

基于 Cu、Sn 预成型焊片的高温 SiC 芯片焊接材料研究

徐红艳¹, 周润晖², 宁圃奇^{1,3}, 徐菊^{1,3}

(1. 中国科学院电工研究所, 北京 100190;
2. 北京航空航天大学材料科学与工程学院, 北京 100191;
3. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要: 开展了基于 Cu、Sn 复合粉末的 SiC 芯片焊接材料研究。通过电镀工艺制备 Cu、Sn 复合粉末、液压成型制备预成型焊片以及三维网络接头结构的设计及焊接工艺研究, 优化了 Cu 颗粒强化界面金属间化合物(IMCs)三维网络结构的制备工艺; 研究了接头组织形貌演变规律及相变失效模式, 揭示了接头失效机制, 为高温 SiC 芯片焊接材料开发提供理论基础及技术指导。

关键词: Cu、Sn 复合粉末; 电镀; 预成型; 网络结构; 失效机制

DOI: 10.12067/ATEEE1808039

文章编号: 1003-3076(2018)10-0039-05

中图分类号: TG425 + 1

1 引言

电力电子模块在电动汽车、航空航天、轨道交通等方面的使用越来越广泛^[1-3]。第三代宽禁带半导体如 SiC, 因具有高熔点、高功率密度以及优越的导热导电性能成为替代 Si 芯片的最优材料, 要发挥 SiC 芯片的优越性能, 耐高温的芯片焊接材料和焊接技术是关键^[4,5]。

传统的高温焊接材料包括 Au-Sn, Bi-Ag-xSn-xPb、Sn-Pb-Ag^[6-8]。因 Au、Ag 贵金属成本高, 焊接温度在 280 ~ 330℃, 影响温度敏感元器件性能。随着欧盟对 Pb 等有毒金属限制条令的颁布, 含 Pb 器件及产品逐步退出市场^[6]。虽然对电力电子产品给出了豁免期限, 但高温无铅替代产品及焊接材料研发已迫在眉睫^[7]。

目前研究较多的高温无铅焊接材料包括烧结纳米银技术^[8]及 Cu-Sn、Ni-Sn 或 Au-Sn 的瞬时液相扩散焊 (Transient Liquid Phase Welding, TLP) 技术^[9]等。

纳米银烧结焊接技术相比于其他几种技术具有比较优异的高温性能。但是, 该技术不仅需要较高的成本, 而且纳米银容易迁移导致空洞率较高, 同

时, 其焊接工艺与传统的焊接技术不兼容, 导致应用受到限制。

瞬时液相扩散焊接技术利用低熔点金属 (如 Sn、In 等) 与两侧高熔点金属 (如 Cu、Ni、Au 等) 形成三明治结构, 回流过程, 低熔点金属熔化, 与高熔点金属发生固液互扩散, 形成完全界面金属间化合物的焊接界面^[10,11]。利用这种焊接技术的焊接层厚度一般小于 20 μm, 不利于吸收因芯片及基板等系统材料热膨胀系数适配产生的热应力, 难以满足电力电子器件高可靠封装的需要。

本文针对现有焊接技术的不足, 提出了 Cu、Sn 复合粉末预成型焊片-低温固液互扩散技术制备耐高温、高性能三维网络结构接头制备技术。该接头尺寸不受限制, 有效弥补了现有 TLP 技术的不足, 同时采用粉末冶金的方法制备预成型焊片, 简化了膏体的丝网印刷工艺, 避免污染。另外, 高铅焊料、烧结 Ag 及 Cu、Sn 预成型焊片中涉及金属的国际金价如下: Ag, 3484.098 元/kg; Cu, 48.5 元/kg; Pb, 18.4 元/kg; Sn, 144.5 元/kg。从生产原料上来看, 纳米银焊接的成本远远高于其他两者。另外, 烧结银工艺与现有的焊接工艺不兼容, 用于实际生产时还需要特殊产线等额外费用。本文主要采用 Cu、Sn

收稿日期: 2018-08-13

基金项目: 国家自然科学基金项目(51777203)、国家重点研发计划“新能源汽车重点专项”项目(2016YFB0100600)

作者简介: 徐红艳(1981-), 女, 助理研究员, 博士, 研究方向为电力电子封装材料;

