

BADANIE ADHEZJI WARSTW MIEDZIOWYCH METODĄ MIKROANALIZY RENTGENOWSKIEJ

Małgorzata Jakubowska¹⁾

Łukasz Kaczyński¹⁾

Józef Paduch²⁾

W pracy badano wpływ dyfuzji pierwiastków wchodzących w skład szklivi w warstwach miedziowych na adhezję warstwy do podłoża alundowego metodą mikroanalizy rentgenowskiej. Badania przeprowadzono na przekrojach poprzecznych otrzymanych próbek. Ponadto warstwy miedziowe trawiono chemicznie aż do odsłonięcia warstwy szklivi przy ceramice. Warstwy te poddano również badaniu. Uzyskane wyniki pozwoliły na wyjaśnienie mechanizmu adhezji warstw miedziowych do ceramiki alundowej.

WSTĘP

Do tej pory w technice grubowarstwowej używano past przewodzących zawierających metale szlachetne. Stały wzrost kosztów tych ostatnich oraz niestabilność cen powodują konieczność zastąpienia ich w masowej produkcji mikroukładów tańszymi materiałami. Obecnie pasty miedziowe wypalane w atmosferze azotu stają się coraz bardziej popularne w produkcji mikroukładów hybrydowych. Stosowanie przewodzących past miedziowych w mikroukładach wymaga szczegółowej wiedzy o ich zachowaniu się na podłożu, którym najczęściej jest ceramika alundowa o zawartości 96% Al_2O_3 . Bardzo ważnym parametrem determinującym jakość wyprodukowanego mikroukładu jest adhezja

1) INSTYTUT TECHNOLOGII MATERIAŁÓW ELEKTRONICZNYCH

ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

2) INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

ul. K. Miarki 12, Gliwice

warstwy do podłoża. Warstwy miedziowe wypala się w atmosferze azotu zawierającym 2 do 5 ppm tlenu. Ze względu na to, że warstwy miedziowe są bardzo podatne na utlenianie, istnieje konieczność stałej kontroli zawartości tlenu w czasie procesu wypalania. Zawartość tlenu w atmosferze pieca w procesie wypalania powyżej 10 ppm powoduje, że warstwa miedzi pokryta jest tlenkiem miedzi, co ma degradujący wpływ na adhezję warstw miedziowych do podłoża. Również zawartość tlenu w atmosferze pieca poniżej 2 ppm niekorzystnie wpływa na adhezję, bowiem w warstwie pozostają ślady niewypalonych składników organicznych pasty pogarszając jakość złącza ceramika-metal. Dlatego też adhezja warstw miedziowych jest parametrem czułym zarówno na warunki wypalania jak i na skład używanej pasty miedziowej.

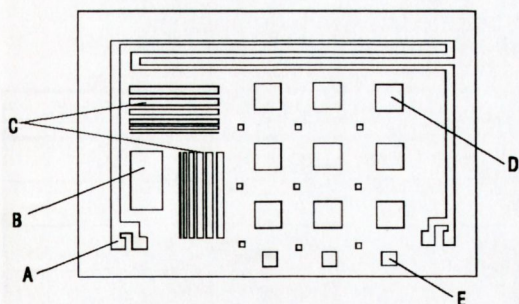
W niniejszej pracy przedstawiono zależności pomiędzy zmianami adhezji warstw miedziowych podczas kilkukrotnego wypalania, a zaobserwowaną dyfuzją pierwiastków ze szkliv zawartych w różnych pastach miedziowych z warstwy do podłoża. Wielokrotne wypalanie warstwy koresponduje z technologią produkcji wielowarstwowych mikroukładów hybrydowych, gdzie warstwa przewodząca jest często narażona na kilkukrotne wypalanie. Stąd istnieje konieczność dokładnej znajomości zachowania się badanych warstw w czasie wielokrotnego wypalania. Uzyskane wyniki pozwoliły na przybliżenie poznania mechanizmu adhezji warstwy miedziowej do podłoża alundowego.

PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Do badań użyto trzy pasty miedziowe zawierające ten sam proszek miedziowy o średniej wielkości ziarna $3\ \mu\text{m}$ i nośnik będący roztworem Osolanu K w octanie karbitolu butylowego, natomiast pasty różniły się składem szkliv ołowio-borowo-glinowo-krzemowych (pasty 1 - 3). Szkliwa te posiadały różny skład chemiczny, co powodowało różnice w temperaturach mięknięcia i rozplwu szkliv oraz różną zdolność zwilżania powierzchni ziaren miedzi.

