

# Mikroskopische Benetzung reiner Kontaktflächen durch Weichlot

M. Reiter, Th. Ahrens und H. Hieber, Neumünster

*Quelle: Diplomarbeit M. Reiter, TU Dresden/CEM gGmbH, Neumünster 1993.  
DVS Berichte 158 (1994) 233-236*

## **Microscopic scale wetting of pure contact surfaces by soft solder alloy**

**Abstract-** The steady development towards miniaturisation and higher density of interconnections in microelectronic circuits shifts the weight of influencing parameters on the process of wetting towards the microscopic mechanisms as there are leaching, diffusion, formation of intermetallic phases, and the state of microstructure and chemistry on the contact surface.

Microscopic advance of the wetting line and surface material transport is recorded by high speed videography. Precisely timed freezing of the solder melt document the states of phase formation and growth during wetting after very short time intervals.

The practical experiments, aided by microstructural investigations yield a quantitative description of the kinetics of spreading and phase formation.

### **1. Ablauf des Benetzungsvorgangs**

Mit der zunehmenden Miniaturisierung elektronischer Aufbauten im Rahmen der Mikroelektronik und Mikrosystemtechnik werden die eingesetzten Werkstoffe und Verfahren bis an ihre physikalischen Grenzen ausgenutzt. Die wirksamen Flächen werden kleiner, und das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen vergrößert sich.

Damit gewinnt die Thermodynamik der Oberflächen- und Grenzflächenreaktion erhebliche Bedeutung für die Herstellungsqualität der Verbindungen.

Die zeitabhängige Benetzung des Grundmetalls durch das flüssige Lot bestimmt die Herstellung der stoffschlüssigen metallischen Bindung. Bei kleinen Volumina der Verbindungspartner gestaltet sich der ohnehin beträchtliche Einfluß der Benetzung auf die Verbindungsbildung noch drastischer. Benetzungsfehler bewirken direkt einen Qualitätsverlust der Verbindung und führen beispielsweise zu erheblich verminderten Ausbeuten bei der Simultankontaktierung. Bei der Verwendung mikroskopischer Abmessungen gewinnen neben der Benetzung auch die Aspekte Ablegieren, Diffusion und Phasenbildung an Einfluß.

In dieser Arbeit wird ein Beitrag zum Verständnis des Stofftransports an der zu benetzenden Oberfläche und zur Bildung intermetallischer Phasen an der Grenzfläche Lot/Substrat geleistet. In einem Mikroskopheiztisch werden Benetzungsexperimente (Sn-Pb- Lot auf Cu) durchgeführt. Der Benetzungsfortschritt wird mit Kinematographie festgehalten, um den zeitlichen Ablauf der einzelnen Prozesse zu klären. In einem Parallelversuch wird der Benetzungsfortschritt des Lotes eingefroren. Als besondere expe-

## Mikroskopische Benetzung

rimentelle Technik kommt das Abblasen des flüssigen Lotes mittels Stickstoffstrahl zur Anwendung. Durch Oberflächenanalyse, Gefüge- und Querschnittsbilder werden Keimbildung, Keimwachstum und Lotausbreitung quantitativ beschrieben.

### 2. Physikalische Chemie des Aufschmelzvorgangs

Für die Beschreibung des Lötprozesses ist die möglichst vollständige Kenntnis der einzelnen Abläufe erforderlich. Wichtig für den Verbindungsvorgang beim Weichlöten sind die Benetzung, die Bildung und das Wachstum der intermetallischen Phasen und die Ausbreitung des flüssigen Lotes auf der metallischen Unterlage.

