

Őn tűkristályképződés az elektronikai iparban. Kutatási lehetőségek korrelatív mikroszkópia segítségével

Irodalmi áttekintésünkben információkat foglaltunk össze az őn tűkristály (whisker) növekedés problémájával kapcsolatos megfigyelésekről. A kutatások az ólommentes bevonatokban és csatlakozásokban 1946-tól egészen napjainkig zajlanak. Cikkünkben kitértünk a tűkristályképződés okaira, lehetséges mechanizmusaira és hajtóerőire, valamint a képződést megelőző stratégiákra. Részletesen leírtuk, hogy egyes ötvözőelemek (például Bi, Cu, Ag, Ge, Ce, Zn, La, Y, Nd stb.) az ólommentes forrasztóanyagokban és bevonatokban milyen hatással vannak a tűkristályképződésre, van-e mérséklő hatásuk, esetleg erősítik-e ezt a folyamatot. A korábbi szakirodalmakból már jól ismert, hogy az őn tűkristályok képződését és növekedését mechanikai feszültség idézi elő [1]. Éppen ezért kutattunk olyan vizsgálati lehetőségeket, amelyek használata esetén az őnbevonatban maradó feszültség jön létre. Ebből a célból kidolgoztunk egy saját mérési módszert, hogy a mechanikai feszültség és a terhelési idők hatását a tűkristályképződésre megvizsgálhassuk. Végül a korrelatív mikroszkópia módszerével (optikai- és elektronmikroszkóp együttes használata a vizsgálatokban) bemutattunk egy időtakarékos lehetőséget a tűkristályképződés folyamatának vizsgálatára.

Bevezetés

Az Európai Unióban 2006-ban hatályba lépett RoHS-direktíva (Restriction of Hazardous Substances, veszélyes anyagok korlátozása) komoly kihívást jelentett az elektronikai ipar számára, ugyanis korlátozták néhány anyag felhasználását a gyártás során (Pb, Hg, Cd, Cr⁶⁺ és két égésgátló anyag: PBB és PBDE). Jelen cikkünkben azt kívánjuk bemutatni, hogy – az irányelv által betiltott anyagok közül – az ólom felhasználásának korlátozása milyen új problémát teremtett az ipari szakemberek számára. Mechanikai feszültség hatására a tiszta őnnal bevont csatlakozófelületeken az őn tűkristály képződése figyelhető meg. A tűkristály a definíció szerint a felületi rétegből induló kristályos kitörés, amelynek átmérője 0,3 és 20 mikrométer között, hosszúsága pedig 1-2000 mikrométer között változik. Alakja lehet egyenes, megtört, vagy íves. Az irodalom megnevez

egyéb formájú tűkristályokat is (virág, vulkán, extrudált), azonban az elektronikai ipar számára a legveszélyesebb a hosszú, egyenes alakú tűkristály. Ez azért jelentős gond, mivel hosszú és elektromosan vezető kristályok képződnek, amelyek a kisméretű elektronikai alkatrészekben rövidzárlatot okozhatnak, ami megzavarja a berendezés működését, sőt tönkre is teheti azt. Az RoHS-direktíva viszonylag új, ennek ellenére a tűkristályképződés kutatása egészen 1946-ig nyúlik vissza, így az ólomötvöző tiltása a 2000-es évek elején nem a kezdetét jelentette a tűkristállal kapcsolatos kutatásoknak, hanem új lendületet adott nekik. A következőkben ezeknek a kutatásoknak a fejlődését fogjuk áttekinteni, és megosztjuk tapasztalatainkat a csatlakozási folyamat szimulációjával kapcsolatban.

A tűkristályképződés felfedezése és vizsgálati lehetőségei

A cikknek ebben a részében kívánjuk bemutatni az őn tűkristállal kapcsolatos kutatásokat a II. világháború végétől egészen 1998-ig [1]. Az ólom

felhasználása az előírások miatt az elektronikai iparban háttérbe szorult, pedig felhasználásával a tűkristályképződés megelőzhető lenne. Ennek hiányában azonban újabb megoldásokra van szükség, amelyekkel csökkenthető ez a kockázat. Magára a jelenségre a tudományos világ a II. világháború után figyelt fel, kadmiummal galvanizált elektronikus alkatrészekben, pontosabban kondenzátorok előállításánál. A kadmium egyike azon fémeknek, amelyek hajlamosak a tűkristályképződésre. A tűkristályok egy idő után elég hosszúak lettek ahhoz, hogy rövidre zárják a kondenzátorlemezeket. Ezt a jelenséget először H. L. Cobb figyelte meg 1946-ban [1].

1948-ban a Bell Telefon Társaság olyan hibákat tapasztalt a távvezetékvonalaiban, amelyeket kadmium tűkristályok okoztak. Miután ez kiderült, a Bell Laboratórium azonnal hosszú távú vizsgálatokat kezdeményezett a tűkristályképződésről, amelyeknek az eredményeit 1951-ben publikálták (K. G. Compton, A. Mendizza és S. M. Arnold). Megállapították, hogy nem csak a galvanizált kadmium okozhat spontán tűkristály-növekedést, hanem a galvanizált őn, illetve cink is [1].

