

VPLIV POLIMERNIH MATERIALOV NA ATMOSFERO V MINIATURNIH HERMETI[^]NIH RELEJIH

INFLUENCE OF THE POLYMER MATERIALS ON THE ATMOSPHERE IN THE MINIATURE HERMETIC RELAYS

LIDIJA KOLLER¹, M. MOZETI^{^2}, K. PO^{@UN}¹, M. BIZJAK³, S. VRHOVEC¹

¹Institut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 1000 Ljubljana

²ITPO, Ljubljana

³Iskra - Stikala, Kranj

Prejem rokopisa - received: 1997-10-01; sprejem za objavo - accepted for publication: 1997-12-19

Stanje kontaktne površine je pomemben parameter pri zagotavljanju kontaktne zanesljivosti. Za (tudij) mikroklima v miniaturnem hermetičnem releju je bilo simulirano izparevanje relejskih plastičnih delov zaradi lastnega segrevanja releja. Relejske dele iz polimernih materialov: araldita, ultramida in lexana smo izpostavili induktivno vzbujeni kisikovi plazmi (27,12 MHz) in jih razplinjevali (1×10^{-6} mbar) pri temperaturi 135°C. S kvadrupolnim masnim spektrometrom smo analizirali molekulske mase razplinjenih substanc in ocenili njihovo relativno količino. Poleg vodika in vodne pare je bilo iz araldita izplinjenih največinskih ogljikovodikov C_xH_y z nizkim številom ogljikovih atomov. Ta povzročajo po ohladitvi releja največje onesnaženje atmosfere v releju in na kontaktih.

Ključne besede: plazemsko čiščenje, vakuumsko razplinjevanje, miniaturni hermetični releji, kontaktni materiali, polimerni elektronski materiali, masna spektroskopija

Condition of the contact surface is a very important factor concerning the contact reliability. To study the micro climate conditions inside the miniature hermetic relay evaporating of the polymer relay parts as a consequence of the self heating was simulated. Polymer relay parts made of Araldit, Ultramid and Lexan were exposed to high frequency oxygen plasma (27.12 MHz); then the process of high vacuum (1×10^{-6} mbar) outgassing at the temperature of 135°C was used. With the quadrupole mass spectrometer molecular masses of the outgassed substances were identified and their relative quantities were estimated. Besides water vapour and hydrogen the largest quantities of saturated hydrocarbons C_xH_y with low number of carbon atoms were detected for Araldit. So we realised that the products outgassed from Araldit contaminated the relay atmosphere and contacts when the relay is cooled down.

Key words: plasma cleaning, vacuum outgassing, miniature relays, contact materials, polymer electronic material, mass spectroscopy

1 UVOD

Razplinjevalne lastnosti polimernih materialov za elektronske sestavne dele so odločilne za doseganje visoke kakovosti in dobre kontaktne zanesljivosti^{1,2,3} profesionalnih miniaturnih relejev. Zanesljivost delovanja relejev in povzročanje kontaktne upornosti je odvisno od stopnje razplinjevanja sestavnih delov in tudi od atmosfere v releju. Za (tudij) mikroklima v hermetičnem releju smo simulirali izparevanje relejskih delov zaradi segrevanja releja med obratovanjem. Relejske polimerne sestavne dele iz araldita, ultramida in lexana smo izpostavili induktivno vzbujeni plazmi^{4,5,6} in jih nato (razplinjevali v visokem vakuumu^{7,8}. Analiza razplinjenih substanc je pokazala, da je koncentracija plinskih ne-odvisna od materialov samih in od njihove obdelave (visokofrekvenčno plazemsko čiščenje) v različnih predhodnih tehnoloških postopkih.

