

## VPLIV VAKUUMSKEGA RAZPLINJEVANJA POLIMEROV NA KONTAKTNO UPORNOST Ag KONTAKTOV V HERMETIČNIH RELEJIH

### INFLUENCE OF THE VACUUM OUTGASSING OF POLYMERS ON THE CONTACT RESISTANCE OF Ag CONTACTS IN HERMETIC RELAYS

Lidija Koller<sup>1</sup>, Martin Bizjak<sup>2</sup>, Karol Požun<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 1000 Ljubljana  
<sup>2</sup>Iskra - Stikala, 4000 Kranj

*Prejem rokopisa – received: 1998-11-10; sprejem za objavo – accepted for publications: 1999-01-05*

Časovna stabilnost kontaktne upornosti določa kontaktno zanesljivost. Namen raziskave je bil povečati kontaktno zanesljivost kontaktov iz zlitine AgNi015, kar naj bi nadomestilo draga kontaktna gradiva na osnovi zlata. Zaradi adhezije hlapov iz polimernih relejskih sestavnih delov, ki kondenzirajo na kontaktih v obliki kompaktnih plasti, se s časom močno povečuje kontaktna upornost. V visokem vakuumu ( $1 \times 10^{-6}$  mbar) pri temperaturi 135°C smo 48 ur razplinjevali relejske sestavne dele štirih različnih materialov (crastin, lexan, ultramid, araldit). Vgradili smo jih v releje in v različnih časovnih presledkih merili kontaktno upornost. Enako smo naredili tudi z releji, katerih polimernih sestavnih delov nismo razplinjevali. Ugotovili smo, da je kontaktna upornost neposredno odvisna od stopnje razplinjenja materialov. Le-ta torej natančno ovrednoti stanje kontaktne površine.

Ključne besede: kontaktni materiali, polimerni elektronski materiali, vakuumsko razplinjevanje, miniaturni releji, kontaktna upornost

The purpose of our study is to increase the reliability of electric contacts of AgNi015 alloy which would apparently substitute more expensive contact materials on the gold basis. Contact reliability strongly depends on the time stability of the contact resistance. Vapour released from the polymer relay parts condenses on the contacts as compact films that increase the contact resistance. Relay parts made of four different materials (Crastin, Lexan, Ultramide, Araldite) were outgassed in high vacuum ( $1 \times 10^{-6}$  mbar) at 135°C for 48 hours. Then the parts were incorporated into the relays and the contact resistance was measured in definite time intervals. The same was done also with the polymer parts that were not outgassed. We found out that the contact resistance directly depends on the outgassing rate of the material which determines the state of the contact surface.

Key words: contact materials, polymer electronic materials, vacuum outgassing, miniature relays, contact resistance

## 1 UVOD

Na zanesljivost delovanja hermetičnih relejev imajo pomemben vpliv kontaktne lastnosti, predvsem nizka in konstantna kontaktna upornost. Namen raziskave je bil izboljšati kontaktno upornost hermetičnih relejev s postopkom razplinjevanja polimernih sestavnih delov relejev v visokem vakuumu<sup>1,2</sup>. Preskusni vzorci so bili iz štirih najpogostejših polimernih materialov<sup>3</sup>: crastin, lexan, ultramid, araldit za elektronske komponente. Študirali smo vpliv visokovakuumskega razplinjevanja polimernih sestavnih delov na zanesljivost relejev, predvsem na stabilnost kontaktne upornosti kontaktov<sup>4,5,6,7</sup> iz nekaterih<sup>8,9</sup> kontaktnih zlitin (Ag, Ag zlitine).

