

Gn-MEBA

3 et 4 juin 2010

Croissance des whiskers de zinc

Michel Mahe, Agnès Lina

R&D Département MMC / Laboratoire Chimie-Corrosion

EDF Les Renardières

77818 Moret sur Loing

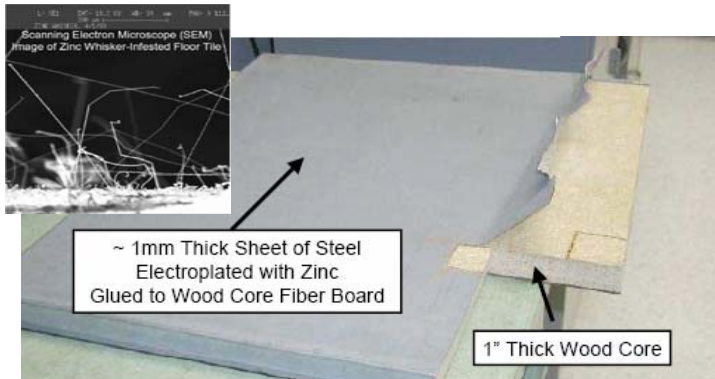
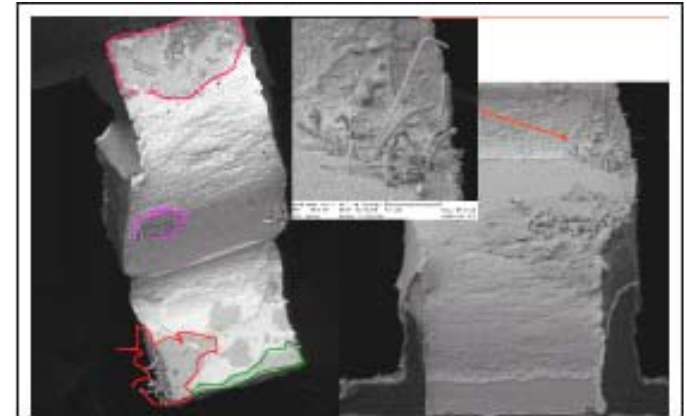


Sommaire

- ▶ Qu'est ce qu'un whisker ?
 - Définition/aspect
 - Paramètres influents
 - Mécanismes
 - Caractéristiques du zinc
- ▶ Tests accélérés in-situ au MEB
 - Description moyens/essais
 - Croissance accélérée
- ▶ Essais en enceinte climatique
 - Les échantillons
 - Observation au MEB et prélèvement au FIB

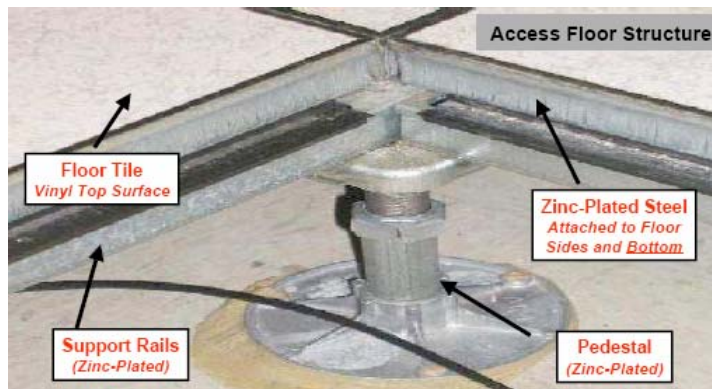
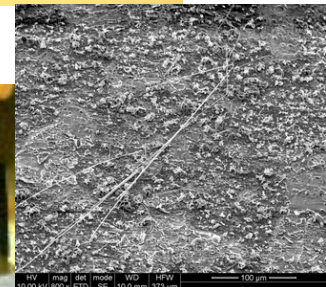
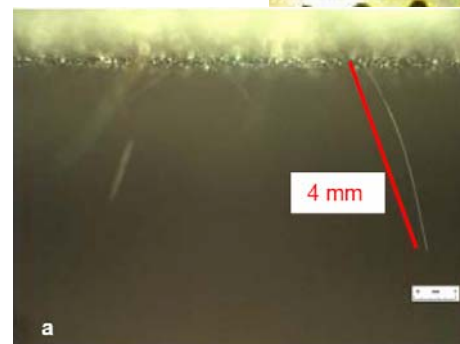
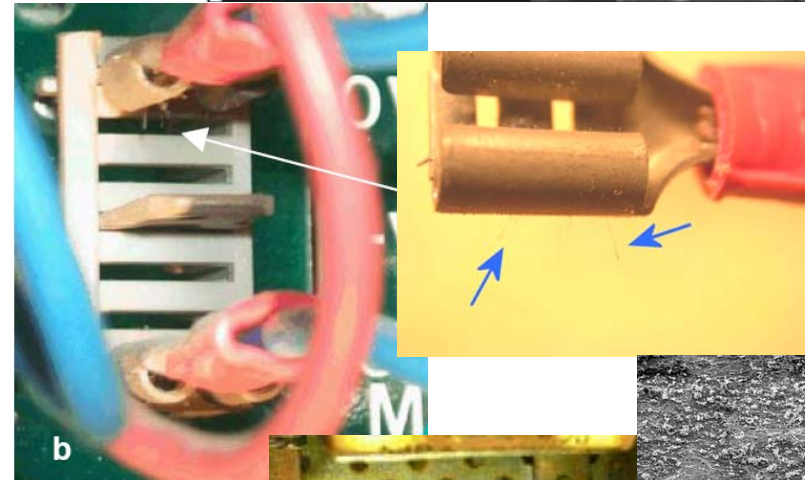
Qu'est ce qu'un whisker ?