2 EKSPERIMENTALNI DEL

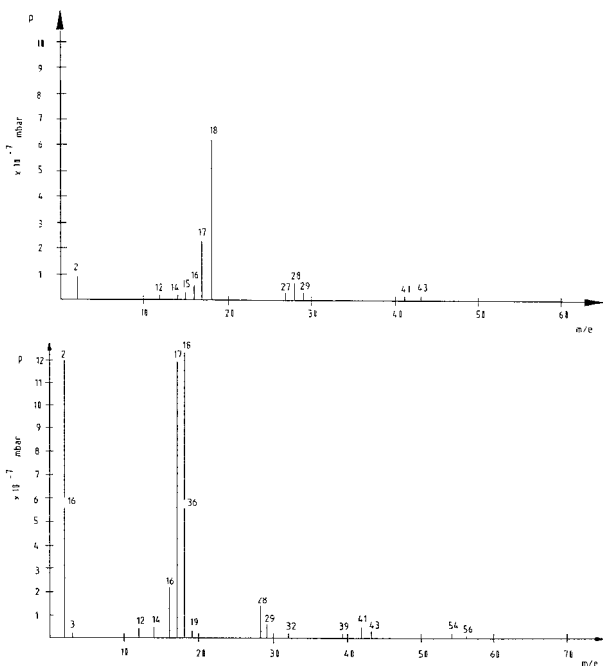
Posamezne vzorce polimernih sestavnih delov hermetičnih relejev iz araldita, ultramida in lexana smo izpostavili visokofrekvenčni induktivni kisikovi plazmi. Generirali smo jo z induktivno vezanim RF generatorjem frekvence 27,12 MHz in izhodne moči 200 W. V stekleni

cevi premera 4 cm in dolžine 40 cm smo ustvarili plazmo z naslednjimi parametri: gostota nabitih delcev je bila okrog 10^5 na m^3 , temperatura elektronov 5 eV, Debyejeva dolžina približno 0,1 mm, potencial plazme okrog 20 V, stopnja disociacije kisikovih molekul pa 0,1. Vzorce, ki smo jih obdelali v plazmi, za primerjavo pa tudi neobdelane, smo razplinjevali v visokem vakuumu pri tlaku 1×10^{-6} mbar in temperaturi 135°C. Pri prvih poskusih smo merili sestavo plinov v prazni komori pri sobni temperaturi ter po 24-urnem pregrevanju komore pri temperaturi 135°C in tlaku 4×10^{-6} mbar. V razplinjeni komori smo po pregrevanju razplinjevali posamezne materiale pri sobni temperaturi 23°C ter pri temperaturi 135°C 48 ur v visokem vakuumu pri tlaku 1×10^{-6} mbar. Sestavo plinov smo merili po 24 in 48 urah. Molekulske mase razplinjenih substanc smo identificirali z masnim spektrometrom LEISK SM1000 ($m/e=100$) in ocenili njihovo relativno količino. Pri snemanju masnih spektrov nismo upoštevali popravkov, kot primer: različna specifična ionizacijska energija posameznih plinov, zmanjšanje občutljivosti masnega spektrometra z vezanjem specifične mase.

3 REZULTATI IN DISKUSIJA

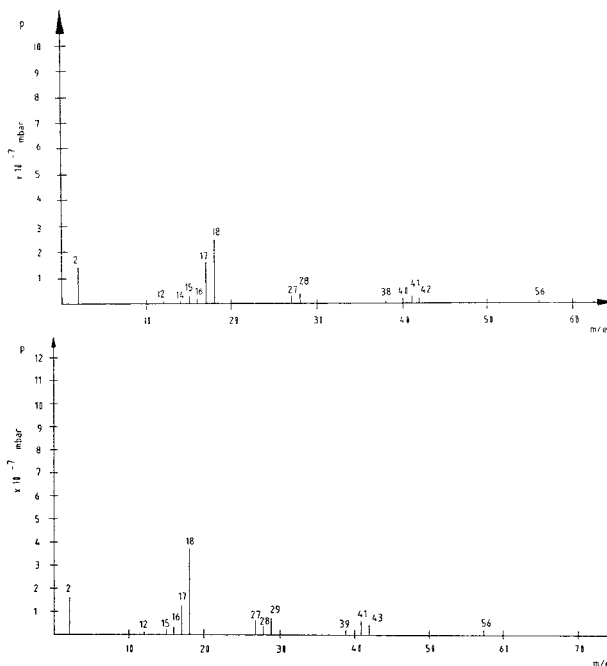
Spektra a in b na **sliki 1** prikazujeta, da iz plazemsko obdelanega vzorca lexana po dvehurnem razplinjevanju (23°C, celotni tlak $3,2 \times 10^{-6}$ mbar) izhaja bistveno manj ne-isto- kot iz vzorca, ki ni bil plazemsko obdelan. Primerjava spektrov a in b na **sliki 2** poka' e po 48 urnem razplinjevanju pri 135°C pri celotnem tlaku $2,5 \times 10^{-6}$ mbar samo {e majhno razliko med predhodno plazemsko obdelanim in neobdelanim vzorcem lexana. Skoraj identi-no sliko smo dobili pri vzorcu ultramida, torej veliko razliko med za-etnima (23°C) in zelo majhno med kon-nima spektroma (135°C). Masna spektra na **sliki 3a** (plazemsko obdelan vzorec araldita po dveh urah razplinjevanja na 23°C pri celotnem tlaku $2,5 \times 10^{-6}$ mbar) in b (neobdelan vzorec araldita po dveh urah razplinjevanja pri 23°C in 8×10^{-6} mbar) se bistveno razlikujeta. Spekter 3b ka'e zelo mo-no razplinjevanje araldita. Poleg vodika in vodne pare smo izmerili najve-ogljikovodikov splo{ne formule C_xH_y , predvsem z maso 30. Masna spektra na **sliki 4a in 4b** vzorcev araldita po 48 urnem razplinjevanju pri temperaturi 135°C in totalnem tlaku $1,2 \times 10^{-5}$ mbar ka'eta na mo-no zmanj{ano razliko, vendar je ogljikovodik z maso 30 {e vedno mo-no zastopan.

