

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

Ón-tűkristály képződés és növekedés vizsgálata ipari csatlakozó berendezésen

¹Radányi Ádám, ²Sycheva Anna, ¹Gácsi Zoltán

¹*Miskolci Egyetem, Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet, 3515, Miskolc-Egyetemváros*

²*Magyar Tudományos Akadémia – Miskolci Egyetem, Anyagtudományi Kutatócsoport, 3515, Miskolc-Egyetemváros*

dzsorden@gmail.com

ABSZTRAKT

Az elektronikai iparban komoly gondot jelent az ón-tűkristályok képződése, amik az ólommentes forrasanyagok és bevonatok felhasználása miatt keletkeznek. Kísérletünkben ónnal bevont ipari csatlakozófelületeken vizsgáltuk meg a tűkristály képződés folyamatát. A felületeken csatlakoztatás során mechanikai feszültség lép fel, ezért lenyomatok képződtek, amiket pásztázó elektronmikroszkópia (SEM) segítségével elemeztünk. Megvizsgáltuk, a csatlakozókon különböző terhelési idők (0,5-30 nap) esetén a lenyomatokon és azok környezetében képződött tűkristályok mennyiségét valamint hosszúságát, majd ezekből az adatokból következtettünk a tűkristály képződési illetve növekedési sebességére.

BEVEZETÉS

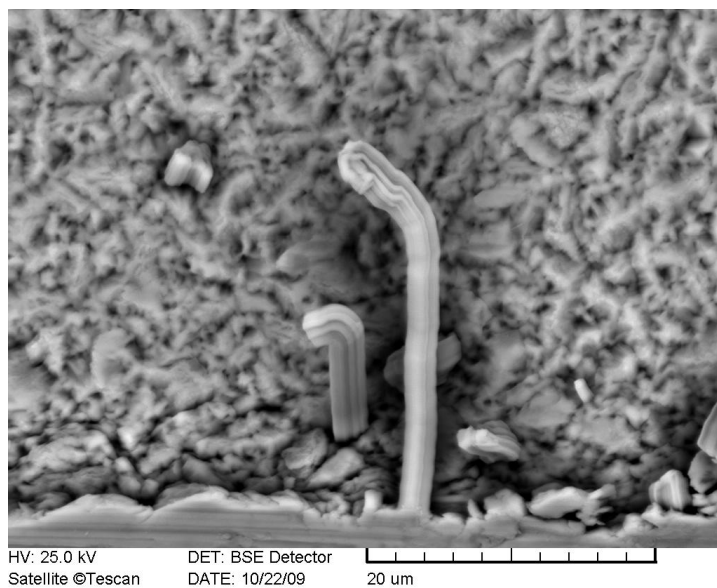
Az elmúlt évtizedekben az elektronikai ipari termelés nagymértékben megnőtt, ezen felül pedig az iparág termékei igen gyorsan elavultak a dinamikus technológiai fejlődés miatt. Ezen tényezők hatására világszerte megnőtt az elektronikus eredetű hulladék kibocsátás. Komoly feladat ennek a folyamatnak a környezetre és az emberi egészségre gyakorolt hatását minimalizálni, nagyon fontos például megelőzni, hogy a talajvízbe káros anyag kerüljön. A fent ismertetett jelenséget a világ minden részén igyekeznek szabályozni. A legszigorúbb előírásokat az Európai Unió, illetve Japán vezette be. Magyarország EU-s tagállam, ezért ránk nézve is kötelező érvényű két fontos Uniós Irányelv:

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

- WEEE Direktíva [1,2] és az
- RoHS Direktíva [2-4].

A két irányelv alkalmazásával a környezetbe (esetleg talajvízbe) kerülő káros és mérgező anyagok mennyiségét minimálisra lehet csökkenteni. Amiatt, hogy a fenti előírások teljesíthetőek legyenek a forrasztásban és bevonatolásban használt új ötvözetek nagyon magas óntartalmúak, aminek következtében túkristály képződés is előfordulhat (5-20 % ólomtartalmú forrasztó/bevonatoló ötvözet még túkristálymentesnek tekinthető) [5].

