

## Zastosowanie warstw MoMn-FeSi do obudów ceramiczno-metalowych

Obudowy ceramiczno-metalowe do układów scalonych wykonuje się w ONPMP łącząc ceramikę z metalem /ażur, przykrywka/ za pomocą szkliwa /rys. 1/.

Badania odporności obudów na narażenia klimatyczne lub mechaniczne wykazały [1], że najsłabszym ogniwem konstrukcyjnym jest złącze pomiędzy górną ramką kowarową /d - rys. 1/ a ramką ceramiczną /c - rys. 1/. Ponieważ prace nad poprawą odporności tego fragmentu obudowy nie dawały wyraźnego rezultatu, postanowiono zastosować warstwę metaliczną, która zastąpi ramkę kowarową /d - rys. 1/. Zasadniczymi trudnościami, jakich należało się spodziewać, był cykl technologiczny wykonania obudowy, przez który musiała przejść nałożona warstwa metaliczna.

Zasadniczy cykl technologiczny przebiega następująco:

- a/ naniesienie warstwy metalicznej na powierzchnię wierzchnią ramki,
- b/ spieczenie warstwy metalicznej w temperaturze 1250°C-1300°C w atmosferze wilgotnego wodoru lub mieszaniny H<sub>2</sub> i N<sub>2</sub>,
- c/ natryskiwanie warstwy szkliwa na jedną z powierzchni ramki i podstawki,
- d/ spieczenie szkliwa /glazurowanie/ w temperaturze 980°C w atmosferze utleniającej,
- e/ spajanie obudów w temperaturze około 1000°C w atmosferze bardzo lekko utleniającej,
- f/ chemiczne usuwanie powstałych na kowarze tlenków,
- g/ złączenie obudowy.

Jak widać z planu operacyjnego, warstwa metaliczna otrzymana w operacji a/ i b/ musi następnie przejść bardzo trudne operacje d/, e/ i f/. Nałożona warstwa metaliczna musi ponadto być dobrze przyczepna do ceramiki i musi być gładka.

Wszystkie próby technologiczne wykonano na ramkach z ceramiki alundowej zawierającej 97,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Do prób wytypowano te pasty metalizacyjne, które po spieczeniu na ceramice alundowej odznaczają się dobrą do niej przyczepnością, a więc pasty: molibdenowe, wolframowe, molibdenowo-manganowe oraz pasty molibdenowo-manganowe modyfikowane niklem, krzemem i chromem. Przy doborze pierwiastków modyfikujących kierowano się głównie ich podwyższoną odpornością na utlenianie [2]

Zasadnicze procesy technologiczne, jakie zostały wykonane przy nakładaniu pierwszej warstwy, są zestawione w tablicy I.

WARUNKI PRÓB TECHNOLOGICZNYCH NAD OTRZYMYWANIEM PIERWSZEJ WARSTWY

Tablica 1

Nr pasty	Skład chemiczny pasty w %	Warunki spiekania		Ocena przyczepności po spieczeniu	Stan warstwy po wyżarzeniu w 980°C w atmosferze utleniającej
		Temperatura °C	Atmosfera ochronna		
1.	Mo - 80 Mn - 14 FeSi - 6	1280 ± 5	N <sub>2</sub> /H <sub>2</sub> =1/3 punkt rosy +15°C	bardzo dobra	gruba warstwa tlenków
2.	Mo - 70 Mn - 15 Ni - 0,02 szkło litowe - 14,88	1250 ± 20	N <sub>2</sub> /H <sub>2</sub> =1/3 punkt rosy +15°C	bardzo dobra	bardzo gruba warstwa tlenków
3.	W - 70 Mn - 15 Ni - 0,02 szkło litowe - 14,88	1250 ± 20	H <sub>2</sub> punkt rosy +15°C	bardzo dobra	bardzo gruba warstwa tlenków
4.	Mo - 80 Mn - 20	1300 ± 20	N <sub>2</sub> /H <sub>2</sub> = 1/3 punkt rosy +15°C	słaba	bardzo gruba warstwa tlenków

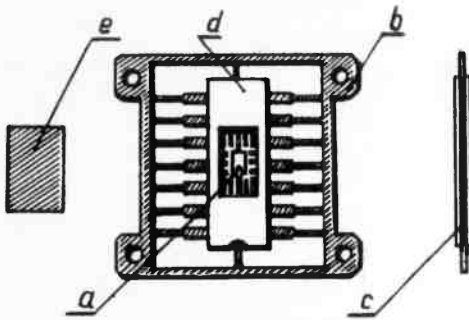
Jak widać z zestawienia w tablicy 1, wszystkie pasty z wyjątkiem pasty nr 4 mają dobrą przyczepność i mogłyby być stosowane, gdyby nie fakt małej odporności na utlenianie w warunkach w których należy spiekać szkliwo. W dalszych próbach postanowiono wykonać drugą warstwę metaliczną dla zabezpieczenia przed utlenianiem warstwy pierwszej oraz przeprowadzono próby nad zmianą warunków spiekania szkliwa w powietrzu na spiekanie dwustopniowe do temperatury 400°C w atmosferze powietrza oraz w temperaturze 980°C w atmosferze technicznego azotu.