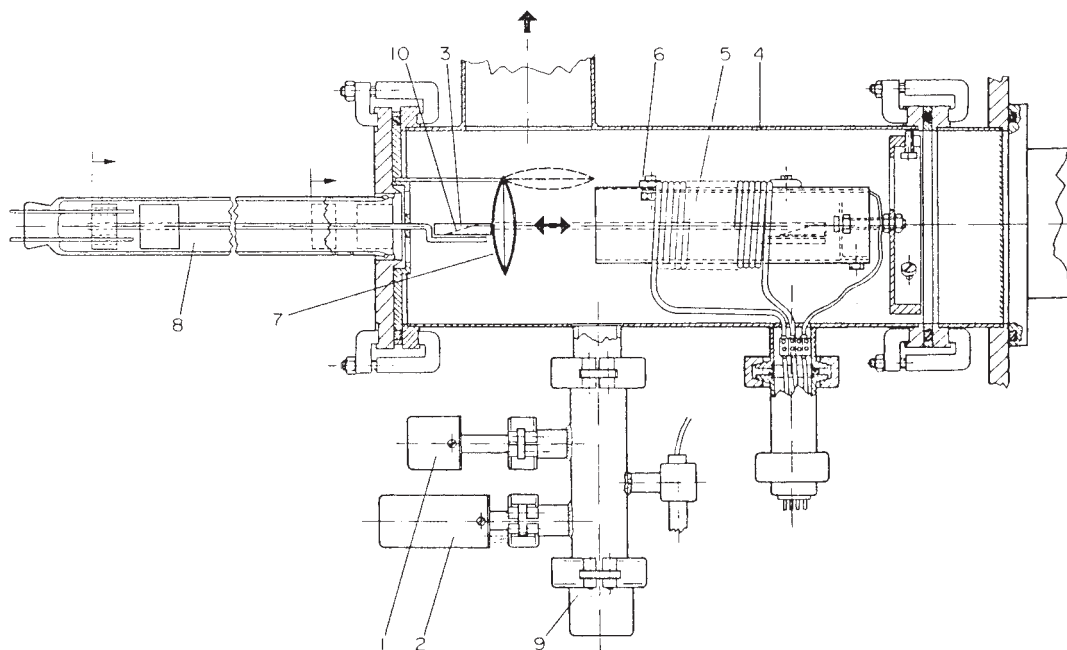
## 2 EKSPERIMENTALNI DEL

Pred hermetično inkapsulacijo relejev smo sistematično raziskovali vakuumsko razplinjevanje (kvalitativno in kvantitativno) vseh štirih najpogostejših materialov za releje. V laboratorijsko vakuumsko napravo (slika 1) smo vgradili masni spektrometer (QMS-LEISK-SM1000, m/e=200) za kvalitativno analizo. Precizno analitsko tehniko (Sauter, Typ 413/13,

dd=0,1mg,  $m_{\min}$ =50mg,  $m_{\max}$ =200g) smo usposobili za kvantitativno analizo razplinjenih materialov. V visokem vakuumu pri tlaku v razredu  $1 \times 10^{-6}$  mbar in temperaturi 135°C smo razplinjevali vzorce polimernih sestavnih delov za releje 48 ur. Tehtali smo jih pred vakuumskim razplinjevanjem in po njem ter ugotavljali razliko v masi. V plinski mešanici sproščenih plinov pri razplinjevanju pa smo z masnim spektrometrom detektirali sproščene pline. Razplinjene polimerne sestavne dele smo vgradili v releje in jih hermetično inkapsulirali. Merili smo več karakteristik: pritezni in odpustni čas, izolacijsko upornost, dielektrično trdnost in tesnost. Največjo pozornost smo posvetili kontaktni upornosti. Pri relejih z razplinjenimi polimernimi sestavnimi deli smo merili kontaktno upornost takoj po inkapsulaciji in nato še v časovnih razmikih 7, 14, 21 in 42 dni. Vzporedno smo v enakih časovni razmikih merili kontaktno upornost še pri relejih z nerazplinjenimi polimernimi sestavnimi deli.

## 3 REZULTATI IN DISKUSIJA

Slika 2 prikazuje masni spekter prazne komore po 24-urnem segrevanju na 135°C in pri tlaku  $2 \times 10^{-6}$  mbar.



**Slika 1:** Shema eksperimentalnega vakuumskega sistema za razplinjevanje: 1-PRN, 2-PNG, 3-držalo za vzorec, 4-ohišje sistema, 5-peč, 6-termočlen, 7-dvojno termično varovalo, 8-steklena cev, 9-kvadrupolni masni spektrometer (QMS), 10-vzorec

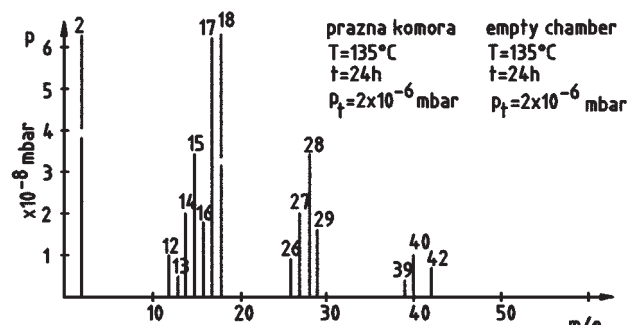
**Figure 1:** Experimental vacuum system for outgassing process: 1-PRN, 2-PNG, 3-sample holder, 4-system housing, 5-furnace, 6-thermocouple, 7-double thermal heat shelter, 8-glass tube, 9-quadrupole mass spectrometer (QMS), 10-sample