1962-ben V. K. Glazunova 15 MPa feszültséggel terhelte a mintadarabot, azonban csak 2,3 Å/s növekedési sebességet tapasztalt [1]. Pitt és Henning megnövelte ezt a feszültséget 55,15 MPa-ra, és már 593 Å/s növekedési sebességet mért. Ezen kívül megállapították, hogy a növekedés sebessége az idő előrehaladásával folyamatosan csökken, ami éles ellentétben állt a korábbi lineáris növekedési sebesség elméleti modellel [1].

Tu 1973-ban megjelent cikkében [1], kvarc alaprétgre vákuumtechnikai eljárással réz és őn filmrétegeket vitt fel. Az őnt a rézrétegre vitte fel változó vastagságban. Tűkristály csak

azon a területen képződött, ahol volt réz alsóréteg. Ebből Tu megállapította, hogy a Cu_6Sn_5 intermetallikus réteg képződése miatt megjelenő belső feszültség okozza a túkristályképződést. Felfedezésével évtizedekkel előre megalapozta számos kutatás irányvonalát.

K. N. Tu egy új elméletet mutatott be a túkristályképződésre és -növekedésre 1994-ben [1]. Az új fogalom a 'repedezett oxidréteg' volt. Az elmélet azon alapszik, hogy sok belső feszültség halmozódhat fel az ónrétegben, melyeknek le kell épülniük. Ez indukálja a túkristályképződést, ami elsősorban a vékonyabb, hibásabb oxidrétegeknél keletkezik, ezzel a folyamattal pedig a feszültség megszüntethető. Az elméletéhez azonban akkor nem sikerült közvetlen bizonyítékokat találnia.

A túkristályképződés megelőzésének lehetséges módjai

A túkristályok megelőzésére elképzelt stratégiákat először 1956-ban tettek közzé (Bell Laboratórium). Ebben Arnold kifejtette, hogy a vizsgált tényezők (hőmérséklet, alkalmazott nyomás, relatív páratartalom, felületbevonási módszer, a fémbevonat vastagsága, a bevonat felületi minősége) csak minimális mértékben voltak hatással a túkristályképződésre. Arnold 1956-os javaslatának hatására az USA-ban az ólomötvöztetés lett a kulcsfontosságú védekezési módszer a túkristályokkal szemben [1]. 1959-ben megjelent cikkében pedig megállapítja, hogy az alacsony relatív páratartalom és hőmérséklet (szobahőmérséklet) a túkristály képződését csupán mérsékli, de nem szünteti meg. 1963-ban Glazunova és Kudryavtsev [1] megállapította, hogy a réz hordozó alapanyagon akkor a legnagyobb a képződő túkristályok sűrűsége és hosszúsága, ha a bevonat rétegvastagsága 2–5 mikrométer között van. Különböző hordozóanyagokon a veszélyes tartomány eltérő (acélnál 5–10 mikrométer). Ezen kívül azt is megállapították, hogy nagyon vékony ónréteg esetén (kb. 0,5 mikrométer) nem képződnek túkristályok. 1968-ban M. Rozen a galvanizált ónbevonatok esetén 5 mikrométernél vastagabbat javasolt készíteni, és fel-

veti a hőkezelés lehetőségét (N_2 -atmoszférában, 191-218 °C-on, a bevonatban lévő feszültségek csökkentése céljából [1]).

1974-ben S. C. Britton összefoglaló cikket jelentetett meg, amelyben bemutatja a Tin Research Institute addig elért 20 éves kutatási eredményeit [1]. Ebben már megállapítja, hogy ha sárgaréz hordozó felületre galvanizált ónbevonatot szeretnénk felvinni, alkalmaznunk kell réz, vagy nikkelt közbelső réteget. Összefoglalójában már legalább 8 mikrométer vastagságú galvanizált ónbevonatot javasol felvinni a felületre. Ezen kívül olvasható javaslat arra, hogy a bevonatolási folyamat után közvetlenül 180-200 °C-on, 1 órán keresztül hőkezeljük az ónbevonatot. Ha a hőkezelés zavarja az azt követő forrasztási technológiát (oxidáció), akkor nitrogén védőatmoszférában kell végrehajtani. Következő megállapítása az volt, hogy a tűzi úton 'hot dip galvanized' nagy hőmérsékleten létrehozott ónbevonat sokkal kevesebb kockázatot jelent, mint a nem emelt hőmérsékleten kialakított galvanizált ónbevonat. A cikkben említést tesz a bevonat kialakításához használt ötvözetéről is, amelynek már 1%-os ólomtartalma megakadályozhatja a túkristályképződést, de célszerű nagyobb értéket választani [1]. Egy másik lehetőséget is felvázol, ugyanis, ha van lehetőségünk az alacsony forrasztási hőmérsékletű és kevésbé alakítható ón-nikkelt ötvözetet (65% ón) bevonatként felhasználni, akkor megakadályozhatjuk a túkristályképződést.

Az 1975-76-ban B. D. Dunn megjelent (Európai Űrügynökség) két publikációjában nagy felbontású SEM-felvételeket mutatott be a túkristályokról. Hogy megelőzzék a túkristályképződést, Dunn szerint azokat a felületbevonó anyagokat (ón, kadmium, cink), amelyek feszültség hatására jelentős kockázata van a túkristályképződésnek, ki kell zárni az üresközök tervezése során. Alternatívaként a 60/40 ón-ólmot ötvözetet tekintette, amelyen még nem láttak túkristálynövekedést [1].