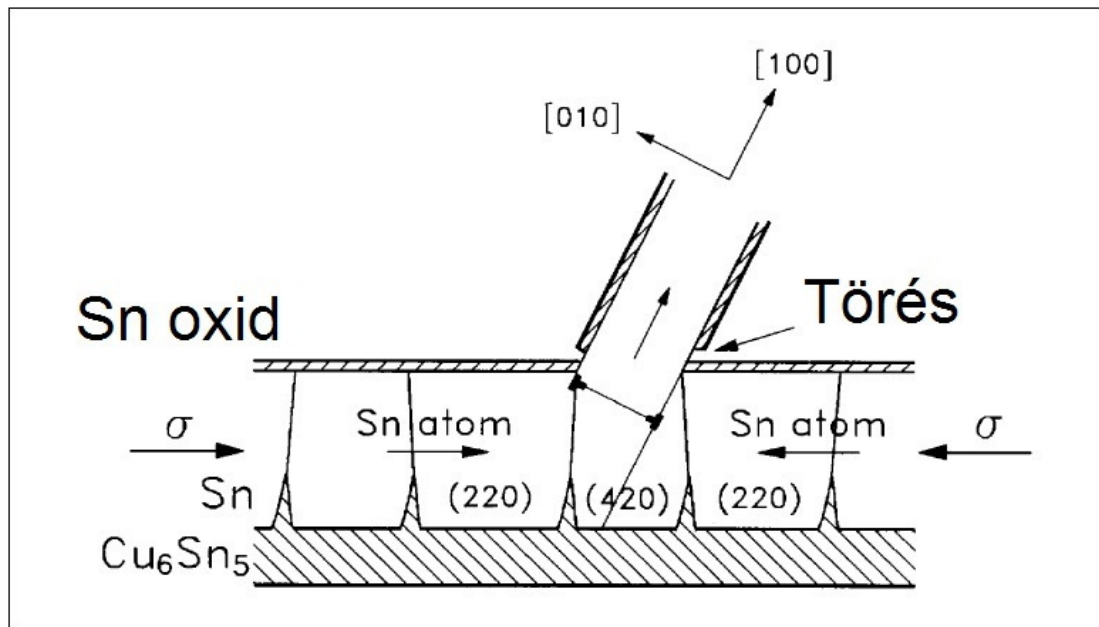
A legnagyobb mennyiségben használt elem az új forrasztási és bevonatolási technológiáknál az ón [6], ezért a kísérleteinket iparból származó, ónnal bevont réz csatlakozófelületeken végeztük el. Célunk volt megvizsgálni azt, hogy ezen az alkatrészen használati körülmények között milyen gyakori az ón-túkristály képződése és milyen hosszúak a keletkezett túkristályok. Ebből a két adatból lehetőségünk volt a túkristályok képződési és növekedési sebességét is meghatározni a csatlakoztatási idő függvényében. A kísérletek iparban gyártott csatlakozókon történtek, valamint a kiválasztás véletlenszerűen történt így az ón-bevonatok anyagszerkezete nem tökéletesen homogén.



1. *ábra* Pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) felvétel a csatlakozó felületen képződött ón-túkristályról

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

Az ón-tűkristály definíció szerint a felületi rétegből induló egyszerű kristályos kitüremkedés, az átmérője általában 1-10 mikrométer között van. A hosszúsága a milliméteres nagyságrendet is elérheti, emiatt a csökkenő méretű elektronikai alkatrészekben rövidzárlat keletkezhet. Legtöbbször görbe, egyenes és csomós alakban fordul elő, de találtak már vulkán és virág alakú tűkristályokat is. A fent felsorolt alakok közül a legveszélyesebb az egyenes és egyben hosszú tűkristály. Az 1. ábrán egy pásztázó elektronmikroszkóppal készült felvétel látható a kísérleteink során keletkezett ón-tűkristályok egy csoportjáról.



2. *ábra* A tűkristály képződés feltételezett mechanizmusa [7]

Az ón-tűkristály képződés pontos mechanizmusa még nem ismert. A szakirodalomban található egy elméleti lehetőség erre a folyamatra (2. ábra) [7,8]:

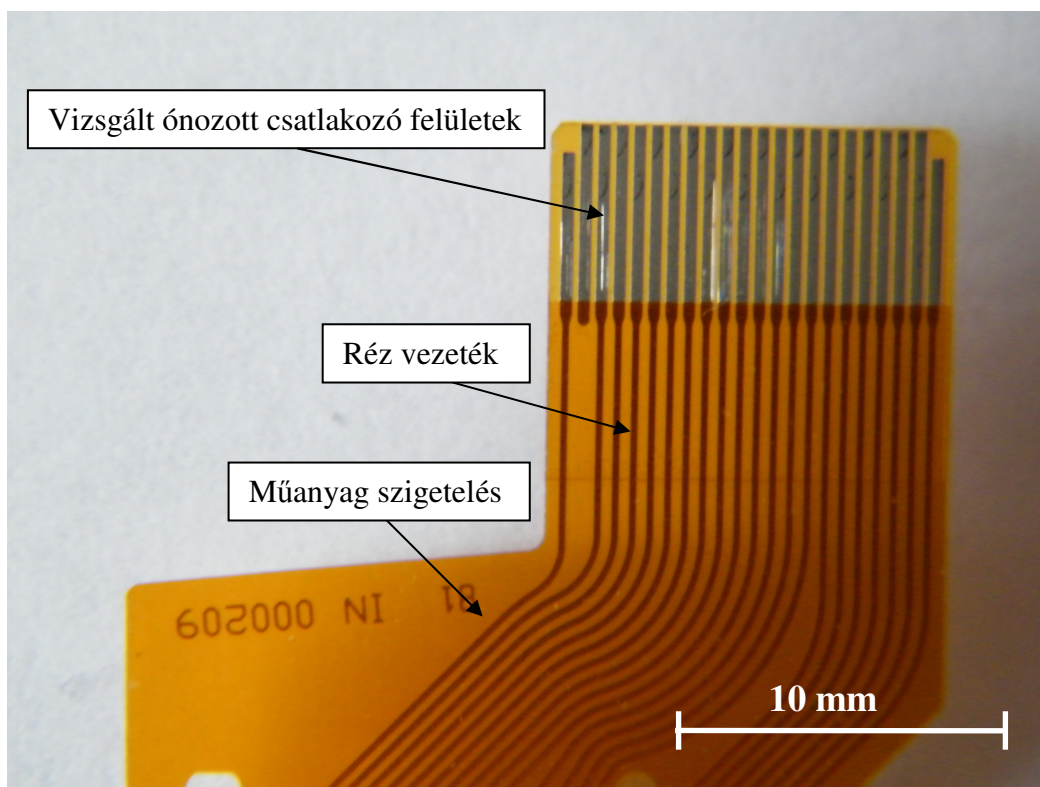
- A külső behatásra képződött nyomófeszültség befolyásolja a rézatomok diffúzióját az ón bevonatba, emiatt alakul ki a Cu_6Sn_5 réteg, amely sok helyen eléri az ón réteg felszínét is.
- Ilyen körülmények között az ón felületi oxidrétege sérülhet vagy el is szakadhat a szemcsék határai mentén.

