

**Verbinden von
Leistungshalbleiterbauelementen durch
Sintern von nanoskaligen
Silberpartikeln**

Der Technischen Fakultät der
Universität Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Grades

DOKTOR-INGENIEUR

vorgelegt von

Matthias Werner Knörr

Erlangen - 2011

Als Dissertation genehmigt von
der Technischen Fakultät der
Universität Erlangen-Nürnberg

Tag der Einreichung:	18.11.2010
Tag der Promotion:	31.05.2011
Dekan:	Prof. Dr.-Ing. R. German
Berichterstatter:	Prof. Dr. L. Frey Prof. Dr. M. Göken

Erlanger Berichte Mikroelektronik

Band 4/2011

Matthias Knörr

**Verbinden von Leistungshalbleiterbauelementen
durch Sintern von nanoskaligen Silberpartikeln**

D29 (Diss. Universität Erlangen-Nürnberg)

Shaker Verlag
Aachen 2011

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Erlangen-Nürnberg, Univ., Diss., 2011

Copyright Shaker Verlag 2011

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-0352-9

ISSN 0948-3462

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Vorwort

Diese Arbeit entstand im Zeitraum von Juni 2007 bis November 2010 als erste Dissertation innerhalb der neu gegründeten Arbeitsgruppe Materialien und Zuverlässigkeit der Abteilung Leistungselektronische Systeme des Fraunhofer Instituts für Integrierte Systeme und Bauelementetechnologie (IISB). Die Arbeit wurde im Rahmen des EU-Forschungsprojekts „High Density Power Electronics for FC- and ICE-Hybrid Electric Vehicle Powertrains“ angestoßen und nach dessen Ende in Eigenforschung fortgesetzt. Mittlerweile laufen am IISB einige Projekte in Kooperation mit Industrieunternehmen um die Ergebnisse dieser Dissertation auf konkrete Applikationen umzusetzen.

Dank gilt an dieser Stelle zunächst meinen Eltern und Geschwistern, ohne deren stetige Unterstützung zu Schul-, Studien- und Promotionszeiten der Abschluss meiner Ausbildung mit dem höchsten akademischen Grad niemals möglich gewesen wäre. Danke!

Meinem Doktorvater, Prof. Dr. Lothar Frey, danke ich für die Betreuung und kritische Diskussion meiner Arbeit. Prof. Dr. Mathias Göken gilt Dank für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Vielen Dank an Dr. Martin März für wissenschaftliche Diskussion, Denkanstöße und finale Durchsicht der Arbeit.

Meinen unmittelbaren Kollegen der Arbeitsgruppe, Andreas Schletz, Ernst Schimanek, Silke Kraft, Markus Rauch, Marianna Nomann, Dr. Sven Egelkraut, Alexander Roth, Thomas Götz, Reiner Illing, Franz Frömter und Florian Koller, und den weiteren Kollegen am Zentrum für Kfz-Leistungselektronik und Mechatronik in Nürnberg und am Hauptsitz des IISBs in Erlangen danke ich vielmals für ihre Unterstützung und die angenehme Arbeitsatmosphäre.

Außerdem geht ein großes Dankeschön an die von mir betreuten Studenten, Jörg Farnbacher, Michael Däumler, Ina Filbert, Lisa Lautner, Renate Bunescu-Fay und Aaron Hutzler, für ihre Arbeiten, die zum Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben.

Matthias Knörr

*Gewidmet meinen Großmüttern,
Marie Bogendorfer und Gertrud Zeilinger,
die beide während der Arbeiten zu dieser
Dissertation verstorben sind. Sie hatten
sich immer einen „Doktor“ als Enkel ge-
wünscht. Auch wenn sie darunter wohl
eher einen Arzt als einen Ingenieur ver-
standen haben...*

