

УДК 537.9, 53.092, 53.096

## Исследование низкотемпературного спекания серебрясодержащих паст методом растровой электронной микроскопии

К. Н. Нищев, М. И. Новопольцев, К. В. Саврасов, В. П. Мишкин,  
В. В. Елисеев, В. А. Мартыненко, А. В. Гришанин

*Методом растровой электронной микроскопии исследованы изменения микроструктуры спеченных слоев серебрясодержащих паст в зависимости от температуры процесса спекания (230—270 °С) при заданном давлении прессования, а также в зависимости от давления прессования (10—40 МПа) при заданной температуре спекания. Установлена корреляция полученных результатов с данными электрических измерений.*

PACS 81.20.Ev, 68.37.Hk

*Ключевые слова:* серебрясодержащая паста, спекание, растровая электронная микроскопия, пористость, электрическая проводимость, силовые полупроводниковые приборы.

### Введение

Основные параметры силовых полупроводниковых приборов (СПП) и их надежность в значительной степени определяются технологией межэлементных соединений и сборки в корпус электрически активных функциональных элементов. Межэлементные соединения в таких приборах должны одновременно обладать минимальными электрическими и тепловыми сопротивлениями, низкой индуктивностью, способностью быстро отводить возникающие в полупроводниковых структурах потери мощности, обеспечивать механическую прочность приборов в широком диапазоне температур и циклических нагрузках мощности.

Элементы СПП работают в весьма экстремальных условиях. Например, мощные тиристоры переключают токи до 5 кА [1], импульсные фототиристоры коммутируют токи амплитудой до 150 кА

при напряжениях 2—5 кВ в одном приборе [2]. Рабочая температура активных кремниевых приборов, работающих в частотном режиме, достигает 150 °С, а в импульсных режимах — 350 °С. Плотности теплового потока при этом могут превышать 500 МВт/м<sup>2</sup>. В циклических режимах работы приборы подвергаются перепадам температур до 200 °С.

Для соединения элементов мощных силовых полупроводниковых приборов обычно применяются пайка мягкими припоями, сплавление высокотемпературными припоями, использование прижимных контактов и т. д. Однако эти методы уже не обеспечивают необходимого соответствия современным требованиям к техническим параметрам и надежности приборов, и поэтому в настоящее время актуален поиск новых способов соединения элементов в структурах СПП. Перспективным методом получения межэлементных соединений, удовлетворяющих указанному выше набору требований, является низкотемпературное спекание (Low-Temperature Joint Technique — LTJT) [3–5]. Процесс LTJT представляет собой способ соединения кремниевой структуры, содержащей *p-n*-переходы, с молибденовым термокомпенсатором посредством спекания (sintering) специальных серебрясодержащих паст (СП) при воздействии определенных значений температуры и давления. Получаемая в результате спекания структура КНМ (кремний на молибдене) является основным элементом, определяющим выходные электрические и тепловые параметры силовых полупроводниковых приборов. В настоящее время продолжается интенсивное изучение указанного метода.

Нищев Константин Николаевич, директор института<sup>1</sup>.

Новопольцев Михаил Ильич, доцент<sup>1</sup>.

Саврасов Константин Викторович, доцент<sup>1</sup>.

Мишкин Владимир Петрович, ведущий инженер<sup>1</sup>.

Елисеев Вячеслав Васильевич, заместитель генерального директора<sup>2</sup>.

Мартыненко Валентин Александрович, главный инженер НИЦ СПП<sup>2</sup>.

Гришанин Алексей Владимирович, инженер<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Мордовский государственный университет им. Н. П. Огарева.

Россия, 430000, Саранск, ул. Большевикская, 68.

Тел. 8 (834-2) 24-24-44. E-mail: nishchev@inbox.ru

<sup>2</sup>ОАО «Электровыпрямитель».

Россия, 430001, Саранск, ул. Пролетарская, 126.

Статья поступила в редакцию 30 марта 2015 г.