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

- Megfigyelés szerint az ón-tűkristályok azokból a szemcsékből nőnek, amelyek a többi szemcséhez képest eltérő orientációjúak.
- Valamilyen alakváltozás szükséges, hogy a darabot érő nyomófeszültség levezetődjön, emiatt képződhetnek az ón-tűkristályok.

3. AZ ELVÉGZETT KÍSÉRLETEK BEMUTATÁSA

A vizsgált alkatrészünk egy LCD-Mátrix kijelző csatlakozó felülete volt (3. ábra), amin a korábbi tapasztalatok alapján ón-tűkristályok képződtek, ez sok esetben a berendezés meghibásodásához vezetett. A csatlakozó felületek lábai ~100 μm távolságra vannak egymástól, ezért az ennél hosszabbtűkristályok képződése már veszélyes. Kísérleti csatlakozónkon 20 láb van, és mindegyiken képződik lenyomat a terhelés során.



3. ábra A kijelző csatlakozója

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

A kísérleti darabokon a következő méréseket végeztünk el:

1. Megvizsgáltuk, hogy külső mechanikai feszültség hatására (Vickers keménységmérő segítségével gúla alakú lenyomatot hoztunk létre a csatlakozón) tapasztalható-e ón-tűkristály képződés. A terhelések 20 másodpercig tartottak, a terhelési erők 0,2; 0,3; 0,5; 0,8; valamint 1 kg voltak.
2. Csatlakoztattuk a berendezést, így üzemszerűen vizsgálhattuk meg a csatlakozó felületét. Csak a mechanikai feszültség esetleges hatását vizsgáltuk meg, elektromos feszültséget nem kapcsolunk rá, ugyanis a tűkristály képződésre és növekedésre gyakorolt hatása tapasztalataink szerint minimálisnak tekinthető. A terhelési idők a következők voltak: 0,5 nap; 1 nap; 5 nap; 10 nap; 15 nap; 21 nap; 25 nap; 30 nap. A megvizsgált nyom alakja minden esetben egy sáv volt ami a végén kiszélesedik. A mechanikai terhelés nagysága nem volt szabályozott, hanem értéke annyi volt, amennyi az üzem közben éri a csatlakozót. A csatlakozó felületek megvizsgálása a terhelés megszüntetése után 5 nappal történt, hogy a maradó feszültség a felületen minimálisra csökkenjen.

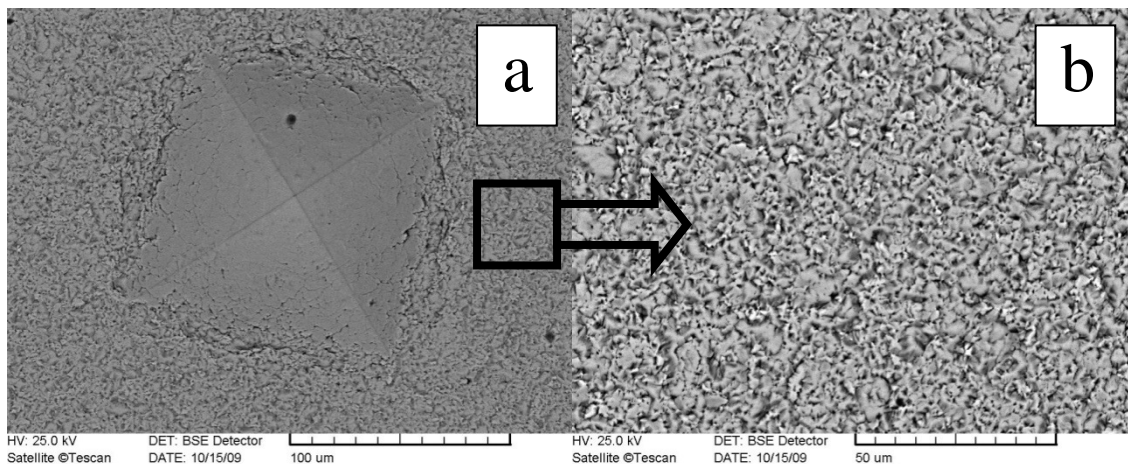
A képződött tűkristályokról pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) felvételeket készítettünk, amiket kielemeztünk, és meghatároztuk a képződött tűkristályok darabszámát, és átlagos hosszúságukat. Ezeken kívül megvizsgáltuk az ón szemcseméret hatását a tűkristály képződésére és növekedésére is.

