

Mikroelektronika a technologie součástek Ústav mikroelektroniky FEKT VUT v Brně			Jméno Jakub Charvot	ID 240844
			Ročník 3.	Obor MET
Spolupracoval –	Měřeno dne –	Odevzdáno dne 2.5. 2023	Hodnocení	
Název zadání Vlastnosti materiálů tlustých vrstev				Č. úlohy 2

1 Teoretický úvod

Při použití tlustovrstvé technologie je potřeba uvědomit si faktory, které ovlivňují výslednou kvalitu a spolehlivost. Těchto faktorů je mnoho a odvíjí se zejména od použité technologie. Např. při síťotisku musíme vzít v potaz parametry zvolené pasty, substrátu, na který nanášíme, a v neposlední řadě také samotného síta. Optimálního výsledku dosáhneme pouze vhodnou kombinací všech zmíněných faktorů.

Dnešní práce se věnuje vlastnotem používaných past.

1.1 Reologické vlastnosti

Reologie je nauka o tomu a plynutí materiálů. Pro obecný popis tekutosti materiálu můžeme využít tzv. Deborino číslo T :

$$T = \frac{T_{rel}}{T_{obs}}$$

kde T_{rel} je relaxační doba daného materiálu a T_{obs} je doba pozorování.

1.1.1 Viskozita

Viskozita popisuje vnitřní tření kapalin, to ovšem není konstantní, naopak je závislé na několika faktorech, např. na teplotě, složení a koncentraci roztoku a tlaku. Obvykle pracujeme s pojmem **Dynamická viskozita**, jedná se o fyzikální veličinu značenou η , udává odpor, který kladou dvě sousední vrstvy kapaliny vzájemnému pohybu. Jednotkou viskozity je poise (P), ten je definován následovně:

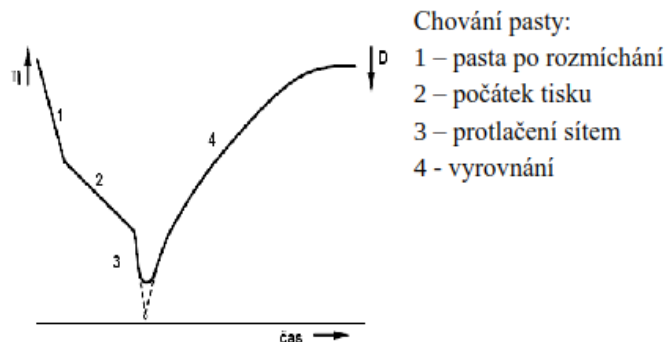
$$1 \text{ P} = 1 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$$

$$10 \text{ P} = 1 \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

Převrácenou hodnotou viskozity je **fluidita** neboli tekutost.

1.2 Zrnitost

Pasty používané v tlustovrstvé technologii se obvykle skládají ze tří hlavních složek, funkční, tavivové a pojivové [1]. Funkční složka je obvykle tvořena pevným práškem žádaného materiálu a společně s částicemi tavivové složky, která po výpalu tuhne a tvoří



Obr. 1: Časová závislost viskozity při nanášení pasty těrkou, mění se tedy tlak.

tvár výsledné vrstvy jsou rozptýleny v pojivu, to určuje zejména viskozitu pasty při jejím zpracování. Při práci s pastou musíme vzít v potaz velikost zrn ve funkční a tavivové složce. Ta by měla být pokud možno co nejvíce definovaná, stejně tak i tvar zrn. Obvykle se pohybujeme v hodnotách od 1 do 10 μm [2]. Velikost zrn určuje mimo jiné také minimální tloušťku nátěru.

Určení velikosti zrn je možné za pomoci **grindometru**[2]. Princip měření spočívá v rozetření pasty přes nakloněnou rovinu při konstantní výšce stěrky. V určitém bodě už zrna nevejdou do prostoru mezi rovinou a stěrkou a jsou tedy setřeny pryč. Přístroj obsahuje stupnici, kde je možné následně odečíst požadovanou hodnotu velikosti zrn.