Fines aiguilles ou filaments, assimilables à des cheveux par leurs dimensions et leurs aspects, qui poussent, entre autres, à la surface de revêtements métalliques.



~ 1mm Thick Sheet of Steel Electroplated with Zinc Glued to Wood Core Fiber Board

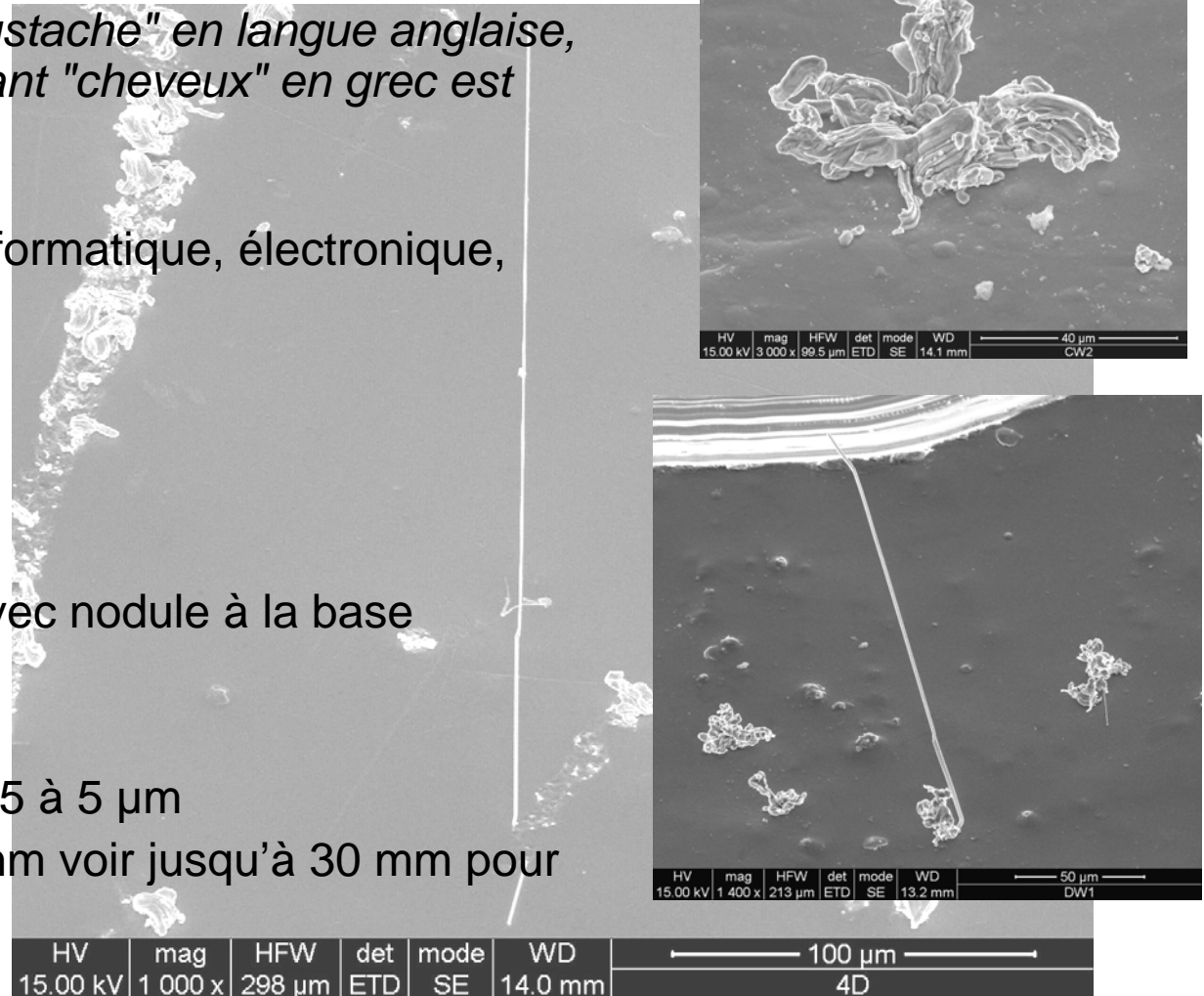
1" Thick Wood Core



Site de la NASA www.nepp.nasa.gov/WHISKER/other_whisker

Qu'est ce qu'un whisker ?

- ▶ Whisker : signifie "moustache" en langue anglaise, le terme trichite signifiant "cheveux" en grec est aussi utilisé.
- ▶ Domaines touchés : informatique, électronique, téléphonie
- ▶ Forme des whiskers
 - Nodule
 - Filament rectiligne
 - Filament rectiligne avec nodule à la base
- ▶ Dimensions
 - Diamètre : environ 0,5 à 5 μm
 - Longueur max.: 10 mm voir jusqu'à 30 mm pour le Zn

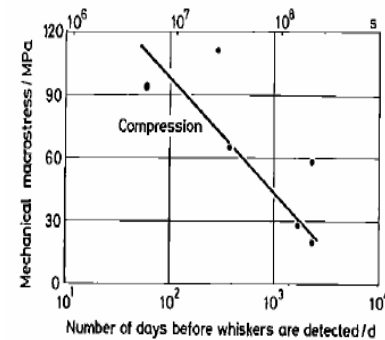


Whiskers ? paramètres influents

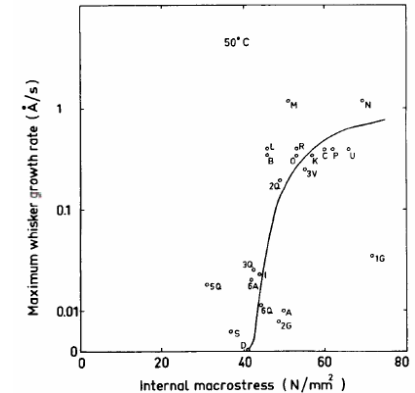
Paramètres intrinsèques

- 1er ordre : la nature du dépôt, les contraintes dans le dépôt
- 2ème ordre : le procédé, l'épaisseur, la texture du dépôt, la texture et les contraintes du substrat, la présence d'impuretés dans le dépôt