Sklepamo lahko, da pri plazemsko obdelanih vzorcih nastane na povr{ini talilna bariera, ki iz povr{ine plasti-nih materialov prepre-uje izhajanje ne-isto-. Zakaj se pri aralditnem vzorcu pri povi{ani temperaturi



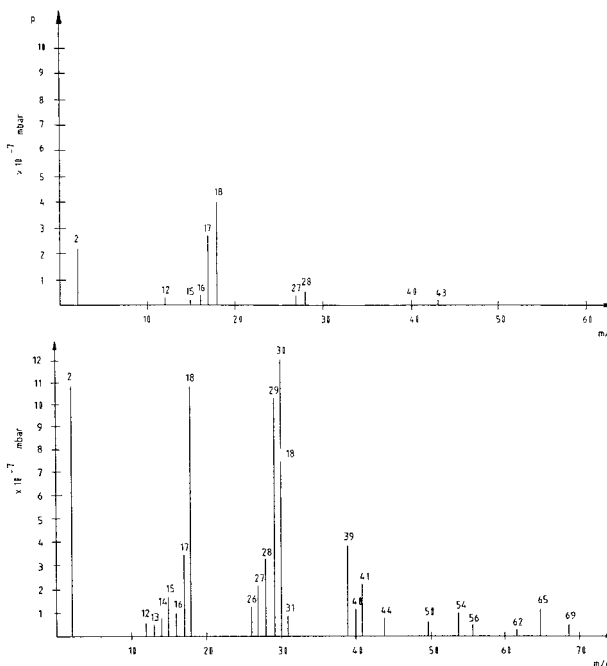
Slika 1: a) Masni spekter plazemsko obdelanega vzorca lexana po 2 urah razplinjevanja (23°C, celotni tlak $3,2 \times 10^{-6}$ mbar), b) masni spekter neobdelanega vzorca lexana po 2 urah razplinjevanja (23°C, celotni tlak $1,6 \times 10^{-5}$ mbar)

Figure 1: a) Mass spectrum of Lexan sample treated by plasma after 2 hours of outgassing (23°C, total pressure $3,2 \times 10^{-6}$ mbar), b) mass spectrum of Lexan sample (not treated by plasma) after 2 hours of outgassing (23°C, total pressure $1,6 \times 10^{-5}$ mbar)



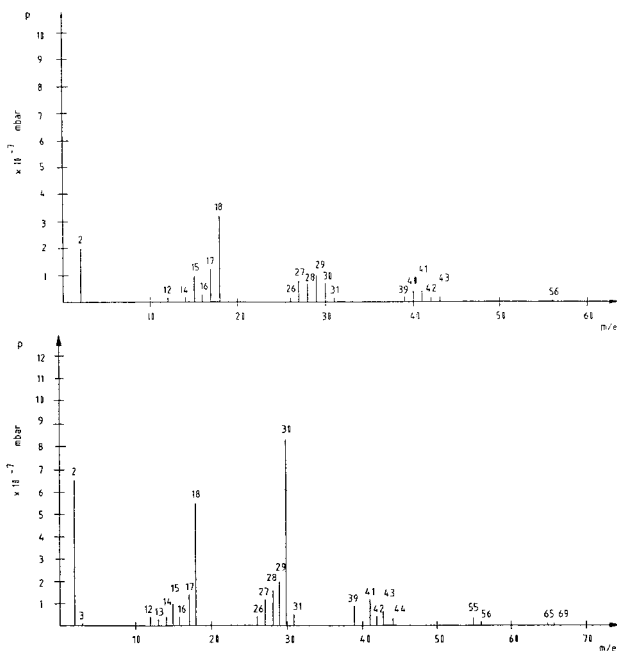
Slika 2: a) Masni spekter plazemsko obdelanega vzorca lexana po 48 urah razplinjevanja (135°C, celotni tlak $2,5 \times 10^{-6}$ mbar), b) masni spekter neobdelanega vzorca lexana po 48 urah razplinjevanja (135°C, celotni tlak $4,5 \times 10^{-6}$ mbar)