徐菊(1974-), 女, 研究员, 博士, 研究方向为电力电子封装材料及技术(通讯作者)。

作为焊料的主要成分,能够大大降低焊接的原料成本的同时,还能与现有的焊接工艺结合,使其价格与传统的高铅焊料基本一致(传统高铅焊料价格均价约为200元/kg)。

本文基于Cu、Sn复合粉末预成型焊片的新型TLPS焊接技术,开展了对应的接头结构设计及焊接工艺研究,制备出界金属(Intermetallic Components, IMCs)强化Cu颗粒的三维网络Cu、Cu₃Sn、Cu₆Sn₅结构接头,进一步研究了时效过程界面微观形貌演化及相变机理,揭示了其失效机制。

2 实验材料及方法

采用电镀方法制备Cu、Sn复合粉末。首先,用5%的乙醇盐酸溶液对Cu粉进行活化。用去离子水对活化后的Cu粉进行3~5次清洗,再将干燥后的Cu粉末与配置好的锡电镀液(甲基磺酸锡、硫脲、次亚磷酸钠、羧酸、苯二酚等按一定的比例混合)置于电镀装置中,控制电流密度为0.1A/cm²,直到Cu颗粒表面出现厚度均匀的金属锡镀层。过滤出Cu、Sn粉末,用去离子水清洗3~5次,在真空干燥箱中于80℃下干燥12h,最终得到干燥的Cu、Sn粉末。

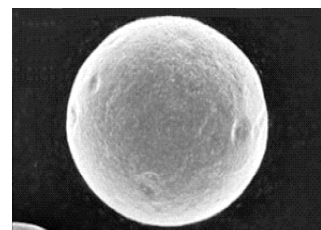
称量0.4g干燥后的Cu、Sn复合粉末,使用定制的直径15mm模具在10~15MPa压力下,保压5min。最终制得直径15mm,厚度0.2mm的预成型焊片。对DBC铜基板进行蒸镀Sn(1~2μm)的处理,之后将预成型焊片置于两DBC(Direct Bonding Copper)基板之间形成三明治结构,再放置于PINK100真空焊接炉中,保持氮气气氛,加入甲酸还原剂持续升温到250℃,恒温4~10min进行回流焊接。

将获得的焊接接头、切片、金相研抛后,采用扫描电子显微镜(SEM),X射线能谱仪(EDS)表征颗粒在回流前后的微观结构、形貌和微区成分。采用X射线衍射(XRD)分析方法研究了Cu、Sn颗粒和接头反应后的物相成分。在250℃高温分别时效处理24h、50h、100h和200h,研究了接头结构形貌演变规律和物相变化,揭示了接头失效机理。

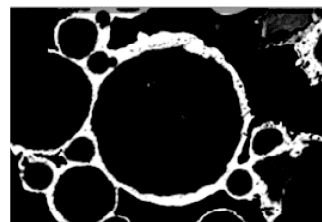
3 实验结果与分析

原始铜粉及Cu、Sn复合粉末的微观分析与成分分析如图1所示。

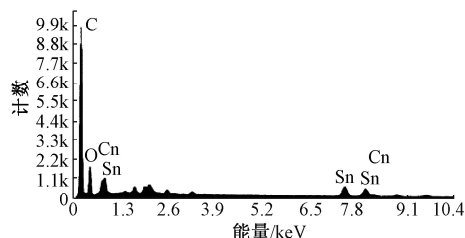
图1(a)为原始球形铜粉,其平均粒径在20μm



(a) 电镀前的原始铜粉



(b) Cu、Sn复合粉末剖面



(c) Cu、Sn复合粉末EDS成分分析

图1 原始铜粉及Cu、Sn复合粉末的微观分析与成分分析

Fig. 1 Microscopic analysis and composition analysis of raw copper powder and Cu and Sn composite powder

左右;图1(b)为Cu、Sn复合粉末的剖面形貌,可以观察到Cu粉表面均匀附着一层Sn,Sn层厚度约为2μm;图1(c)为对单个Cu、Sn复合粉末的成分分析,可以清晰地看到复合粉末中的元素组成,含有Cu、Sn、O等元素,其中氧元素的出现可能是在复合粉末制备或者焊接过程再或者扫描电镜腔室中不可避免地接触到了氧所导致的。根据Cu/Sn元素的比例基本符合制备复合粉末过程中各种元素的用量,Cu含量远大于Sn含量。通过电镀Sn的方法制得的Cu、Sn复合粉末镀层均匀,镀层厚度适中,表面光泽度好且粉体表面没有出现大尺寸晶须或者凹陷等明显的缺陷,混合效果良好。