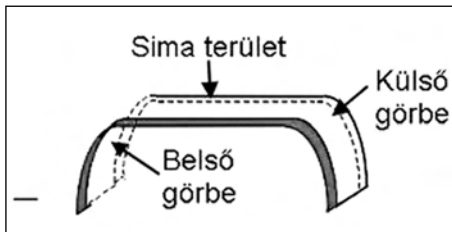
R. Diehl 1993-ban megjelentetett publikációja volt az első, amely a túkristályképződés problémájával a csatlakozófelületekkel kapcsolatban foglalkozott (Burndy Connector Cor-

poration). Diehl megállapította, hogy ólomot kell adni ötvözőként a bevonatoló anyaghoz, hogy a felületeken ne képződjenek ón túkristályok [1]. A Burndy Connector Corporation elfogadta az ajánlást, minden ónnal bevont csatlakozó termékükhöz.

A nemzetközi ajánlásokkal és tapasztalatokkal összhangban (1974 S. C. Britton összefoglaló cikke) Horváth Barbara és társszerzői kimutatták, hogy az ónbevonat-vastagságot 10-ről 20 μm -re növelve, csökkenni fog a képződött túkristályok sűrűsége és hosszúsága. Ugyanúgy csökkenést figyeltek meg azokban az esetekben is, amikor a mintadarabot 5%-os alakítás után, illetve alakítás nélkül hőkezelték 150 °C-on (újrakristályosított és hőkezelt darabok) [2]. Egy másik kísérletükben kimutatták, hogy ha a réz- és az ónréteg közé közbelső réteget (esetükben nikkelt és ezüstöt) visznek fel, akkor az hatással van a túkristályképződésre. Eredményeikből jól látható, hogy Ni-réteget használva kb. 1/10-ed részére lecsökkent a képződött túkristályok hosszúsága még az Ag közbelső réteghez képest is, ezért célszerű megfontolni a használatát a nagyobb túkristálysűrűség ellenére is [3].

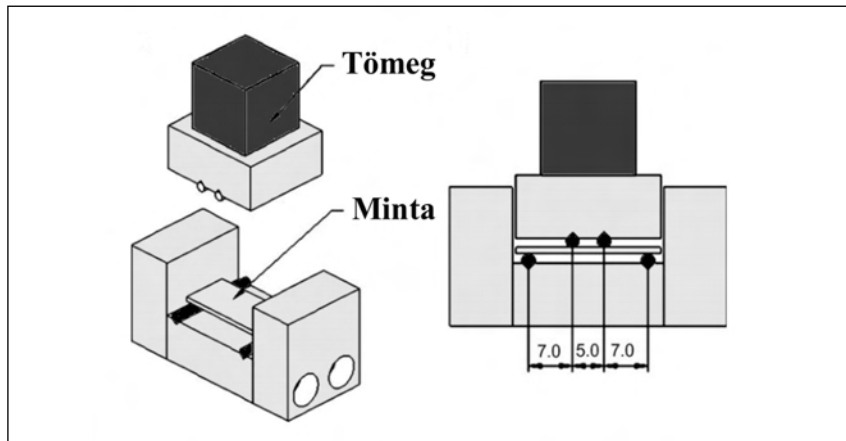
Az ólomötvöztetés alternatív lehetőségei

Néhány szakirodalom foglalkozott már azzal, hogy ónhoz bizonyos fémeket (Bi, Ag, Pb) adva hatékonyan lehet csökkenteni a túkristályképződést [4–6]. Azonban, ha az ónbevonatot 10-20% közötti bizmutmennyiséggel ötvözzük, akkor speciális kezelési körülmények között (10 perces hőkezelés után, N_2 -atmoszférában a 145–260 °C-os hőmérséklet-tartományban), Bi-Sn kitérések jelenhetnek meg a felületeken [7]. Ha a hőkezelés hőmérséklete 139 °C alatt van, akkor nem tapasztalható túkristályképződés, ezenkívül akkor sem, ha a frissen elkészített darabokat néhány hétig szobahőmérsékleten és szabad levegőn tárolják. Érdekes, hogy viszonylag magas Bi-tartalomnál lép fel ez a jelenség, ellentétben azokkal az esetekkel, ahol ón túkristályok képződése tapasztalható (tisztá ón, vagy minimális ötvöztartalom).



