

К. Н. Нищев, М. И. Новопольцев,
А. Ф. Сигачев, В. П. Мишкин, А. В. Гришанин

ИССЛЕДОВАНИЕ АДГЕЗИОННЫХ СВОЙСТВ СПЕЧЕННЫХ СЛОЕВ СЕРЕБРОСОДЕРЖАЩИХ ПАСТ¹

Аннотация.

Актуальность и цели. Надежность силовых полупроводниковых приборов может быть повышена за счет использования технологии соединения их элементов с применением серебрясодержащих паст. Целью работы является исследование влияния режимов спекания серебрясодержащих паст на адгезионную прочность данных соединений.

Результаты. С применением метода *L*-отслаивания и растровой электронной микроскопии изучено влияние температуры и давления прессования на адгезионную прочность слоя серебрясодержащих паст, находящегося в контакте с молибденовым термокомпенсатором и тестовой полосой.

Выводы. Адгезионные свойства спекенного слоя серебрясодержащих паст на поверхности молибденового термокомпенсатора зависят от равномерности нанесения слоя пасты и равномерности приложения давления прессования. Адгезионная прочность соединений максимальна, если процесс низкотемпературного спекания серебрясодержащих паст проводится при наиболее высоких значениях давления и температуры в заданном диапазоне изменения этих величин.

Ключевые слова: силовые полупроводниковые приборы, серебрясодержащая паста, низкотемпературное спекание, адгезия, отслаивание

K. N. Nishchev, M. I. Novopoltsev,
A. F. Sigachev, V. P. Mishkin, A. V. Grishanin

STUDY OF ADHESION PROPERTIES IN SINTERED LAYERS OF SILVER PASTES

Abstract.

Background. Reliability of power semiconductor devices can be improved by a technology of bonding its components using silver-containing pastes (SP). The purpose of this paper is to study the influence of SP sintering modes on the adhesion strength of these bondings.

Results. With application of *L*-peel test and REM the authors investigated the impact of compaction temperature and pressure on the adhesive strength of an SP layer being in contact with a molybdenum temperature compensator and a testing strip.

Conclusions. Adhesion properties of the SP sintered layer on the surface of the molybdenum temperature compensator depend on the even distribution of the paste coating and the evenness of pressure compaction. The adhesion strength of bondings is maximum if the process of low temperature SP sintering is carried out at the highest values of pressure and temperature in the given variation range of the said values.

Key words: power semiconductor devices, silver-containing paste, low-temperature sintering, adhesion, *L*-peel test.

¹ Работа выполнена в рамках договора № 02.G25.31.0051 между ОАО «Электровыпрямитель» и Министерством образования и науки Российской Федерации об условиях предоставления и использования субсидии на реализацию комплексного проекта по созданию высокотехнологичного производства, выполняемого с участием российского высшего учебного заведения.

Введение

Разработка новых технологий, обеспечивающих повышение надежности силовых полупроводниковых приборов (СПП), является актуальной задачей силовой электроники. Надежность СПП, работающих в условиях циклических нагрузок, в значительной степени определяется технологией межэлементных соединений электрически активных функциональных элементов. Для соединения элементов мощных СПП применяются различные технологии: пайка мягкими припоями, сплавление высокотемпературными припоями, технология прижимных контактов и др. Однако они уже не обеспечивают соответствия значительно возросшим современным требованиям к техническим параметрам СПП. В связи с этим в настоящее время весьма актуален поиск новых способов соединения элементов.

Эффективной технологией получения межэлементных соединений в СПП является низкотемпературное спекание серебросодержащих паст (Low-Temperature Joint Technique – *LTJT*) [1–4]. Процесс *LTJT* представляет собой технологический способ соединения кремниевой структуры (КС), содержащей *p-n*-переходы, с молибденовым термокомпенсатором (МТ). Процесс осуществляется посредством спекания (sintering) специальных серебросодержащих паст (СП) при воздействии температуры и давления. Получаемая в результате спекания структура КНМ (кремний на молибдене) является основным активным элементом, определяющим выходные электрические и тепловые параметры СПП. Термокомпенсатор служит для передачи тепловых потерь от кремниевой структуры к охладителю. Коэффициент теплового расширения материала, из которого он изготовлен, должен быть близким к соответствующему коэффициенту кремния во всем диапазоне рабочих температур.