Cu、Sn复合粉末的XRD分析结果如图2所示,在Cu、Sn复合粉末体系中不存在Cu₆Sn₅/Cu₃Sn等界金属相,为回流焊接制备三维网络结构接头提供了良好的基础。

采用压力成型的方法制成的直径15mm预成型焊片,如图3所示,成型压力为10~15MPa,保压时

间为 5min, 成型过程中压力的大小和保压时间会影响最终的焊接层效果(主要是焊接层的孔隙率的大小)。

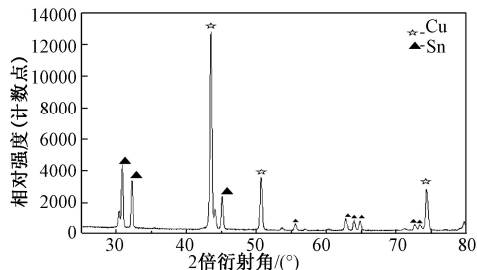


图2 Cu、Sn 复合粉末 XRD 分析结果

Fig. 2 XRD analysis result for Cu, Sn composite powder

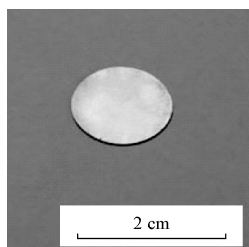


图3 Cu、Sn 预成型焊片

Fig. 3 Cu, Sn solder preform

制备的预成型片在 250℃ 的回流温度下保温 240 ~ 600s, 其回流工艺如图 4 所示。焊接接头在真空环境下冷却至室温后, 接头断面通过磨抛处理, 制备出金相样品。对不同回流时间的样品进行 X-Ray 分析的结果。如图 5 所示。

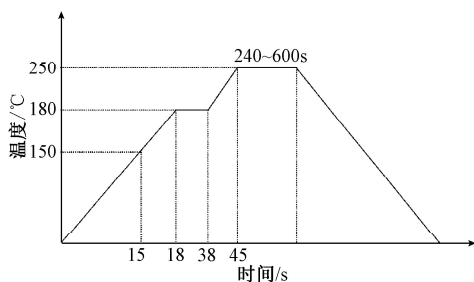


图4 回流焊接工艺过程

Fig. 4 Temperatures by reflow soldering process

Cu、Sn 预成型焊片在 250℃ 回流温度下分别保温 4min、6min、8min、10min, 焊接接头经 X-Ray 孔洞率测试分析可知: 当焊接时间较短 (< 8min) 时, 焊接接头三维网络孔洞率较高, 见图 5(a) 和图 5(b) 所示。随着焊接时间的延长至 8min 时, 焊接接头孔洞明显减少, 互联界面连接完整, 如图 5(c) 所示。随着焊接时间进一步增加, 孔洞率增加。

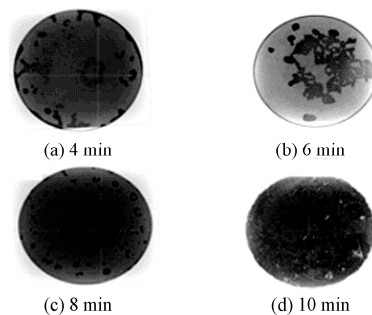


图5 Cu、Sn 复合粉末分别经过不同回流时间焊接后样品 X-Ray 分析结果

Fig. 5 Results of X-Ray analysis of Cu and Sn composite powder after different reflow time welding

通过以上对不同回流时间的焊接结果的对比分析, 最终确定最佳回流焊机时间为 8min。

Cu、Sn 复合粉末在 250℃ 下回流焊接 8min 后所得的三维网络微观结构如图 6 所示。从图 6 中可以看到在焊接层与 DBC 铜板接触处的空洞分布更为密集, 有可能影响焊接强度及可靠性, 需要进一步优化。

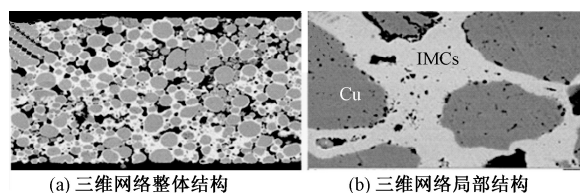


图6 Cu、Sn 复合粉末在 250℃ 下回流焊接 8min 后所得的三维网络整体、局部结构

Fig. 6 Whole and local structures of three-dimensional network obtained by reflow soldering Cu, Sn composite powders at 250℃ for 8min