Abstract

This thesis deals with the application of nano-scaled silver particles for die attachment in power electronics. The goal is to lower the levels of the parameters time (60-180 s), pressure (30-50 MPa) and temperature (230-250 °C) that are needed for the state-of-the-art sintering process using micron-scaled silver flakes. The main focus is on reducing the pressure needed as high scrap rates have to be expected for high levels of pressure. First, the sintering of different silver powders is compared. The results indicate that the capping material passivating the nano-scaled silver particles defines the sintering behaviour: the process cannot start until the coating is removed. The polymer polyvinylpyrrolidone proves to be too stable to be decomposed at the desired temperatures of less than 300 °C. Particles capped with oleic acid sinter very well in air. Only poor sintering can be detected in absence of oxygen, though. It follows that the adsorbed oleic acid decomposes by means of oxidation. Density measurements are used to track the sintering of stencil printed layers of a silver nanopaste. The silver particles in the paste are sized 30-50 nm and passivated with oleic acid. Rising densities with increasing time and temperature can be detected. After 3600 s at 300 °C, a relative density of 0.70 times the one of pure silver is reached for example. The graphs of density versus time show a distinct sectioning. A fast rise occurs during the initial phase of sintering. After this, the density trends towards a plateau. The initial slope steepens noticeably with increasing temperature. This is credited to the decomposition kinetics of the passivation material. Once it is removed, the particles sinter very quickly. Silver layers that are covered by a chip sinter considerably worse. The reason is the limitation of oxygen supply that leads to a slower degradation of the oleic acid. This can be more than compensated by applying pressure. Sintering for 60 s at 275 °C and 5 MPa leads to a density of 0.75. Three test series are run to investigate the influences of the parameters time, pressure and temperature on density individually. After this, the mechanical properties of the bonds are analysed. Young's modulus and strength are measured. It is shown that both can be described by power laws of the density. A sinter interconnection formed at 60 s, 275 °C, 5 MPa has a Young's modulus of 44.3 GPa and a shear strength of 40.1 MPa for example. Hence, the shear strength is comparable to those of solders. Finally, reliability tests are run in order to establish estimates for the lifetime of the die attach layers. Thermal cycling and power cycling tests are used to determine the number of cycles to failure depending on the sinter parameters. Solder materials are tested for benchmarking. All the sintered interconnects show a considerably better reliability than the

Abstract

lead-free Sn96.5Ag3Cu0.5 solder. Comparing the differently sintered silver layers, an increase of lifetime with density can be observed. The quality of the interface plays a decisive role, too. The sintered bonds cannot be destroyed during the power cycling experiment between +45 °C and +175 °C. A Coffin-Manson model is applied to merge the results of thermal and power cycling. Using this model, a 4000 times longer lifetime than the one of soldered specimens can be extrapolated for the sintered die attachment in power cycling.