KÍSÉRLETI EREDMÉNYEK

Mechanikai feszültség hatásának vizsgálata Vickers keménységmérővel

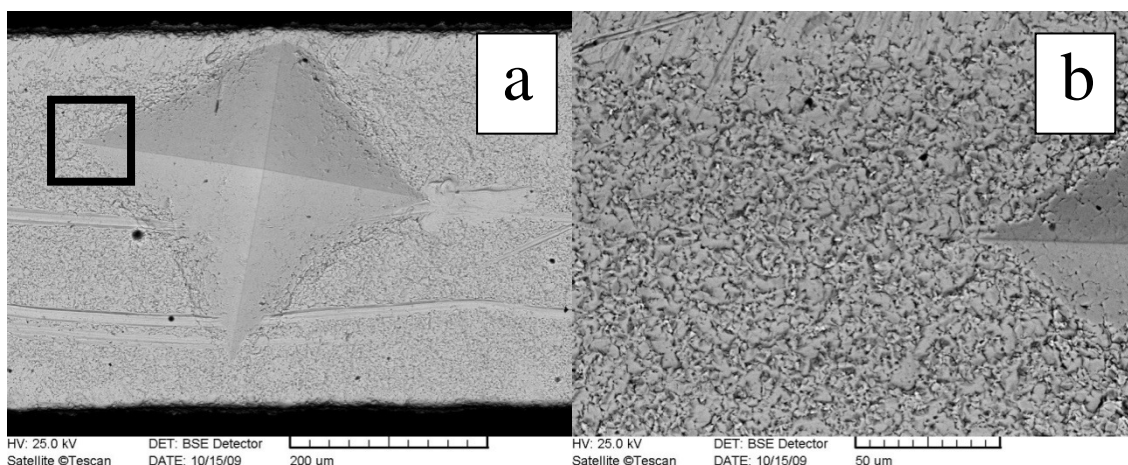
Az első vizsgálatban Vickers keménységmérővel mechanikai feszültséget hoztunk létre a csatlakozó felületen, és megvizsgáltuk van-e tűkristály képződés. Az elkészült lenyomatokról SEM felvételeket készítettünk, amelyek a 4. és az 5. ábrán láthatóak.

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41



4. ábra Pásztázó elektronmikroszkóp felvételek a darabról 0,2 kg terhelés esetén:

a) lenyomat, b) csatlakozó felülete



5. ábra Pásztázó elektronmikroszkóp felvételek a darabról 1 kg terhelés esetén:

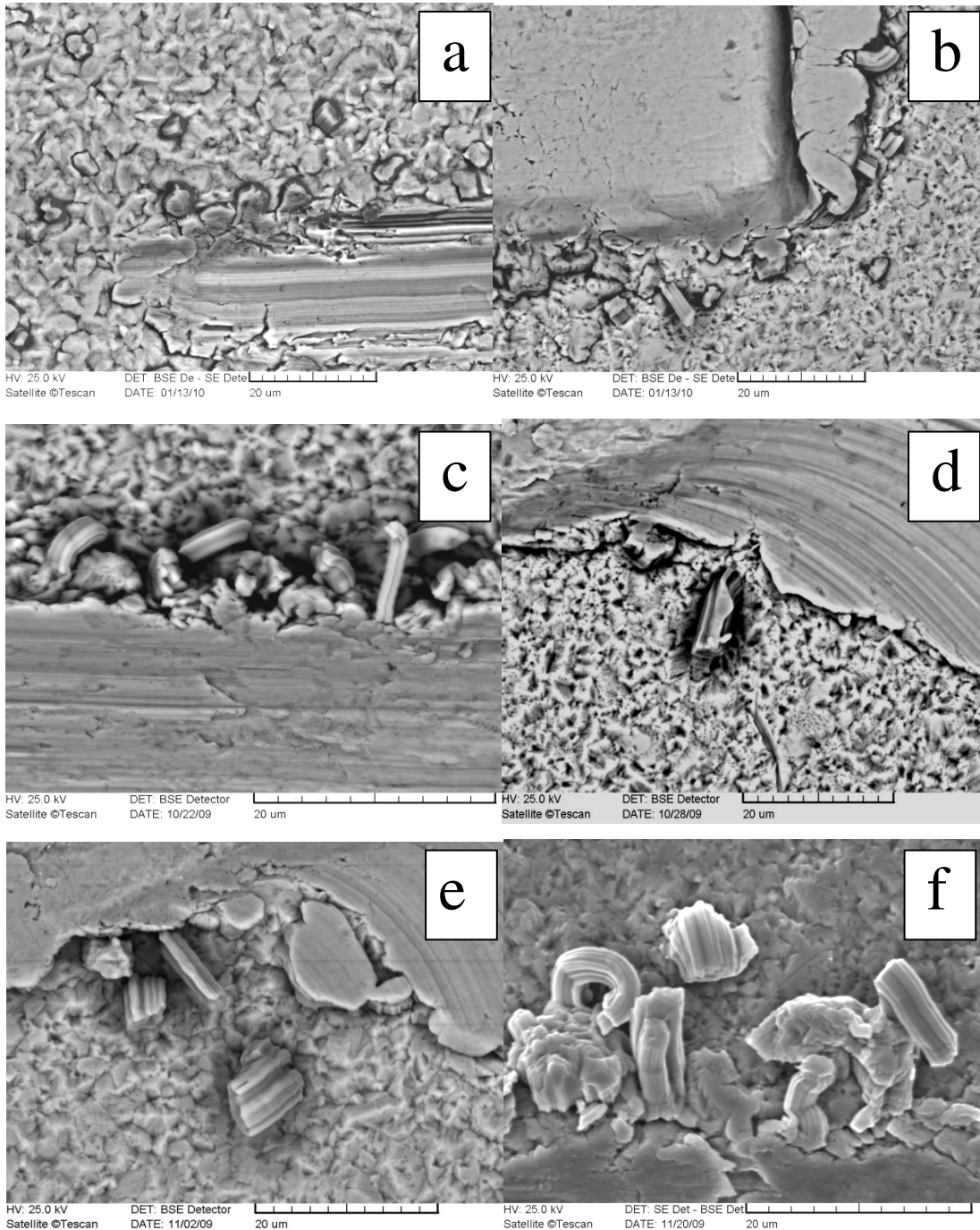
a) lenyomat, b) lenyomat részlete és a csatlakozó felülete

