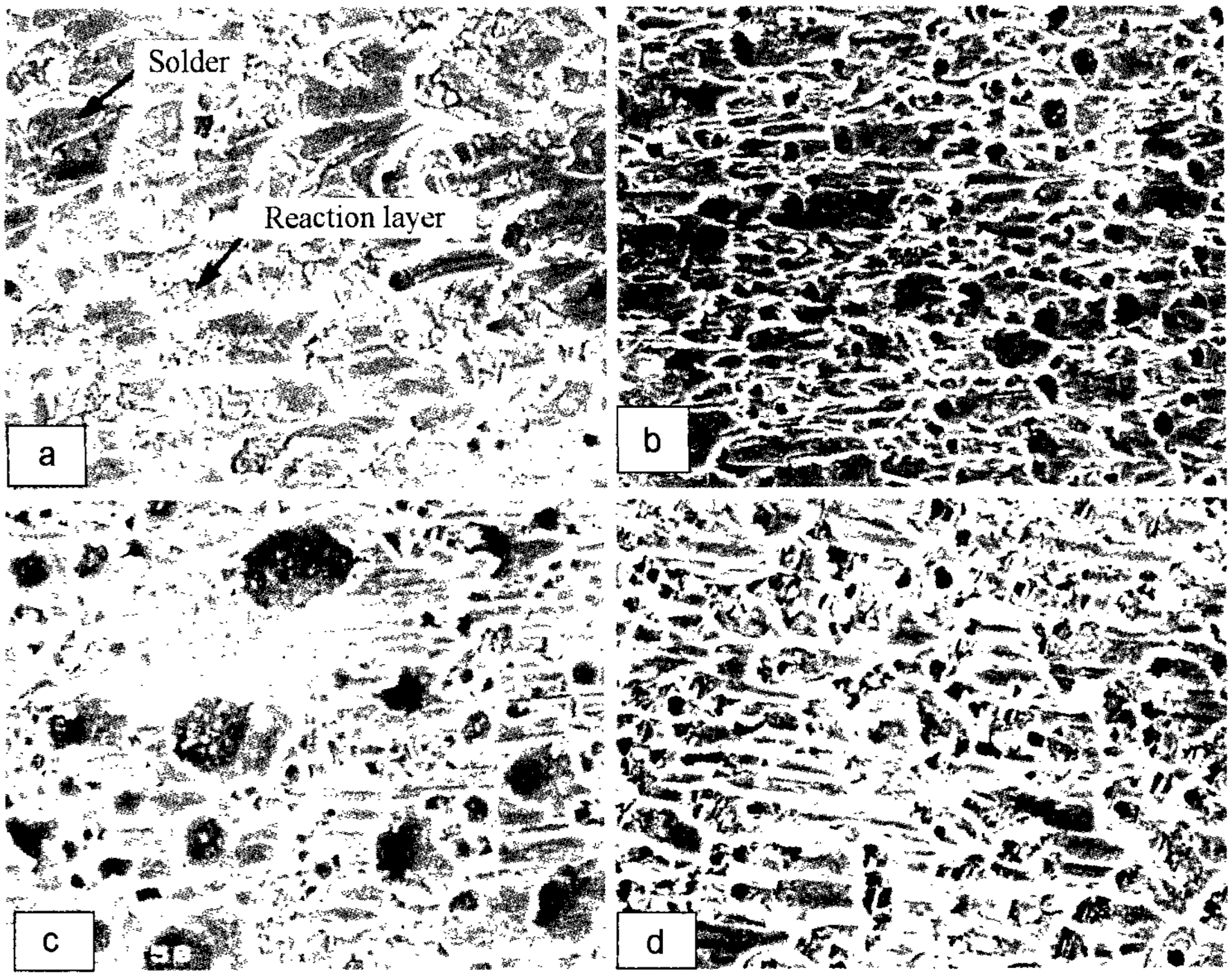

Fig. 5. Fractographs of solder/Cu joint after shear test. Sn-3.5Ag/Cu(a, b) and Sn-3.1Ag-6.9Bi/Cu(c, d).