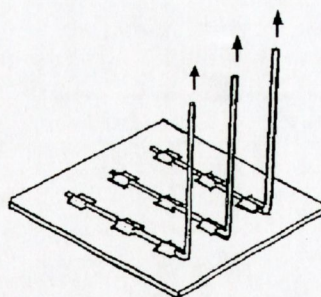
Pasty te zostały wykonane w Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych (ITME). Dla porównania zastosowano w badaniach pastę miedziową Du Ponta QP-153 (pasta 4).

Wszystkie cztery pasty zostały naniesione sitodrukiem na podłoża alundowe przez siatkę stalową o gęstości 200 mesh. Wzór testowy przedstawiony jest na rys. 1. Nadrukowane wzory suszono najpierw w temperaturze pokojowej przez 15 minut celem rozplnięcia się pasty i wyrównania śladów po siatce, a następnie suszono w 120°C przez 15 minut. Warstwy wypalano jedno-, dwu-,



Rys. 1
Wzór testowy.

- A - ścieżki do pomiaru rezystancji
- B - pole do oceny lutowności
- C - ścieżki do oceny rozdzielczości
- D - pola do pomiaru adhezji
- E - pola przytrzymujące wyprowadzenia drutowe



Rys. 2
Peel - test do pomiaru adhezji

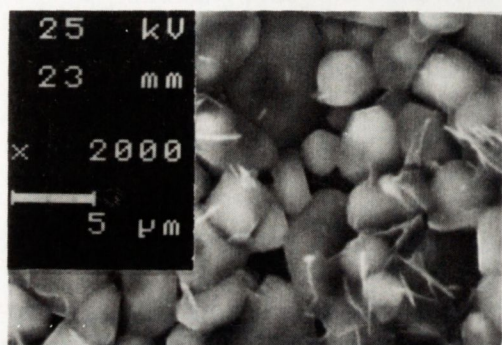
trzy- i czterokrotnie w piecu BTU QA-41-654 w atmosferze azotu przy zawartości tlenu 2 ppm. Zastosowany profil był podobny do rekomendowanego przez firmę Du Pont z temperaturą szczytową 900°C, całkowitym czasem wypalania 60 minut, a czas przebywania próbek testowych w temperaturze szczytowej wynosił 10 minut.

W celu pomiaru adhezji warstw miedziowych do podłoża alundowego, do warstw miedziowych zostały przylutowane wyprowadzenia drutowe przy użyciu lutowni Sn-Pb-Ag (62:36:2) w temperaturze 230°C. Sposób przylutowania przedstawiono na rys. 2.

Adhezję warstw miedziowych do podłoża alundowego mierzono używając tzw. peel-test, którego ideę przedstawiono na rys.2. Za miarę adhezji przyjęto siłę, przy której następuje oderwanie się przylutowanej końcówki drutowej. Wyniki przedstawiono w tabeli 1. Adhezję podano w $N/4mm^2$.

Tabela 1. Wyniki badania adhezji warstw miedziowych do podłoża alundowego po 1, 2, 3 i 4 cyklach wypalania.

NR PASTY	1 CYKL	2 CYKLE	3 CYKLE	4 CYKLE
PASTA 1	19,3	18,8	19,6	19,8
PASTA 2	18,8	18,2	18,9	19,6
PASTA 3	12,2	14,4	13,9	14,8
PASTA 4	18,2	20,8	20,9	21,6



Rys. 3

Obraz SEI warstwy pośredniej między warstwą wykonaną z pasty nr 4 a podłożem alundowym.



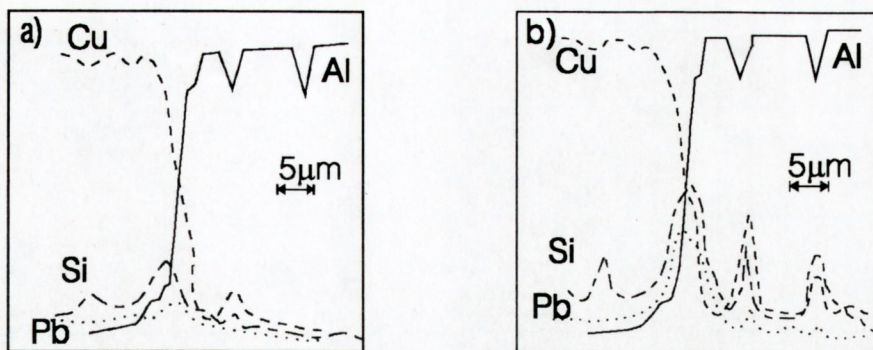
Rys. 4

Obraz SEI warstwy pośredniej między warstwą wykonaną z pasty nr 1 a podłożem alundowym.