T. Nagai 1989



U. Lindborg 1974

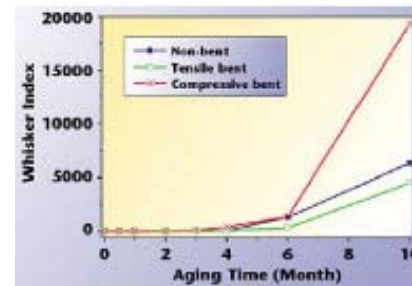


Paramètres environnementaux

- Effet accélérateur : la température, l'humidité, la présence d'un polluant atmosphérique
- Peu d'effet : la lumière, les champs électriques
- Forte influence : l'application d'une contrainte externe de compression

| | 35% HR 43 °C | 90% HR 43 °C |
|------------------|--------------|--------------|
| Sans contaminant | | |
| Épaisseur 1,3 µm | Cd | Sn |
| Du 5,1 µm | Cd | Sn |
| Dépôt 12,7 µm | - | - |
| Matériau massif | - | - |
| Avec contaminant | | |
| Épaisseur 1,3 µm | Cd Zn | Sn Cd |
| Du 5,1 µm | Cd Zn | Sn Zn |
| Dépôt 12,7 µm | Sn Cd Zn | Sn Zn |
| Matériau massif | - | Sn Zn |

Apparition de whiskers après 2 ans – Travaux de K. G. Compton 1951



Chen Xu 2002

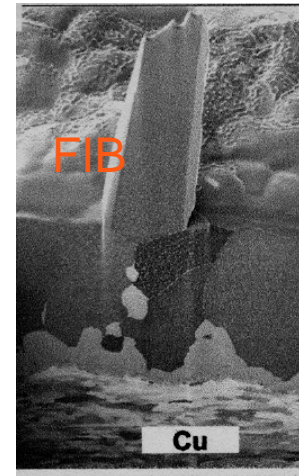
Whiskers ? Mécanismes

Phénomène connu depuis 1946

Mécanisme de formation des whiskers de Sn très étudié et lié à la formation d'un intermétallique qui engendre des contraintes internes