1.3 Adheze

1.3.1 Scratch test

Jednou z metod pro testování adheze tlustých vrstev k substrátu nebo také samotné tvrdosti různých materiálů (zde např. právě použitých substrátů) lze použít vrypovou zkoušku (Scratch test) [3]. Nejvhodnější metodou pro zjištění adheze nanesené vrstvy vůči substrátu je tzv. progresivní test [3], při kterém je postupně zvyšována normálová síla (přítlak hrotu) a současně měřena síla vodorovná v ose pohybu hrotu. V určitý moment dojde k odloupení nanesené vrstvy a my můžeme odečíst tzv. kritickou sílu.

2 Praktická část

2.1 Test hodnoty vytvořených rezistorů

Měřili jsme hodnoty elektrického odporu pro různé vzorky tlustovrstvých rezistorů. V prvním kroku jsme měli k dispozici rezistory o aktivní ploše 3 čtverce ve čtyřech různých variantách – bez a nebo s použitím krycí vrstvy; vypálené postupně, tedy po vrstvách, a nebo všechny vrstvy současně. V každé variantě jsme měřili 9 vzorků. Ve druhém kroku jsme pak měřili dvě shodné řady rezistorů s rostoucí aktivní plochou přičemž jedna z řad byla opatřena krycí vrstvou. Přehled měřených variant se nachází v Tab. 1. K měření byl použit digitální LCR meter (BK Precision 880).

Z naměřených hodnot jsme vždy stanovili hodnotu odporu na čtverec. Následně jsme vypočetli průměrnou hodnotu \bar{x} , výběrovou směrodatnou odchylku s_x a variační koeficient VK. Jelikož byla k tisku použita odporová pasta s hodnotou vrstevového odporu

Tabulka 1: Přehled jednotlivých měření odporu.

Č. varianty	R1	R2	R3	R4	R5	R6
Plocha [sq]	3	3	3	3	různá	různá
Krycí vrstva	NE	ANO	NE	ANO	NE	ANO
Typ výpalu	najednou	najednou	postupně	postupně	najednou	najednou

$100\ \Omega/\text{sq}$ [zdrojem je studentův odhad, protože konkrétní typ použité pasty nám nebyl odhalen], můžeme naměřené hodnoty porovnat také s touto hodnotou, stanovili jsme tedy i relativní odchylku průměrné hodnoty od této teoretické Δ_r . Naměřené hodnoty a zmíněné statistické údaje pro jednotlivá měření se nacházejí v Tab. 2 – 7.

Tabulka 2: Série měření R1 – Naměřené a zpracované hodnoty.

	R [Ω]	R_{sq} [Ω/sq]
	333,82	111,27
	329,55	109,85
	346,68	115,56
	334,16	111,39
	343,70	114,57
	339,74	113,25
	346,30	115,43
	325,41	108,47
	312,67	104,22
x_{teor} [Ω]	300	100
\bar{x} [Ω]	334,67	111,56
Δ_r [%]	11,56	11,56
s_x [Ω , Ω/sq]	10,45	3,48
VK [%]	3,12	3,12

Tabulka 3: Série měření R2 – Naměřené a zpracované hodnoty.

	R [Ω]	R_{sq} [Ω/sq]
	1217,6	405,87
	1276,3	425,43
	1321,6	440,53
	1265,7	421,90
	1328,6	442,87
	1389,5	463,17
	1451,6	483,87
	1306,2	435,40
	1061,1	353,70
x_{teor} [Ω]	300	100
\bar{x} [Ω]	1290,91	430,30
Δ_r [%]	330,30	330,30
s_x [Ω , Ω/sq]	103,91	34,64
VK [%]	8,05	8,05

Tabulka 4: Série měření R3 – Naměřené a zpracované hodnoty.

	R [Ω]	R_{sq} [Ω/sq]
	355,03	118,34
	348,78	116,26
	361,69	120,56
	346,98	115,66
	346,19	115,40
	363,28	121,09
	361,12	120,37
	349,22	116,41
	335,97	111,99
x_{teor} [Ω]	300	100
\bar{x} [Ω]	352,03	117,34
Δ_r [%]	17,34	17,34
s_x [Ω , Ω/sq]	8,48	2,83
VK [%]	2,41	2,41

Tabulka 5: Série měření R4 – Naměřené a zpracované hodnoty.