■ 1. ábra. A mechanikai feszültség hatásának vizsgálata a túkristályképződésre [17]

Másik lehetséges ötvözőfém önbevonatokhoz a réz. A szakirodalmi kísérletben négy különböző összetételű bevonatot vizsgáltak meg [8]: tiszta ónt, 1, 2, és 3% réztartalmú önötvözeteket. A bevonatolás epoxi-üveg felületre felvitt maratott rézrétegre történt. A végső réteg bevonatvastagságai 5 és 10 mikrométer között voltak. Az elkészített mintadarabokat hőszokk-kamrába helyezték, és 1500 ciklust hajtottak végre -45 – $+85$ °C között, minden ciklus 20 percig tartott. Ötvözetlen ón esetén 40 μm volt a mért maximális túkristályhosszúság, ami 1% Cu ötvözésével 15 μm -re, 2% Cu-ötvözéssel 5 μm -re csökkent le. Tovább növelve a réz-ötvöző mennyiségét, 3% Cu-ötvözésnél már 7 μm volt a mért leghosszabb túkristályhosszúság. Ezért technológiától függően jó megoldás lehet, ha a tiszta önbevonat-anyagunkat 1-2 % rézzel ötvözzük. Megállapítható tehát, hogy a rézzel való minimális mértékű ötvözés mérsékli a túkristály kialakulását, ha pedig képződik túkristály, akkor az alakjuk különböző lesz. A tiszta önbevonaton egyenes és hosszú túkristályok jelentek meg, míg a 2% rézzel ötvözött önfelületen domb alakúak és vastagabbak. Mivel az utóbbiaknak nagyobb a fajlagos térfogata a hosszúságához képest, így kevésbé veszélyezteteti az elektronikai berendezések biztonságát. Szintén a réz-ötvöző hatását vizsgálta meg egyik kutatásában Horváth Barbara és csapata. Az 1, 2, 3, 4 és 5% rézet tartalmazó ötvözeteket megvizsgálva azt tapasztalták, hogy 1% Cu-tartalomnál a legalacsonyabb a túkristályosság és -hosszúság (2400 óra után, 85 °C-on 85% páratartalom mellett). Ekkora terhelési időnél a 2, 3, 4 és 5% rézet tartalmazó önbevonatokon több és hosszabb túkristály képződött még a tiszta önbevonattal összehasonlítva is, ezért nem szabad 1-2%-nál na-



■ 2. ábra. Lehetőség a hajlító mechanikai feszültség hatásának a vizsgálatára [18]

gyobb arányban rézet ötvözni [9]. Indoklásuk szerint magasabb Cu-ötvözés esetén több korróziós termék fog keletkezni, amely feszültséget okoz a rétegben, és ez túkristályképződéshez vezet.

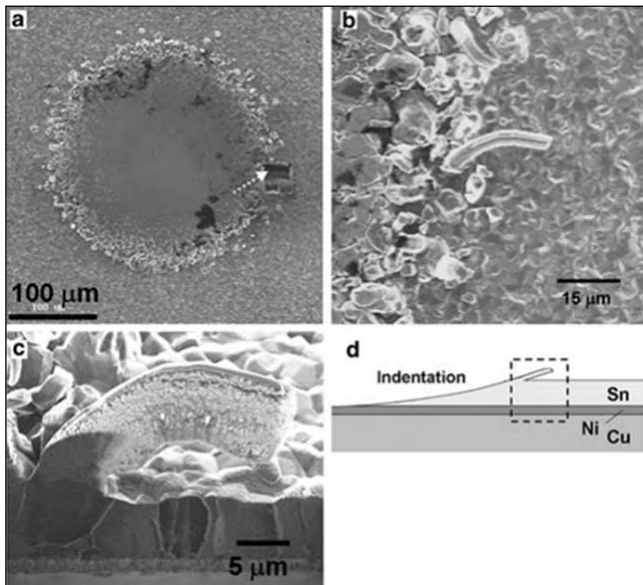
Skwarek, Witek és Ratajczak más bevonatanyagokkal is végzett kísérleteket ugyanazon körülmények között [10]. A bevonatoló anyagok a tiszta ón mellett $\text{Sn}96,5\text{Ag}3\text{Cu}0,5$ és $\text{Sn}99\text{Ag}0,3\text{CuNiGe}$ voltak. A germánium csökkenti az olvadt fém oxidációját, ezáltal a keletkezett salak mennyiségét. A cikkükben arra a következtetésre jutottak, hogy hőciklus hatására több túkristály képződik, mintha kizárólagosan csak emelt hőmérsékleten tartanák a darabot. Okaként azt valószínűsítik, hogy a hirtelen hőmérsékletváltozás fokozza az újrakristályosodási folyamatot, emiatt nagy nyomófeszültség képződik a mintában, és ez intenzívebb túkristály-növekedést eredményez. A második ($\text{Sn}96,5\text{Ag}3\text{Cu}0,5$) ötvözetüket megvizsgálva megállapították, hogy az Ag- és Cu-ötvözés nem segítette elő, de nem is gátolta a túkristályképződését (a réz csak 0,5%-ban van jelen a bevonatban). Megállapították, hogy ha nyomokban nikkellel ötvözik a bevonatot, akkor csökkenthető a túkristályképződés mértéke.

Végezetül szükséges pár gondolatot bemutatnunk a ritkaföldfém-ötvözés hatásairól is. Sok forrasztóanyag mechanikai tulajdonságait előnyösen befolyásolja, ha tartalmaz valamilyen ritkaföldfém-ötvözőelemet. Az ilyen ötvözet felhasználását bevonatanyagként el kell kerülnünk. Chuang és Chi a ritkaföldfém-ötvözők hatását

vizsgálta meg az ón túkristályképződésre [11]. Kiinduló forrasztóanyaguk $\text{Sn}3\text{Ag}0,5\text{Cu}0,5\text{Ce}$ volt, amiben a cérium (Ce) ötvöző, bár javította a mechanikai és nedvesítési tulajdonságokat, azonban a korábbi irodalmak adatai szerint [12] 0,9 nm/s túkristály növekedési sebességet okozott. Ez több nagyságrenddel nagyobb, mint a hagyományos forrasztóanyagokban mérhető érték. Chuang és Lin 0,5 m/m% cinket adott a $\text{Sn}3\text{Ag}0,5\text{Cu}0,5\text{Ce}$ ötvözethez, ezáltal a CeSn_3 intermetallikus fázis 10-szer vékonyabb lett, és ez megakadályozta a túkristályok kialakulását.