Механическая прочность структур КНМ в значительной степени определяется адгезионными свойствами спеченного слоя СП. Для повышения адгезии используются различные технологические приемы, одним из которых является металлизация соединяемых поверхностей КС и МТ [5–6].

Адгезионные характеристики спеченных слоев СП существенно зависят от технологических условий процесса спекания. Для изучения этого влияния необходимо использовать оптимальные методики измерения адгезионной прочности спеченных слоев, обеспечивающие достоверность измерений.

В литературе методы измерения адгезионной прочности условно делятся на прямые и косвенные [7]. В первом случае об адгезионной прочности судят по усилию, под действием которого в контактном слое возникают нормальные или касательные напряжения, вызывающие разрушение соединения, во втором – по косвенным характеристикам: интенсивности эмиссии электронов, значению разрядного потенциала и др.

На практике чаще применяют прямые методы, при которых отделение пленки от подложки производят при воздействии статической или динамической нагрузки. В зависимости от способа нарушения адгезионных связей различают равномерный отрыв, неравномерный отрыв и сдвиг.

Наиболее точно определить адгезионную прочность образцов позволяет метод равномерного нормального отрыва, при котором сила отрыва перпендикулярна к контактируемым поверхностям. При равномерном отрыве или сдвиге усилие распределяется равномерно по всей поверхности исследу-

емого образца и контакт между пленкой и подложкой нарушается одновременно на всей поверхности. Однако при этом предъявляются достаточно жесткие требования к равномерности прикладываемого в эксперименте усилия по всей площади контакта, и поэтому указанный метод используется на практике сравнительно редко и лишь для образцов ограниченных размеров (например, [8]).

В случае неравномерного отрыва (отслаивания) нагрузка прилагается лишь к части образца и нарушение контакта между пленкой и подложкой распространяется последовательно по его поверхности. В этом случае адгезионная прочность определяется отношением силы отрыва к ширине отслаиваемой пленки и связана с работой изотермического отрыва единицы площади пленки. Методы отслаивания в большинстве случаев дают более реальную оценку адгезии, чем методы равномерного отрыва.

Следует учитывать, что при отслаивании пленок и покрытий на преодоление адгезии расходуется лишь часть энергии отрыва, поэтому значения адгезионной прочности, получаемые в экспериментах, определяются не только адгезионными свойствами соединенных поверхностей, но и зависят от специфики используемой методики измерения и применяемой аппаратуры.

В промышленности для определения адгезионной прочности используют стандартные методы [8–10]. Для определения усилия отслаивания применяются разрывные машины, или адгезиометры. В зарубежной литературе отслаивание пленки от жесткой подложки под прямым углом к ней называют методом *L*-отслаивания [5, 11], а расслаивание двух тонких соединенных между собой пленок – методом *T*-отслаивания [12].

Из полученных диаграмм отслаивания (зависимостей усилия отслаивания от длины области разрыва соединения) определяют адгезионную прочность соединения: $p_s = F_s/b$, где F_s – измеренное усилие отслаивания, b – ширина пленки.

В данной работе продемонстрированы возможности метода *L*-отслаивания для определения качества соединения спеченного слоя СП с поверхностью молибденового термокомпенсатора структуры КНМ при различных режимах спекания.

1. Образцы и методика эксперимента

Адгезионные свойства спеченных слоев СП исследовались методом отслаивания на испытательной машине SHIMADZU AG 100 KNX с применением дополнительной оснастки. С целью проверки возможности реализации метода *L*-отслаивания на данной установке были проведены тестовые измерения адгезионной прочности медной фольги стеклотекстолита СФ-1-35Г. Результаты измерений приведены на рис. 1. На нем изображены экспериментальные зависимости адгезионной прочности от перемещения подвижного зажима испытательной машины и связанного с ним положения линии отслаивания полосы шириной 5 мм (кривая 1) и 17 мм (кривая 2). Из рис. 1 следует, что адгезионная прочность исследуемой фольги практически не изменялась по всей длине полосы и превышала значение 1,5 Н/мм, установленное требованиями ГОСТ [13].

Затем метод *L*-отслаивания был использован для изучения адгезии спеченных слоев СП с металлическим покрытием, нанесенным на поверхность

МТ. Двухслойное покрытие (0,5 мкм Ni + 1 мкм Ag) наносилось на поверхность молибдена методом магнетронного напыления.