- Keimbildung

Sobald der metallische Kontakt zwischen Substratwerkstoff und Lot hergestellt und die erforderliche Temperatur erreicht ist, beginnt an der Grenzfläche ein Auflösungsprozeß des Substrates. Die hohen Schmelzpunkte  $T_m$  der sich bildenden Phasen und die damit verbundene, starke Unterkühlung  $\Delta T$  der Schmelze bewirken, daß sich Keime von intermetallischen Phasen bilden, sobald die Löslichkeitsgrenzen für Metallisierungsbestandteile in der Lotschmelze oder an der Grenzfläche erreicht sind. Die Kupfermetallisierung löst sich mit definierter Geschwindigkeit. Die Bildung geordneter Bereiche in der Schmelze ist mit dem Aufbau einer Grenzfläche zwischen diesen und der Schmelze verbunden, die eine Grenzflächenenergie  $A \cdot \gamma_{SL}$  erfordert. Diese Energie kann nur von einer unterkühlten Schmelze aufgebracht werden, in der die Differenz der freien Enthalpien von Schmelze und Kristall positiv ist. Im Falle der homogenen Keimbildung muß zur Entstehung der Grenzfläche folgende Energie aufgebracht werden [1]:

$$\Delta G = - \Delta g_V \cdot V + \gamma_{SL} \cdot A \quad (1)$$

und entsprechend für kugelförmige Keime:

$$\Delta G = -4/3\pi r^3 \cdot \Delta g_V + 4\pi r^2 \cdot \gamma_{SL} \quad (2)$$

Bei Erreichen und Überschreiten des kritischen Keimradius nimmt  $\Delta G$  mit wachsendem Keimradius ab und damit wird der geordnete Bereich wachstumsfähig.

Keime mit Radius  $r_0 < r_0^*$  sind nicht stabil und lösen sich wieder auf. Der kritische Keimradius für Halbkugelkeime ist nach der klassischen Keimbildungstheorie wie folgt definiert:

$$r_0 = \frac{2s_{LP}T_M}{\Delta h^f \Delta T} \quad (3)$$

- Keimwachstum

Die Kristallisation der intermetallischen Verbindung ist gleichzeitig der Beginn der Wachstumsphase. Die Dauer der Wachstumsphase hängt von der Temperatur, dem Werkstoff und von der Konvektion in der Schmelze ab. Zur Beschreibung des Keimwachstums wird ein Modell [3] verwendet, das die Bekeimung einer Oberfläche be-

## Mikroskopische Benetzung

schreibt. Das Modell gilt ausschließlich für das ungehinderte Keimwachstum, d. h. benachbarte Keime beeinflussen sich nicht gegenseitig.

Betrachtet man die Keime der intermetallischen Phasen als Kugeln, die mit einer konstanten Keimwachstumsgeschwindigkeit  $v$  wachsen, so ist die Fläche, die sie zum Zeitpunkt  $t$  bedecken:

$$A = \pi r^2 = \pi (v t)^2 \quad (4)$$

Der Keim wird zum Zeitpunkt  $T$  gebildet und bedeckt zu diesem Zeitpunkt eine Fläche:

$$A' = \pi v^2 (t - T)^2 \quad (5)$$

Die Anzahl der Keime, die sich im Zeitraum  $\delta\tau$  bilden, ist  $N\delta\tau$ . Wenn sich die Keime nicht gegenseitig beeinflussen, erhält man für die Gesamtfläche der Einzelkeime:

$$\sum A' = \frac{P}{3} N n^2 \int_0^t (t - \tau)^2 d\tau \quad (6)$$

Als Lösung des Integrals erhält man die durch Keime bedeckte Substratfläche:

$$\Sigma A' = \frac{\pi}{3} N v^2 t^3 \quad (7)$$

Dabei ist  $N$  die Keimbildungsrate, sie quantifiziert die Anzahl der Keime, die sich in einer definierten Zeit auf einer Einheitsfläche bilden. Die Keimwachstumsgeschwindigkeit  $v$  beschreibt die Veränderung der Radien einzelner Keime. Die Keimbildungsrate  $N$  und die Keimwachstumsgeschwindigkeit  $v$  sind stark von der Temperatur abhängig.

Bezieht man die Bedeckungsfläche  $\Sigma A'$  auf eine betrachtete Einheitsfläche, so erhält man den Bedeckungsgrad  $f$ , er kann Werte zwischen 0 und 1 annehmen.

- Lotausbreitung

Zur Beschreibung der Ausbreitung eines flüssigen, inerten Metalltropfens auf einer glatten Metalloberfläche dient das Ausbreitungsmodell nach de Gennes [2].