© Нищев К. Н., Новопольцев М. И., Саврасов К. В.,  
Мишкин В. П., Елисеев В. В., Мартыненко В. А.,  
Гришанин А. В., 2015

Целью данной работы было исследование изменения микроструктуры спеченных слоев серебряносодержащих паст в зависимости от температуры процесса спекания при заданном давлении прессования, а также в зависимости от давления прессования при заданной температуре спекания. В качестве основного метода исследования была использована растровая электронная микроскопия (РЭМ).

### Образцы и методика эксперимента

В настоящей работе с использованием растрового электронного микроскопа Quanta 200i 3D FEI исследовалась микроструктура образцов спеченных слоев серебряносодержащих паст LTS043 и LTS016 (Heraeus, Germany). Исходные пасты различались массовой долей серебра (85,0 % и 86,0 % соответственно), вязкостью (23,8 Па·с и 12,9 Па·с при 23 °С и частоте 10 с<sup>-1</sup>), а также составом органического связующего.

Исследуемые спеченные слои серебряносодержащих паст получались путем горячего прессования предварительно высушенных слоев СП. Диапазоны изменения температуры и давления прессования слоев в экспериментах составляли 230—270 °С и 10—40 МПа. Толщины спеченных слоев исследуемых серебряносодержащих паст варьировались в диапазоне от 60 до 80 мкм. Исследования микроструктуры слоев проводились на свежих изломах.

### Результаты и обсуждение

Физические свойства низкотемпературных соединений, полученных с применением серебряносодержащих паст, ранее исследовались в работах [6—8]. В работах [6—11] изучалась микроструктура тонких и массивных спеченных слоев серебряносодержащих паст. Однако в указанных работах не проводились исследования влияния параметров процесса спекания (температуры и давления спекания) на микроструктуру тонких спеченных слоев из серебряносодержащих паст LTS043 и LTS016.

На рис. 1 представлены характерные РЭМ-изображения микроструктуры изломов спеченных слоев серебряносодержащих паст LTS043 и LTS016, полученных при различных температурах и давлениях спекания. Из приведенных изображений видно, что в результате горячего прессования СП формируются слои с пористой структурой. Из рис. 1 следует, что спеченные слои, полученные при наиболее низких значениях температуры и давления прессования (230°С и 10 МПа), обладают чешуйчато-слоистой структурой, состоящей из отдельных малосвязанных друг с другом фрагментов. С повышением температуры и (или) давления

прессования формируется спеченная ячеистая структура.