	R [Ω]	R_{sq} [Ω/sq]
	363,15	121,05
	350,85	116,95
	388,36	129,45
	364,01	121,34
	375,37	125,12
	375,08	125,03
	368,63	122,88
	382,58	127,53
	380,45	126,82
x_{teor} [Ω]	300	100
\bar{x} [Ω]	372,05	124,02
Δ_r [%]	24,02	24,02
s_x [Ω , Ω/sq]	10,92	3,64
VK [%]	2,93	2,93

Tabulka 6: Série měření R5 – Naměřené a zpracované hodnoty.

Akt. plocha [sq]	R [Ω]	R_{sq} [Ω/sq]
1	68,56	68,56
2	189,09	94,55
3	307,82	102,61
4	429,70	107,43
5	558,80	111,76
6	683,00	113,83
7	805,40	115,06
8	922,00	115,25
9	1006,90	111,88
x_{teor} [Ω]	–	100
\bar{x} [Ω]	–	104,55
Δ_r [%]	–	4,55
s_x [Ω , Ω/sq]	–	14,24
VK [%]	–	13,62

Tabulka 7: Série měření R6 – Naměřené a zpracované hodnoty.

Akt. plocha [sq]	R [Ω]	R_{sq} [Ω /sq]
1	102,83	102,83
2	497,50	248,75
3	944,80	314,93
4	1428,10	357,03
5	1936,60	387,32
6	2443,30	407,22
7	3089,40	441,34
8	3551,40	443,93
9	4095,00	455,00
x_{teor} [Ω]	–	100
\bar{x} [Ω]	–	350,93
Δ_r [%]	–	250,93
s_x [Ω , Ω /sq]	–	108,26
VK [%]	–	30,85

2.2 Test hodnoty kapacity vytvořených kondenzátorů

V této části jsme měřili hodnoty kapacit kondenzátorů vytvořených za pomoci tlustovrstvé technologie, konkrétně s použitím dielektrické pasty ESL 4917. Měřeny byly opět LCR metrem (BK Precision 880) Abychom ověřili přesnost těchto kondenzátorů, je potřeba vypočítat teoretickou hodnotu kapacity, které by měl ideální kondenzátor dosáhnout. Vydeme ze známého vztahu:

$$C = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \frac{S}{d}$$

Katalogový list použité pasty [4] uvádí pro permitivitu a typickou tloušťku vrstvy vždy rozsah hodnot, viz Tab. 8. Pro teoretický výpočet kapacity použijeme tedy vždy okrajové hodnoty:

$$C_{teorMAX} = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_{rMAX} \cdot \frac{S}{d_{MIN}}$$

$$C_{teorMIN} = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_{rMIN} \cdot \frac{S}{d_{MAX}}$$

Tabulka 8: Výňatek z katalogového listu pasty ESL 4917.

d_{MIN}	35 μm
d_{MAX}	50 μm
ε_{MIN}	8
ε_{MAX}	11

Dále jsme pro každý kondenzátor vypočetli kapacitu na čtverec. Stejný postup byl opakován ve dvou variantách, nejprve pro kondenzátory s vrstvami vypálenými současně (viz Tab. 9), poté pro kondenzátory s vrstvami vypalovanými postupně (viz Tab. 10).

Naměřené a vypočtené hodnoty pro obě série měření se nacházejí v Tab. 9 a 10.

Tabulka 9: Teoretické a měřené hodnoty pro kondenzátory s výpalem najednou.

S [sq]	C_{meas} [pF]	C_{sq} [pF/sq]	$C_{teorMIN}$ [pF]	$C_{teorMAX}$ [pF]
4	11,7	2,93	5,667	11,13
25	53,4	2,14	35,42	69,57
50	104,9	2,10	70,83	139,14
100	203,0	2,03	141,67	278,27
200	406,7	2,03	283,33	556,55

Tabulka 10: Teoretické a měřené hodnoty pro kondenzátory s výpalem postupně.

S [sq]	C_{meas} [pF]	C_{sq} [pF/sq]	$C_{teorMIN}$ [pF]	$C_{teorMAX}$ [pF]
4	14,3	3,58	5,67	11,13
25	67,5	2,70	35,42	69,57
50	133,1	2,66	70,83	139,14
100	–	–	141,67	278,27
200	499,3	2,50	283,33	556,55

2.3 Určení velikosti částic v pastě

V této části úlohy nám byly předloženy tři vzorky neznámých past a za pomoci grindometru (ELCOMETER 2050/2) jsme prakticky stanovili velikost zrn v jednotlivých pastách. Výsledky našeho pozorování se nachází v Tab. 11. Jelikož neznáme přesné názvy jednotlivých past, porovnání zjištěných hodnot s technickými listy není možné.