Figure 2: a) Mass spectrum of Lexan sample treated by plasma after 48 hours of outgassing (135°C, total pressure $2,5 \times 10^{-6}$ mbar), b) mass spectrum of Lexan sample (not treated by plasma) after 48 hours of outgassing (135°C, total pressure $4,5 \times 10^{-6}$ mbar)



Slika 3: a) Masni spekter plazemsko obdelanega vzorca araldita po 2 urah razplinjevanja (23°C, celotni tlak $2,5 \times 10^{-6}$ mbar), b) masni spekter neobdelanega vzorca araldita po 2 urah razplinjevanja (23°C, celotni tlak 8×10^{-6} mbar)

Figure 3: a) Mass spectrum of Araldit sample treated by plasma after 2 hours of outgassing (23°C, total pressure $2,5 \times 10^{-6}$ mbar), b) mass spectrum of Araldit sample (not treated by plasma) after 2 hours of outgassing (23°C, total pressure 8×10^{-6} mbar)



Slika 4: a) Masni spekter plazemsko obdelanega vzorca araldita po 48 urah razplinjevanja (135°C , celotni tlak $3,4 \times 10^{-6}$ mbar), b) masni spekter neobdelanega vzorca araldita po 48 urah razplinjevanja (135°C , celotni tlak $1,2 \times 10^{-5}$ mbar)

Figure 4: a) Mass spectrum of Araldit sample treated by plasma after 48 hours of outgassing (135°C , total pressure $3,4 \times 10^{-6}$ mbar), b) mass spectrum of Araldit sample (not treated by plasma) after 48 hours of outgassing (135°C , total pressure $1,2 \times 10^{-5}$ mbar)

Kljub predhodni obdelavi s plazmo pojavijo ne-isto-e, si razlagamo s tem, da omenjena bariera zaradi hrapavosti in neke vrste 'gobaste strukture' površine zalivke iz araldita ni tako u-inkovita kot pri drugih dveh. Poleg tega vsebuje araldit mnogo ve- organskih ne-isto- kot

lexan in ultramid, te pa pri povišani temperaturi izhlapevajo in onesna' ujejo atmosfero v releju.

4 SKLEPI

- Vzorce najpogostej{ih polimernih materialov (lexana, ultramida in araldita) za releje smo najprej izpostavili delovanju visokofrekven- ne kisikove plazme (27,12 MHz), nato pa smo jih {e razplinjevali v visokem vakuumu (1×10^{-6} mbar). Po kon- anem postopku smo izmerjene masne spektre primerjali s spektri vzorcev, ki niso bili predhodno plazemsko obdelani.
- Opazili smo prisotnost vodika, vodne pare in ogljikovodike, med katerimi je bil najpogostej{i ogljikovodik z maso 30.
- Po 48 urnem razplinjevanju pri 135°C in celotnem tlaku 1×10^{-6} mbar so se vsi polimerni materiali (tako plazemsko obdelani kot tudi neobdelani) povr- {insko razplinili, z izjemo araldita. Ta onesna' uje atmosfero v releju, zvi{uje kontaktno upornost in zato ni primeren za vgradnjo v profesionalne releje.

5 LITERATURA

- ¹ P. C. Wingert, *IEEE CHMT*, 15 (1992) 154
- ² W. Rieder, *IEEE CHMT*, 15 (1992) 166
- ³ L. Koller, M. Jenko, S. Spruk, D. Raili-, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 27 (1993) 1-2, 153-155
- ⁴ A. Ricard, *Reactive Plasmas*, Societe Francaise du Vide (SFV), Paris 1996
- ⁵ F. Breclj, M. Mozeti-, *Vacuum*, 40 (1996) 177-178
- ⁶ M. Mozeti-, M. Kveder, F. Breclj, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 27 (1993) 157-159
- ⁷ L. Koller, M. Jenko, S. Spruk, B. Pra-ek, S. Vrhovec, *Vacuum*, 46 (1995) 827-829
- ⁸ M. Wutz, H. Adam and W. Walcher, *Theory and Practice of Vacuum Technology*, Friedr. Vieweg & Sohn, Braunschweig 1989