Kurzfassung

Diese Arbeit gibt eine Abhandlung über den Einsatz von nanoskaligen Silberpartikeln für den Sinterprozess zum Verbinden von Halbleiterbauelementen in der Leistungselektronik. Das Ziel ist, die Sinterparameter Zeit, Druck und Temperatur, die für den herkömmlichen Verbindungsprozess mit mikroskaligen Silberflakes 60-180 s, 30-50 MPa und 230-250 °C betragen, abzusenken. Insbesondere die Verringerung des nötigen Druckniveaus steht hier im Vordergrund, da für hohe Drücke große Ausschussraten zu erwarten sind. Es wird zunächst das Sinterverhalten verschiedener Silberpulver verglichen. Dabei zeigt sich, dass das passivierende Beschichtungsmaterial auf den Silbernanopartikeln das Sinterverhalten bestimmt. Erst wenn dieses entfernt ist, kann der Sinterprozess einsetzen. Das Polymer Polyvinylpyrrolidon erweist sich als zu stabil, um im angestrebten Temperaturintervall von kleiner 300 °C zersetzt zu werden. Mit Ölsäure beschichtete Partikel versintern an Luft sehr gut. Unter Ausschluss von Sauerstoff kann jedoch auch nur unzureichendes Sintern festgestellt werden. Daraus folgt, dass sich die Ölsäure in Gegenwart von Sauerstoff oxidativ zersetzt. An Druckschichten einer Paste, die mit Ölsäure beschichtete Silbernanopartikel der Korngröße 30-50 nm enthält, wird das Sinterverhalten anhand der Dichtezunahme beobachtet. Es zeigt sich ein Ansteigen der Dichte mit Zeit und Temperatur. Nach 3600 s bei 300 °C wird z.B., bezogen auf reines Silber, eine relative Dichte von 0,70 erreicht. Die Kurven der Dichte gegen die Zeit weisen eine deutliche Zweiteilung auf. In der Anfangsphase ist der Verlauf steiler, während sich zu höheren Zeiten hin ein Plateauwert einstellt. Je höher die Temperatur, desto enger ist das Anfangsintervall und desto größer ist die Steigung der Kurve. Dies wird auf die Zersetzungskinetik des Beschichtungsmaterials zurückgeführt. Mit einem Chip abgedeckte Sinterschichten zeigen ein deutlich geringeres Anwachsen der Dichte. Grund ist die Limitierung der Sauerstoffzufuhr und die daraus folgende höhere Stabilität der Ölsäurebeschichtung. Durch Applikation von Druck kann dies mehr als ausgeglichen werden. Ein Sintern für 60 s bei 275 °C und 5 MPa resultiert z.B. in einer Dichte von 0,75. Zur genaueren Analyse des Einflusses der Parameter Zeit, Temperatur und Druck wird je eine Messreihe durchgeführt. Anschließend werden die mechanischen Eigenschaften der Verbindungen untersucht. Dabei werden Elastizitätsmodul und Festigkeit bestimmt. Beide lassen sich als Potenzfunktionen der Dichte beschreiben. Für eine mit den Parametern 60 s, 275 °C, 5 MPa geschlossene Sinterverbindung wird ein E-Modul von 44,3 GPa und eine Scherfestigkeit von 40,1 MPa bestimmt. Die Scherfestigkeit ist damit vergleichbar mit den Ergebnissen von Loten. Abschließend werden Zuverlässig-

keitstests durchgeführt, um Abschätzungen für die Lebensdauer der Verbindungsmaterialien zu ermitteln. Dazu werden passive Temperaturwechsel- und aktive Lastwechseltests herangezogen, um die Lebensdauer der Sinterschichten in Abhängigkeit von den Sinterparametern und gegen Lote als Referenz zu bestimmen. Es zeigt sich deutlich die Überlegenheit aller Sinterschichten gegenüber dem bleifreien Lot Sn96,5Ag3Cu0,5. Im Vergleich der verschieden versinterten Silberschichten ergibt sich ein Ansteigen der Zuverlässigkeit mit der Dichte. Deutlich wird aber auch der Einfluss der Qualität der Grenzschicht. Die Ergebnisse werden in einem Modell nach Coffin-Manson zusammengeführt. Für die aktiven Lastwechseltests zwischen +45 °C und +175 °C, in denen die gesinterten Verbindungsschichten nicht zerstört werden können, wird so eine 4000-mal höhere Lebensdauer als die der Lotschichten prognostiziert.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	vii
Abstract	ix
Kurzfassung	xi
Inhaltsverzeichnis.....	xiii
1 Einleitung	1
2 Stand der Technik und Motivation	5
2.1 Aktuelle Aufbau- und Verbindungstechnik und ihre Ausfallmechanismen	5
2.2 Sintern als neue Verbindungstechnologie.....	12
2.3 Sintern von nanoskaligen Silberpartikeln	15
3 Theoretische Grundlagen	17
3.1 Allgemeine Theorie des Sinterns von Nanopartikeln	17
3.1.1 Triebkräfte des Sinterns.....	18
3.1.2 Festphasensintern	25
3.1.2.1 Mechanismen des Materialtransports	25
3.1.2.2 Stadien des Festphasensinterns	31
3.1.2.3 Einflussfaktoren	34
3.1.3 Mechanismen des Sinterns von Nanopartikeln	37
3.2 Herstellung und Aufbau von Silberrnanopartikeln	42
3.2.1 Herstellungsverfahren	42
3.2.2 Eigenschaften und Aufgaben der Stabilisatoren.....	43
3.3 Abweichungen vom idealen Sinterverhalten	46
3.4 Elektronische Baugruppen unter thermischer Wechselbelastung.....	48
3.4.1 Thermomechanische Spannungen in Verbindungsschichten	48
3.4.2 Lebensdauer von Verbindungsschichten unter Wechselbelastung.....	50
3.4.3 Lebensdauermodelle für komplette Module.....	51