WYNIKI BADAŃ

Badania zmiany składu chemicznego przeprowadzono metodą mikroanalizy rentgenowskiej typu WDX i EDX oraz skaningowej mikroskopii elektronowej. Badania wykonywano powierzchniowo oraz w płaszczyźnie przekrojów poprzecznych. Próbki poddano trawieniu chemicznemu w celu usunięcia warstwy powierzchniowej i odsłonięcia podłoża.

W obrazach SEI dla próbki 4 (po 3 wypalach) i próbki 3 (po 1 wypale) uwidocznił się ślad warstwy pośredniej w postaci błonki, która nie uległa str-



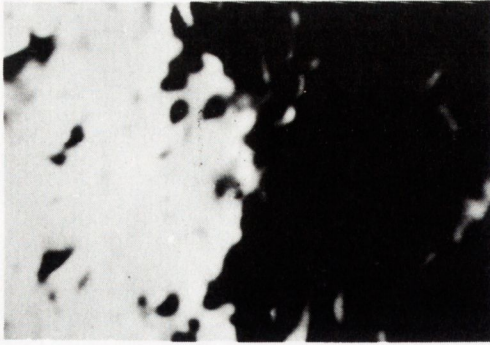
Rys. 5

Rozkład pierwiastków w przekroju poprzecznym warstwy miedzianej, wykonanej z pasty nr 4.
A - po jednokrotnym wypalaniu
B - po czterokrotnym wypalaniu.

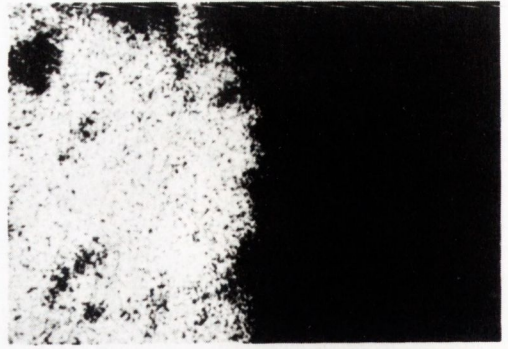
wieniu (rys. 3 i 4). Na próbkach przygotowanych jako szlify poprzeczne rejestrowano rozkłady i krzywe segregacji składników (rys. 5).

W wyniku badań stwierdzono:

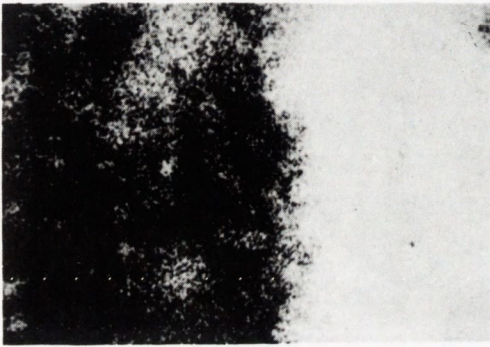
- powłoki szkliva wbudowują się w szkielet alundowy podłoża (rys. 7, 8 i 11),
- wzbogacenie w Pb występują przy powłoce Cu, nie mają charakteru ciągłej strefy (rys. 6 i 9),
- krzem tworzy wspólne wzbogacenia z ołowiem (rys. 6 - 10),
- nie zidentyfikowano błonki sąsiadującej z podłożem jako odrębnej warstewki,
- ze wzrostem ilości wypałów wzrasta zawartość miedzi w podłożu alundowym i zwiększa się głębokość wnikania składników szkliva (rys. 5).