가공경화 효과를 증진시켰기 때문으로 판단된다. 합금 조성에 따른 전단강도는 본 연구에서 사용한 시편의 조성이 Sn-3.5Ag에 비해 약 40%의 전단강도를 향상 시킨 것으로 나타났는데, 이는 첨가된 Bi가 Fig. 2b에서와 같이 땜납에 미세한 석출상을 형성하여 소성변형에 대한 저항성을 증가 시켰기 때문이며, 또한 Fig. 3b에서와 같이 Bi첨가에 따른 계면 반응층 생성 감소와도 연관이 있는 것으로 판단된다.

Fig. 5는 전단강도 측정 후 조성에 따른 파단면을 관찰한 것으로 a와 c는 Cu판 쪽의 파단면을 b와 d는 땜납 쪽의 파단면이다. 그림에 나타난 바와 같이 모든 파괴는 반응층과 땜납 부근에서 발생하였음을 알 수 있으며, 땜납 쪽의 경우에 소성변형의 간격이 더 작음을 알 수 있다. 조성에 따른 파괴는 Sn-3.5Ag의 경우가(Fig. 5a) Bi를 첨가한 경우보다 연성파괴의 거동이 뚜렷이 나타나는데, 이는 전단변형에 따른 파괴가 대부분 땜납 쪽에서 이루어 졌음을 알 수 있게 해준다. Bi가 첨가된 경우에는 땜납 쪽의 파단면이 Bi가 첨가되지 않은 경우보다 연성파괴의 거동이 작음을 알 수 있으며, 이는 계면반응층이 땜납의 파괴에 영향을 미쳤음을 시사한