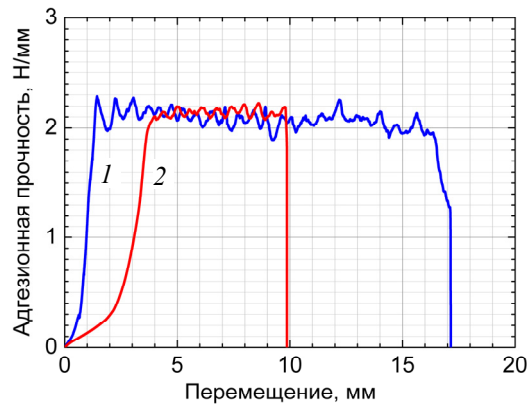


Рис. 1. Результаты измерения адгезионной прочности медной фольги стеклотекстолита СФ-1-35Г. Ширина фольги: 5 мм (кривая 1), 17 мм (кривая 2)

Для приготовления образцов на металлизированную поверхность МТ через сетчатый трафарет наносился слой серебросодержащей пасты. После сушки при 120 °С на поверхность СП помещалась гибкая медная тестовая полоса толщиной 100 мкм и шириной 5 мм с серебряным покрытием на ее поверхности. Затем проводилось горячее прессование полученной конструкции. Внешний вид образцов МТ диаметром 56 мм до измерений и после них показан на рис. 2, *а* и 2, *б* соответственно.



Рис. 2. Внешний вид образцов МТ для испытаний адгезионных свойств спеченного слоя СП методом *L*-отслаивания: *а* — до испытаний, *б* — после испытаний

2. Результаты и их обсуждение

Представленные ниже результаты измерений адгезии спеченного слоя СП с поверхностью МТ демонстрируют возможности метода *L*-отслаивания для разработки технологии низкотемпературного соединения составных частей структур КНМ. На рис. 3, *а* приведена экспериментальная зависимость адгезионной прочности спеченного слоя СП с МТ и поверхностью тестовой полосы от положения линии отслаивания. На фотографии поверхности МТ после отслаивания можно выделить две характерные области 1 и 2 (рис. 3, *б*), обусловленные неравномерностью приложения внешнего давления в процес-

се спекания СП. Поперечные размеры указанных областей коррелируют со значениями адгезионной прочности. Сопоставив форму кривой, представленной на рис. 3,а, с формой областей 1 и 2 на рис. 3,б, можно видеть, что области 2 соответствуют более высокие значения адгезионной прочности по сравнению с областью 1. Следовательно, по внешнему виду поверхности МТ после *L*-отслаивания можно качественно судить о равномерности приложенного давления в процессе спекания СП.

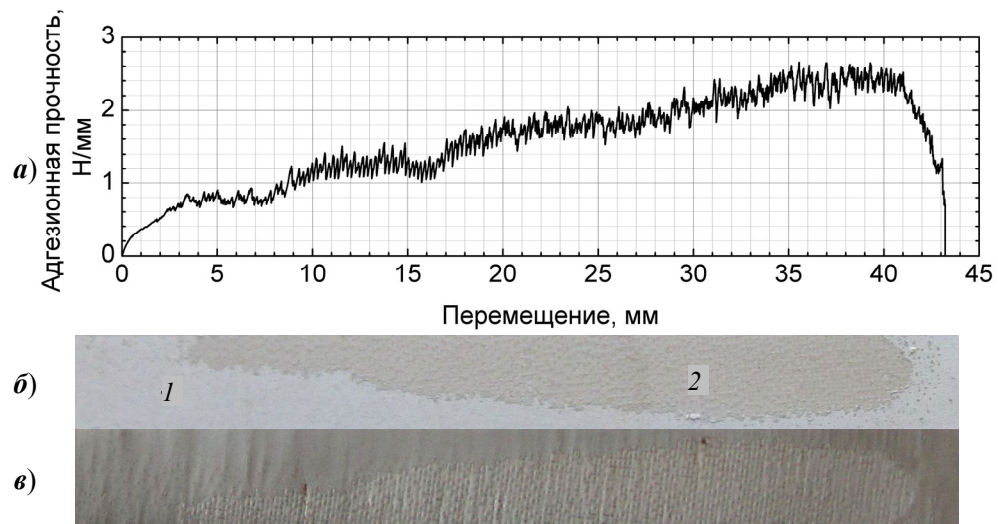


Рис. 3 – Результаты измерений методом *L*-отслаивания адгезии спеченного слоя СП с МТ: *а* – зависимости адгезионной прочности от положения линии отслаивания; *б* и *в* – внешний вид поверхности МТ и тестовой полосы после отслаивания

Особенности адгезии спеченного слоя СП с МТ и отслаиваемой тестовой полосой были выявлены в результате анализа РЭМ-изображений поверхности слоя СП, высушенного перед спеканием (рис. 4), а также различных участков областей 1 и 2 на поверхности МТ (рис. 5). Изображения были получены на РЭМ Quanta 200i 3D FEI.