Opazni so vrhovi  $H_2$  ( $m/e=2$ ) in vodne pare ( $m/e=17$  in  $18$ ) skupaj z ogljikovodiki iz rotacijske črpalke. Naslednji spekter, **slika 3**, prikazuje plinsko mešanico po dveh urah razplinjevanja LEXANA ( $25^\circ C$ ,  $6,2 \times 10^{-6}$  mbar). Vidni so vrhovi vodika  $H_2$  ( $m/e=2$ ), vodne pare ( $m/e=17$  in  $18$ ), dušika  $N_2$  ( $m/e=28$ ) in kisika  $O_2$  ( $m/e=16$ ). Spekter na **sliki 4** prikazuje LEXAN po 48 urah razplinjevanja na  $135^\circ C$  pri tlaku  $1,6 \times 10^{-6}$  mbar. Večina vode in kisika je že odstranjena - razplinjena, to je približno 0,16% začetne mase vzorca (glej **tabelo 1**).

**Slika 5** prikazuje plinsko mešanico po 2 urah razplinjevanja CRAFTINA na temperaturi  $25^\circ C$  in pri tlaku  $2,4 \times 10^{-6}$  mbar. Opazimo identične vrhove kot pri lexanu ( $H_2$ ,  $H_2O$ ), razen kisika, ki ga je manj. **Slika 6** prikazuje spekter plinske mešanice CRAFTINA po 48 urah razplinjevanja na temperaturi  $135^\circ C$  in tlaku  $1 \times 10^{-6}$  mbar. Rezultat je podoben kot pri lexanu. Razplinjene je bilo 0,19% začetne mase. Na **sliki 7** je masni spekter plinske mešanice po 2 urah razplinjevanja ULTRAMIDA na  $25^\circ C$  pri tlaku  $5,5 \times 10^{-6}$  mbar. Vidni so vrhovi vodika  $H_2$  ( $m/e=2$ ), kisika  $O_2$  ( $m/e=16$ ), vodne pare ( $m/e=17$  in  $18$ ) in dušika  $N_2$  ( $m/e=28$ ), ki se po 48 urah razplinjevanja ( $135^\circ C$ ,  $1,2 \times 10^{-6}$  mbar), **slika 8**, zmanjšajo na raven ozadja. Razplinjeno se je 1,25% začetne mase ULTRAMIDA. **Slika 9** prikazuje spekter ARALDITA po 2 urah razplinjevanja ( $25^\circ C$ ,  $2 \times 10^{-5}$  mbar). Poleg vodika, kisika in vodne pare opazimo še visoke vrhove ogljikovodikov, največ ogljikovodika  $m/e=30$ . **Slika 10** prikazuje spekter ARALDITA po 48 urah razplinjevanja ( $135^\circ C$ ,  $3,8 \times 10^{-6}$  mbar). Čeprav se je

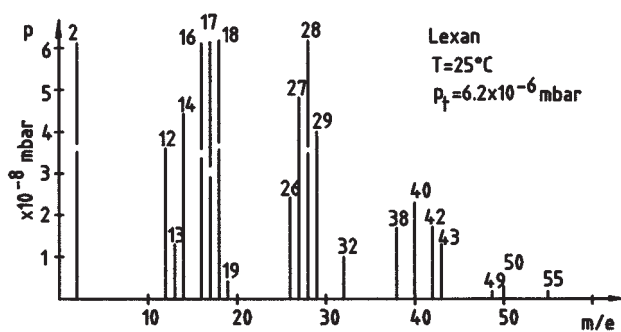
pri aralditu razplinjilo največ začetne mase (11,3%), opazimo še vedno visoke vrhove ogljikovodikov. Posneli smo spektre vseh štirih materialov tudi po 24 urah razplinjevanja in ugotovili, da se pri lexanu, crastinu in ultramidu spektri praktično ne razlikujejo od tistih po 48 urah. Torej je material površinsko razplinjeno že po 24 urah. Araldit pa se še po 48 urah močno razplinjuje.