根据图 7 所示的焊接层的 XRD 图片, 可以确定焊接层存在 Cu、Cu₆Sn₅ 及 Cu₃Sn 等物相。结合图 6 可知, 形成了界金属 Cu₃Sn、Cu₆Sn₅ 强化 Cu 颗粒的三维网络结构。并且从宏观上形成了连接稳固的焊接接头。

焊接接头在 250℃ 分别经过 24h、50h、100h、200h 时效处理后的平均孔洞率比较如图 8 所示。可以发现, 随着时效处理时间的延长生成的三维网络结构中平均孔洞率逐渐增加。这是由于 Cu 颗粒与 Cu₆Sn₅ 反应生成了 Cu₃Sn, 而 Cu₃Sn 密度高于 Cu₆Sn₅, 因此, 随着时间的延长, 逐渐增多的柯肯达尔孔洞出现于 Cu 与 Cu₃Sn 之间。孔洞是接头的薄弱环节, 可以预见, 接头失效部位应出现在 Cu 颗粒周边, 或裂纹将沿着 Cu 颗粒萌生和发展。

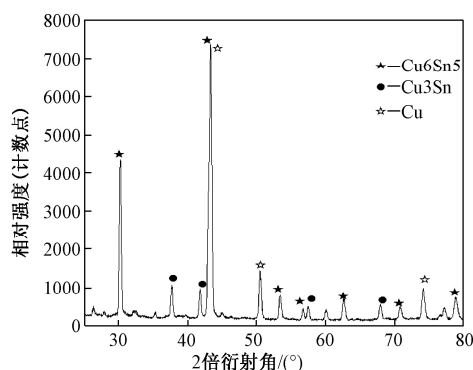


图7 Cu、Sn 接头焊接层的 XRD 物相分析

Fig. 7 XRD of Cu、Sn joint

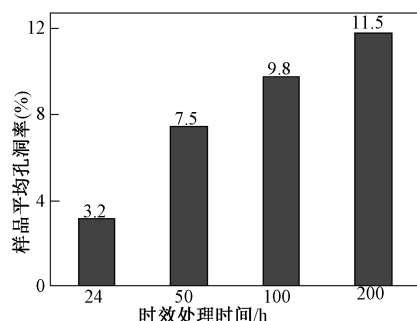


图8 焊接接头分别经过 24h、50h、100h、200h 的时效处理后的平均孔洞率

Fig. 8 Average void ratio of welded joints after aging treatment of 24h, 50h, 100h and 200h respectively

为抑制或减少孔洞的形成,研究团队正在探索对 Cu 颗粒进行表面改性研究,通过表面掺杂 Ni 或 Co 可有效抑制 Cu₃Sn 的形成,进一步的研究正在开展中。

分别对回流后及经过 200 次热循环后的样品进行力学性能测试,如图 9 所示,热循环后,接头与基板之间的剪切力明显减小,由 220MPa 减小至 80MPa。结合时效分析过程中空洞率随着时效时间变化的现象,可知在热循环的整个过程中,三维 Cu、Sn 网络结构的孔隙率、密度等参数会不断发生变化。这些参数的持续改变会退化接头性能,导致焊接接头剪切强度下降。

虽然剪切强度有所下降,但仍然比一般的高铅焊料(20MPa)和烧结纳米银接头(39MPa)要高,这充分说明 Cu、Cu₆Sn₅、Cu₃Sn 的焊接接头满足高强度接头性能的要求,具有较强的稳定性。

4 结论

本文基于 Cu、Sn 复合粉末预成型焊片-低温固

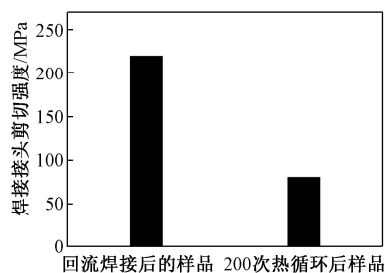


图9 焊接接头温度 200 次循环前后的剪切强度对比

Fig. 9 Shear stress before and after 200 thermal cycles

液互扩散技术制备出了界金属强化 Cu 颗粒的三维网络结构。通过电镀工艺制备 Cu、Sn 复合粉末、液压成型制备预成型焊片以及三维网络接头结构设计和真空回流焊接工艺研究,获得 Cu 颗粒强化界面金属间化合物(IMCs)三维网络结构的焊接接头,并且研究了接头的可靠性及失效机制。为高温 SiC 芯片新型焊接材料开发提供理论基础及技术指导。