A fenti felvételek alapján megállapíthatjuk, hogy egyszeri és rövid (20 mp) terhelés után a darabot több napig szobahőmérsékleten tárolva ón-tűkristály nem keletkezik. Ebből az is következik, hogy kísérletünk végrehajtásához hosszabb ideig tartó mechanikai terhelés szükséges.

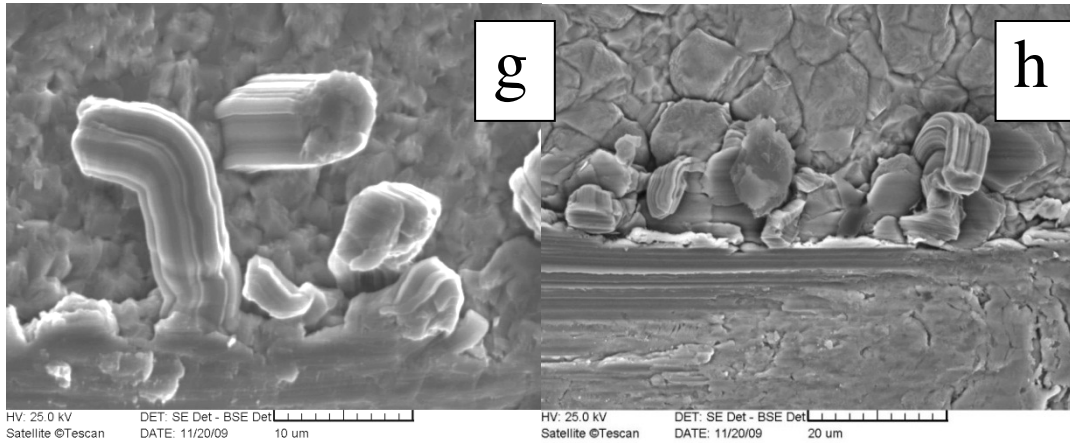
A csatlakozó felületek üzemszerű vizsgálata

A következő kísérletsorozatban úgynevezett 'in situ' vizsgálatot végeztünk, tehát összecsatlakoztattuk a csatlakozókat, és szétcsatlakoztatás után 5 nap múlva (hogy a darabon

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41



Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41



6. ábra Őn-tűkristályok, 0,5 nap (a), 1 nap (b), 5 nap (c), 10 nap (d), 15 nap (e), 21 nap (f), 25 nap (g), és 30 nap (h) csatlakoztatás (mechanikai terhelés) után

a maradó mechanikai feszültség minimálisra csökkenjen) megvizsgáltuk a mintadarabon keletkező lenyomatokat és azoknak a környékét. Az elkészített felvételekből 1-1 darab látható a 6.ábrán. Az ábrán látható tűkristályok alakja különböző, megfigyelhetőek egyenes illetve görbült tűkristályok egyaránt, valamint nagy számban találhatóak tűkristály csírák is a felvételeken. A képződött tűkristályok darabszámát és hosszúságát a felvételek segítségével határoztuk meg, a hosszúságmérésnél elsőként egy csatlakozón található összes tűkristály átlagos hosszát, majd pedig a mért értékeket csökkenő sorrendbe rendezve kiszámoltuk a leghosszabb 30% tűkristálynak az átlagos hosszúságát, hogy minden lenyomaton meg tudjuk vizsgálni a potenciálisan veszélyes (leghosszabb) tűkristályokat.