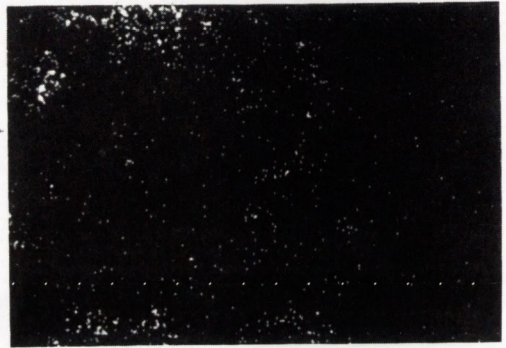
a)



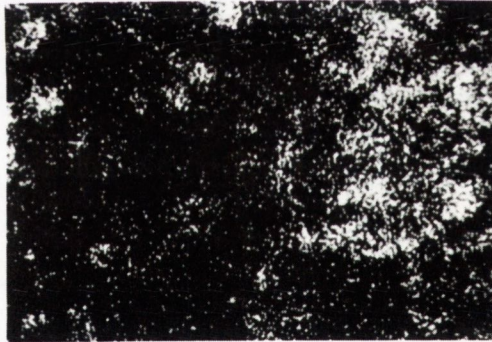
b)



c)



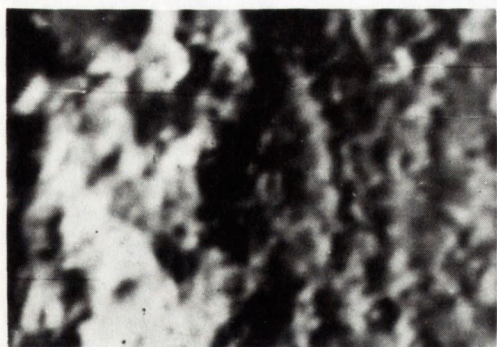
d)



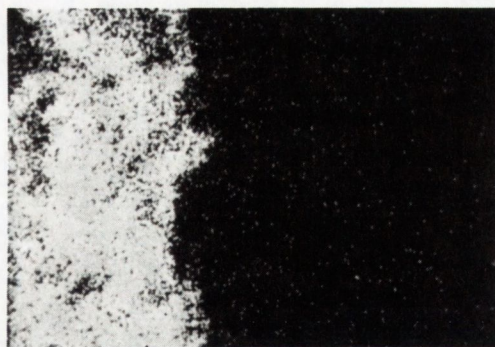
e)

Rys. 6

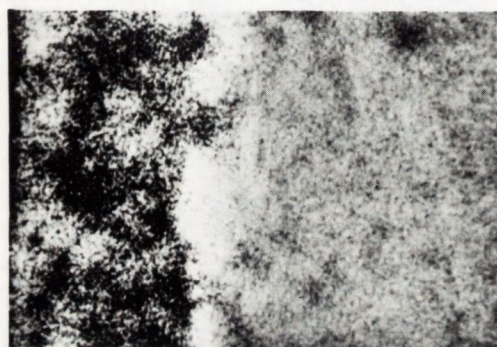
Struktura warstwy miedziowej wykonanej z pasty nr 1 po jednokrotnym wypalaniu
a) - topografia, b) - Cu, c) - Al, d) - Pb, e) - Si.



a)



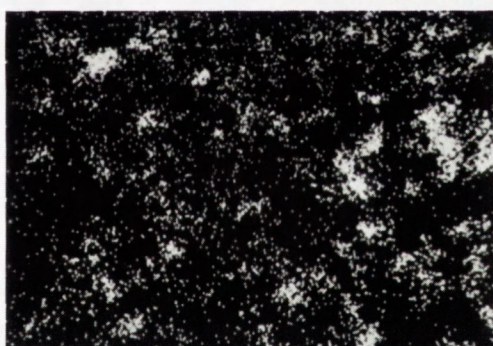
b)



c)



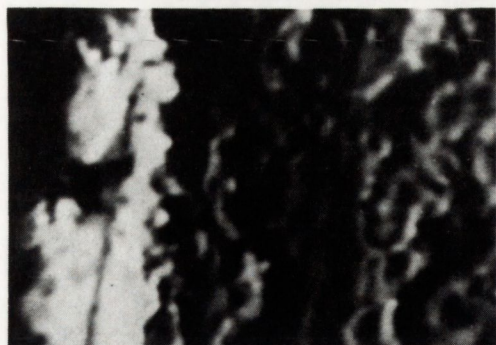
d)



e)

Rys. 7

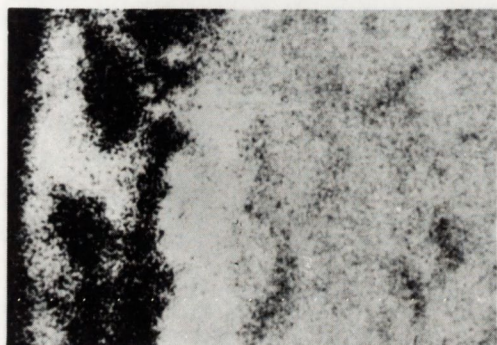
Struktura warstwy miedzianej wykonanej z pasty nr 1 po dwukrotnym wypalaniu
a) - topografia, b) - Cu, c) - Al, d) - Pb, e) - Si.