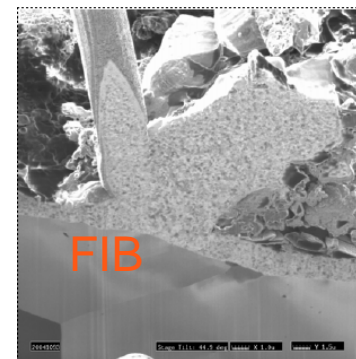
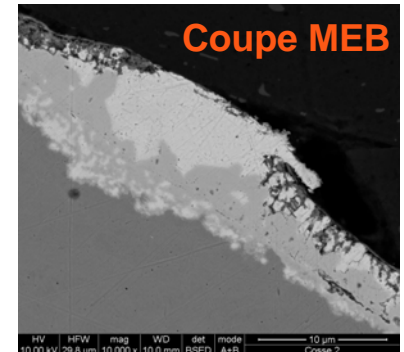
Plusieurs hypothèses pour ce qui est du mécanisme de formation des whiskers :

- J. Franks et S. Amelinckx : apport de matière par diffusion jusqu'à la racine du whiskers et déplacement par glissement pour la croissance du whiskers. Idem pour U. Lindborg mais le lieu de la diffusion est différent.
- F. C. Frank et J. D. Eshelby : nécessité d'une énergie de surface liée à l'oxydation ou un défaut de surface, la croissance des whiskers se fait par montée d'une dislocation ancrée sur une irrégularité de surface
- W. C. Ellis et al : germination et recristallisation d'un nouveau grain, croissance par déplacement de dislocation vers un grain à plus faible contrainte
- V. K. Glazunova et al, R. Lahtinen et al : nécessité d'impuretés en surface, initiation des whiskers au niveau des impuretés



Chen Xu, Yun Zhang,
Chonglun Fan, J. A. Abys

Sn



H. L. Reynolds, R. Hilty

Zn



Whiskers ? modèles

► Diffusion pour apport de matière

Vitesses de déformation basées sur la diffusion modèle de Herring (L. Philibert modèle de fluage-diffusion)

$$\dot{h}_s = \frac{2 D_s \sigma_z v_a}{R_w k T} \quad \text{Diffusion au sein du réseau d'un grain}$$

$$\dot{h}_b = \frac{2 D_b \delta \sigma_z v_a}{R_w d_{av} k T} \quad \text{Diffusion aux joints de grains}$$

$$\dot{h}_p = \frac{2 D_p \Lambda b^2 \sigma_z v_a}{R_w k T} \quad \text{Diffusion de forêts de dislocations}$$

D_s, D_b et D_p sont les coefficients de diffusion
 R_w rayon du whisker
 T température
 k constante de Boltzmann
 v_a volume atomique
 σ_z contrainte
 d_{av} diamètre moyen du grain
 δ épaisseur de la frontière
 b vecteur de burgers
 Λ densité de dislocations

► Glissement/cisaillement pour la formation du whisker

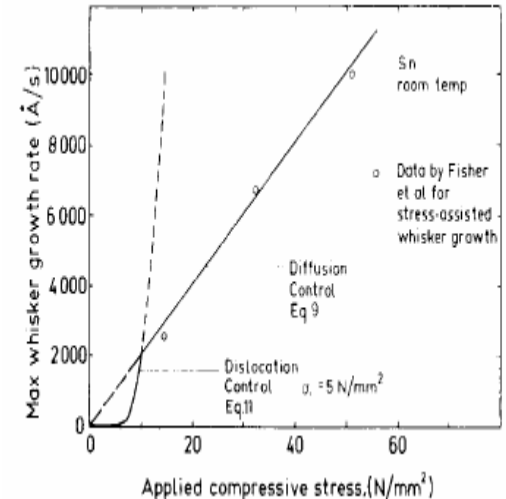
Contrainte de cisaillement

$$\dot{h} = k(\sigma - \sigma_i)^n = k\left(\sigma - \frac{0.5 \mu b}{L_w}\right)^n$$

σ, σ_i contraintes L_w distance à la forêt de dislocations
 k et n dépendent de la densité de dislocations et de la température
 μ module de cisaillement