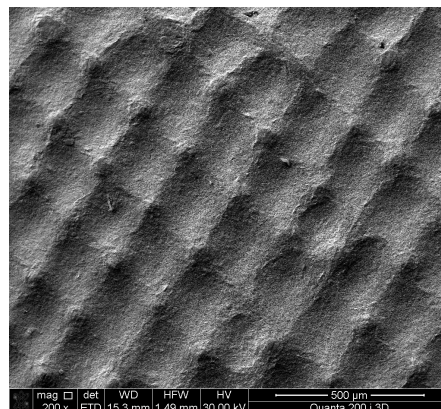


Рис. 4. РЭМ-изображение поверхности слоя СП, высушенного перед спеканием

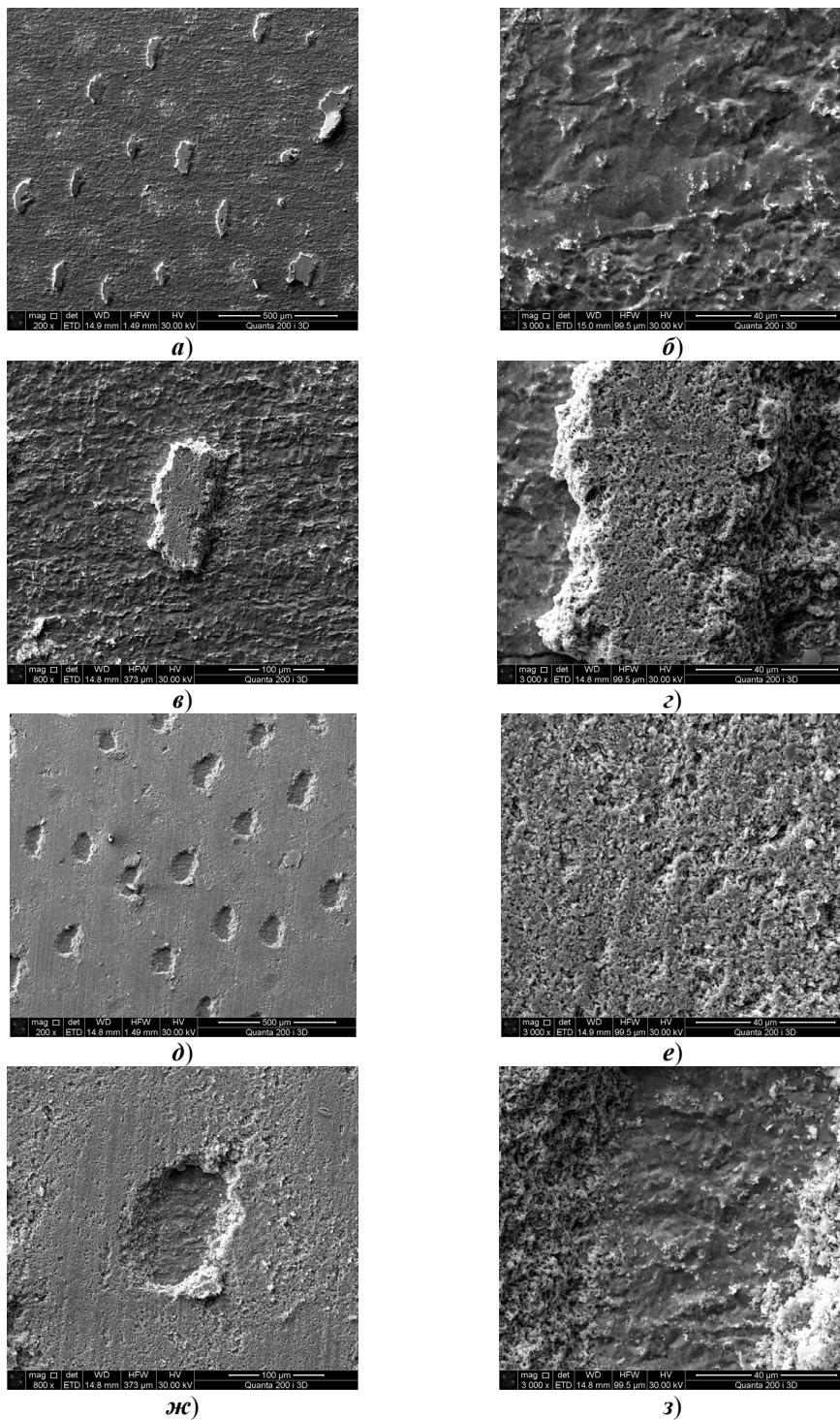


Рис. 5. РЭМ-изображения различных участков области 1 (а, б, в, з) и области 2 (д, е, ж, з) на поверхности МТ после отслаивания полосы

На поверхности высушенного слоя СП видна упорядоченная структура, возникшая при нанесении на поверхность МТ слоя СП через сетчатый трафа-

рет. После отслаивания на поверхности МТ в областях 1 (рис. 5,а) и 2 (рис. 5,б) выявлены элементы периодической структуры, расположение которых соответствует профилю поверхности слоя СП до спекания.

На увеличенном РЭМ-изображении поверхности МТ (рис. 5,б) видно, что практически во всей области 1 спеченный слой отсутствует. Это может быть обусловлено более высокой адгезией спеченного слоя с поверхностью тестовой полосы по сравнению с адгезией спеченного слоя с металлическим покрытием МТ. В области 1 (рис. 5,а) видны также многочисленные фрагменты спеченного слоя СП размерами менее 100 мкм, увеличенное РЭМ-изображение одного из которых приведено на рис. 5,в и 5,г. Такие фрагменты могут появляться, если адгезия спеченного слоя СП с покрытием МТ преобладает над адгезией слоя с поверхностью тестовой полосы.

Аналогично, на рис. 5,д и 5,е приведено РЭМ-изображение поверхности спеченного слоя СП в области 2 после отслаивания тестовой полосы. В отдельных небольших фрагментах области 2 адгезия спеченного слоя СП с покрытием МТ была меньше адгезии с тестовой полосой, и образовывались открытые участки покрытия (рис. 5,ж и 5,з).