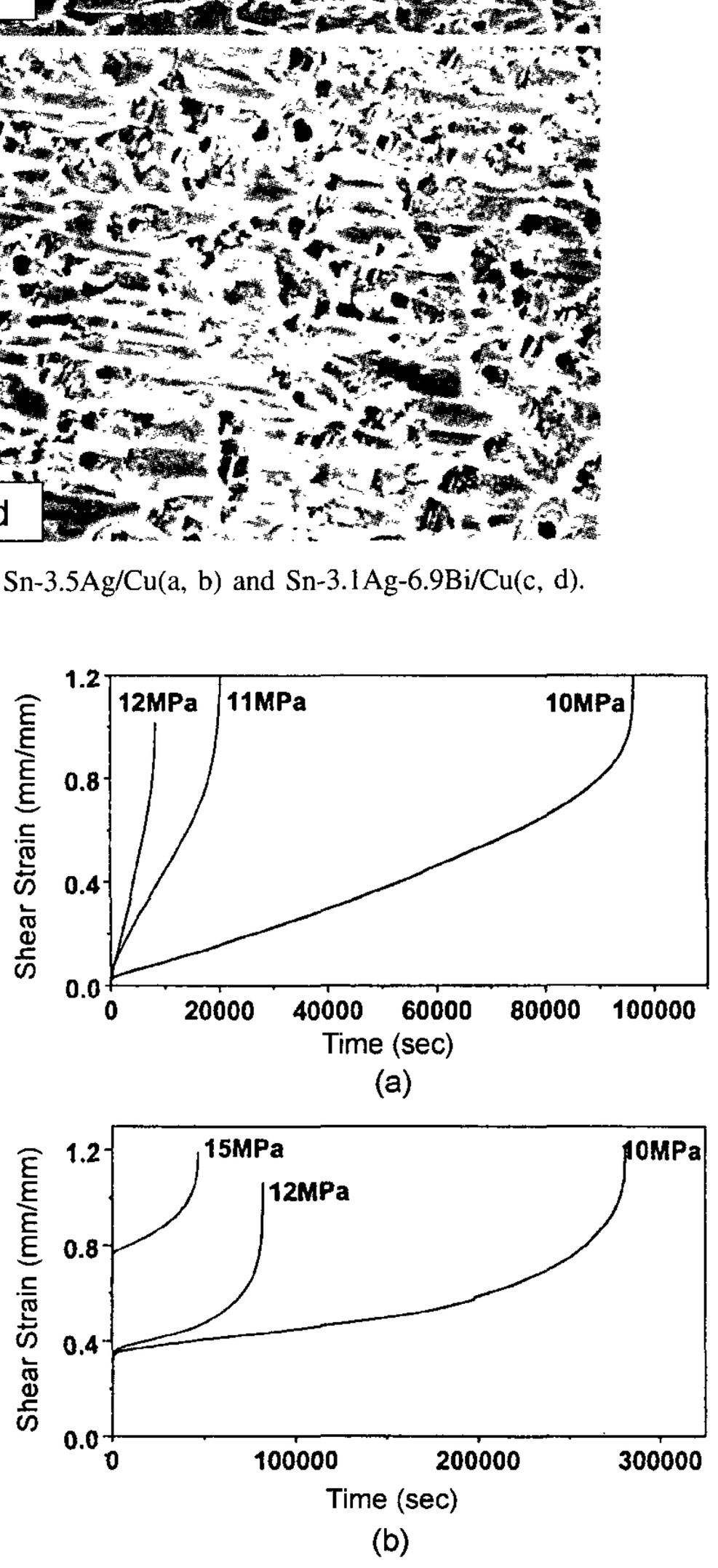

Fig. 6. Typical creep curves of Sn-3.5Ag(a) and Sn-3.1Ag-6.9Bi(b) solder/Cu joint.

다. 이와 같이 Bi가 첨가된 경우에는 땜납의 미세조직 및 계면반응층이 Sn-3.5Ag 경우와는 다르기 때문에 전단강도의 증가는 반응층의 물성 및 미세조직에 의한 강도상승이 주요하게 작용하고 있음을 알 수 있었다.

Fig. 6은 100°C에서 하중을 달리하여 실험한 합금조성별 크리프 강도를 나타낸 것이다. 크리프 시험은 각 합금에 대하여 여러 온도와 다양한 하중에서 시험을 행하여 크리프 변형기구도표(creep map)를 그려야 하지만, 본 시험에서는 단지 합금별로 상대적인 비교시험을 하였다. 그림에서 Nomal 크리프 곡선에 응력을 가한 후 나타나는 순간적인(instantaneous)변형은 적게 측정되었으며, 솔더내부의 응력분포는 Ju의[9] 유한요소에서 나타난 바와 같이 땜납과 계면반응층 접합부에 집중되어, 균열이 시작되면, 하중을 지탱하는 단면적이 감소하여 크리프 곡선이 급격히 변화하는 3차 크리프의 양상이 나타났다. 일반적으로 Sn-3.5Ag합금은 Sn-Pb계 합금보다 크리프 특성이 우수한 것으로 알려져 있으며, 이는 Suganuma에 의하면, 땜납 내부의 Ag_3Sn의 분산효과와 결정립내에 Ag_3Sn에 둘러싸인 미세한 아경계가 있기 때문이라고 하였다[10]. 따라서 그림에서 Bi가 첨가된 경우인 Fig. 6b의 경우가 하중 10 MPa에서 Sn-Ag계 땜납보다 약 3배의 크리프특성