Dudek és Chawla a ritkaföldfém (RE), La, Ce, és Y ötvözők hatását vizsgálta meg [13]. Sötét oxidréteg takarta be az RESn_3 intermetallikus fázist, ugyanis a ritkaföldfém-ötvözők erősen oxidáló hatásúak. A folyamat azt eredményezi, hogy a fázis térfogata megnő (az RESn_3 15%-kal), aminek hatására a környező ón mátrixban erős nyomófeszültség ébred, ez pedig elősegíti túkristály növekedését. Kutatásuk során azt is tapasztalták, hogy a próbadarab vízűtése során rövidebb, kemencében hűtése során hosszabb túkristályok keletkeztek.

Liu és Xian a neodímium (Nd) ötvözés hatását vizsgálták meg a túkristályképződésre [14]. A kísérlet érdekessége, hogy az alapfém eutektikus Sn-Pb ötvözet volt (63% Sn, 37% Pb). A korábbiakban az ólommal való ötvözést tekintették a túkristály megelőzés egyik alappillérenek [15], ennek ellenére mégis sikerült egy viszonylag magas Pb-tartalmú eutektikus ötvözetben túkristályt növeszteniük. Az elké-



■ **3. ábra.** Kerámia csapágygolyó segítségével létrehozott lenyomat és a képződött tűkristályok: *a* – a lenyomat; *b* – a lenyomat határfelülete tűkristályokkal; *c* – FIB (Focused Ion Beam) keresztmetszeti felvétel a tűkristályról; *d* – sematikus ábra a kiválasztott régióról [19]

szített ötvözeteknek Nd-tartalma 5,0%, 0,5%, 0,25% és 0,1% volt. Az ötvöző mennyiségétől függően Nd_3Sn fázisok válnak ki az Sn-Pb ötvözetből, amelyek alakja gömbszerű, átmérőjük 15-20 mikrométer között van. A Nd az Nd_3Sn kiválásban igen aktív, már szobahőmérsékleten is erőteljesen oxidálódik (a színe is változik néhány nap után). Ennek hatására megnő a kiválások környékén a feszültség, ami tűkristályképződéshez vezethet. A mintadarabokat megvizsgálták 22 és 33 nap után, s azt tapasztalták, hogy az Nd_3Sn kiválások felületén tűkristályok növekedtek. Megállapítható tehát, hogy az ólomötvözzéssel történő tűkristály megelőzésnek is vannak korlátai.

felületeken. A jelenség átfolyó elektromos áram nélkül is létezik, ezért célszerű a vizsgálatokat a csatlakozási folyamatot kísérő mechanikus alakváltozásokra összpontosítani. A továbbiakban áttekintünk néhány fő vizsgálati lehetőséget az elektronikus csatlakozás szimulációjára. Fontos megjegyezni, hogy a most bemutatásra kerülő kísérleti módszerek csupán töredékei a napjainkban használatban lévő vizsgálati lehetőségeknek. A tűkristályképződés kutatásánál a nagyobb hőmérsékletet és a nagy páratartalom hatását is vizsgálják [16]. A nagyobb hőmérséklettel a diffúziós folyamatok, a nagy páratartalommal pedig a korróziós folyamatok hatásai vizsgálhatóak. Ezen kívül

Tűkristályok létrehozása kísérleti úton

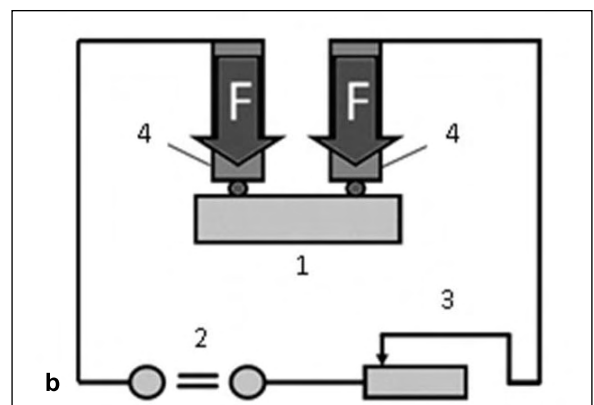
A mintadarabok előállításánál a hordozóréteget több alapanyagból is elkészíthetjük. A szakcikkekben erre a célra rezet, rézötvözeteket, és FeNi42-t (ún. Alloy42) használnak. A bevonatolást lehetőségünk van tűzi, galvanikus és kémiai úton is elvégezni. A tűkristályképződés gyakran megfigyelhető elektronikai csatlakozó

lehetőség van hőciklusos kísérletek elvégzésére is, melynek során -55 és $+85$ °C között változtatják a klímakamra hőmérsékletét [2]. A hőmérsékletváltás általában nem hirtelen történik, hanem 20-30 percig szokott tartani egy ciklus. Előnye, hogy nagy feszültség ébred a rétegben, ezért hamar van értékelhető eredmény.