**Tabela 2** prikazuje povprečno vrednost spremembe kontaktne upornosti desetih relejev z razplinjanimi in nerazplinjanimi sestavnimi deli kot funkcijo časa  $\bar{R}_{k(10)}f(t)$ . Začetne kontaktne upornosti relejev z razplinjanimi in nerazplinjanimi sestavnimi deli se niso razlikovale, kontaktne upornosti relejev z nerazplinjanimi sestavnimi deli pa so s časom močno narasle,



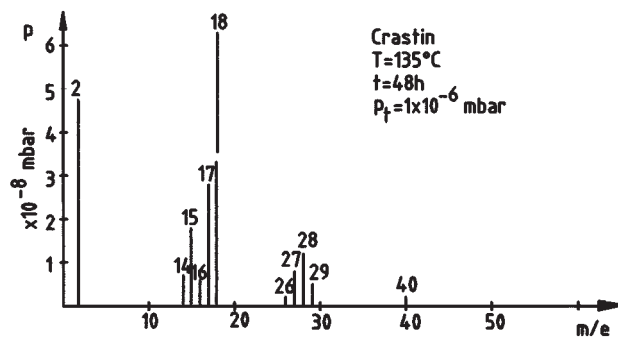
**Slika 2:** Masni spekter razplinjevanja prazne komore ( $135^\circ C$ , 24 ur, celotni tlak  $2 \times 10^{-6}$  mbar)

**Figure 2:** Mass spectrum of outgassing of the empty chamber ( $135^\circ C$ , 24 hours, total pressure  $2 \times 10^{-6}$  mbar)



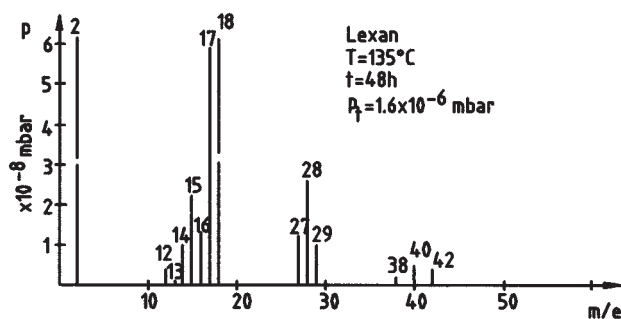
Slika 3: Masni spekter LEXANA po razplinjevanju (25°C, 2 uri, celotni tlak 6,2x10<sup>-6</sup> mbar)

Figure 3: Mass spectrum of the outgassed products from LEXAN (25°C, 2 hours, total pressure 6,2x10<sup>-6</sup> mbar)



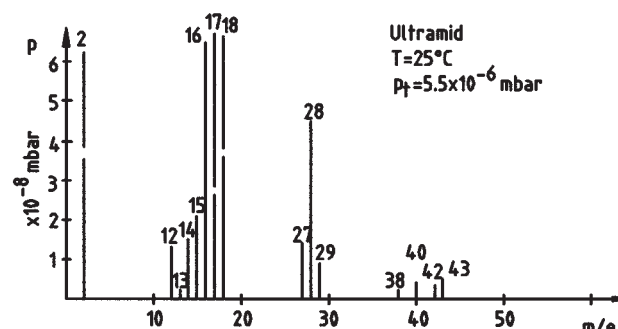
Slika 6: Masni spekter CRAFTINA po razplinjevanju (135°C, 48 ur, celotni tlak 1,6x10<sup>-6</sup> mbar)

Figure 6: Mass spectrum of the outgassed products from CRAFTIN (135°C, 48 hours, total pressure 1,6x10<sup>-6</sup> mbar)



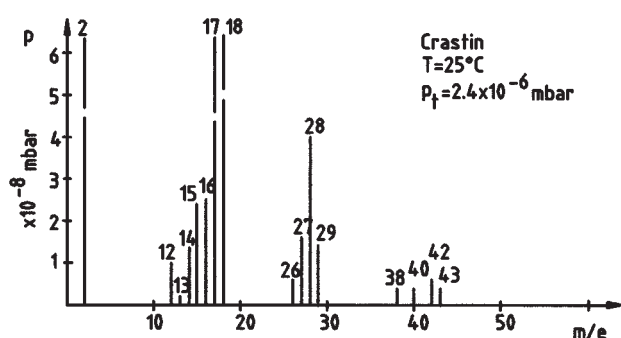
Slika 4: Masni spekter LEXANA po razplinjevanju (135°C, 48 ur, celotni tlak 1,6x10<sup>-6</sup> mbar)

Figure 4: Mass spectrum of the outgassed products from LEXAN (135°C, 48 hours, total pressure 1,6x10<sup>-6</sup> mbar)