Tabulka 11: Velikost zrn zjištěná za pomoci grindometru.

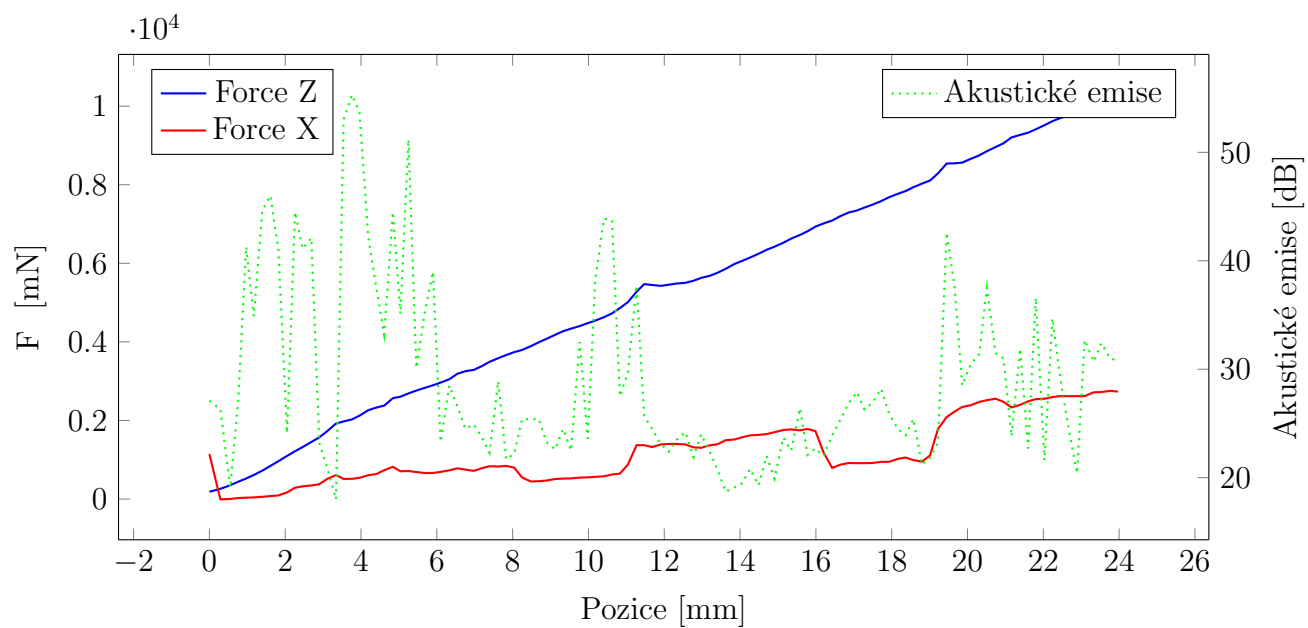
Č. pasty	Typ pasty	Velikost zrn [μm]
1	neznámý	10
2	neznámý	8
4	neznámý	44