Образование мелких фрагментов в областях 1 и 2 в процессе *L*-отслаивания образцов связано с формой поверхности высушенного слоя СП перед спеканием (рис. 4). При горячем прессовании структуры КНМ между плоскостями параллельными поверхностями пресса локальное давление внутри возвышающихся участков поверхности СП будет превышать локальное давление внутри впадин. Поэтому на возвышающихся участках области 1 вследствие более высокого локального давления адгезия спеченного слоя СП с МТ превышает адгезию слоя с тестовой полосой. Напротив, в области 2 вследствие низкого локального давления во впадинах адгезия спеченного слоя СП с МТ оказывается ниже адгезии слоя с тестовой полосой.

Из этого следует, что для повышения адгезионной прочности спеченного слоя СП с покрытием МТ процесс низкотемпературного спекания структур КНМ необходимо проводить при возможно более высоком давлении прессования в заданном интервале.

На рис. 6 приведены экспериментальные зависимости адгезионной прочности спеченного слоя СП с покрытием на поверхности МТ и поверхностью тестовой полосы от положения линии отслаивания для образцов, полученных низкотемпературным спеканием СП при давлении 20 МПа и температуре 230 °С (кривая 1) и 270 °С (кривая 2). Из представленных данных следует, что адгезионная прочность соединения возрастает с ростом температуры спекания.

Заключение

В работе продемонстрированы возможности метода *L*-отслаивания для исследования влияния температуры и давления прессования при спекании СП на адгезию спеченного слоя с поверхностью молибденового термокомпенсатора структуры КНМ, входящей в состав силовых полупроводниковых приборов.

Установлено, что на адгезионные свойства спеченного слоя СП существенное влияние оказывает способ нанесения слоя пасты на МТ и равномерность приложения внешнего давления, а процесс низкотемпературного

спекания структур КНМ необходимо проводить при наиболее высоких значениях давления и температуры в заданном интервале изменения этих параметров.

