



УДК 621.792.053

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-4-12-12

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЧНОСТИ СЦЕПЛЕНИЯ
СЕРЕБРЯНОГО ПОКРЫТИЯ С КРЕМНИЕВОЙ
ПОДЛОЖКОЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КЛЕЯ**

В.И. Лукин

доктор технических наук

В.С. Рыльников

кандидат технических наук

А.Н. Афанасьев-Ходыкин

К.Е. Куцевич

К.Н. Нищев

Апрель 2015

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

УДК 621.792.053

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-4-12-12

В.И. Лукин¹, В.С. Рыльников¹, А.Н. Афанасьев-Ходыкин¹, К.Е. Куцевич¹, К.Н. Ницев²

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЧНОСТИ СЦЕПЛЕНИЯ СЕРЕБРЯНОГО ПОКРЫТИЯ С КРЕМНИЕВОЙ ПОДЛОЖКОЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КЛЕЯ

Разработана методика определения прочности сцепления серебряного покрытия с кремниевой подложкой с целью определения качества контактных соединений в полупроводниковых элементах. Показано, что оптимальным вариантом является использование высокопрочного пленочного клея ВК-51 и специальной оснастки с молибденовыми термокомпенсаторами.

Ключевые слова: *пленочный клей, клей ВК-51, соединение полупроводниковых элементов, серебряное покрытие, термокомпенсаторы, молибденовая оснастка.*

V.I. Lukin, V.S. Rulnikov, A.N. Afanasiev-Khodikin, K.E. Kucevich, K.N. Nischev

THE METHOD FOR ADHESION STRENGTH DETERMINING OF SILVER COATING TO THE SILICON SUBSTRATE BY GLUE APPLYING

The method of determining the adhesion strength of silver coating to the silicon substrate was developed for defining the quality of contact connections in semiconductor elements. It is shown hereby that the best option is to use high-adhesive membranous glue VK-51 and a special tooling with molybdenum heat compensators.

Keywords: *membranous glue, glue VK-51, connections in semiconductor elements, silver coating, temperature compensators, molybdenum rig.*

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

²Институт физики и химии на базе Мордовского государственного университета им. Н.П. Огарева [Institute of Physics and Chemistry on the basis of Mordovia State University named after N.P. Ogareva] E-mail: www.phys-chem.mrsu.ru

Введение

В настоящее время в области силовой электроники для соединения полупроводниковых элементов с теплоотводящими основаниями активно внедряется технология низкотемпературного спекания серебрясодержащей пасты. Данная технология позволяет создавать контактные соединения в силовых полупроводниковых приборах с более высокими электрическими и термомеханическими свойствами, а также с увеличенным сроком службы по сравнению с действующими технологиями. Однако для получения надежного соединения по данной технологии на соединяемые поверхности необходимо нанести серебряные покрытия.

Данная статья посвящена проблеме определения прочности сцепления серебряного покрытия с кремниевой подложкой для контроля качества нанесения покрытия в производственных условиях. Для определения прочности сцепления покрытия с подложкой необходимо выбрать клеи и технологии склеивания, которые должны обеспечить правильную передачу нагрузки при испытаниях и получение достоверных результатов [1–17]. В работе [18] исследовали прочность сцепления соединения кремния с молибденом через спеченную серебряную пасту и не рассматривали отдельно сцепление покрытий с кремнием, которое может существенно влиять на контактные соединения в силовых полупроводниковых приборах.

Материалы и методы

Для исследований были изготовлены образцы из кремния в виде шайб толщиной 2 мм и $\varnothing 24$ мм. На торцевые поверхности шайб методом испарения в вакууме наносили серебряные покрытия толщиной 0,5–1 мкм. Качество сцепления покрытий с подложками оценивали по результатам испытаний на отрыв покрытий от подложек. Столь малая толщина слоя серебряного покрытия исключает применение низкотемпературной пайки для соединения образцов с оснасткой. Это обусловлено возможностью растворения слоя серебряного покрытия в припое, поэтому для соединения образцов с испытательной оснасткой из сплава Д16-АТ опробовали технологию склеивания с применением высокопрочных клеев. Схема испытаний приведена на рис. 1, а. Нагрузка в этом случае прикладывается перпендикулярно к двум плоскостям склеивания. Испытания проводили с помощью стандартной разрывной машины УТС110М501У. Кривая нагружения одного из образцов в процессе испытания показана на рис. 2.