Wyniki tych prób zestawione są w tablicy 2.

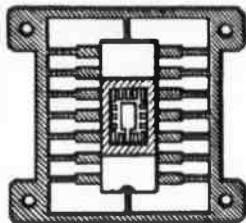
WYNIKI Z PRÓB NAD OTRZYMYWANIEM DRUGIEJ WARSTWY

Tablica 2

Nr pasty I warstwy	Skład chemiczny I warstwy	Sposób nakładania II warstwy	Grubość II warstwy	Ocena II warstwy po wygrzewaniu w 400°C w powietrzu i w 980°C w N <sub>2</sub>
1	2	3	4	5
1	Mo Mn - FeSi	niklowanie chemiczne	~ 10 μm	stopiona



Rys. 1 - Obudowa ceramiczno-metalowa  
 a - miejsce na umieszczenie mikroukładu, b - ażur,  
 c - ramko ceramiczna, d - ramka kowarowa, e - przy-  
 krywka



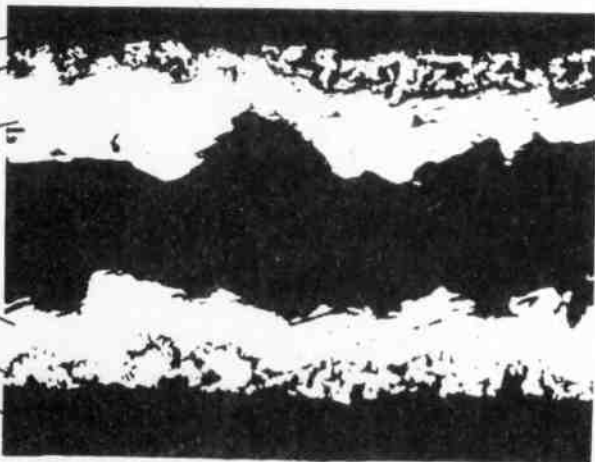
Rys. 3 - Obudowa do monolitycznych układów scalonych  
 z warstwą MoMn-FeSi

ceramika  
 warstwa pierwsza  
 warstwo niklu  
 stop niskotopliwy  
 do niklowania



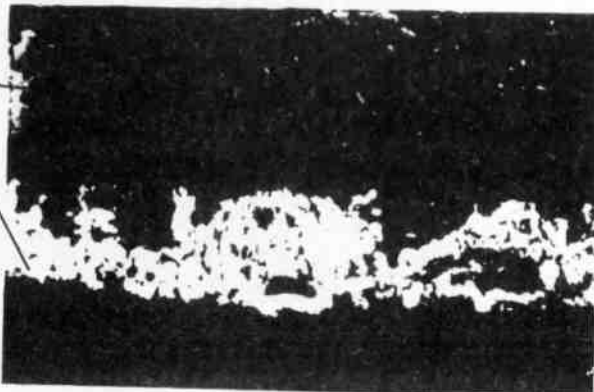
Rys. 2a.                    pow. 250x

ceramika  
 warstwa pierwsza  
 warstwa niklu  
 warstwo niklu  
 warstwo pierwsza  
 ceramika



Rys. 2b.                    pow. 300x

ceramika  
 warstwa pierwszo wspólnie  
 z wdyfundowanym Ni



Rys. 2c                    pow. 300x

Rys. 2. Mikrofotografie warstwy MoMn-FeSi

a - próbka z warstwą pierwszą /MoMn-FeSi/ niklowaną galwanicznie,  
 b - warstwy jak na rys. 2a, po wyżarzeniu w temp. 400°C w atmosferze powietrza i 980°C w atmosferze technicznego azotu,  
 c - warstwy jak na rys. 2a, po wyżarzeniu w temperaturze 400°C w atmosferze powietrza, w 980°C w atmosferze technicznego azotu i w temperaturze 1000°C w atmosferze mieszoniny gazowej 98% N<sub>2</sub> + 2% H<sub>2</sub>

1	2	3	4	5
		niklowanie galwaniczne	$\sim 10 \mu\text{m}$	bardzo dobra
		próżniowe napyłanie NiCr20	$\sim 2000 \text{ \AA}$	dyfunduje do I warstwy
2.	MoMnNi+szkło litowe	niklowanie galwaniczne	$\sim 10 \mu\text{m}$	dobra
		próżniowe naporowywanie NiCr20	$\sim 2000 \text{ \AA}$	dyfunduje do I warstwy
3.	W Mn Ni + szkło litowe	chemiczne miedziowanie i galwaniczne niklowanie	$5 \div 8 \mu\text{m}$	stopiona
		próżniowe naporowywanie NiCr20	$\sim 2000 \text{ \AA}$	dyfunduje do I warstwy