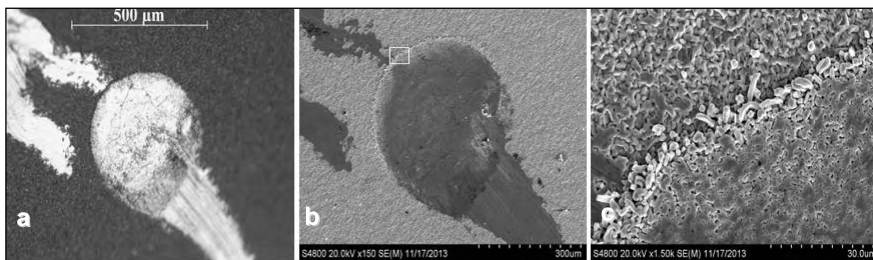
Az 1. ábrán látható, hogy a felületet érő mechanikai feszültséget úgy modellezzük, mint egy két végén hajlított lemezt, melyen sima/egyenes, hajlított, valamint külső és belső felületi részek egyaránt vannak. Ennek a megoldásnak az a hátránya, hogy a mérések csak minimális szinten reprodukálhatóak [17].

A 2. ábrán látható elv szerint végrehajtott kísérletben az előkészített próbalemezt négy pontban hajlítófeszültséggel terhelik. Ez a módszer ugyan már jól reprodukálható, de végrehajtása több hónapot igényel [18]. A harmadik kísérleti megoldás a 3. ábrán látható. Itt az ón felületet egy 900 mikrométer átmérőjű ZrO_2 golyóval terhelték [19].

A kísérletekhez a harmadik eljárás alapelve javasolható leginkább, mert gyors és viszonylag nagy reprodukálhatóságot biztosít. Ez a módszer továbbá kellőképpen modellezi a csatlakozófelületen fellépő mechanikai feszültségeket, amelyek tűkristályképződéshez vezetnek. Az idézett irodalom csak kevés paramétert vizsgál meg, ráadásul a ZrO_2 golyó miatt nem lehet számszerűsíteni a csatlakozófelületet ért terhelés mértékét (1. egyenlet), ezért a kísérleteket célszerű acél csapágygolyó segítségével végrehajtani.



■ **4. ábra.** A vizsgálóberendezés fényképe (a) és kapcsolási rajza (b); A berendezés részei: (1) mintadarab, (2) egyenáramú 24 V-os tápegység, (3) változtatható ellenállás, (4) terhelőkarok 3,5 mm átmérőjű acél csapágygolyókkal



■ **5. ábra.** Optikai mikroszkópos felvétel az ózozott felületről 24 órás terhelés után (a), pásztázó elektronmikroszkópos felvétel ugyanarról a lenyomatról (b), és a határ-felületéről tűkristályokkal (c)

Ezeknek a tényezőknél a figyelembevételével készült el a Miskolci Egyetemen egy vizsgálóberendezés, mellyel a csatlakozás során létrejövő feszültségek szimulálhatóak (4. ábra). A műszer a mintadarab felületét egy 3,5 mm átmérőjű acél csapágygolyóval terheli meg, melynek hatására Hertz-feszültség lép fel (σ). Ez a feszültség függ a nyomóerőtől (F), az acélgolyó átmérőjétől (r), és az érintkező anyagok rugalmassági modulusától (E), illetve Poisson-tényezőtől (λ) (1. egyenlet).

$$\sigma = \left(F\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{1}{\pi}\right) \left\{ \frac{1,5 E^2}{[r(1-\lambda^2)]^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

A terhelőerő módosítására az erőkarok végére függesztett súlyok változtatásával van lehetőségünk. A mechanikai terhelés és alakváltozás mellett az elektromos feszültség hatásának vizsgálata is megoldott, egy beépített 24 V feszültségű egyenáramú tápegység segítségével. Az elkészült lenyomatok szabályos kör alakúak és kb. 0,3 mm átmérőjűek. A kis méretű lenyomatból adódóan igen nagy mechanikai feszültségek hatásai is vizsgálhatóak. Az esetek döntő többségében a tűkristály az alakváltozott felület határain képződik.

A korrelatív mikroszkópia alkalmazása a tűkristályképződés vizsgálatában

A tűkristály alakjának, szerkezetének és hosszúságának vizsgálatához méretükből fakadóan mikroszkópos módszerekre van szükség. A méréseket egyaránt végezhetjük optikai mikroszkóppal, pásztázó- valamint transzmissziós elektronmikroszkóppal. Sajnos évtizedekig létezett egyfajta kulturális szakadék az optikai- és