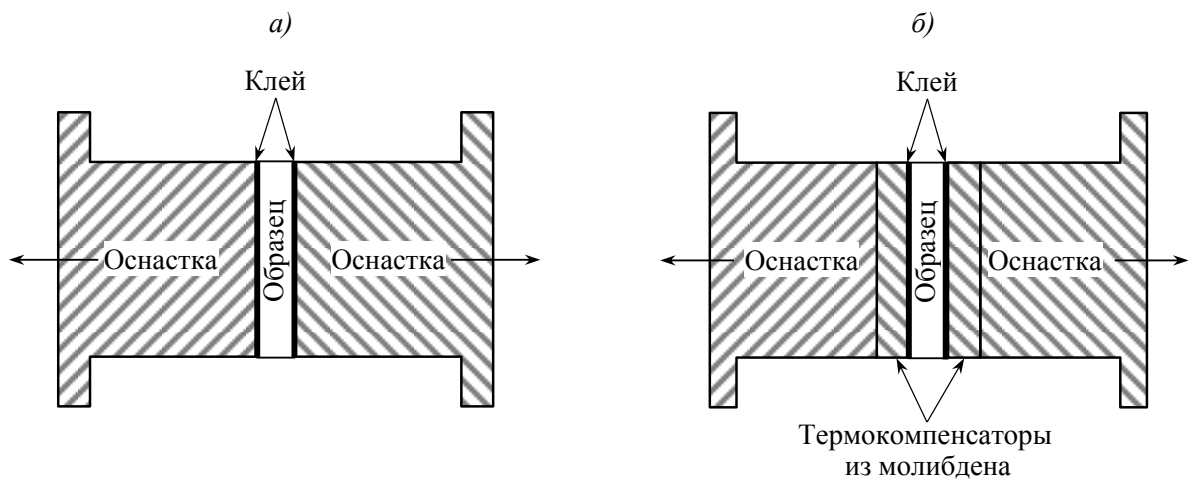


Рис. 1. Схема определения прочности сцепления серебряного покрытия с образцом по клеевому методу с использованием стандартной оснастки из сплава Д16-АТ (а) и оснастки с термокомпенсаторами из молибдена (б)

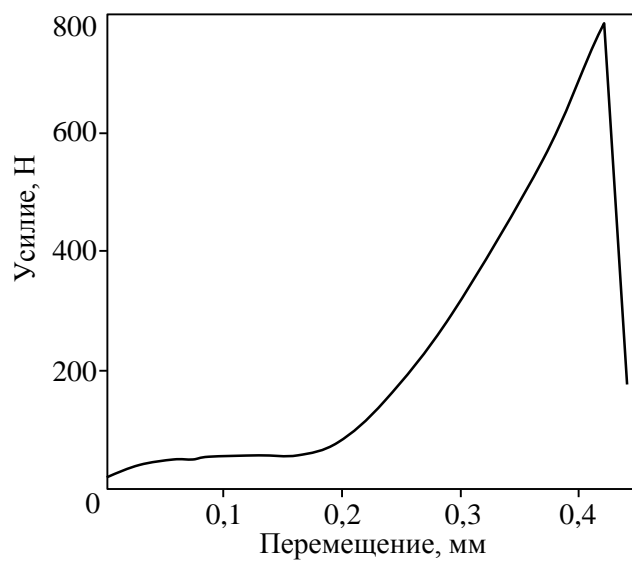


Рис. 2. Кривая нагружения при испытании клееного образца, полученного с использованием клея ВК-36

При данном методе испытаний клей и клеевое соединение должны обладать прочностью выше прочности покрытия, чтобы выдерживать приложенное напряжение. Для исследований отобран ряд высокопрочных клеев (табл. 1).