4	Experimentelles Vorgehen	53
4.1	Verwendete Materialien	53
4.1.1	Silberpulver	53
4.1.2	Beschichtungsmaterialien	56
4.1.3	Silberpasten	56
4.2	Prozess- und Messtechniken.....	57
4.2.1	Herstellung der Sinterschichten	57
4.2.1.1	Druckprozess	57
4.2.1.2	Sinterprozess.....	59
4.2.2	Thermische Analyse.....	62
4.2.2.1	Thermogravimetrische Analyse.....	62
4.2.2.2	Dynamische Differenz-Kalorimetrie	63
4.2.3	Mechanische Analyse.....	66
4.2.3.1	Bestimmung der Dichte	66
4.2.3.2	Bestimmung des Elastizitätsmoduls	68
4.2.3.3	Bestimmung der Scherfestigkeit.....	69
4.2.4	Analyse der Zuverlässigkeit.....	71
4.2.4.1	Ultraschallmikroskopie.....	71
4.2.4.2	Passive Temperaturwechseltests.....	72
4.2.4.3	Aktive Lastwechseltests.....	74
4.2.4.4	Weibull-Auswertung.....	77
5	Allgemeines Sinterverhalten von nanoskaligen Silberpartikeln	81
5.1	Versuchsplanung und -durchführung	81
5.2	Thermische Analyse der Beschichtungsmaterialien.....	81
5.2.1	Polyvinylpyrrolidon	82
5.2.2	Ölsäure	84
5.3	Thermische Analyse des Mikropulvers Ag Flakes.....	85

5.4	Thermische Analyse des Nanopulvers Ag 10 nm.....	88
5.5	Thermische Analyse des Nanopulvers Ag 30-50 nm	92
5.6	Mikroskopische Untersuchung des Sinterverhaltens	98
6	Sinterverhalten von Verbindungsschichten aus nanoskaligen Silberpartikeln.....	101
6.1	Versuchsplanung und -durchführung.....	101
6.2	Sinterverhalten in Luft.....	103
6.3	Sinterverhalten in Stickstoff	112
6.4	Sinterverhalten unter einem Halbleiterbauelement.....	118
6.4.1	Einfluss der Heizrate	118
6.4.2	Sinterverhalten unter einem Bauelement.....	119
6.4.3	Druckunterstütztes Sintern	121
7	Mechanische Eigenschaften der gesinterten Verbindungsschichten	127
7.1	Versuchsplanung und -durchführung.....	127
7.2	Elastizitätsmodul.....	128
7.3	Festigkeit.....	131
8	Zuverlässigkeit der gesinterten Verbindungsschichten	141
8.1	Versuchsplanung und -durchführung.....	141
8.2	Zuverlässigkeitsuntersuchungen durch passive Temperaturwechseltests.....	143
8.3	Zuverlässigkeitsuntersuchungen durch aktive Lastwechseltests	152
8.4	Modellierung der Ergebnisse nach Coffin-Manson	157
9	Zusammenfassung	165
10	Ausblick.....	171
	Literaturverzeichnis	177
	Symbolverzeichnis	191
	Abkürzungsverzeichnis	199
	Abbildungsverzeichnis.....	201
	Tabellenverzeichnis	209

Inhaltsverzeichnis

Lebenslauf.....	211
Veröffentlichungen	213