a)



b)



c)



d)



e)

Rys. 8

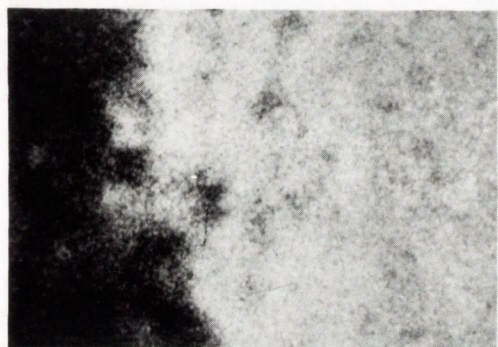
Struktura warstwy miedziowej wykonanej z pasty nr 1 po trzykrotnym wypalaniu
a) - topografia, b) - Cu, c) - Al, d) - Pb, e) - Si.



a)



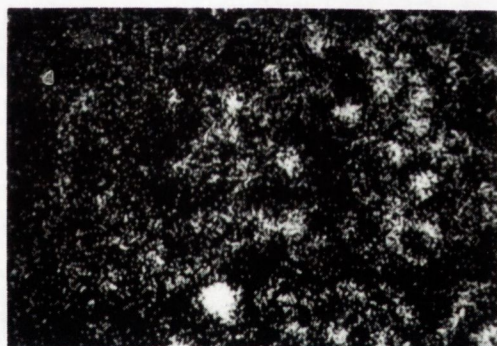
b)



c)



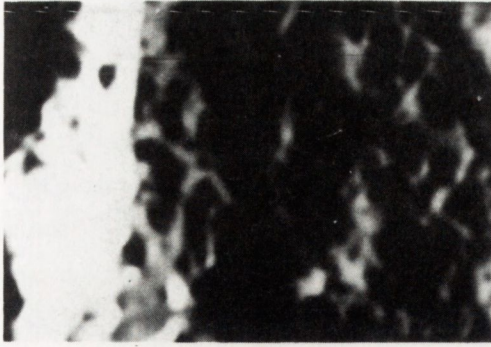
d)



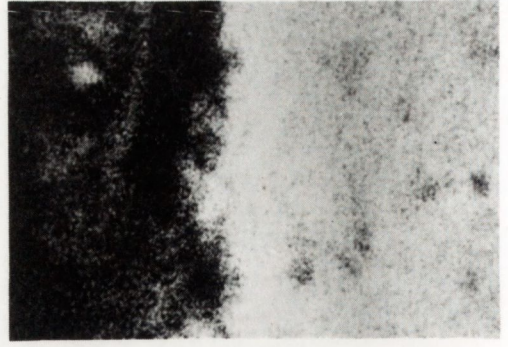
e)

Rys. 9

Struktura warstwy miedzianej wykonanej z pasty nr 1 po czterokrotnym wypalaniu
a) - topografia, b) - Cu, c) - Al, d) - Pb, e) - Si.



a)



b)



c)



d)



e)

Rys. 10

Struktura warstwy miedziowej wykonanej z pasty nr 2 po czterokrotnym wypalaniu
a) - topografia, b) - Cu, c) - Al, d) - Pb, e) - Si.



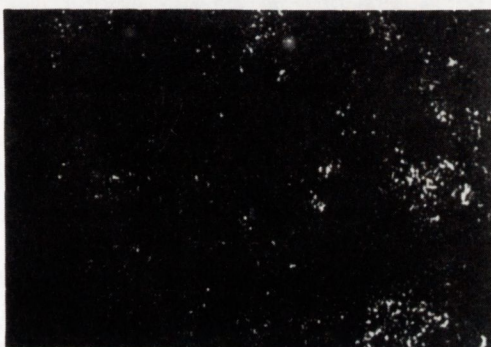
a)



b)



c)