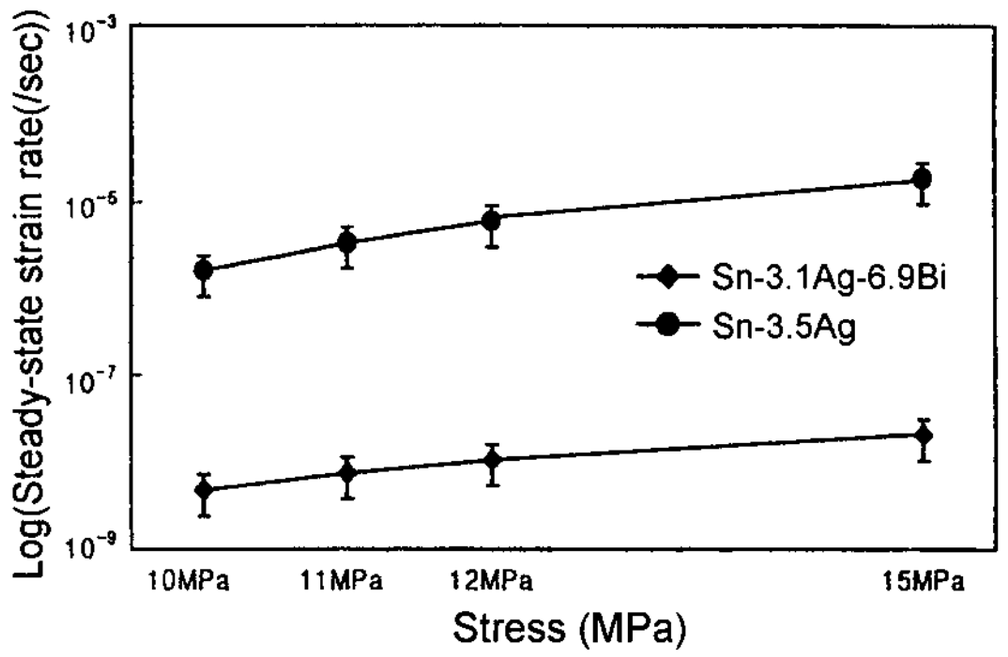

Fig. 7. Steady state strain rate with varying applied shear stress at 100°C.

개선이 나타난 이유는 이와 같은 요인 및 Bi첨가로 정상상태에서의 기울기가 작아 전단변형 속도가 낮기 때문임을 알 수 있다.

Fig. 7은 전단응력(τ)에 대한 정상상태(steady state) 변형률의 변화를 나타낸 것이다. 각 조성에서 응력변화에 따른 응력지수가 거의 일정한 3.5~3.8의 값을 나타내고 있다. 일반적으로 이러한 범위의 응력지수 값을 갖는 크리프 거동은 전위의 활주에 의한 크리프 변형을 나타낸다. Morris[11]등의 연구결과에 의하면 Sn-Bi계 땜납 접합부의 크리프 시험 활성화 에너지를 구해