Jak widać z wyników zestawionych w tablicach 1 i 2, najkorzystniej zachowuje się warstwa MoMn-FeSi z galwaniczną powłoką niklową. Dla uzyskiwania zawsze jednokowej grubości i gładkiej powierzchni nadającej się do złączenia i następnie do hermetyzacji opracowano dla pasty MoMn-FeSi warunki nakładania metodą sitodruku. Pastę do sitodruku przygotowano z proszków o uziarnieniu  $\leq 5 \mu\text{m}$ , które mielono w młynku Fritscha w acetonie w czasie 40 godzin. Proszki po zmieleniu, suszeniu i przesianiu przez sito 0,025, ucierano w moździerzu agotowym z nośnikami. Tak przygotowaną pastę наносzono na kształtki ceramiczne z ceramiki alundowej o chropowatości  $R_a = 0,63$  przez siatkę chromo-niklową o gęstości 270 w skali Mesh. Nacisk rakli wynosił  $250 \text{ g/cm}$ , kąt natarcia rakli  $45^\circ$ , szybkość przesuwania rakli  $11 \text{ cm/s}$ . Otrzymane warstwy miały grubość około  $20 \mu\text{m}$  i nadawały się do pokrywania niklem.

Na rys. 2 pokazane są zdjęcia z badań metalograficznych warstwy MoMn-FeSi niklowanej galwanicznie po trzech zabiegach: niklowaniu, wyżarzaniu w warunkach spiekania szkliwa oraz wygrzewaniu w warunkach spiekania szkliwa plus wygrzewaniu w warunkach spajania obudów. Na zdjęciach tych jest wyraźnie widoczny postępujący proces dyfuzji Ni do pierwszej warstwy złożonej z MoMn-FeSi. Otrzymane warstwy MoMn z domieszką FeSi, a następnie galwanicznie niklowane, mają wystarczającą żaroodporność, a ich szczelność umożliwia nakładanie warstw złota i hermetyzację.

Ocena przyczepności warstwy MoMn-FeSi w porównaniu z przyczepnością dotychczas stosowanej ramki kowarowej /rys. 1/ została przeprowadzona na aparacie typu Dynstat przez wykorzystanie momentu skręcającego do odrywania badanej ramki od ceramiki. Moment skręcający przykładany był do specjalnych ramek, które zostały przylutowane lutem SnPbAg 2,5 /wymiały płytek  $4 \times 25 \times 0,25 \text{ mm}$ /.

Przykładowe wyniki uzyskane przy odrywaniu ramek zestawione są w tablicy 3.

## Wyniki pomiarów odrywania próbek

Nr próbki	Obudowy z ramką kowarową		Nr próbki	Obudowy z ramką MoMn-FeSi	
	całkowity moment odrywający /kpcm/	jednostkowy moment odrywający /kpcm/mm <sup>2</sup> /		całkowity moment odrywający /kpcm/	Jednostkowy moment odrywający /kpcm/mm <sup>2</sup> /
1	1,10	0,028	6	>1,10	> 0,093
2	0,20	0,006	7	>1,10	> 0,093
3	1,30	0,033	8	>1,05	> 0,088
4	0,95	0,024	9	>1,50	> 0,126
5	1,20	0,030	10	>1,30	> 0,110
	średnia 0,94	średnia 0,039		średnia > 1,20	średnia > 0,101

Jak widać z tablicy III, całkowity moment odrywający dla ramki z MoMn-FeSi jest średnio większy od 1,20 kpcm, a dla ramki kowarowej wynosi tylko 0,94 kpcm. Różnice te ujawniają się bardziej przy odniesieniu momentów do jednostki powierzchni.

W przypadku ramek kowarowych stwierdzono odrywanie się ramek od ceramiki poprzez szkliwo, a w przypadku ramek z MoMn-FeSi we wszystkich badanych próbkach odrywała się przylutowana płytka kowarowa od warstwy MoMnFeSi poprzez lutowie, a warstwa metalizacji nie została naruszona. Należy więc przypuszczać, że przyczepność warstwy MoMn-FeSi do ceramiki jest wyższa od wartości podanych w tablicy III. Na podstawie przeprowadzonych prób technologicznych można stwierdzić, że warstwy MoMn z domieszką FeSi mają dobrą przyczepność do ceramiki alundowej, po spiekaniu są gładkie i dobrze się nikiują. Warstwy te mogą być z powodzeniem stosowane przy obudowach do mikroukładów /rys. 3/. Warstwy MoMn-FeSi dobrze nadają się do nakładania techniką sitodruku i na pewno znajdą szersze zastosowanie w różnych złączach ceramika-metal.

## Literatura

1. Taczanowski A.: Referat na IV Konferencji Mikroelektroniki Toruń, październik 1973.
2. Tomaszow N.D.: Teoria korozji i ochrona metali, PWN, Warszawa 1962.