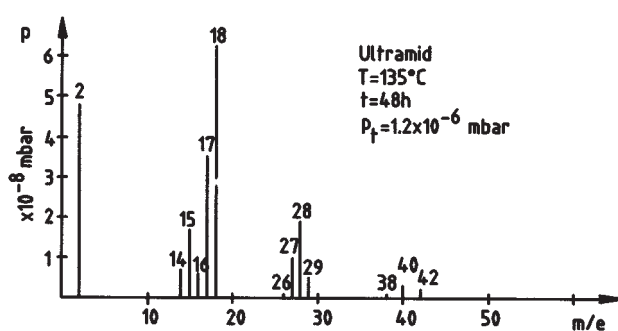
Slika 7: Masni spekter ULTRAMIDA po razplinjevanju (25°C, 2 uri, celotni tlak 5,5 x 10<sup>-6</sup> mbar)

Figure 7: Mass spectrum of the outgassed products from ULTRAMID (25°C, 2 hours, total pressure 5,5x10<sup>-6</sup> mbar)



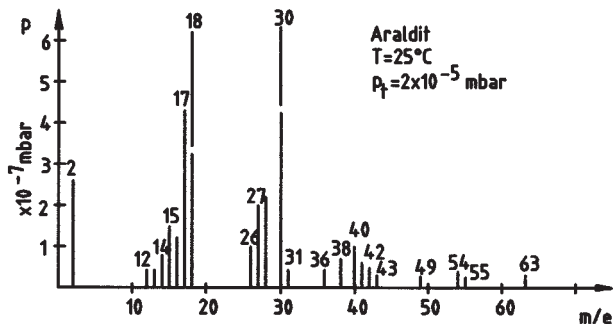
Slika 5: Masni spekter CRAFTINA po razplinjevanju (25°C, 2 uri, celotni tlak 2,4x10<sup>-6</sup> mbar)

Figure 5: Mass spectrum of the outgassed products from CRAFTIN (25°C, 2 hours, total pressure 2,4x10<sup>-6</sup> mbar)



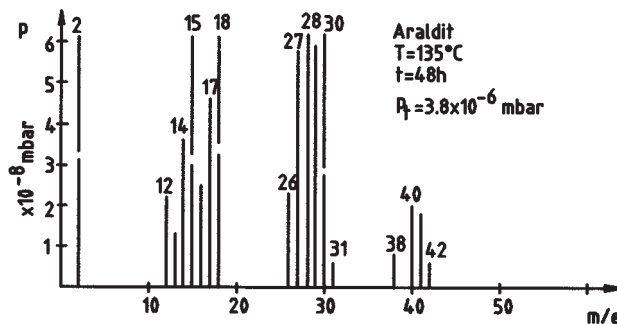
Slika 8: Masni spekter ULTRAMIDA po razplinjevanju (135°C, 48 ur, celotni tlak 1,2x10<sup>-6</sup> mbar)

Figure 8: Mass spectrum of the outgassed products from ULTRAMID (135°C, 48 hours, total pressure 1,2x10<sup>-6</sup> mbar)



Slika 9: Masni spekter ARALDITA po razplinjevanju (25°C, 2 uri, celotni tlak  $2 \times 10^{-5}$  mbar)

Figure 9: Mass spectrum of the outgassed products from ARALDIT (25°C, 2 hours, total pressure  $2 \times 10^{-5}$  mbar)



Slika 10: Masni spekter ARALDITA po razplinjevanju (135°C, 48 ur, celotni tlak  $3,8 \times 10^{-6}$  mbar)

Figure 10: Mass spectrum of the outgassed products from ARALDIT (135°C, 48 hours, total pressure  $3,8 \times 10^{-6}$  mbar)

Tabela 1: Razlika v masi razplinjenih polimernih materialov (LEXAN, CRASTIN, ULTRAMID, ARALDIT) po 48 urah razplinjevanja pri 135°C in tlaku v razredu  $1 \times 10^{-6}$  mbar

Table 1: Mass difference of the outgassed polymer materials (LEXAN, CRASTIN, ULTRAMID, ARALDIT) after 48 hours of outgassing at 135°C and the pressure of  $1 \times 10^{-6}$  mbar

ime polimera	$m_1$ (g) pred razplin.	$m_2$ (g) po razplin.	tlak (mbar) razplinjevanja	$\Delta m$ (g)	$\Delta m/m_1$ (%)
LEXAN	13,7862	13,7646	$1,6 \times 10^{-6}$	0,0216	0,16
CRASTIN	13,8176	13,7913	$1,0 \times 10^{-6}$	0,0263	0,19
ULTRAMID	13,7721	13,6037	$1,2 \times 10^{-6}$	0,1684	1,25
ARALDIT	13,8249	12,2617	$3,8 \times 10^{-6}$	1,5632	11,3