通过回流焊接可以得到比较完美的三维网络结构焊接层。针对最后的焊接界面中出现的较多的空洞,本文提出的改进方案为:

- (1) 选用大小粒径匹配的球形铜粉作为原料,保证最终粉体的密堆积效果,达到最终减小或消除空洞的目的。
- (2) 增加预成型过程中的压力值,使粉末密实。
- (3) 调控好合适的焊接时间,防止因 Cu、Sn 金属间反应进行不完全而导致的空洞。
- (4) Cu 颗粒表面改性,从根本上抑制或减小孔洞的形成。

参考文献 (References):

- [1] Kamiya M. Development of traction drive motors for the Toyota Hybrid System [J]. 电气学会论文志 (日本) (Annals of Electrical Society (Japan)), 2006, 126 (4): 473-479.
- [2] 袁立强, 赵争鸣, 宋高升, 等 (Yuan Liqiang, Zhao Zhengming, Song Gaosheng, et al.). 电力半导体器件原理与应用 (Principle and application of power semiconductor devices) [M]. 北京: 机械工业出版社 (Beijing: China Machine Press), 2011.
- [3] Khalid Hussein. New compact, high performance 7th generation IGBT module with direct liquid cooling for EV/HEV inverters [A]. 30th Annual IEEE Applied Power Electronics Conference and Exposition [C]. Charlotte, USA, 2015. 15-19.
- [4] 范琳, 袁桐, 杨士勇 (Fan Lin, Yuan Tong, Yang

- Shiyong). 微电子封装技术与聚合物封装材料的发展趋势 (Development trend of microelectronic packaging technology and polymer packaging materials) [J]. 新材料产业 (New Material Industry), 2005, 7 (8): 88-97.
- [5] 黄卓, 张力平, 陈群星, 等 (Huang Zhuo, Zhang Liping, Chen Qunxing, et al.). 电子封装用无铅焊料的最新进展 (The latest development of lead-free solder for electronic packaging) [J]. 半导体技术 (Semiconductor Technology), 2006, 31 (11): 815-818.
- [6] 欧盟议会及理事会 (European Parliament and Council). RoHS 指令 (Directive of the european parliament and of the council on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment (recast)) [R].
- [7] Karsten Guth, Dirk Siepe, Jens Gorlich, et al. New assembly and interconnects beyond sintering methods [A]. Proceedings of PCIM Europe Conference [C]. Nurnberg, Germany, 2010, (31): 232-237.
- [8] Schwarzbauer H. Method of securing electronic components to a substrate [P]. US 4810672 A, 1989.
- [9] Tan Y S, Li X, Chen G, et al. Three-dimensional visualization of the crack-growth behavior of nano-silver joints during shear creep [J]. Journal of Electronic Materials, 2015, 44 (2): 761-769.
- [10] Sang Won Yoon, Glover Michael D, Koji Shiozaki. Nickel-tin transient liquid phase bonding toward high-temperature operational power electronics in electrified vehicles [J]. IEEE Transactions on Power Electronics, 2013, 28 (5): 2448-2456.
- [11] 段卓琳, 范涛, 张栋, 等 (Duan Zhuolin, Fan Tao, Zhang Dong, et al.). 全 SiC 三相逆变器传导电磁干扰建模与预测 (Modeling and prediction of electromagnetic interference in whole SiC three phase inverters) [J]. 电工电能新技术 (Advanced Technology of Electrical Engineering and Energy), 2018, 37 (1): 1-7.

Studies on high temperature SiC chip die-attached material based on Cu、Sn preformed solder sheet

XU Hong-yan¹, ZHOU Run-hui², NING Pu-qi^{1,3}, XU Ju^{1,3}

(1. Institute of Electrical Engineering, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;

2. School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China;

3. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: In this paper, the SiC chip die-attached material based on preformed Cu、Sn composite powder has been developed. The disc shaped die attached materials are obtained by pressing the Cu、Sn composite powders which are prepared by electroplating Sn on Cu powders. Further three-dimensional network joint structure with Cu particle reinforced interface intermetallic compound (IMCs) network is achieved by optimizing reflow soldering process of the preform. The preparation of the microstructure evolution and phase transition failure mode of the joint are studied, and the failure mechanism of the joint is suggested. This paper provides a novel theory and technology for the development of high temperature SiC chip die-attached material.

Key words: Cu、Sn composite powder; electroplating; preform; network structure; failure mechanism