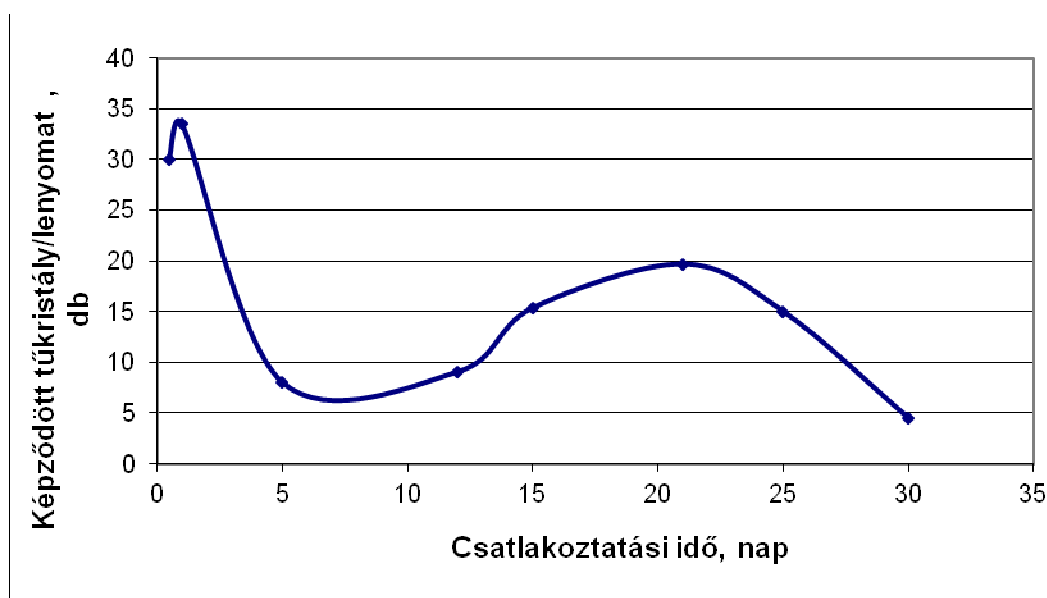
A kísérlet sorozatunk alapján a következő két megállapítást tehetjük:

1. Tűkristály általában a maradó alakváltozást elszenvedő tartomány határán képződik, ritkán az alakváltozott felületeken kívül is található.
2. Hiába dolgoztunk ugyanazokkal az alkatrészekkel a felületi anyagminőség igen eltérő volt. (A 6.h ábrán nagyobb méretű a szemcsenagyság mint a többi esetben).

A terhelési idő alatt a darabokon képződött tűkristályok darabszámát és hosszúságát diagramokon ábrázoltuk (7.-8. ábra). A fél- és az egy napig terhelt darabokon a többi próbadarabhoz képest több tűkristály csírá (2 mikrométernél rövidebb) figyeltünk meg, emiatt a görbe (7. ábra) első szakaszán a tűkristályok darabszáma magasabb. Megállapítottuk,

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

hogy lenyomatonként egy hónap alatt 20 darab tűkristály képződése valószínű, és a terhelés 20. napjától kezdve a tűkristályok átlagos hosszúsága már 10 mikrométer felett lesz, a leghosszabb 30 %-é pedig 15 mikrométer felett. A 20 db párhuzamos mérésből (mindegyik csatlakozó 20 lábbal rendelkezik) megállapítottuk azt, hogy az azonos körülmények között (terhelési idő, terhelő mechanikai feszültség nagysága, anyagszerkezet) vizsgált mérési értékek 15 %-os szóráson belül vannak.