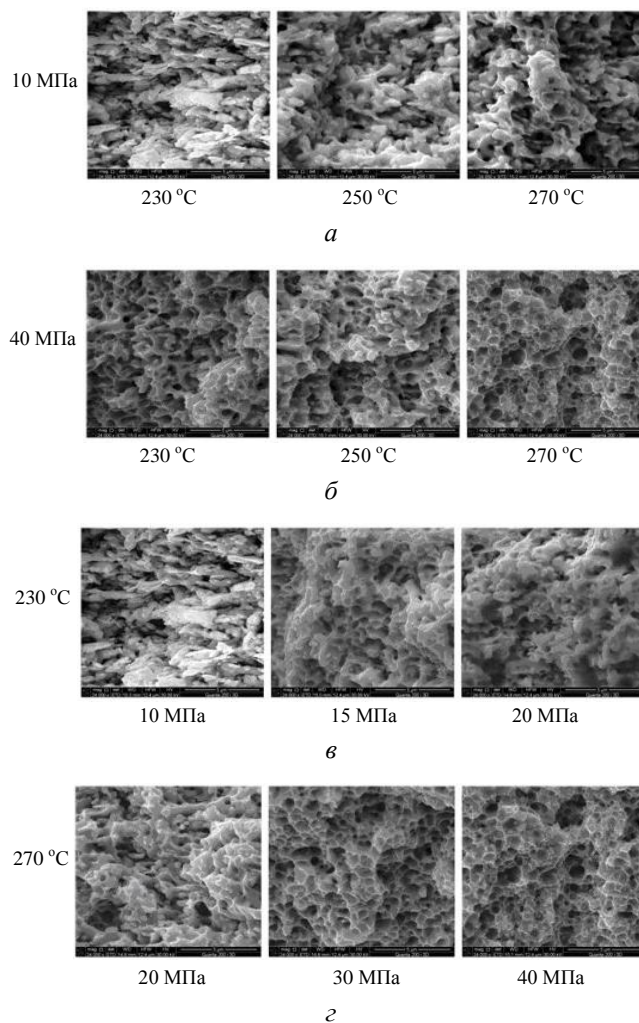


Рис. 1. РЭМ-изображения микроструктуры изломов слоев серебряносодержащих паст, спеченных при различных температурах и давлениях: а, в — СП LTS043; б, г — СП LTS016

Анализ полученных РЭМ-изображений показал, что наиболее заметные изменения микроструктуры с увеличением температуры спекания происходят в слоях, полученных при давлении 10 МПа. Характер микроструктуры спеченных слоев, полученных при давлении 40 МПа, с изменением температуры спекания практически не изменялся.

Аналогично, наиболее заметные изменения микроструктуры с увеличением давления прессования наблюдаются для слоев, полученных при низкой температуре спекания (230 °С). При температуре 270 °С характер микроструктуры слоев с изменением давления прессования изменяется весьма незначительно.

На рис. 2 представлены результаты количественного анализа полученных электронно-микроскопических изображений с помощью программы

Image Score. В качестве критерия изменений микроструктуры спеченных слоев в зависимости от температуры  $T$  и давления  $P$  прессования использовалось изменение относительной площади  $S$  всех ячеек микроструктуры, выявленных на поверхности изломов спеченных образцов. При расчете суммарной площади учитывались только те ячейки, которые были ограничены характерными перемычками, возникшими между фрагментами слоя в процессе его спекания. Следует отметить, что вследствие пластической деформации, происходящей при изломе слоя, линейные размеры ячеек, наблюдаемых на поверхности излома, могут несколько отличаться от размеров пор в объеме образца.

электрической проводимости исследуемых спеченных слоев СП от температуры и давления спекания. Из приведенных графиков видно, что наибольшие изменения удельной электрической проводимости с увеличением температуры спекания зафиксированы для слоев СП, полученных при наиболее низком значении давления (10 МПа) (рис. 2, а, кривая 3). В случае высоких значений давления прессования слоев (до 40 МПа) электрическая проводимость спеченных слоев с изменением температуры процесса спекания практически не изменялась (рис. 2, а, кривая 4). Аналогично, наибольшие изменения удельной электрической проводимости в исследуемом диапазоне давлений прессования происходят для слоев СП, получен-