az elektronmikroszkópos vizsgálati technológiák között, ami már olyan nagymértékűvé vált, hogy ezeket a berendezéseket sok kutató egyetemen teljesen külön laboratóriumokban helyezték el. Ennek hatására külön kihívássá vált az, hogy az előkészített mintákat mindkét rendszerben meg lehessen vizsgálni [20]. Az optikai- és az elektronmikroszkópos vizsgálati módszerek igen különbözőek, ezért összehangolásuk komoly kihívás. A két technológiánál mindegyik munkafolyamat különbözik, legyen szó akár a minták előkészítéséről és rögzítéséről, akár a szoftverekről és az alkalmazásokról. Azonban a modern tudományban elengedhetetlen, hogy adott idő alatt minél több eredmény legyen, ezért hatékony mérések szükségesek. 2010-ben Carl Zeiss bevezette az ún. Shuttle-and-Find megoldást, amellyel megvalósult az átjárhatóság a minták optikai- és elektronmikroszkópos vizsgálata között. A módszer elve egyszerű, ugyanis egy közös mintahordozó és egy közös koordináta-rendszer segítségével, már mindkét mikroszkóp szoftverje könnyen tudja azonosítani a vizsgált területeket. A szoftver és a hardver ilyen mértékű összehangolása azt eredményezte, hogy a vizsgált mintákat percek alatt áthelyezhetjük egyik mikroszkópos rendszerből a másikba. A fény- és az elektronmikroszkópiát egy kísérleten belül az ún. Correlative light electron microscopy (CLEM) ötvözi a legjobban (5. ábra).

A fénymikroszkóp különösen alkalmas arra, hogy a minta legkülönbözőbb területeiről adatokat és általános áttekintést kapjunk. Az elektronmikroszkóp pedig egy sokkal nagyobb felbontású képet tud készíteni a tűkristályokról és további fontos információkat is ad a vizsgált területekről (töb-

bek között meghatározhatóak az elemi összetételek).

Saját kísérleteinkben egy mintán számos lenyomatot hozunk létre, melyeket SEM-mel közvetlenül körülményes megtalálni, ezért az azonosításhoz optikai mikroszkópot használunk először. Mint említettük, ez a korrelatív mikroszkópiának (amelyet a biológiában és az anyagtudományban újabban egyre elterjedtebben használnak) az első lépése. A lenyomatok koordinátáit a fénymikroszkóp számítógépes szoftvere elmenti. A második lépésben a tárgyasztalt a mintával elhelyezzük a SEM-ben, és megnyitva a lenyomatok koordinátáit tartalmazó fájlt, az azonosított helyek automatikusan megtalálhatóak. Ezután az alakváltozott és nem alakváltozott felület határain képződött tűkristályokat figyeljük meg SEM segítségével.

Összefoglalva tehát a CLEM képes az optikai és az elektronmikroszkóp előnyös tulajdonságait egyesíteni. Meg kell említeni, hogy a CLEM-et széleskörűen használják biológiai minták esetén [21–22]; azonban ön tűkristály elemzését az irodalom még egyáltalán nem mutatta be ezzel a módszerrel.

Összefoglalás

A tűkristályképződés megelőzésére a csökkenő méretű elektronikai alkatrészek és csatlakozófelületek miatt az iparban nagy gondot kell fordítani. Már több évtizeddel ezelőtt is sikerült olyan megelőző stratégiákat kidolgozni, amelyek segítségével ez a káros folyamat gyakorlatilag teljes mértékben megszüntethető. Az legtöbb kutató ebből a célból az önbevonat ólommal való ötvözését javasolta, azonban ez a lehetőség az egyre szigorodó előírások miatt (RoHS-direktíva) nem lehetséges. Az elmúlt évtizedben ezért új erőre kaptak a kutatások a témában, keresik azt az ötvözőt, ami az ólom helyébe léphet. Több ígéretes eredmény született pl. a Bi, a Cu, és az Ag (ritkábban Zn és Ni is) mint ötvöző felhasználásával kapcsolatban. Az eredmények legtöbbször ellentmondásban vannak egymással, ezért még sok új megerősítő, esetleg cáfoló kísérletre és kutatásra lesz szükség. Az ön tűkristályok képződését és növekedését feszültség idézi

elő [1]. Kidolgoztunk egy saját mérési módszert azzal a céllal, hogy a terhelő mechanikai feszültség és a terhelési idők hatását megvizsgálhassuk a túkristály-növekedés intenzitására. Módszerünkkel, a korábbi vizsgálatokkal szemben [17–19] lehetőségünk van jól reprodukálható módon modellezni az elektronikai csatlakozási folyamatot. Végül igazoltuk azt, hogy a korrelatív mikroszkópia (optikai- és elektronmikroszkóp együttes használata a vizsgálatokban) egy időtakarékos módszer a túkristályképződés folyamatának vizsgálatára, a korábbi vizsgálati módszereinkhez képest.

Köszönetnyilvánítás

Dr. Sycheva Anna: A kutatás az Európai Unió és Magyarország támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával a TÁMOP-4.2.4.A/2-11-1-2012-0001 azonosító számú „Nemzeti Kiválóság Program – Hazai hallgatói, illetve kutatói személyi támogatást biztosító rendszer kidolgozása és működtetése konvergencia program” című kiemelt projekt keretei között valósult meg.