Das de-Gennes-Modell beschreibt eine Radienänderung der durch einen Lottropfen bedeckten Oberfläche. Das Modell beschreibt den Ausgleich einer Oberflächenenergie-Triebkraft durch eine viskose Impedanz (Dämpfung). Das führt zu folgender Beziehung:

$$R_t^{3m+1} = (3m+1) (C \gamma / \eta)^m (4/\pi)^m V^m t + R_0^{3m+1} \quad (8)$$

wobei  $R_t$  den Radius des Flüssigkeitstropfens zum Zeitpunkt  $t$ ,  $R_0$  den Radius zum Zeitpunkt  $t = 0$ ,  $\gamma$  die Oberflächenspannung,  $\eta$  die Viskosität und  $V$  das Volumen des flüssigen Metalltropfens darstellen. Die Variable  $m$  ist zwischen ( $2,5 < m < 3,5$ ) definiert und  $C$  ist eine Konstante ( $C = 0,02$ ).

## Mikroskopische Benetzung

In der Praxis sind die beobachteten Ausbreitungsraten größtenteils viel niedriger, als vom de-Gennes-Modell beschrieben. Der Grund dafür ist, daß das Modell die Reaktivität der Grenzflächen nicht berücksichtigt. Beim Weichlöten sind diese Grenzflächenreaktionen (z.B. Phasenbildung und -wachstum) stark ausgeprägt. Es sind daher nicht unerhebliche Abweichungen zu erwarten.

### 3. Versuchsablauf

Für die Benetzungsuntersuchungen wird der Mikroskopheiztisch THM600 der Fa. Linkam verwendet (Bild 1). Der Heiztisch (136mm x 93mm x 24mm) besitzt einen doppelseitigen Heizer, der bis auf 600°C aufgeheizt werden kann. Fenster an Ober- und Unterseite des Heiztisches ermöglichen eine mikroskopische Beobachtung der Probe (Betrachtungsfeld: 1,5mm x 1,5mm). Die Justierung der Probe erfolgt in x- und y- Richtung. In das Heiztischvolumen können definierte Atmosphären eingeleitet werden.

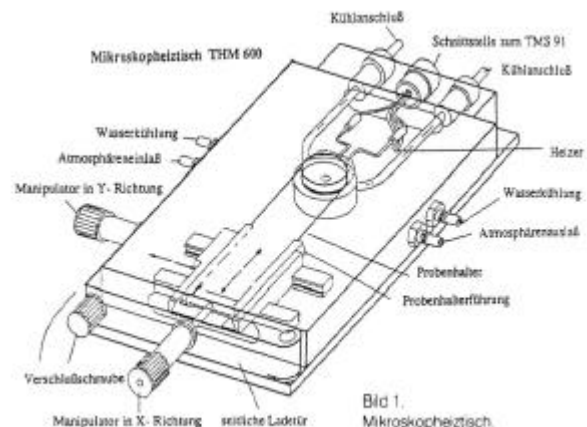


Bild 1. Mikroskopheiztisch.

Die Temperatursteuerung des Heiztisches erfolgt durch ein externes Steuergerät; es können maximal 9 Aufheizrampen (Heizen und Halten) bzw. Abkühlrampen (Kühlen und Halten) definiert werden.

- Lotausbreitung

Die Lotausbreitung wird mit einer Videokamera aufgezeichnet. Dazu wird zu verschiedenen Zeitpunkten der Radius des Lottropfens gemessen und über der Zeit aufgetragen. Die Versuche zur Lotausbreitung (eutektisches Sn-Pb-Lot) werden auf Kupfersubstraten unterschiedlicher Rauheit durchgeführt.

- Keimbildung und Keimwachstum

Zur Beschreibung von Keimbildung und Keimwachstum werden die Vorgänge durch Abblasen des flüssigen Lotes zu unterschiedlichen Zeitpunkten unterbrochen. Das Abblasen geschieht mit einem Stickstoffstrahl; folgende Parameter wurden ermittelt:

- Ablaskraft: 0,5N
- Abblasgeschwindigkeit: 100mm/s
- Abblasverzögerung: 0,02s

Die zurückbleibenden Reste auf den Oberflächen werden nach einer selektiven Ätzung visuell ausgewertet und durch Keimauszählung quantitativ bestimmt.

