

热切缺陷对氧化铝陶瓷强度的影响

曾超 王春青 田艳红 孔令超

(哈尔滨工业大学材料科学与工程学院微连接研究室, 哈尔滨 150001)

文 摘 描述了氧化铝陶瓷封装制造中热切缺陷的产生, 并利用扫描电子显微镜及表面粗糙度测量仪对热切表面的表面质量进行了评价。为了进一步的评价热切缺陷对陶瓷元件可靠性的影响, 引入 Weibull 强度统计理论, 比较了自然表面和热切表面的强度差异。实验结果表明, 热切表面的表面质量明显差于自然表面; 同时热切缺陷存在使氧化铝陶瓷试样强度显著下降, 强度分散度增加; 试样尺寸减小时, 热切缺陷使陶瓷元件可靠性更低。

关键词 氧化铝, 热切缺陷, 陶瓷强度, Weibull 分布

Impact of Hot-Cutting Defect on Strength of Alumina Ceramic

Zeng Chao Wang Chunqing Tian Yanhong Kong Lingchao

(Microjoining Laboratory, School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001)

Abstract This paper describes the hot-cutting defect generated in alumina ceramic packaging manufacturing process. The scanning electron microscope was utilized and the surface roughness was measured to estimate the surface integrity of the hot-cutting surface. To investigate the impact of hot-cutting defect on the strength of alumina ceramic, Weibull statistic was introduced to compare the strength of natural surface and hot-cutting surface. Experiment indicates that the surface integrity is worse than that of the natural surface, the hot-cutting defect resulted in a remarkable decline in strength and the variability of strength become high. For little ceramic components, the reliability is more sensitive to hot-cutting defect.

Key words Alumina, Hot-Cutting defect, Ceramic strength, Weibull distribution

1 引言

作为一种封装材料, 氧化铝陶瓷具有良好的气密性、高强度、低线胀系数及低损耗等优良性能, 在军用电子及航空航天电子工业中得到广泛应用。但陶瓷本身固有的脆性, 不易发生塑性变形, 对缺陷引起的应力集中尤为敏感, 容易造成重大失效^[1]。这些缺陷包括材料制备过程中产生的缺陷(气孔、夹杂、异常生长的晶粒等), 也包括陶瓷封装元件加工过程中产生的表面缺陷。David J. Green^[2]系统研究了陶瓷材料中不同类型缺陷的尺寸分布, 指出, 与陶瓷材料内部的夹杂物、气孔等缺陷比较, 陶瓷元件机械加工引入的表面缺陷是最危险的。Taichiu Lee 等人^[3]研究了 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}/\text{Mo}/\text{Ni}$ 陶瓷复合材料电火花加工、喷砂、超声加工、抛光各工艺之后的强度变化, 并从粗糙

度的角度研究了加工面的表面质量, 指出表面质量提高之后, 材料硬度、强度均会得到提高, 同时强度分散度下降。J. H. Zhang 等人^[4]研究了不同功率激光束切割陶瓷的表面质量, 随激光功率变化, 陶瓷强度也会发生变化。

与工程用陶瓷不同, 封装中所用氧化铝陶瓷的形状及表面加工是在流延工艺得到的生瓷片上, 通过切刀在一定温度下的机械切割作用下形成的。虽然生瓷片具有一定的塑性, 但切刀的机械作用也会对生瓷片的切削面造成损伤, 导致与流延表面具有不同的表面质量和承受应力的能力。到目前为止, 这一现象很少有文献进行讨论。本文从表面粗糙度和强度两个方面对热切工艺对氧化铝陶瓷表面损伤情况进行讨论。在强度评价方面, 引入 Weibull 强度统计理论。

收稿日期: 2007 - 09 - 12; 修回日期: 2007 - 12 - 11

作者简介: 曾超, 1982 年出生, 博士研究生, 主要从事陶瓷封装失效分析及结构设计等方面的研究工作。E-mail: zchaokkk@126.com

Weibull统计理论是基于最弱环理论建立的,通过Weibull方法,从特征强度和强度分散度两个方面描述热切工艺对氧化铝陶瓷强度的影响。

2 热切缺陷

Al_2O_3 陶瓷封装载体的成型是在烧结之前,通过机械冲孔和热切工艺在具有一定塑性和强度的生瓷带上进行;烧结之后,不需要进一步的尺寸修正及表面加工。 Al_2O_3 陶瓷在热切过程中形成的缺陷会在烧结过程中保留下来,形成最终陶瓷元件中的表面缺陷,如图1所示。缺陷在陶瓷元件的侧面主要以两种形式存在:

(1)整个热切的表面都分布具有一定深度的狭长的缺陷,并且随热切深度增加,缺陷数目和尺寸有增加趋势;