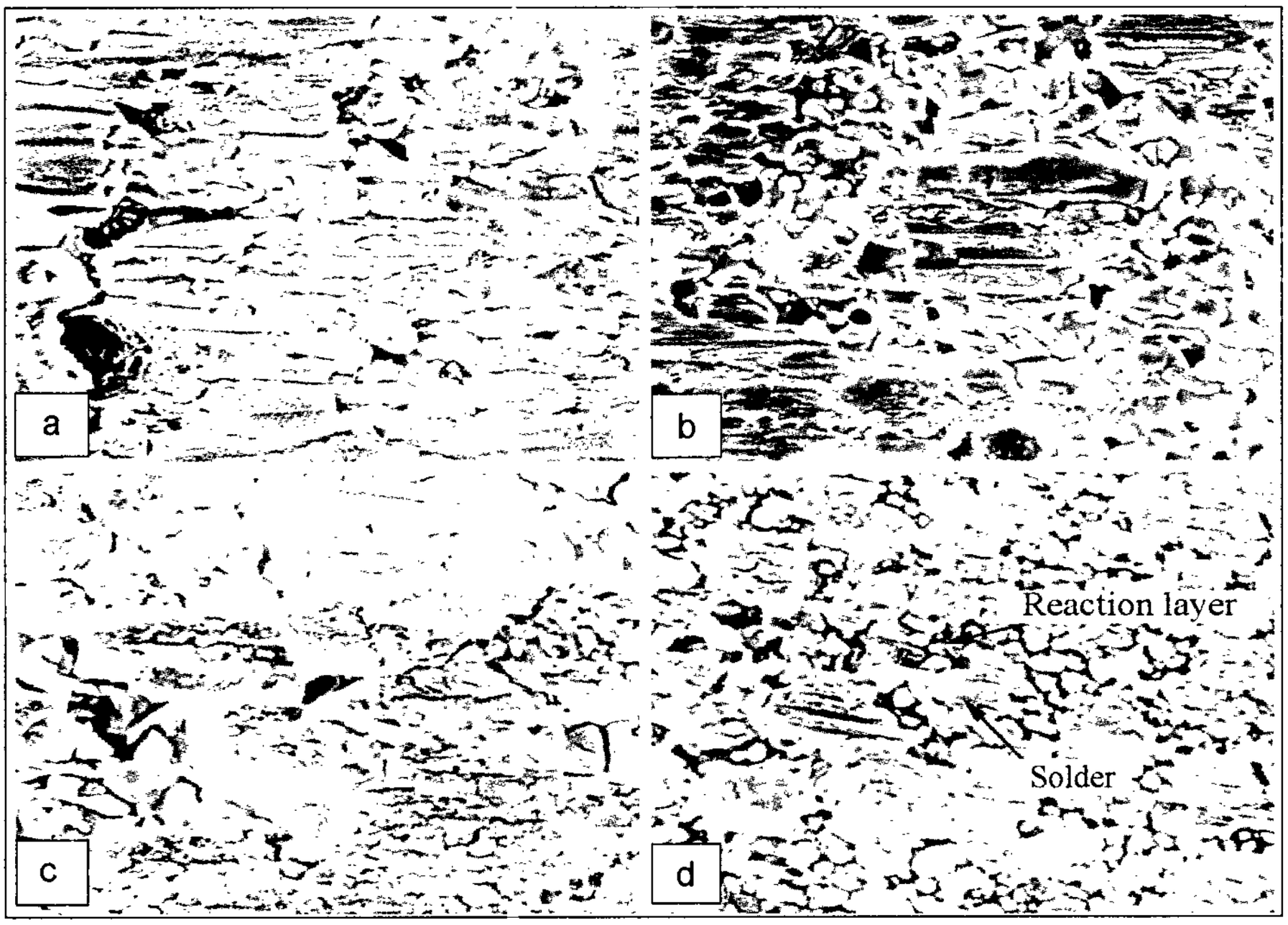

Fig. 8. Fractograph of solder/Cu joint after creep test. As soldered(a, b) and after aging at 100°C for 30days(c, d).

본 결과 Bi의 크리프 활성화 에너지와 유사하여 크리프 변형은 취성인 Bi상에 의해 지배된다고 하였는데, 본 연구에서 활성화 에너지는 구하지 못하였지만 기지내의 석출상이 취성이므로 이러한 상을 통하여 파괴가 일어날 것으로 판단된다. 또한 크리프의 변형이 Bi에 의해 진행되기 때문에 Fig. 6에서와 같이 1차크리프 변형이 적게 나타나고, 바로 2차크리프가 진행되는 inverse primary 크리프 변형이 진행된 것으로 판단된다[2]. 그림에서 정상상태에서의 변형속도는 Sn-3.1Ag-6.9Bi가 Sn-3.5Ag보다 느리게 나타나 주어진 조건에서 크리프에 대한 저항성이 더 큼을 알 수 있다. 상기의 결과에서 무연 땜납의 우수한 크리프 저항성은 크리프 변형기구 분석결과처럼 Sn기지내의 Bi에 의한 고용강화 효과로 전위의 미끄러짐(dislocation glide)의 속도를 낮추어 전체 크리프 변형속도를 감소시켰기 때문이다.