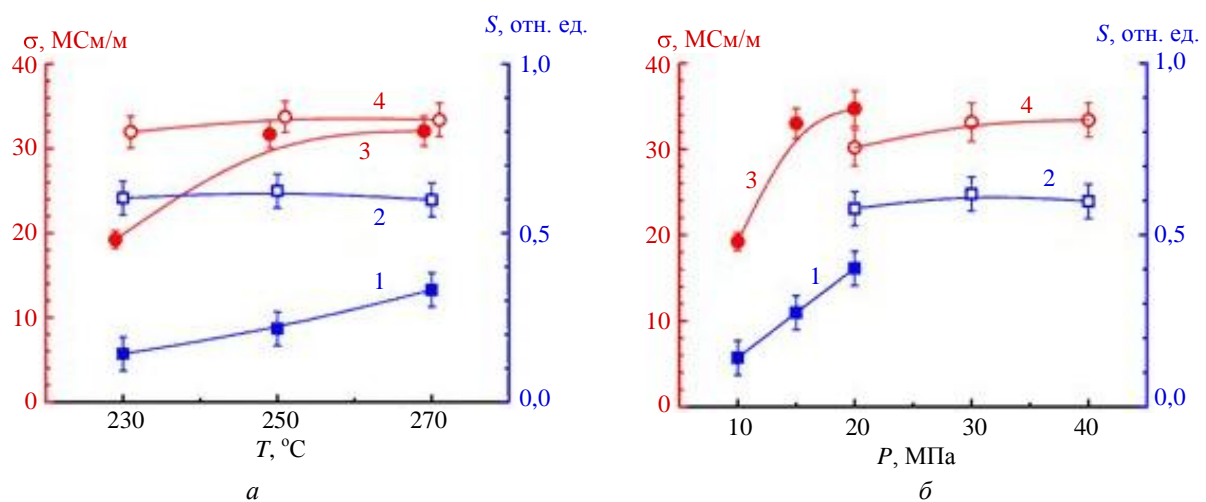


Рис. 2. Зависимости удельной электрической проводимости  $\sigma$  спеченных слоев серебростержащих паст и относительной площади  $S$  ячеек микроструктуры: а — от температуры  $T$  для пасты LTS043 (кривые 1, 3;  $P = 10$  МПа) и LTS016 (кривые 2, 4;  $P = 40$  МПа); б — от давления  $P$  для пасты LTS043 (кривые 1, 3;  $T = 230$  °C) и LTS016 (кривые 2, 4;  $T = 270$  °C).  $T$ ,  $P$  — температура и давление спекания СП

Из рис. 2, а следует, что для спеченных слоев СП LTS043 при давлении 10 МПа по мере увеличения температуры спекания происходит существенное увеличение суммарной площади ячеек микроструктуры (кривая 1). Напротив, для спеченных слоев СП LTS016 при давлении прессования 40 МПа суммарная площадь ячеек с увеличением температуры спекания практически не изменяется (кривая 2). Аналогично, для спеченных слоев СП LTS043 при температуре спекания слоев 230 °C с увеличением давления прессования суммарная площадь ячеек микроструктуры также отчетливо возрастает (рис. 2, б, кривая 1). Суммарная площадь ячеек в слоях СП LTS016, полученных при температуре спекания 270 °C, с увеличением давления прессования изменяется незначительно (рис. 2, б, кривая 2).

Полученные результаты коррелируют с данными электрических измерений. На рис. 2 одновременно представлены результаты исследования четырехзондовым методом зависимости удельной

проводимости при низкой температуре (230 °C) (рис. 2, б, кривая 3). Для слоев, спеченных при температуре 270 °C, электрическая проводимость с ростом давления прессования изменяется незначительно (рис. 2, б, кривая 4).

### Заключение

В результате экспериментальных исследований с применением РЭМ Quanta 200i 3D FEI показано, что при горячем прессовании серебростержащих паст формируются пористые слои, характер микроструктуры которых определяется значениями температуры и давления процесса спекания. При фиксированных наиболее высоких значениях температуры спекания из интервала от 230 до 270 °C характер микроструктуры слоев практически не зависит от давления в диапазоне от 10 до 40 МПа. Аналогично, при фиксированных наиболее высоких значениях давления из диапазона от 10 до 40 МПа характер микроструктуры сло-

ев практически не зависит от изменения температуры спекания.

С увеличением температуры спекания (при заданном давлении) наиболее заметные изменения микроструктуры спеченного слоя происходят в слоях, полученных при давлении 10 МПа. С увеличением давления (при заданной температуре спекания) характер микроструктуры слоев наиболее сильно изменяется в слоях, спеченных при температуре 230 °С.

Результаты анализа электронно-микроскопических изображений коррелируют с измерениями удельной электрической проводимости спеченных слоев.

Полученные результаты могут быть использованы для определения оптимальных значений параметров процесса спекания серебряносодержащих паст.