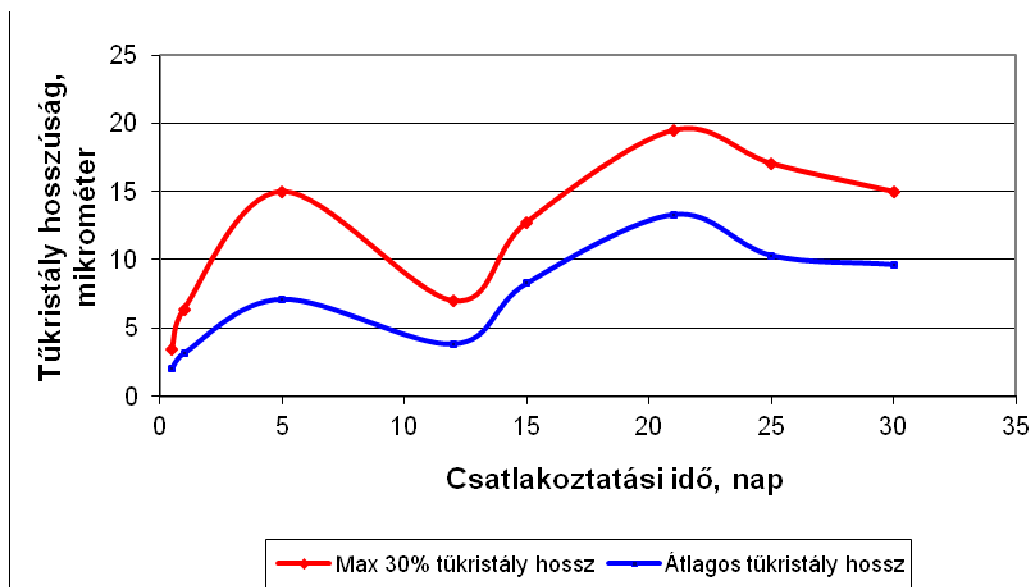


7. ábra Képződött tűkristály darabszáma a terhelési idő függvényében

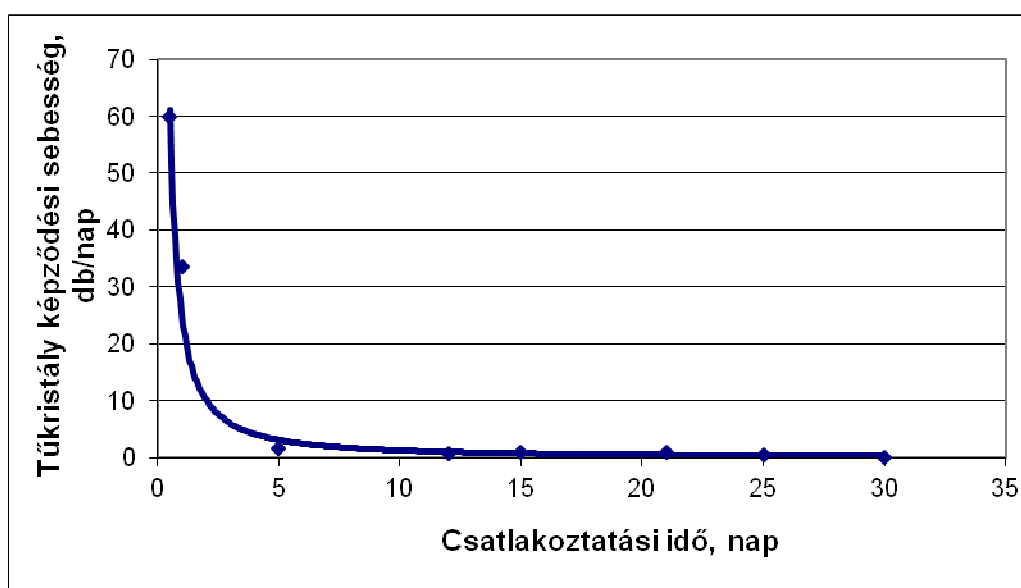
A 7. és 8. ábra alapján célszerű meghatározni a tűkristály képződési és növekedési sebességét, úgy, hogy a képződött tűkristályok darabszámát, valamint a hosszúságát elosztottuk a terhelés idejével. A darabokon 30 napig a maradó feszültség még befolyásolhatja a tűkristály képződés folyamatát. Az értékeket ábrázoltuk az idő függvényében és mindkét esetben a sebesség a folyamat elején nagy azután monoton csökken (9.-10. ábra). A képződési sebesség 60 db/napról 1 db/napra, az átlagos növekedési sebesség 4 mikrométer/napról, a leghosszabb 30 % növekedési sebessége pedig 7 mikrométer/napról esik vissza 0,5 mikrométer/napra. A képződési sebesség diagramjában a csökkenő tendencia az 5. naptól

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

kezdve, míg a növekedési sebesség diagramjában a 12. naptól kezdve megáll a csökkenő tendencia, utána szignifikáns változás a számolt értékekben nincs.

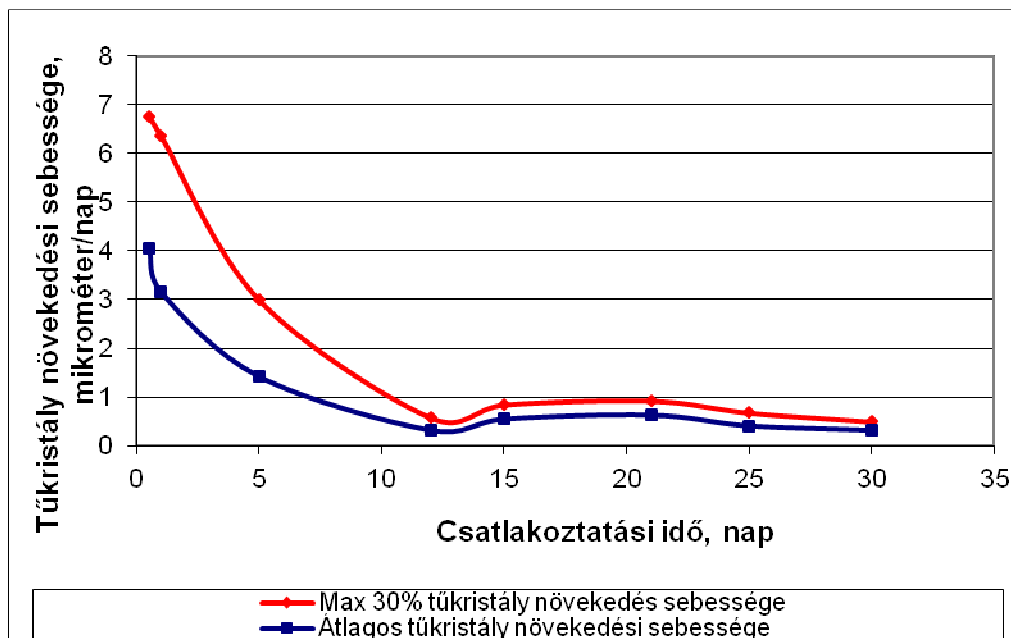


8. ábra A képződött tűkristályok hosszúsága a terhelési idő függvényében



9. ábra A tűkristály képződés sebessége a terhelési idő függvényében

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41



10. ábra A tűkristály növekedés sebessége a terhelési idő függvényében

A tűkristály képződésére és növekedésére a szemcseméret változása komoly hatással lehet [9], ezért erre vonatkozóan is méréseket végeztünk. A 30 napig terhelt csatlakozón képződött viszonylagosan a legkevesebb tűkristály, ezért ellenőrzésként ezen és a két legközelebbi esetben megmértük az átlagos szemcse nagyságot. A 21-25 és a 30 napig tartó csatlakoztatási esetekben a mérési eredmények a következők lettek:

- 21 nap: 3,5 mikrométer
- 25 nap: 3,0 mikrométer
- 30 nap: 10,5 mikrométer

A nagy eltérések abból adódnak, hogy a minta iparból származik, valamint a kiválasztás véletlenszerűen történt, hogy a felhasználás kockázatait pontosan modellezni tudjuk. A 30 napos esetben a 25 naposhoz képest a képződött tűkristályok száma a harmadára esik vissza, míg a 21 naposhoz képest pedig kb. a negyedére. Ennek a drasztikus csökkenésnek az lehet a magyarázata, hogy a 30 napos próbadarabunk felületén a szemcse nagyság a másik két mintánkéval körülbelül 3-szorosa, ami a szakirodalom szerint csökkenti a tűkristály képződés intenzitását [9].

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

Ezekon kívül vizsgáltuk még, hogy a mechanikai terhelés megszűnése után történik-e további túrkristály képződés vagy növekedés, ezért egy mechanikai feszültséggel 5 napig terhelt darabot 15 napig tároltunk szobahőmérsékleten feszültség nélkül majd újra megvizsgáltuk. Az tapasztalható, hogy terhelés megszűnése után 5 nappal további túrkristály képződés vagy növekedés nem történik.

ÖSSZEFOGLALÁS ÉS KÖVETKEZTETÉSEK

Munkánkban ipari csatlakozókon vizsgáltuk meg a túrkristály képződést és növekedést, ipari terhelési körülmények között, elsősorban a mechanikai feszültség és a terhelési idő hatását tanulmányozva. A kísérletek eredményeként megállapításaink a következők:

1. Egyszeri és rövid terhelés után (20 mp Vickers keménységmérővel) a darabot több napig szobahőmérsékleten tárolva ón-túrkristály nem keletkezett.
2. Túrkristályok legtöbbször a mechanikai feszültség miatt alakváltozott felület határán képződtek, ritkán az alakváltozott felületeken kívül is létrejöttek.
3. Az iparból származó alkatrészek felületi anyagminősége, ón-szemcsenagysága igen eltérő volt.
4. A túrkristály képződési és növekedési sebességét a terhelési idő függvényében ábrázolva drasztikusan csökkenő görbét kaptunk, tehát mind a képződés mind a növekedés a terhelés első napjaiban a legintenzívebb.
5. Az átlagos növekedési sebesség fél nap után 4 mikrométer/nap volt, 1 nap után pedig 3 mikrométer/nap. A 12. naptól a 30. napig a sebességek már csak minimálisan térnek el a 0,5 mikrométer/nap értéktől.
6. A vizsgált ipari csatlakozófelületen a használat során átlagosan 20 darab túrkristály képződése valószínű, és a terhelés 20. napjától kezdve a túrkristályok átlagos hosszúsága már 10 mikrométer felett lesz.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS:

Radányi Á, Sycheva A, Gácsi Z, *Anyagok Világa (Materials Word)* 10(3) (2012) 29-41

A kutatási munka „A felsőoktatás minőségének javítása kiválósági központok fejlesztésére alapozva a Miskolci Egyetem stratégiai kutatási területein” TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt keretein belül készült. A szerzők köszönetet mondanak, *Kovács Árpádnak* a SEM-felvételek elkészítéséért, valamint *Koncz-Horváth Dánielnek* a segítségéért.

FELHASZNÁLT IRODALOM

- [1] http://www.phoenixcontact.hu/news/478_14168.htm; Letöltés ideje: 2012.05.05.
- [2] http://ec.europa.eu/environment/waste/rohs_eee/index_en.htm; Letöltés ideje: 2012.05.05.
- [3] http://www.hu.sgs.com/hu/rohs_testing?serviceId=78603&lobId=52238; Letöltés ideje: 2012.03.27.
- [4] http://ec.europa.eu/environment/waste/rohs_eee/index_en.htm; Letöltés ideje: 2012.03.27.
- [5] *Kyung-Seob Kim, Jin-Hyeok Kim, Sung-Won Han*: The effect of postbake treatment on whisker growth under high temperature and humidity conditions on tin-plated Cu substrates; *Materials Letters* 62 (2008) p. 1867-1870.
- [6] *Sobiech, M., Welzel, U., Schuster, R., Mittemeijer, E. J., Hügel, W., Seekamp, A. & Müller, V.*: The Microstructure and State of Stress of Sn Thin Films after Post-Plating Annealing: An Explanation for the Suppression of Whisker Formation?; 2007 Electronic Components and Technology Conference.
- [7] *B.-Z. Lee and D. N. Lee*: Spontaneous growth mechanism of tin whiskers; *Acta Materialia*. 46 (1998) p. 3701-3714.
- [8] *G.T. Galyon*: A History of Tin Whisker Theory: 1946 to 2004; IBM eSG Group, SMTAI International Conference, September 26-30, 2004 (Chicago, IL). pp.1-11.
- [9] *S.-J. Shin, J.-J. Kim, Y. Kap Son*: Analysis of plating grain size effect on whisker; *Journal of Mechanical Science and Technology* 23 (2009) 2885-2890.