► Modèle à deux niveaux pour U. Lindborg

Le plus lent des deux mécanismes détermine la vitesse de croissance des whiskers

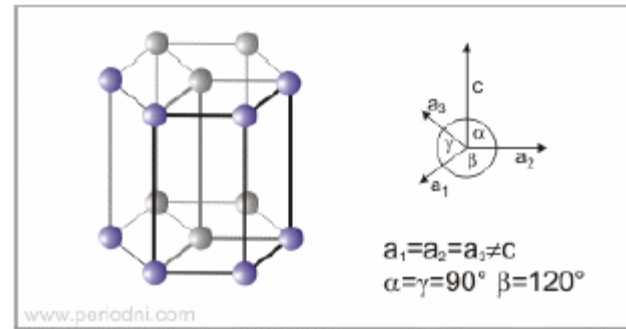


Whiskers ? Cas du zinc

► Zn

- Température de fusion : 420°C
- Température d'auto-diffusion : $(0,5 \times T_f)$ 73,5 °C
T. ambiante = $0,42 \times T_f$

- Structure hexagonale

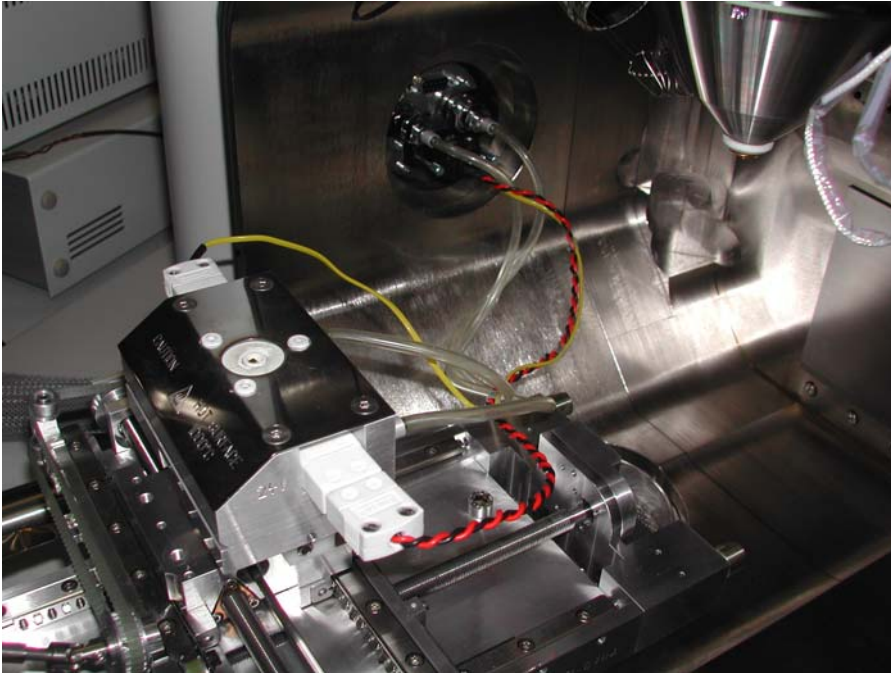


- Coefficient de dilatation

| | |
|-------------------------------------|--------------------------------|
| Single crystal along a-axis 0–100°C | 15 $\mu\text{m/m K}$ |
| Single crystal along c-axis 0–100°C | 61 $\mu\text{m/m K}$ |
| Polycrystalline 20–250°C | 39.7 $\mu\text{m/m K}$ |
| Volume CTE 20–400°C | $0.89 \times 10^{-6}/\text{K}$ |

Tests accélérés

▶ Essais en four au MEB



▶ Echantillons

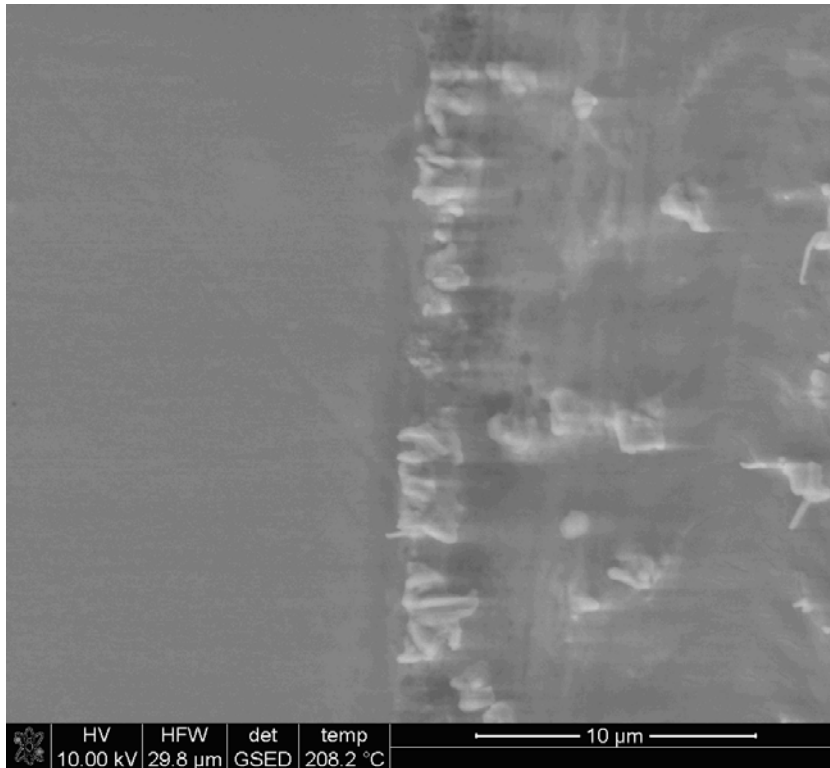
- Dépôt électrolytique de Zn sur acier
- Dimensions : 3 à 4 mm de côté
- Provenance 2 origines différentes