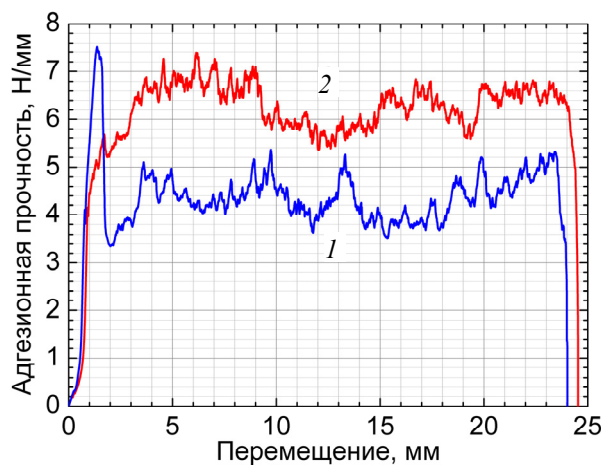


Рис. 6. Экспериментальные зависимости адгезионной прочности от перемещения линии отслаивания, полученные методом *L*-отслаивания для образцов, изготовленных при температуре спекания 230 °C (кривая 1) и 270 °C (кривая 2)

Список литературы

1. Patentschrift DE 3414065 C2 / Fellenger J., Baumgartner W. Deutsches Patentamt, 1989.
2. Europäische Patentschrift EP 0 242 626 B1 / Schwarzbauer H. Europäisches Patentamt, 1991.
3. **Schwarzbauer, H.** Novel Large Area Joining Technique for Improved Power Device Performance / H. Schwarzbauer, R. Kuhnert // IEEE Trans. Ind. Appl. – 1991. – Vol. 27, № 1. – P. 93.
4. **Scheuermann, U.** Low Temperature Joining Technology – a High Reliability Alternative to Solder Contacts / U. Scheuermann, P. Wiedl // Workshop on Metal Ceramic Composites for Functional Applications. – Wien, 1997. – P. 181–192.
5. **Mertens, C.** Die Niedertemperatur-Verbindungstechnik der Leistungselektronik / C. Mertens. – Fortschrittberichte : VDI-Verlag, Duesseldorf, 2004. – 141 s.
6. Исследования свойств многослойной металлизации структур «кремний на молибдене», полученной методом магнетронного распыления / К. Н. Нищев, В. А. Мартыненко, В. И. Беглов, А. В. Гришанин, В. В. Елисеев, М. Ю. Малыгин, М. И. Новопольцев, В. А. Юдин // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Физико-математические науки. – 2013. – № 3 (27). – С. 248–260.
7. **Зимон, А. Д.** Адгезия пленок и покрытий / А. Д. Зимон. – М. : Химия, 1977. – 352 с.
8. ГОСТ 28574–90 (СТ СЭВ 6319–88). Защита от коррозии в строительстве конструкции бетонные и железобетонные. Методы испытаний адгезии защитных покрытий. – М., 1990.
9. ГОСТ 15140–78. Материалы лакокрасочные Метод определения адгезии. М., 1978.
10. ГОСТ 32299–2013. Материалы лакокрасочные. Определение адгезии методом отрыва. – М., 2013.

11. DIN 53287–2006. Testing of adhesives for metals and adhesively bonded metal joints - Determination of the resistance to liquids. – М., 2006.
12. DIN 53282–1979. Testing of adhesives for metals and adhesively bonded metal joints; T-peel test. – М., 1978.
13. ГОСТ 10316–78. Гетинакс и стеклотекстолит фольгированные. Технические условия. – М., 1978.