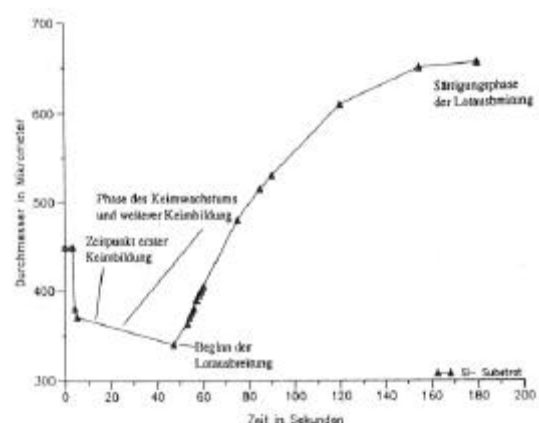


Bild 2. Vorgänge des Lotaufschmelzprozesses.

## 4. Ergebnisse und Auswertung

Der Aufschmelzvorgang des Lotes zerfällt in vier signifikante Abschnitte (Bild 2).

- Keimbildung

Nach dem Abblasen und dem anschließenden, selektiven Ätzen bleiben auf der Substratoberfläche intermetallische Phasen zurück. Es lassen sich beide Phasenteile gut erkennen. Bild 3 zeigt die Morphologie der angeätzten Oberfläche. Der innere Phasenteil ist die Sn-reiche  $\eta$ -Phase, die durch den Cu-reichen  $\epsilon$ -Saum umschlossen wird (Bild3).

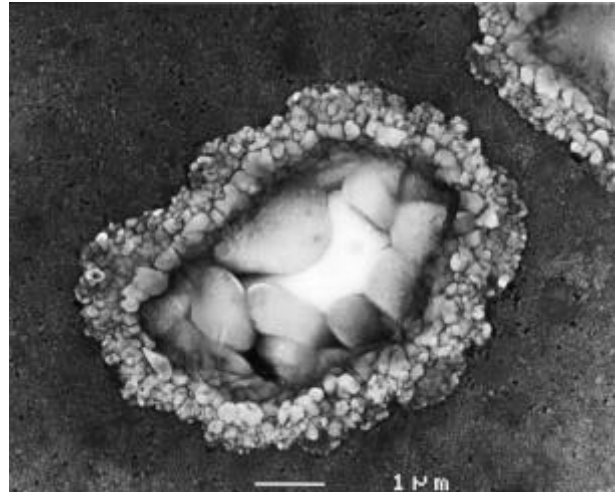


Bild 3. Morphologie einer Keimstelle intermetallischer Phase.

Während die  $\eta$ -Phase relativ grobkörnige Strukturen aufweist, wird der  $\epsilon$ -Saum von einer Vielzahl kleiner Kristallite gebildet. Aus den REM-Aufnahmen kann man die Größe der Kristallite abschätzen. Die  $\eta$ -Phase hat Kristallitdurchmesser um 1  $\mu\text{m}$ , während die  $\epsilon$ -Phase Durchmesser von kleiner als 100 nm (teilweise unter 50 nm) aufweist. Dieses Größenverhältnis der beiden Phasen von 10 - 1 zeigt eine relativ gute Übereinstimmung mit dem theoretisch ermittelten Verhältnis für die kritischen Keimradien der beiden Phasen. Die Übersicht zeigt eine Zusammenfassung der Werte. Die praktischen Werte beziehen sich auf die kleinsten ermittelten Körner.

| Keimradien                        | theoretisch | praktisch  |
|-----------------------------------|-------------|------------|
| $\epsilon$ -Phase                 | 180 nm      | ca. 400 nm |
| $\eta$ -Phase                     | 14 nm       | 25 nm      |
| $\eta$ -Phase / $\epsilon$ -Phase | 12: 1       | 15: 1      |

- Keimwachstum

Betrachtet man das Keimgebilde von Einzelkristalliten (Bild 3) als einzelnen Keim, wird die Bewertung einer bedeckten Einheitsfläche möglich. Auf diese Weise wird der Bedeckungsgrad einer Einheitsfläche eingeschätzt. Bild 4 zeigt den Vergleich zwischen den experimentell ermittelten Werten und den Modellwerten (Bild 4).