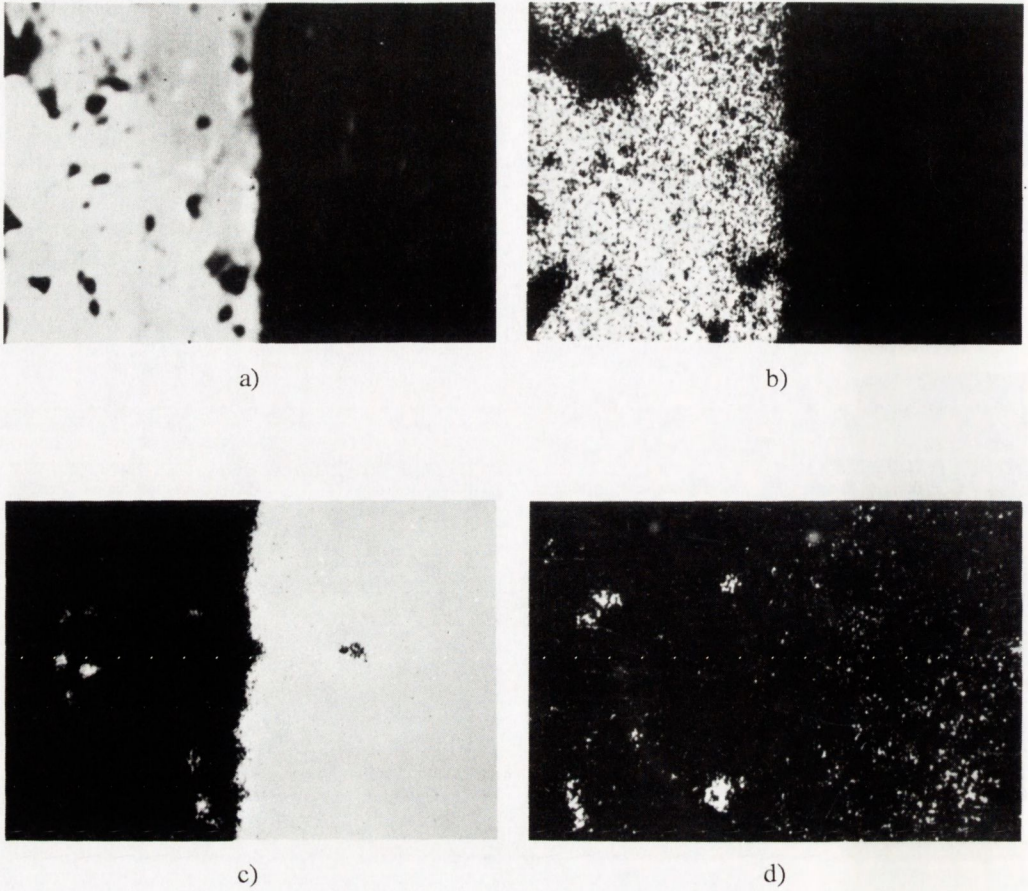


d)

Rys. 11

Struktura warstwy miedzianej wykonanej z pasty nr 3 po czterokrotnym wypalaniu

a) - topografia, b) - Cu, c) - Al, d) - Si.



Rys. 12

Struktura warstwy miedzianej wykonanej z pasty nr 4 po czterokrotnym wypalaniu
a) - topografia, b) - Cu, c) - Al, d) - Si.

PODSUMOWANIE

Wiązanie warstwy miedzianej z podłożem alundowym następuje w wyniku wbudowywania się szkliva w rozwiniętą powierzchnię podłoża oraz przez

M. Jakubowska, Ł. Kaczyński, J. Paduch

dyfuzję miedzi do podłoża. Różne własności użytkowe powłok należy tłumaczyć różnym składem wyjściowym szkliv zawartych w pastach, który decyduje o zwilżalności podłoża w temperaturze wypalania i charakterystycznym dla każdej pasty występowaniu maksymalnej adhezji w funkcji krotności wypału (co jest równoznaczne z czasem wypalania).

Dalszego postępu w badaniach procesu adhezji można spodziewać się wraz z rozwojem analitycznej mikroskopii elektronowej oraz spektrometrii elektronowych.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Kuo C. Y.: Adhesion of Thick-Film Copper Conductors 1
Int. J. Hybrid Microelectr., 4, 1981, 2, 70-78
- [2] Kuo C. Y.: Adhesion of Thick-Film Copper Conductors 2,
ibid, 11, 1988, 1, 17-22
- [3] Kuo C.Y.: Adhesion of Thick-Film Copper Conductors 3,
Proc. 8th European ISHM Conference, Rotterdam, 1991, 490-497