Таблица 1

Характеристики высокопрочных клеев, выбранных для исследований

Клей	Предел прочности при отрыве*, МПа	Режим склеивания		
		давление, МПа	температура, °С	продолжительность, ч
ВК-27 (паста)	50	0,08	60	24
ВК-51 (пленка)	75	0,08	130	3
ВК-36 (пленка)	78	0,08	180	3

* Для клеевых соединений из сплава Д16-АТ.

Из данных табл. 1 видно, что наибольшим уровнем прочности соединений обладает клей марки ВК-36. Однако данный клей характеризуется наиболее высокой температурой склеивания, что может привести к наведению термических напряжений в испытываемом образце вследствие значительной разницы температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) между стандартным материалом оснастки – алюминием ($\alpha=22,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) и материалом образца – кремнием ($\alpha=5,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Поэтому для определения прочности сцепления также опробованы клеи с меньшей температурой склеивания (табл. 2). Результаты микрорентгеноспектрального анализа изломов образцов после испытаний показали, что для клея ВК-27 разрушение произошло по границе «клей–серебряное покрытие», т. е. клей ВК-27 обладает недостаточно высокой прочностью сцепления с серебряным покрытием.

Таблица 2

**Прочностные характеристики клеевого соединения
«образец из кремния–материал оснастки»**

Клей	Предел прочности при отрыве, МПа	Характер разрушения
ВК-27	7,0–9,0	«Клей–серебряное покрытие» и «подложка из кремния–серебряное покрытие»
ВК-51	0,4–1,5	Расслоение образца из кремния
ВК-36	0,4–0,6	

Из данных табл. 2 видно, что применение более высокопрочных клеев с повышенной температурой склеивания привело к разрушению испытываемого образца по кремнию, что свидетельствует о действии значительных термических напряжений и образовании микротрещин в теле образца при остывании после склеивания.

Для нивелирования действия разницы значений ТКЛР спроектирована и изготовлена оснастка с термокомпенсаторами (рис. 1, б). В качестве материала термокомпенсаторов выбран молибден, так как он характеризуется ТКЛР, наиболее близким по значениям к кремнию и равным $5,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Пластины-термокомпенсаторы из молибдена толщиной 5 мм припаивали к остальной части оснастки, изготовленной из малоуглеродистой стали Ст3, для снижения стоимости оснастки. Для снятия внутренних напряжений, возникающих на границе «сталь–молибден», пайку соединений производили медью М1, что позволяет получить паяный шов с высокой пластичностью.

Результаты

Результаты определения прочности сцепления серебряного покрытия с образцом из кремния, полученные с применением оснастки с термокомпенсаторами, приведены в табл. 3.

Таблица 3

Прочностные характеристики клеевого соединения «образец из кремния–молибден»

Клей	Предел прочности при отрыве*, МПа	Характер разрушения
ВК-51	20,55–22,0	«Образец–серебряное покрытие»
ВК-36	0,55–0,56	«Образец–серебряное покрытие» или «серебряное покрытие–клей»

* Максимальные и минимальные значения.

Невысокие значения прочности сцепления покрытия в случае использования клея ВК-36, по-видимому, обусловлены недостаточной степенью скомпенсированности напряжений, возникающих из-за разницы значений ТКЛР молибдена и кремния при температуре склеивания 180°C.

Обсуждение и заключения

Установлено, что для определения прочности сцепления серебряного покрытия с кремниевой подложкой возможно применять клей ВК-51 при условии нивелирования разницы значений ТКЛР кремния и материала оснастки. С этой целью для испытаний необходимо использовать оснастку с молибденовыми термокомпенсаторами. Эффективность предлагаемой методики определения адгезионных характеристик серебряных покрытий, нанесенных на кремниевую пластину, подтверждается отсутствием разрушений образцов по клеевому слою. Применение более высокопрочного клея ВК-36 исключается ввиду высокой температуры при склеивании.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Авиакосмическое материаловедение //Все материалы. Энциклопедический справочник. 2008. №3. С. 2–14.
2. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 7–17.
3. Петрова А.П., Лукина Н.Ф. Клеи для многоразовой космической системы //Труды ВИАМ. 2013. №4. Ст. 04 (viam-works.ru).
4. Петрова А.П., Донской А.А., Чалых А.Е., Щербина А.А. Клеящие материалы. Герметики: Справочник. СПб.: Проффессионал. 2008. 592 с.
5. Петрова А.П. Клеящие материалы: Справочник. М.: ЗАО Редакция журнала «Каучук и резина». 2002. 196 с.