2.4 Test vazby vrstvy na substrát

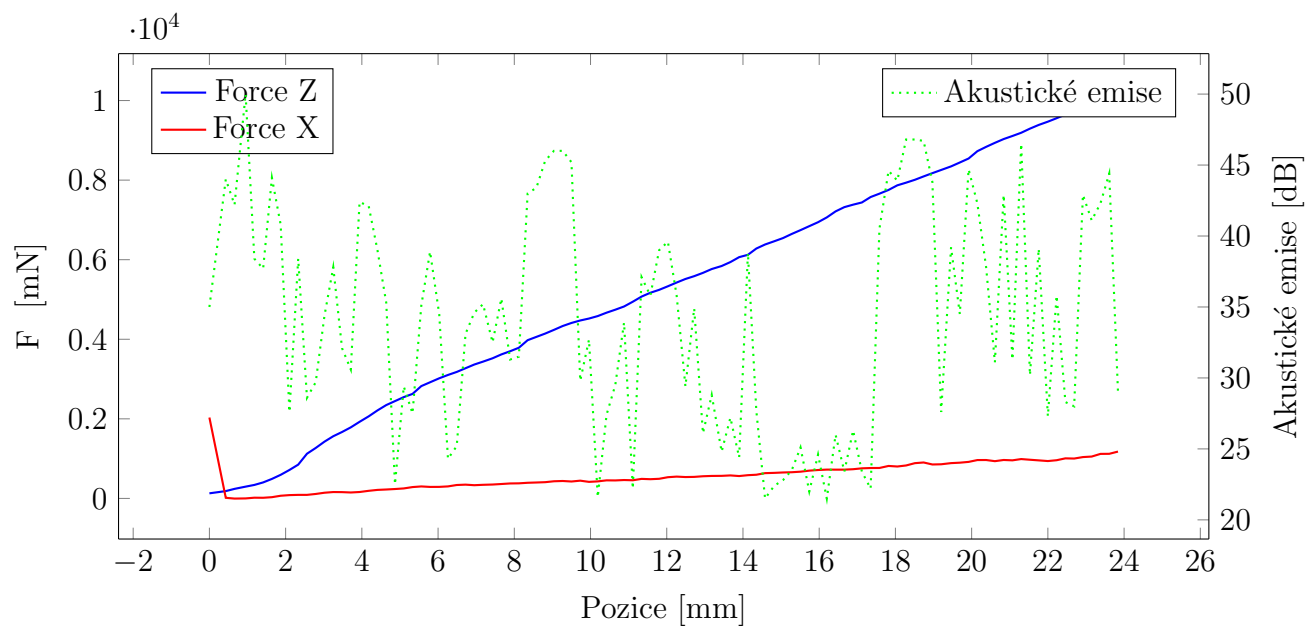
Za pomoci přístroje Scratch Tester jsme testovali vazbu různých tlustovrstvých past na substrát (Alumina). Přístroj nabízí možnost progresivního testu, při kterém je postupně zvyšována normálová síla (F_Z). Ve výsledných datech z přístroje jsou k dispozici hodnoty této síly, síly v ose pohybu (F_X) a hodnotu akustické emise smímané mikrofonom, z té by mělo být zjištěné, jestli došlo k delaminaci vrstvy [3]. Všechny tyto hodnoty přístroj dává vždy přiřazené ke konkrétní poloze hrotu.

Testovali jsme tři typy past, získané hodnoty jsou zobrazeny na Obr. 2 (Cermetová pasta), Obr. 3 (Polymerová pasta) a Obr. 4 (Rezinátová pasta).

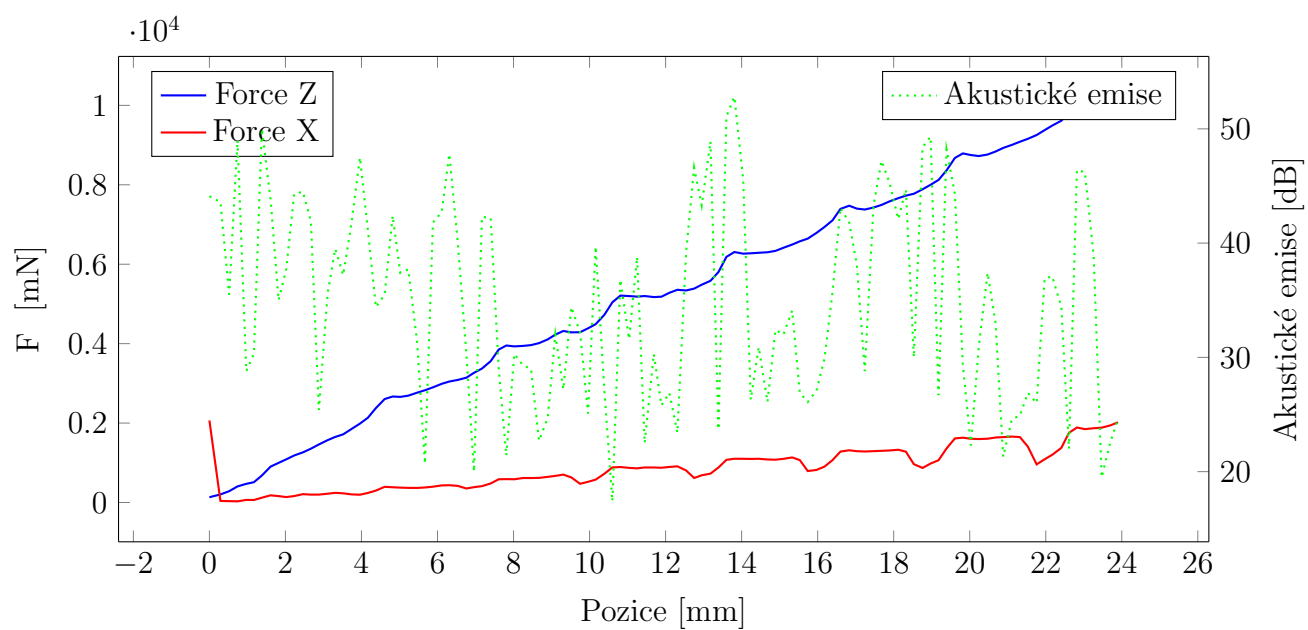
Následně jsme vytvořenou rýhu analyzovali mikroskopem (Jenavert). Detail pozorovaných deformací je zobrazen na Obr. 5 (Cermetová pasta), Obr. 6 (Polymerová pasta) a Obr. 7 a 8 (Rezinátová pasta).