▶ Conditions d'essais

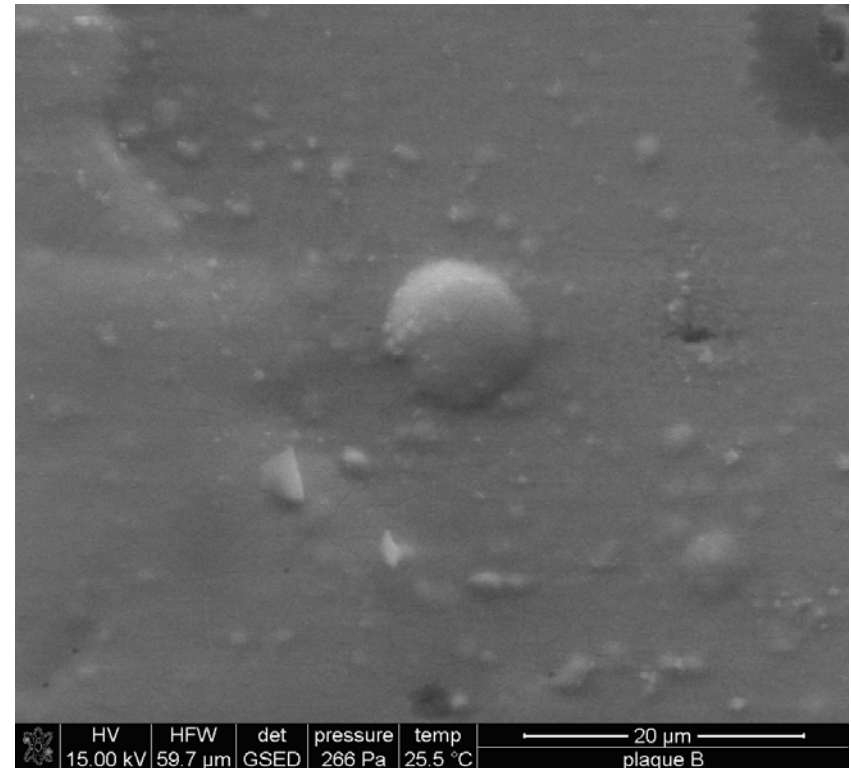
- Température 210°C (bibliog. H. Sugiarto à 175°C/24heures)
- 50°C/minutes en automatique plus stable en manuel
- Pression de 1 à 2 torr (vapeur d'eau)

Tests accélérés

Plaque A



Plaque B



Essais en enceinte climatique

▶ Essais conforme à la procédure du JEDEC (Joint Electron Device Engineering Council) pour les tests de sensibilité à la formation des whiskers (définis uniquement pour Sn)

▶ Conditions d'essais

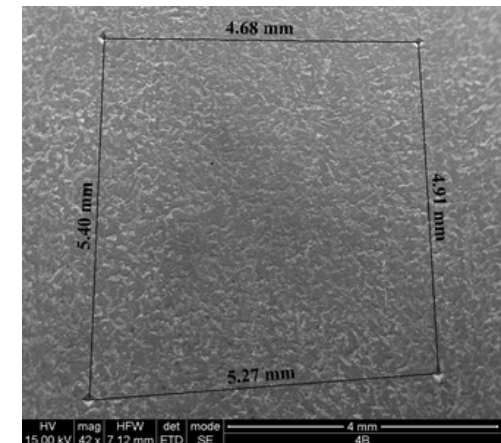
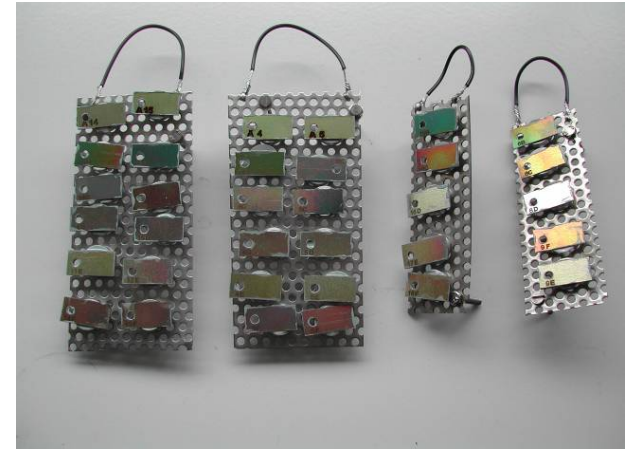
- Essai 1 : 30 ± 2 °C 60 ± 3 %HR 3000 heures
- Essai 2 : 60 ± 2 °C 87 ± 3 %HR 3000 heures