6. Лукина Н.Ф., Дементьева Л.А., Петрова А.П., Серезенков А.А. Конструкционные и термостойкие клеи //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 328–335.
7. Куцевич К.Е., Дементьева Л.А., Лукина Н.Ф., Чурсова Л.В. Свойства и назначение клея ВК-36РМ для авиационной техники //Клеи. Герметики. Технологии. 2013. №8. С. 5–6.
8. Дементьева Л.А., Лукина Н.Ф., Серезенков А.А., Куцевич К.Е. Основные свойства и назначение ПКМ на основе клеевых препрегов /В сб. тез. докл. XIX Международной науч.-техн. конф. «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов». Обнинск. 2010. С. 11–12.
9. Дементьева Л.А., Серезенков А.А., Лукина Н.Ф., Куцевич К.Е. Клеевые препреги и слоистые материалы на их основе //Авиационные материалы и технологии. 2013. №2. С. 19–21.
10. Lukina N.F., Dement'eva L.A., Serezhenkov A.A. et al. Adhesive prepregs and composite materials on their bases //Russian J. of General Chemistry. 2011. V. 81. №5. P. 1022–1024.
11. Лукина Н.Ф., Дементьева Л.А., Серезенков А.А. и др. Клеевые препреги и композиционные материалы на их основе //Российский химический журнал. 2010. Т. LIV. №1. С. 53–56.
12. Дементьева Л.А., Серезенков А.А., Бочарова Л.И. и др. Свойства композиционных материалов на основе клеевых препрегов //Клеи. Герметики. Технологии. 2012. №6. С. 19–24.
13. Каблов Е.Н., Антипов В.В., Сенаторова О.Г., Лукина Н.Ф. Новый класс слоистых алюмокомпозитов на основе алюминий-литиевого сплава 1441 с пониженной плотностью //Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. 2011. №SP2. С. 174–184.
14. Клеевая композиция: пат. 2471842 Рос. Федерация; опубл. 11.05.2011.
15. Каблов Е.Н. Химия в авиационном материаловедении //Российский химический журнал. 2010. Т. LIV. №1. С. 3–4.
16. Антипов В.В., Сенаторова О.Г., Лукина Н.Ф., Сидельников В.В., Шестов В.В. Слоистые металлополимерные композиционные материалы //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 226–230.
17. Шарова И.А., Петрова А.П. Обзор по материалам Международной конференции по клеям и герметикам (WAC-2012, Франция) //Труды ВИАМ. 2013. №8. Ст. 06 (viam-works.ru).
18. Zhang Zhiye (Zach), Lu Guo-Quan. Pressure-Assisted Low-Temperature Sintering of Silver Paste as an Alternative Die-Attach Solution to Soldez Reflow //Trans. Ind. Applicat. 2002. V. 25. №4. P. 279–283.

REFERENCES LIST

1. Kablov E.N. Aviakosmicheskoe materialovedenie [Aerospace materials science] //Vse materialy. Jenciklopedicheskij spravochnik. 2008. №3. S. 2–14.
2. Kablov E.N. Strategicheskie napravlenija razvitija materialov i tehnologij ih pererabotki na period do 2030 goda [The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period till 2030] //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 7–17.