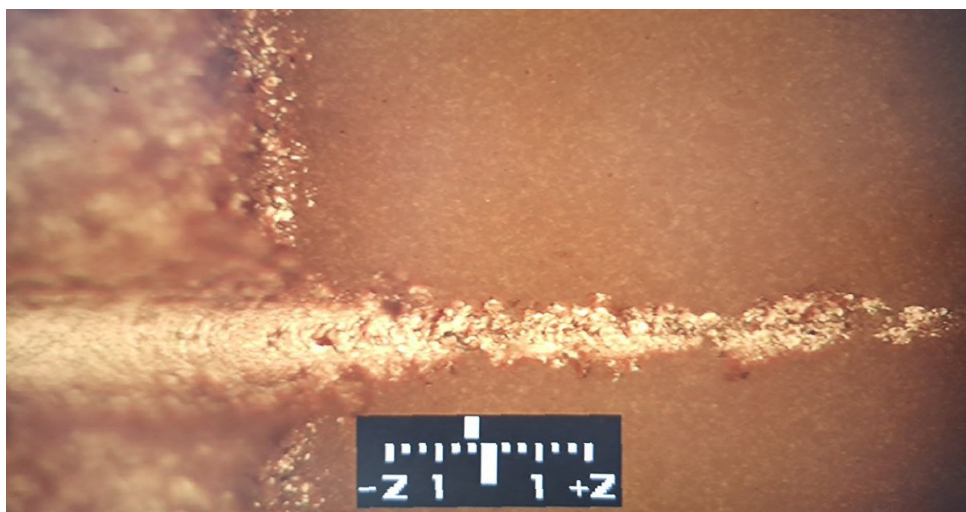
Obr. 2: Scratch test – Cermet.



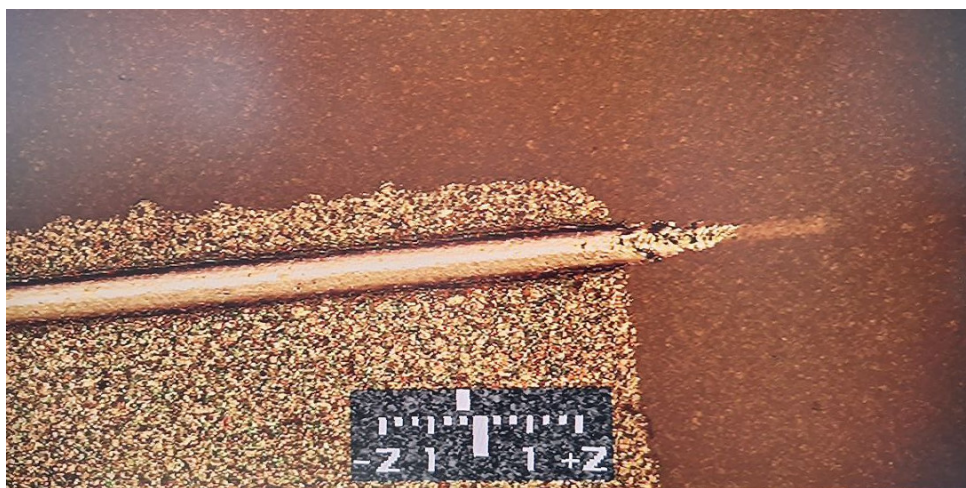
Obr. 3: Scratch test – Polymer.