▶ Préparation des échantillons

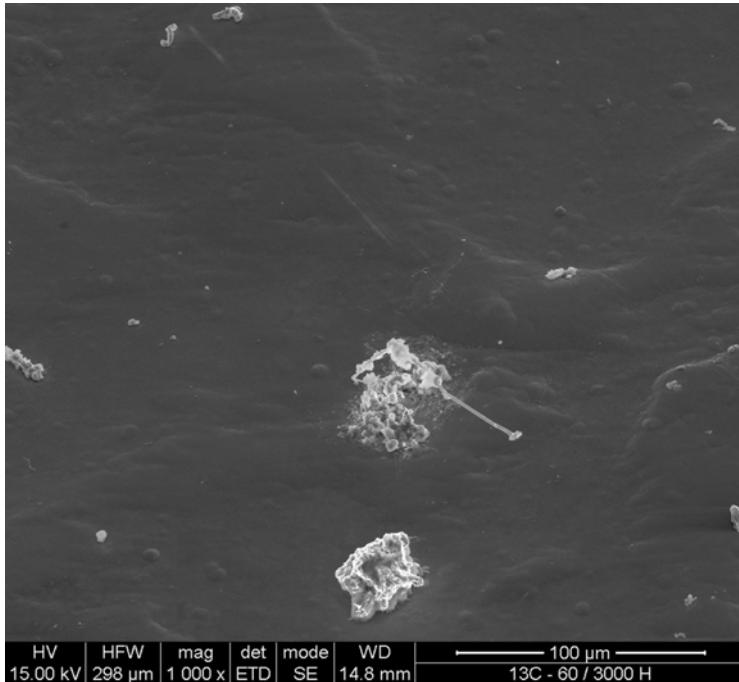
- Découpe de coupons de 10×20 mm²
- Délimitation de la zone d'observation par 4 empreintes de micro-dureté
- Protection des sections de coupes non revêtues par du vernis
- Collage sur un support MEB

▶ Examens au MEB

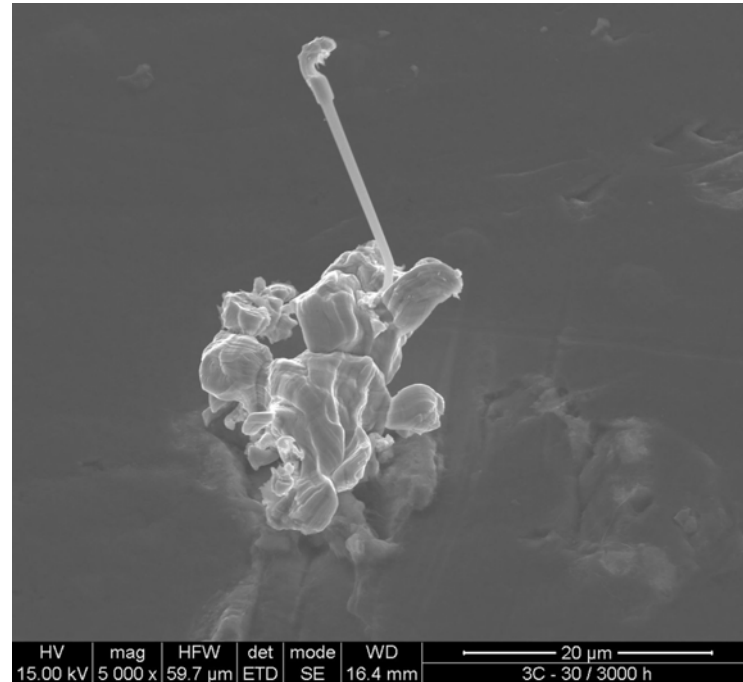
- Zone d'observation dimension totale 75 mm²
- 3 échantillons soit 25 mm² à observer par coupon
- Examen à 45° avant essai, après 1500 heures et 3000 heures