Tabela 2: Povprečna vrednost spremembe kontaktne upornosti desetih relejev z razplinjenimi in nerazplinjenimi polimernimi sestavnimi deli kot funkcija časa  $\bar{R}_{k(10)}f(t)$

Table 2: Mean value of the contact resistance difference for 10 relays with the outgassed and not outgassed polymer relay parts as the function of time  $\bar{R}_{k(10)}f(t)$

polimerni sestavni deli v relejih	$\bar{R}_{k(10)}f(t)/0$ dni (mΩ)	$\bar{R}_{k(10)}f(t)/7$ dni (mΩ)	$\bar{R}_{k(10)}f(t)/21$ dni (mΩ)	$\bar{R}_{k(10)}f(t)/42$ dni (mΩ)
<b>nerazplinjeni</b>				
LEXAN	9	16	27	33
CRASTIN	10	17	28	34
ULTRAMID	10	30	39	60
ARALDIT	10	50	80	150
<b>razplinjeni</b>				
LEXAN	10	11	12	12
CRASTIN	10	12	12	12
ULTRAMID	10	13	13	13
ARALDIT	10	30	41	50

medtem ko so pri razplinjenih ostale skoraj nespremenjene (razen pri sestavnih delih iz araldita).

Delovanje relejev z razplinjenimi in nerazplinjenimi polimernimi sestavnimi deli smo nato preizkušali še pri ekstremnih temperaturah okolice  $-65^\circ\text{C}$  in  $125^\circ\text{C}$  ter minimalni vzbujevalni napetosti tuljave. Vsi releji z razplinjenimi sestavnimi deli (razen araldita) so pri preizkusih normalno delovali v mejah, ki jih predpisujejo ameriški vojaški standardi MIL. Pri relejih z nerazplinjenimi sestavnimi deli je pri nizkih temperaturah prišlo do

lepljenja kontaktov, pri visokih pa do močnega povišanja kontaktne upornosti.

#### 4 SKLEPI

Sistematično smo raziskovali vakuumsko razplinjevanje (kvalitativno in kvantitativno) štirih najbolj uporabljenih polimernih materialov za releje: crastin, lexan, ultramid in araldit.

Merjena je bila residualna atmosfera (detektirano največ vodika, dušika, vodne pare in ogljikovodikov  $C_nH_n$ ) in sprememba mase vzorcev po razplinjevanju (najmanjša izguba mase je bila izmerjena pri lexanu 0,16%, največja pa pri aralditu 11,3%).

Polimerni materiali lexan, crastin in ultramid so po 24 urah praktično površinsko razplinjeni, araldit pa se še po 48 urah močno razplinjuje.

Zaradi visoke stopnje razplinjevanja araldita je ta neprimeren za vgradnjo v hermetične releje. Onesnažuje atmosfero v releju, tvorijo pa se kompaktne plasti na kontaktih, ki povzročajo močno povišanje kontaktne upornosti in lepljenje kontaktov pri nizkih temperaturah.

## 5 LITERATURA

- <sup>1</sup> L. Koller, M. Bizjak, K. Požun, J. Leskovšek, S. Vrhovec, *Vacuum*, 48 (1997) 7-9, 779-783
- <sup>2</sup> L. Koller, K. Požun, M. Bizjak, J. Leskovšek, D. Railič, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 31 (1997) 1-2, 117-119
- <sup>3</sup> L. Koller, S. Vrhovec, K. Požun, D. Railič, *Informacije MIDEM*, 27/1 (1997) 33-35
- <sup>4</sup> K. Požun, J. Leskovšek, L. Koller, M. Mozetič, *Fizika A5*, 2 (1996) 79-83
- <sup>5</sup> M. Bizjak, *Elektrotehniški vestnik*, 57 (1990) 1-2, 81-84
- <sup>6</sup> R. S. Timsit, *IEEE-CHMT*, 13 (1995) 65
- <sup>7</sup> H. Lenng, *IEEE-CPMT*, 19 (1996) 346-352
- <sup>8</sup> M. Bizjak, L. Koller, K. Požun, J. Leskovšek, *Informacije MIDEM*, 26/4 (1996) 280-284
- <sup>9</sup> H. Grosmann, M. Huck, *Galvanotechnik*, 82 (1991) 11