---

*Работа выполнена в ФГБОУ ВПО «МГУ им. Н. П. Огарева» при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ по договору №02.G25.31.0051 в рамках реализации Постановления Правительства РФ от 9.04.2010 г. №218 «О мерах государственной поддержки раз-*

*вития кооперации российских высших учебных заведений и организаций, реализующих комплексные проекты по созданию высокотехнологичного производства».*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Мартыненко В. А., Чумаков Г. Д. // Силовая электроника. 2005. № 1. С. 8.
2. Chibirkin V. V., Martynenko V. A., Khapugin A. A., et al. / PCIM-Europe 2011, Nuremberg. 2011. P. 640.
3. Fellenger J., Baumgartner W. // Patentschrift DE 3414065 C2, Deutsches Patentamt. 1989.
4. Schwarzbauer H. // Europäische Patentschrift EP 0 242 626 B1, Europäisches Patentamt. 1991.
5. Schwarzbauer H., Kuhnert R. // IEEE Trans. Ind. Appl. 1991. V. 27. No. 1. P. 93.
6. Klaka S. Dissertation an der TU Braunschweig. Göttingen: Cuvillier Verlag, 1996.
7. Mertens C. Die Niedertemperaturverbindungstechnik in der Leistungselektronik, Seesen: VDI Verlag, 2004.
8. Bai G. PhD thesis. Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg. 2005.
9. Wereszczak A. A., Vuono D. J., Wang H., et al. / ORNL/TM-2012/130. 2012.
10. Milhet X., Gadaud P., Caccuri V., et al. // Journal of Electronic Materials. 2015. No. 1. C. 1.
11. Göbl C., Faltenbacher J. / CIPS 2010, Nuremberg, Germany. 2010. Paper 10.1.

## Investigation of the process of low-temperature sintering of silver-pastes by the scanning electron microscopy

*K. N. Nishchev<sup>1</sup>, M. I. Novopoltsev<sup>1</sup>, K. V. Savrasov<sup>1</sup>, V. P. Mishkin<sup>1</sup>,  
V. V. Eliseev<sup>2</sup>, V. A. Martynenko<sup>2</sup>, and A. V. Grishanin<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Ogarev Mordovia State University  
68 Bolshevistskaya str., Saransk, 430005, Republic of Mordovia, Russia  
E-mail: nishchev@inbox.ru

<sup>2</sup>Electrovypryamitel, Inc.  
126 Proletarskaya str., Saransk, 430001, Republic of Mordovia, Russia

*Received March 30, 2015*

*Changing of a microstructure of the sintered silver-paste layers were examined by the scanning electron microscopy depending on the sintering temperature (230—270 °C) at a given compression pressure, and also depending on the pressing pressure (10—40 MPa) at a predetermined sintering temperature. Correlation has been obtained between the experimental results and the electrical measurements of conductivity.*

PACS 81.20.Ev, 68.37.Hk

**Keywords:** silver-paste, sintering, scanning electron microscopy, porosity, electrical conductivity, high-power electronic devices

## REFERENCES

1. V. A. Martynenko and G. D. Chumakov, *Power Electronics*, No. 1, 8 (2005).
2. V. V. Chibirkin, V. A. Martynenko, A. A. Khapugin, et al., in *Proc. PCIM-Europe 2011* (Nuremberg, 2011). P. 640.
3. J. Fellenger and W. Baumgartner, Patentschrift DE 3414065 C2, Deutsches Patentamt. 1989.
4. H. Schwarzbauer, Europäische Patentschrift EP 0 242 626 B1, (Europäisches Patentamt. 1991).
5. H. Schwarzbauer and R. Kuhnert, *IEEE Trans. Ind. Appl.* **27**, 93 (1991).
6. S. Klaka, Dissertation an der TU Braunschweig. (Gottingen: Cuvillier Verlag, 1996).
7. C. Mertens, *Die Niedertemperaturverbindungstechnik in der Leistungselektronik* (Seesen: VDI Verlag, 2004).
8. G. Bai, PhD thesis (Virginia Polytechnic Institute and State University, Blackburgh. 2005).
9. A. A. Wereszczak, D. J. Vuono, H. Wang, et al., in *Proc ORNL/TM-2012/130*. (2012).
10. X. Milhet, P. Gadaud, V. Caccuri, et al., *Journal of Electronic Materials*, No. 1, 1 (2015).
11. C. Göbl and J. Faltenbacher, in *Proc. CIPS 2010* (Nuremberg, Germany. 2010). Paper 10.1.

\* \* \*