Fig. 8은 Sn-3.5Ag(a, c)와 Sn-3.1Ag-6.9Bi합금(b, d)을 Cu기판에 Fig. 1과 같이 접합체를 형성시킨 후 열처리하지 않은 경우와(a, b), 100°C에서 30일간 열처리하여 크리프 시험한 파단면을 나타낸 것이다. 그림에서 열처리하지 않은 경우에는 전반적으로 땜납 쪽에서의 파괴가 진행되고 있으며, 소성변형의 흔적이 나타남을 알 수 있다. 열처리전 조성에 따른 파괴거동은 Fig. 8a에 나타난 바와 같이 Sn-3.5Ag의 경우에 변형의 흔적이 심함을 알 수 있고, 이로 인하여 Fig. 6a에서와 같이 2단계 크리프가 용이하게 진행되었음을 알 수 있다. Bi가 첨가된 경우에는 파단면에 반응층의 흔적이 나타났으며, 반응층의 조성이 주로 Cu_6Sn_5임을 고려하면, 강도가 높은 반응층에서의 파괴로 인하여 크리프 수명이 증가함을 알 수 있다. 물론 파괴가 계면에서 진행될 경우 땜납과 계면반응층 성장에 따른 응력으로 인하여 균열이 생성되면, 강도가 저하될 것으로 판단되지만 본 연구의 조성에서는 Fig. 3에서와 같이 반응층의 계면에 균열의 흔적이 나타나지 않아서 반응층이 크리프 강도를 개선시킨 것으로 판단된다. Fig. 8c와 d는 100°C에서 30일간 열처리 한 후 크리프 시험한 경우로 조성에 관계없이 파괴는 계면 반응층에서 진행되었음을 알 수 있으며, 이와 같은 이유는 시험온도가 고온이고 변형률이 크지 않더라도 시효에 의해 계면층 성장으로 계면에 결함이 존재하고, 반응층의 조대화로 땜납과 반응층간의 접합력이 약화되었기 때문으로 판단된다.

4. 결 론

Sn-Ag땜납에 Bi를 첨가하여 무연 땜납을 제조한 후 Cu판과의 계면 반응 및 기계적 특성을 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) Sn-3.5Ag땜납에 Bi가 첨가되면, 시효에 따른 Ag3Sn상의 조대화를 억제하였다.

2) 전단시험에 따른 땜납 Cu판의 파괴는 Sn-3.5Ag 경우에는 땜납 쪽에서, Bi가 첨가된 경우에는 땜납과 반응층의 계면에서 진행되었다.

3) 크리프 시험에 따른 파괴는 전단 파괴와 유사하게 나타났으며, 전단파괴보다 소성변형의 흔적이 심하게 나타났다.

4) 100°C에서 30일간 유지한 경우 파괴는 모두 반응층과 땜납의 계면에서 진행되었다.

참고문헌

[1] J. London : Brazing and soldering, 10, Spr., (1986) 17.

[2] Section 1417, Amendment to the Safe Drinking Water Action 6-19-1986.

[3] P. T. Vianco and D. R. Frear : JOM, 45 (1993) 14.

[4] P. T. Vianco : Welding Journal, 3 (1997) 45.

[5] W. Tomlinson and A. Fullylove : J. Inst. Met. Sci. 27 (1992).

[6] D. M. Jarboe : Thermal Fatigue Evaluation of Solder Alloys, NTIS, U. S. Dept. of Commerce, (1980).

[7] M. E. Warwick and S. J. Muckett : Circuit World, 9 (1983) 5

[8] B. F. Dyson, T. R. Anthony and D. Turnbull : J. Appl Phys., 38 (1967) 3408.

[9] S. H. Ju, B. Sandor, and M. E. Plesha : J. of Testing and Evaluation, 24. Iss.6, (1996) 411

[10] K. Suganuma, Y. Nakamura : J. of the Japan Institute of Metals, 59, Iss.12, (1995) 1299

[11] J. L. Frear, Goldstein and J. W. Morris. Jr. : J. Electron. Mater., 23 (1994) 477.