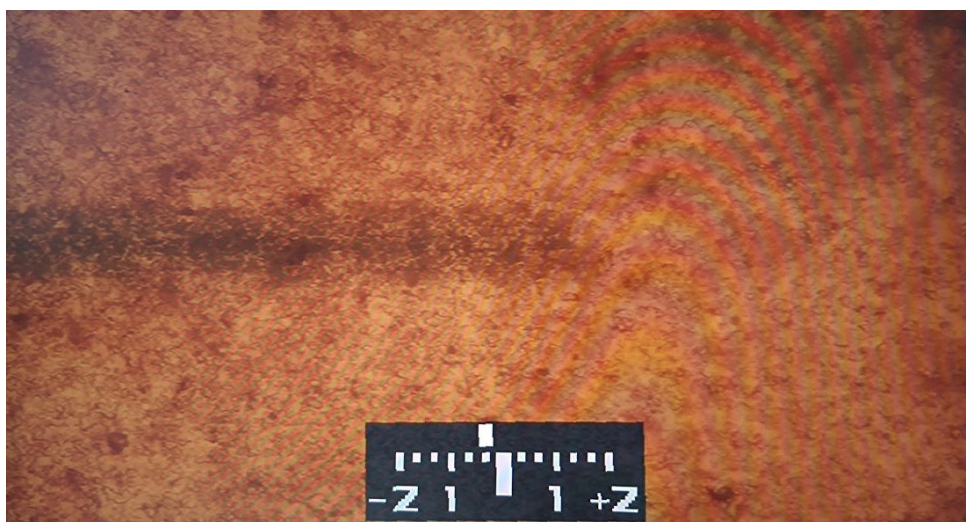
Obr. 4: Scratch test – Rezínát.



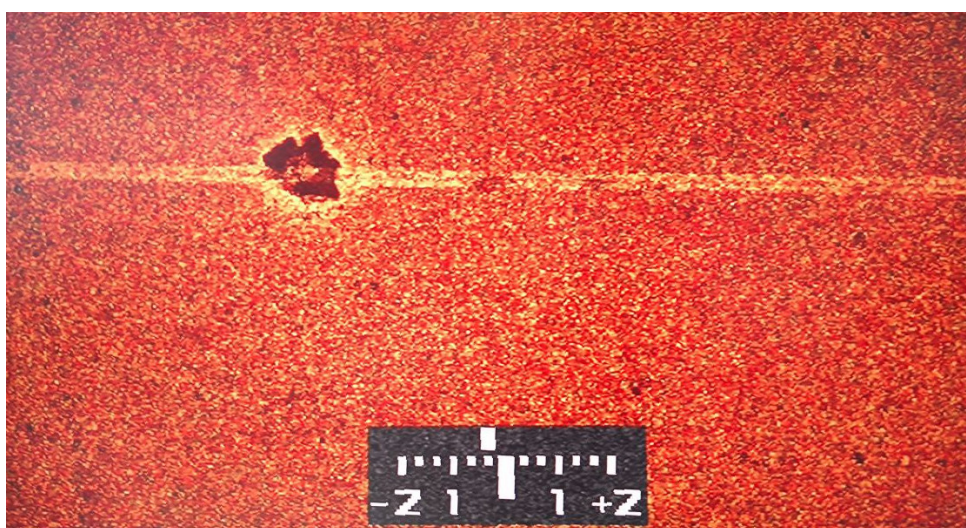
Obr. 5: Cermetová pasta po scratch testu (Jenavert).



Obr. 6: Polymerová pasta po scratch testu (Jenavert).



Obr. 7: Rezinátová pasta po scratch testu (Jenavert).



Obr. 8: Rezinátová pasta – delaminace (Jenavert).