Aus der visuell eingeschätzten Kurve kann man gut ablesen, daß das Hauptkeimwachstum im Zeitraum zwischen 6 und 9 Sekunden liegt. Vor diesem Zeitbereich vollzieht sich nur ein geringes Phasenwachstum. Nach dem Hauptwachstum erreicht der Prozeß eine Sättigungsphase, die durch das Zusammenwachsen der sich berührenden Keime zu einem Phasenteppich gekennzeichnet ist. Das Keimwachstumsmodell aus Kap.2 hat also nur Gültigkeit in den ersten 6 Sekunden, da sich bei längeren Zeitdauern so viele Keime bilden, daß sie sich in ihrem Wachstum behindern. Aus der Begutachtung der abgeblasenen Oberflächen (Substratausschnitte verschiedener Abblaszeit-

## Mikroskopische Benetzung

punkte nach der selektiven Ätzung) wurden für eine Einheitsfläche mit Durchmesser  $d = 50 \mu\text{m}$  folgende Werte ermittelt:

Keimbildungsrate  $N = 10 \text{ Keime/s}$   
Keimwachstumsgeschwindigkeit  $v = 1 \mu\text{m/s}$

Die visuell eingeschätzte Wachstumskurve zeigt 3 Wachstumsphasen, wobei eigentlich nur die erste Phase durch das Modell erklärt werden kann. Für diese Phase wurde eine Keimbildungsrate von  $5/\text{s}$  angenommen. Die zweite Phase ist durch ein schnelleres Wachstum der Bedeckungsfläche gekennzeichnet. Diesem Umstand wurde durch eine höhere Keimbildungsrate ( $10/\text{s}$ ) Rechnung getragen.

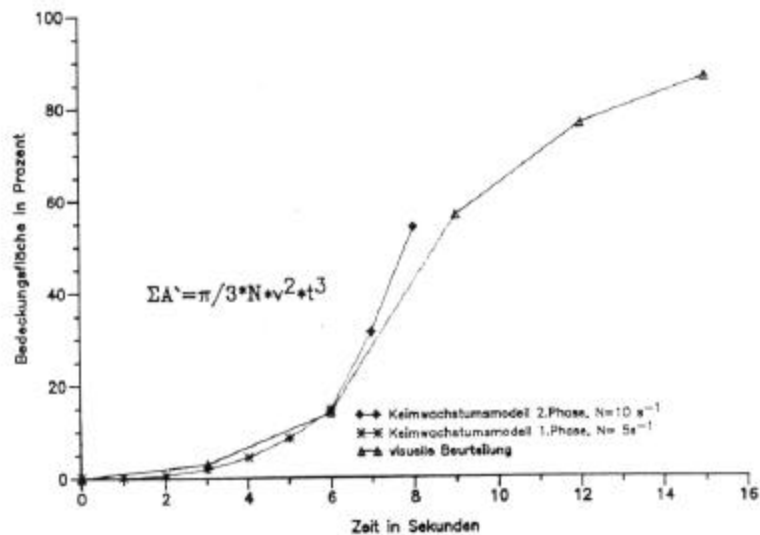


Bild 4: Vergleich des praktisch ermittelten Keimwachstums mit dem theoretischen Keimwachstumsmodell

Das Keimwachstumsmodell für eine ebene Fläche und die experimentell ermittelten Werte zeigen eine gute Übereinstimmung. Die Keimbildungsrate  $N$  und die Keimwachstumsgeschwindigkeit  $v$  sind stark temperaturabhängig, beide nehmen mit steigender Temperatur zu. Diesen Einfluß berücksichtigt das Modell nicht. Deshalb wurde das Modell in zwei Phasen mit unterschiedlichen Keimbildungsraten  $N$  aufgeteilt.