3. Petrova A.P., Lukina N.F. Klei dlja mnogorazovoj kosmicheskoj sistemy [Glues for reusable space system] //Trudy VIAM. 2013. №4. St. 04 (viam-works.ru).
4. Petrova A.P., Donskoj A.A., Chalyh A.E., Shherbina A.A. Klejashhie materialy. Germetiki [Gluing materials. Hermetics]: Spravochnik. SPb.: Professional. 2008. 592 s.
5. Petrova A.P. Klejashhie materialy [Gluing materials]: Spravochnik. M.: ZAO Redakcija zhurnala «Kauchuk i rezi-na». 2002. 196 s.
6. Lukina N.F., Dement'eva L.A., Petrova A.P., Serezhenkov A.A. Konstrukcionnye i termostojkie klei [Constructional and heat-resistant glues] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 328–335.
7. Kucevich K.E., Dement'eva L.A., Lukina N.F., Chursova L.V. Svoystva i naznachenie kleja VK-36RM dlja aviacionnoj tehniki [Properties and glue assignment R of aviation engineering] //Klei. Germetiki. Tehnologii. 2013. №8. S. 5–6.
8. Dement'eva L.A., Lukina N.F., Serezhenkov A.A., Kucevich K.E. Osnovnye svoystva i naznachenie PKM na osnove kleevyh prepregov [The main properties and PKM assignment on the basis of glue prepregs] /V sb. tez. dokl. XIX Mezhdunarodnoj nauch.-tehn. konf. «Konstrukcii i tehnologii poluchenija izdelij iz nemetallicheskih materialov». Obninsk. 2010. S. 11–12.
9. Dement'eva L.A., Serezhenkov A.A., Lukina N.F., Kucevich K.E. Kleevye prepregi i sloistye materialy na ih osnove [Glue prepregs and layered materials on their basis] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2013. №2. S. 19–21.
10. Lukina N.F., Dement'eva L.A., Serezhenkov A.A. et al. Adhesive prepregs and composite materials on their bases //Russian J. of General Chemistry. 2011. V. 81. №5. P. 1022–1024.
11. Lukina N.F., Dement'eva L.A., Serezhenkov A.A. i dr. Kleevye prepregi i kompozicionnye materialy na ih osnove [Glue prepregs and composite materials on their basis] //Rossijskij himicheskij zhurnal. 2010. T. LIV. №1. S. 53–56.
12. Dement'eva L.A., Serezhenkov A.A., Bocharova L.I. i dr. Svoystva kompozicionnyh materialov na osnove kleevyh prepregov [Properties of composite materials on the basis of glue prepregs] //Klei. Germetiki. Tehnologii. 2012. №6. S. 19–24.
13. Kablov E.N., Antipov V.V., Senatorova O.G., Lukina N.F. Novyj klass sloistyh aljumostekloplastikov na osnove aljuminij-litievogo splava 1441 s ponizhennoj plotnost'ju [New class layered aljumostekloplastikov on basis aluminum-lithium alloy 1441 with lowered density] //Vestnik MGTU im. N.Je. Baumana. 2011. №SP2. S. 174–184.
14. Kleevajaja kompozicija [Glue composition]: pat. 2471842 Ros. Federacija; opubl. 11.05.2011.
15. Kablov E.N. Himija v aviacionnom materialovedenii [Chemistry in aviation materials science] //Rossijskij himicheskij zhurnal. 2010. T. LIV. №1. S. 3–4.
16. Antipov V.V., Senatorova O.G., Lukina N.F., Sidel'nikov V.V., Shestov V.V. Sloistye metallopolimernye kompozicionnye materialy [Layered metalpolymeric composite materials] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 226–230.

17. Sharova I.A., Petrova A.P. Obzor po materialam Mezhdunarodnoj konferencii po klejam i germetikam (WAC-2012, Francija) [The overview on materials of the International conference on glues and hermetics (WAC-2012, France)] //Trudy VIAM. 2013. №8. St. 06 (viam-works.ru).
18. Zhang Zhiye (Zach), Lu Guo-Quan. Pressure-Assisted Low-Temperatuze Sintering of Silver Paste as an Alternative Die-Attach Solution to Soldez Reflow //Trans. Jnd. Applicat. 2002. V. 25. №4. P. 279–283.