3 Závěr

Z měření hodnot odporu můžeme říci, že při postupném výpalu dosahujeme lepších výsledků než při výpalu najednou. Variační koeficient a stejně tak i odchylka od předpokládané teoretické hodnoty vychází vždy menší pro sérii rezistorů s postupným výpalem vrstev.

Použití krycí vrstvy má také vliv na hodnotu výsledného odporu, při výpalu najednou jej výrazně zvyšuje, zřejmě z důvodu difuze krycí izolační vrstvy do nevypálené odporové vrstvy. Při postupném výpalu k difuzi a tedy i zvýšení odporu stále dochází, ale tento efekt je výrazně potlačen.

Při měření rezistorů s postupně se zvětšující plochou (série R5 a R6) jsme také vypořovovali výrazně nižší hodnoty odporu na čtverec pro malé rezistory (nejvýrazněji pro 1 a 2 čtverce). Toto bude dáno nejspíše difuzí vodivých kontaktních plošek do odporové vrstvy. Tento jev je u malých rezistorů srovnatelný s jejich velikostí a projeví se zde tedy poměrně více než u rezistorů větších. Jestli by se tomuto jevu dalo také zabránit postupným výpalem vrstev nám nebylo umožněno zjistit.

Při testování kondenzátorů jsme nejprve na základě katalogového listu vypočetli teoretický rozsah kapacity, kterou bychom měli u vytvořených kondenzátorů předpokládat. Většina vytvořených kondenzátorů se opravdu svou kapacitou vejde do tohoto rozsahu, pouze ty nejmenší (4 čtverce, v obou variantách výpalu) hodnoty překračují. Je možné, že zde hraje roli kapacita přírodních vodičů a nebo opět difuze vrstev. Dále by se dalo ověřit, jak moc je poměrná kapacita (na čtverec) konzistentní u více různých kondenzátorů, pro statistický závěr je ale vzorků příliš málo.

Při měření grindometrem jsme přibližně stanovili velikosti zrn ve třech vrorcích past. První dva odpovídají tímto parametrem tlustovrstvým pastám, třetí vzorek pak spíše pastě pájecí.

Při testu vazby na substrát jsme provedli vrypový test na třech vzorcích. Jako nejtvrďší se (dle snímků z mikroskopu) ukázala pasta rezinátová, opticky se rýha zdá nejméně hluboká, v jednom místě také došlo k delaminaci a odštípnutí kousku vrstvy. Nejměkčí se naopak ukázala pasta polymerová, na snímcích je patrný hluboký vryp a s ním dlouhá stopa odloupenutého materiálu za hranicí plošky. Bohužel jsme si nepoznamenali měřítko mikroskopu, tedy přesnější porovnání cermetové a polymerové pasty není v tuto chvíli možné.

Co se týče dat ze Scratch Testeru, zjistili jsme, že vyučujícím dodaná data jsou pouze pro některá měření (4 skupinky z celkových 8) a to zřejmě ne pro to naše. Také se podle průběhu křivek (přítomnost nebo naopak nepřítomnost "hrbů", které zřejmě značí přechod hrotu přes část naneseného motivu – plošku) zdá, že byla prohozena data pro rezinátovou a některou z dalších past. Z takto nejasných dat, které navíc ani nemohou korespondovat s fotografiemi z mikroskopu, by bylo pošetilé vznášet jakékoliv závěry.

Reference

- [1] GAJDOŠ, J. *Elektrické vlastnosti tlustovrstvých past měřené v širokém rozsahu teplot*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. Dostupné také z: https://www.vut.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=126052.

- [2] OTÁHAL, A.; SKÁCEL, J. *Vlastnosti materiálů tlustých vrstev* [online]. 2023. [cit. 2023-10-11]. Dostupné z: https://moodle.vut.cz/pluginfile.php/783346/mod_resource/content/1/LC_Vlastnosti%20TVL_02_2023.pdf.
- [3] BRANDEJS, Petr. *Návrh přístroje na zkoušky vrypem*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2022. Dostupné také z: <https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/204952/final-thesis.pdf>.
- [4] ESL ELECTRIC SCIENCE. *Dielectric composition 4917* [online]. [cit. 2023-10-16]. Dostupné z: <http://www.lichuangxin.cn/pdf/all.pdf>.