- Lotausbreitung

Die Aufschmelzversuche wurden mit Preforms aus eutektischer Sn-Pb-Lotlegierung (Durchmesser:  $500 \mu\text{m}$ , Höhe:  $50 \mu\text{m}$ ) auf Kupferoberflächen durchgeführt. Als Kupferoberflächen wurden DCB-Substrate und kupferbesputterte Si-Wafer verwendet. Bild 5 zeigt die praktisch ermittelten Ausbreitungskurven für das Lot-Preform auf den verschiedenen Substratoberflächen im Vergleich zu den Modellwerten des de Gennes-Modells (Bild 5).

Bei allen drei Kurven verringert sich mit zunehmender Zeit die Ausbreitungsrate und erreicht einen Sättigungspunkt. Die praktischen Ausbreitungsraten sind bedeutend geringer als sie durch das de Gennes-Modell beschrieben werden. Verantwortlich ist in erster Linie der Temperaturverlauf im Heiztisch, die Lotausbreitung erfolgt erst bei ausreichender Prozeßtemperatur. Da das Aufheizen der Verbindungspartner im Heiztisch relativ langsam geschieht, fällt entsprechend auch die Lotausbreitungsgeschwindigkeit gering aus. Desweiteren haben die chemischen Grenzflächenreaktionen (Phasenbildung), aber auch die Abweichungen von idealen Versuchsbedingungen (Oxidation, Kontaminationen) entscheidenden Einfluß.

## Mikroskopische Benetzung

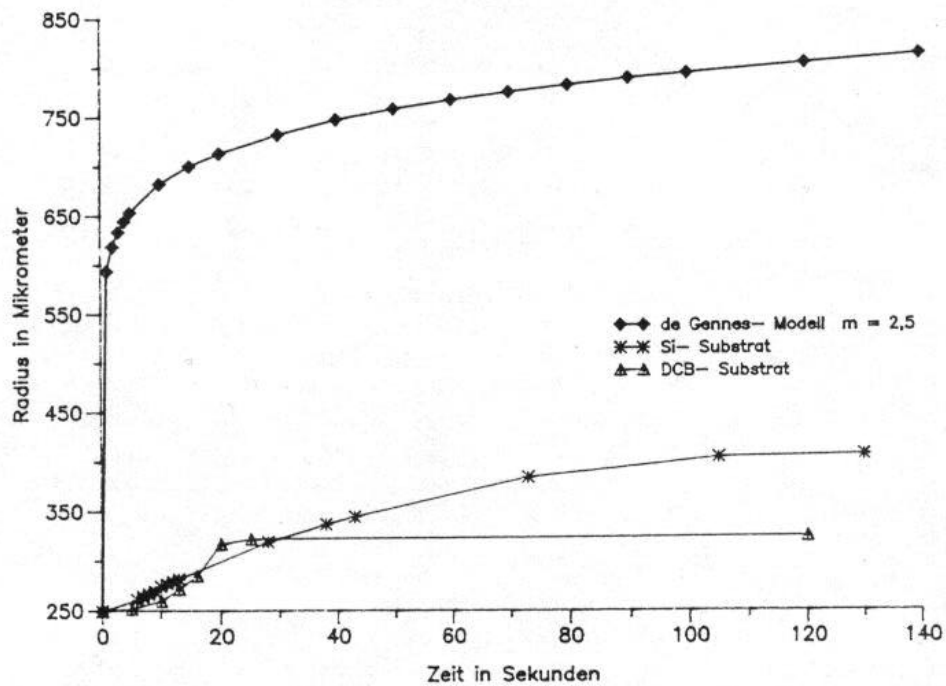


Bild 5.  
Vergleich der praktischen Lotausbreitung mit dem de Gennes-Modell.

### Schrifttum

1. Kurz, Fischer, *Fundamentals of Solidification*, Trans Tech Publications, Switzerland (1986).
2. P. G. de Gennes, *Rev. Mod. Phys.* 57, 827 (1985).
3. D. A. Porter, *Phase Transformation in Metals and Alloys*, Van Nostrand Reinhold Publications, 289 (1981).