Essais en enceinte climatique : Exemples

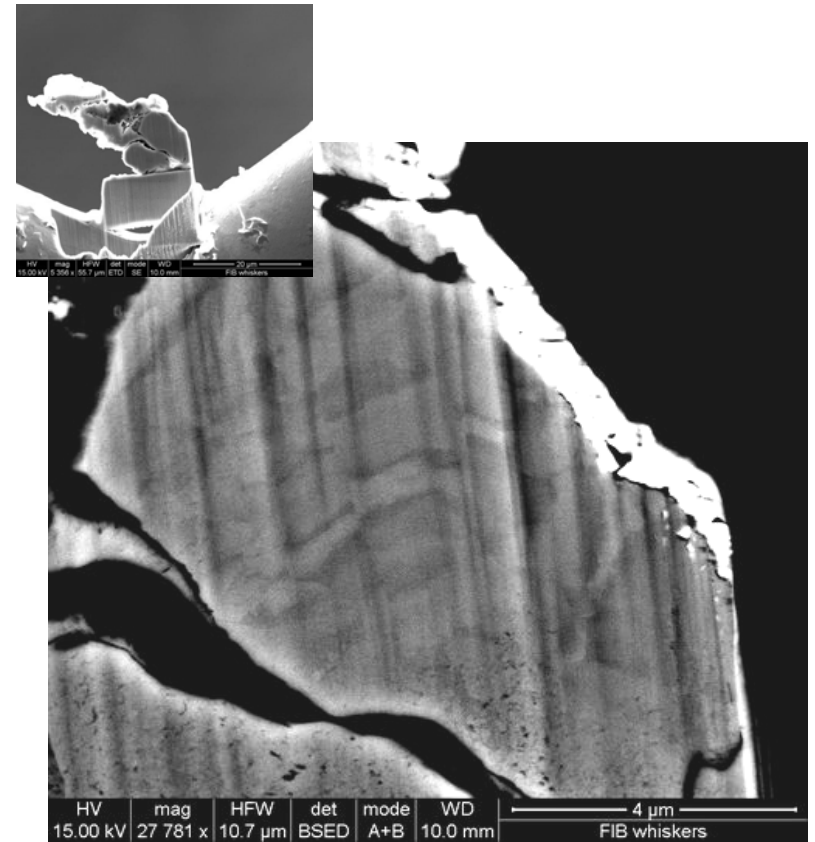
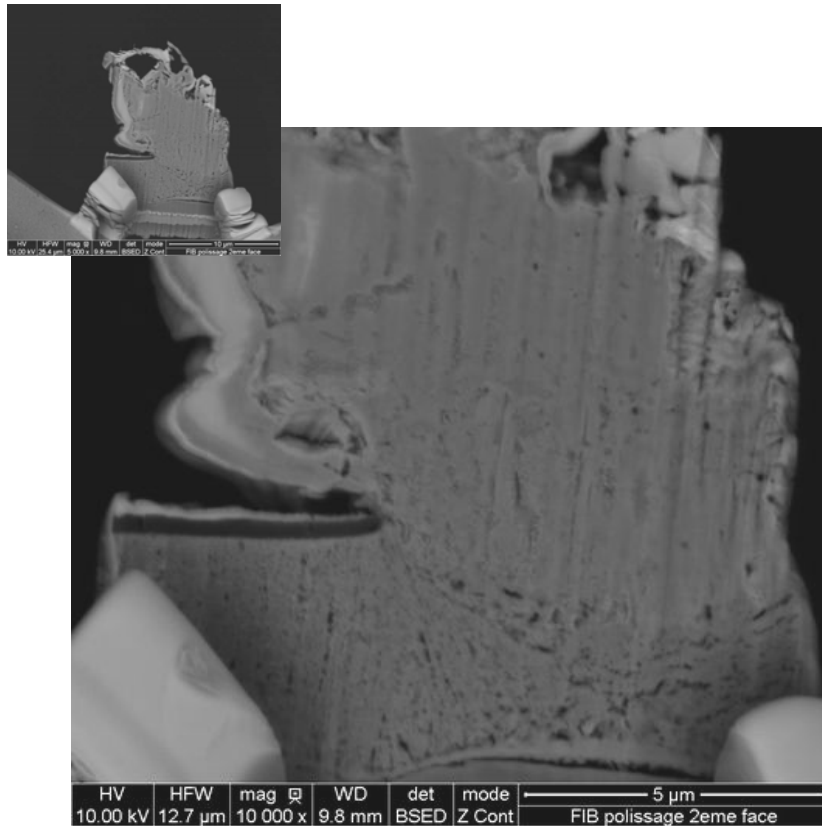


Essai 2 : corrosion



Essai 1 : croissance

Essais en enceinte climatique : FIB



Merci de votre attention !