Dr. Gácsi Zoltán, Radányi Ádám: A kutatómunka a TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt eredményeire alapozva a TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0019 jelű projekt részeként – az Új Széchenyi Terv keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

Irodalom

- [1] G. T. Galyon: IBM Server Group (2003) <http://thor.inemi.org/webdownload/newsroom/TinWhiskerBiblio.pdf>.
- [2] B. Horváth, B. Illés, T. Shinohara, G. Harsányi: *Thin Solid Films* 520 (2012) 5733–5740.
- [3] B. Illés, B. Horváth, G. Harsányi: *Surface & Coatings Technology* 205 (2010) 2262–2266.
- [4] K. S. Kim, C. H. Yu, J. M. Yang: *Thin Solid Films* 504 (2006) pp. 350–354.
- [5] G. T. Galyon, R. Gedney: *Circuit Assembly* 15 (2004) pp. 26–31.
- [6] G. T. Galyon: *A History of Tin Whisker Theory: 1946 to 2004* In: *Proceedings of SMTAI International Conference, Chicago, IL, September 26–30, 2004*.
- [7] Ch.-Ch. Hu, Y.-D. Tsai, Ch.-Ch. Lin, G.-L. Lee, S.-W. Chen, T.-Ch. Lee, T.-Ch. Wen: *Journal of Alloys and Compounds* 472 (2009) pp.121–126.
- [8] A. Skwarek, J. Ratajczak, A. Czerwinski, K. Witek, J. Kulawik: *Applied Surface Science* 255 (2009) pp. 7100–7103.
- [9] B. Horváth, T. Shinohara, B. Illés: *Journal of Alloys and Compounds* 577 (2013) 439–444.
- [10] A. Skwarek, K. Witek, J. Ratajczak: *Microelectronics Reliability* 49 (2009) pp. 569–572.
- [11] T. H. Chuang, C. C. Chi: *Journal of Alloys and Compounds* 480 (2009) pp. 974–980.
- [12] T. H. Chuang, S. F. Yen, J.: *Electronic Materials* 35 (2006) pp. 1621–1627.
- [13] M. A. Dudek, N. Chawla: *Acta Materialia* 57 (2009) pp. 4588–4599.
- [14] M. Liu, A.-P. Xian: *Microelectronics Reliability* 49 (2009) pp. 667–672.
- [15] S. M. Arnold: *The growth of metal whiskers on electrical components*. In: *Proceedings of the IEEE Electrical Components Conference (1959)* pp. 75–82.
- [16] B. Illés, B. Horváth: *Microelectronics Reliability* 53 (2013) 755–760.
- [17] Y. Fukuda, M. Osterman, M. Pecht: *Microelectronics Reliability* 47 (2007) pp. 88–92.
- [18] C.-K. Lin, T.-H. Lin: *Microelectronics Reliability* 48 (2008) pp. 1737–1740.
- [19] S.-K. Lin, Y. Yorikado, J. Jiang, K.-S. Kim, K. Suganuma, S.-W. Chen, M. Tsujimoto, I. Yanada: *Journal of Electronic Materials* 12 (2007) pp. 1732–1734.
- [20] A. S. Wiecek: *Correlative Microscopy: Two Cultures Collide*. *Microscopy Feature Biotechniques* (2012).
- [21] E. Brown, J. Mantell, D. Carter, G. Tilly, P. Verkade: *Seminars in Cell & Developmental Biology* 20 (2009) pp. 910–919.
- [22] K. A. Jahn, D. A. Barton, K. Kobayashi, K. R. Ratinac, R. L. Overall, F. Braet: *Micron* 43 (2012) pp. 565–582.

Merre tovább járműipar?

A CAEF (Európai öntészeti szövetségek bizottsága) járműipar szekciója félévente tanácskozik. A 2013. szeptember 17-én Frankfurtban tartott összejövetelen, amelyen nyolc ország 30 szakembere vett részt, megvitatták a „FAST 2025 – Future Automotive Structure” című tanulmányt.

Fontosabb megállapítások:

- Európa erős ipara megmarad, a kutatás-fejlesztésben változatlanul vezető szerepet tölt be.
- A világ legnagyobb termelőkapacitása Kínáé lesz.
- Az értékteremtésben az OEM-ek (eredeti berendezés gyártók) és a

beszállítók munkamegosztása a beszállítók javára tovább bővül.

- A karosszériák, elektromos meghajtások, külső jellemzők területén további értékelődések várhatók.
- A könnyűszerkezetek iránti igény tovább erősíti a K+F tevékenységet.
- A K+F-en belül a legnagyobb figyelem a jármű egésze mellett a robotmotorokra és a hozzájuk kapcsolódó egységekre, mint a turbófeltöltő, fordul.

A járműipar az utóbbi években jelentős változásokon megy keresztül. Növekszik az autómárkák, a modellek, a változatok száma, rövidül

a gyártási idő, terjed az építőköcka elv. Kína és India jelentősége egyre nő, felvevőpiacaik Európával, Észak-Amerikával ellentétben bővülnek, így nem kizárólag a járművek előállítására, hanem a K + F intézmények ázsiai erősítése is napirenden szerepel.

A tanulmány szerint a fejlesztésekben a beszállítók aktivitása a járműgyártókkal összevetve fokozódik. Különösen az elektromos meghajtás területén várható jelentős előrelépés annak dacára, hogy még nem ismert a vásárlók hozzáállása az elektromos járművekhez.

bdgreport, 2013. október alapján, BK