References

1. Fellenger J., Baumgartner W. Patentschrift DE 3414065 C2, Deutsches Patentamt, 1989.
2. Schwarzbauer H. Europäische Patentschrift EP 0 242 626 B1, Europäisches Patentamt, 1991.
3. Schwarzbauer H., Kuhnert R. *IEEE Trans. Ind. Appl.* 1991, vol. 27, no. 1, p. 93.
4. Scheuermann U., Wiedl P. *Workshop on Metal Ceramic Composites for Functional Applications*. Wien, 1997, pp. 181–192.
5. Mertens C. *Die Niedertemperatur-Verbindungstechnik der Leistungselektronik* [Technology of low-temperature bonding in power semiconductor engineering]. Fortschrittberichte: VDI-Verlag, Duesseldorf, 2004, 141 p.
6. Nishchev K. N., Martynenko V. A., Beglov V. I., Grishanin A. V., Eliseev V. V., Malygin M. Yu., Novopol'tsev M. I., Yudin V. A. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Povolzhskiy region. Fiziko-matematicheskie nauki* [University proceedings. Volga region. Physics and mathematics sciences]. 2013, no. 3 (27), pp. 248–260.
7. Zimon A. D. *Adgeziya plenok i pokrytiy* [Adhesion of films and coating]. Moscow: Khimiya, 1977, 352 p.
8. ГОСТ 28574–90 (СТ SEV 6319–88). *Zashchita ot korrozii v stroitel'stve konstruktivnykh betonnykh i zhelezobetonnykh. Metody ispytaniy adgezii zashchitnykh pokrytiy* [Corrosion protection of concrete and reinforced concrete structures in construction. Methods of adhesion testing of protective coatings]. Moscow, 1990.
9. ГОСТ 15140–78. *Materialy lakokrasochnye. Metod opredeleniya adgezii* [Paintwork materials. Method of adhesion determination]. Moscow, 1978.
10. ГОСТ 32299–2013. *Materialy lakokrasochnye. Opredelenie adgezii metodom otryva* [Paintwork materials. Adhesion determination by the cleavage method]. Moscow, 2013.
11. DIN 53287–2006. Testing of adhesives for metals and adhesively bonded metal joints - Determination of the resistance to liquids. Moscow, 2006.
12. DIN 53282–1979. Testing of adhesives for metals and adhesively bonded metal joints; T-peel test. Moscow, 1979.
13. ГОСТ 10316–78. *Getinaks i steklotekstolit fol'girovannye. Tekhnicheskie usloviya* [Foiling by hardened paper and glass-fiber laminate]. Moscow, 1978.

Нищев Константин Николаевич

кандидат физико-математических наук,
доцент, директор Института физики
и химии, Мордовский государственный
университет имени Н. П. Огарева,
(Россия, г. Саранск,
ул. Большевикская, 68)

E-mail: nishchev@inbox.ru

Nishchev Konstantin Nikolaevich

Candidate of physical and mathematical
sciences, associate professor, director
of the Institute of physics and chemistry,
Ogarev Mordovia State University
(68 Bolshevistskaya street,
Saransk, Russia)

Новопольцев Михаил Ильич

кандидат физико-математических наук,
доцент, кафедра общей физики,
Мордовский государственный
университет имени Н. П. Огарева
(Россия, г. Саранск,
ул. Большевикская, 68)

E-mail: nishchev@inbox.ru

Novopol'tsev Mikhail Il'ich

Candidate of physical and mathematical
sciences, associate professor,
sub-department of general physics,
Ogarev Mordovia State University
(68 Bolshevistskaya street,
Saransk, Russia)

Сигачев Александр Федорович

ведущий инженер, кафедра физики
твердого тела, Мордовский
государственный университет
имени Н. П. Огарева (Россия, г. Саранск,
ул. Большевикская, 68)

E-mail: siaf@mail.ru

Sigachev Aleksandr Fedorovich

Leading engineer, sub-department
of solid state physics, Ogarev Mordovia
State University (68 Bolshevistskaya street,
Saransk, Russia)

Мишкин Владимир Петрович

ведущий инженер, кафедра общей
физики, Мордовский государственный
университет имени Н. П. Огарева
(Россия, г. Саранск,
ул. Большевикская, 68)

E-mail: siaf@mail.ru

Mishkin Vladimir Petrovich

Leading engineer, sub-department
of general physics, Ogarev Mordovia State
University (68 Bolshevistskaya street,
Saransk, Russia)

Гришанин Алексей Владимирович

младший научный сотрудник, кафедра
полупроводниковых материалов
и приборов, Мордовский
государственный университет
имени Н. П. Огарева (Россия, г. Саранск,
ул. Большевикская, 68)

E-mail: grav82@list.ru

Grishanin Aleksey Vladimirovich

Junior researcher, sub-department
of semiconductor materials and devices,
Ogarev Mordovia State University (68 Bol-
shevistskaya street, Saransk, Russia)

УДК 538.971

Исследование адгезионных свойств спеченных слоев серебросодержащих паст / К. Н. Нищев, М. И. Новопольцев, А. Ф. Сигачев, В. П. Мишкин, А. В. Гришанин // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Физико-математические науки. – 2014. – № 4 (32). – С. 154–163.