(2)在热切侧面底部边缘附近,存在一定宽度的(100~200 μm)的缺陷区域,缺陷以表面凹坑或凸起的形式存在。

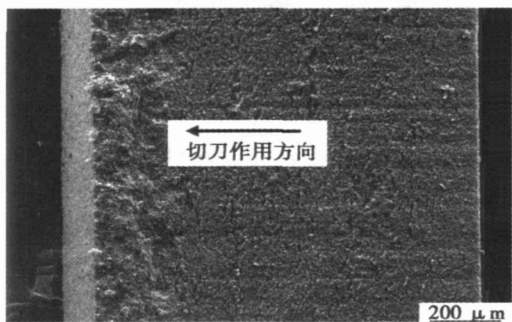


图1 烧结工艺后保留下来的热切缺陷

Fig 1 Hot-cutting defect remains after co-firing process

3 实验

3.1 试样制备

试样按照陶瓷封装制造工艺流程制备,材料及基本制备工艺如表1所示。

表1 材料及基本制备工艺

Tab 1 Materials and preparation process

Al_2O_3 质量 分数 / %	MgO, SiO_2 等 质量分数 / %	生瓷工艺	烧结工艺
92	8	流延,热切	高温共烧

3.2 粗糙度测量

制备的试样如图2所示。上表面是流延工艺中形成的自然表面;下表面是流延工艺中与流延带接触的表面;侧面是热切工艺中切刀与生瓷作用形成的表面,该表面存在如图1所示的热切缺陷。上表面和下表面具有相同的表面质量。利用扫描电子显微镜对上表面和侧面进行观察,并利用SRM-1(D)型接触式表面粗糙度测量仪测量粗糙度。

宇航材料工艺 2008年 第2期

3.3 强度试验

采用三点弯曲试验。试样采用非实验室标准试样,不对棱边进行倒角,不进行表面研磨、抛光等处理,以考察不同表面质量对强度的影响。根据陶瓷封装中封装载体和绝缘子的尺寸,制备两种尺寸的试样,如图2所示。

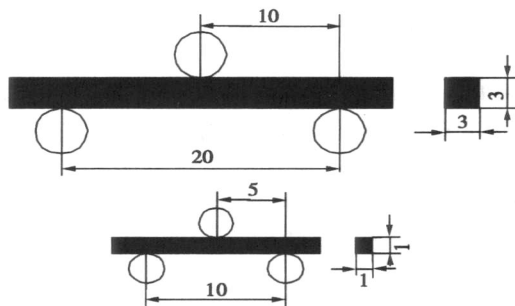


图2 强度试样尺寸及承载方式

Fig 2 Dimension and load mode of samples

三点弯曲试验的高应力区域如图3所示。分别将不同表面置于高应力区域,将获得不同表面质量对应的强度。强度数据的命名规则如表2所示。

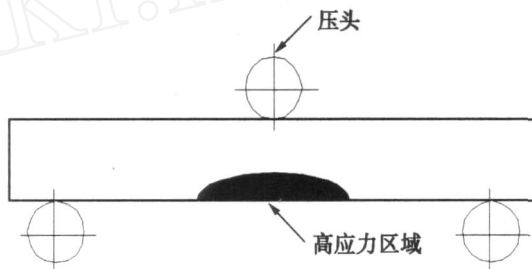


图3 弯曲试验中高应力区域示意

Fig 3 High stress region in three-point bending test

表2 强度数据命名

Tab 2 Name of test data

试样尺寸 /mm	置于高应力区域的表面	试样数	强度数据命名
3 × 3 × 30	上表面	35	big-top
3 × 3 × 30	侧面	35	big-side
3 × 3 × 30	下表面	35	big-bottom
1 × 1 × 10	上表面	35	small-top
1 × 1 × 10	侧面	35	small-side

3.4 Weibull强度统计方法

对于脆性材料,不同试样强度存在很大的分散性。强度统计符合Weibull分布^[5]。Weibull强度统计分布理论是基于最弱环理论建立的^[6]。两参数Weibull分布函数如下所示:

$$F = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (1)$$

$$F = \frac{i}{N+1} \quad (2)$$

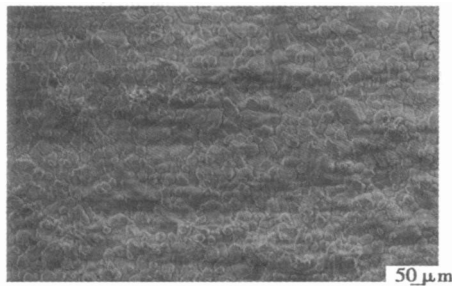
式中, F 为试样承受应力为 σ 时的失效概率, σ_0 为特

征强度模量, i 为强度数据的排序参数, N 为试样的数目。 m 为 Weibull 模量, 是分散度的标志, 如果 $m > 11$, 表明材料的强度分散度小, 在较为狭窄的应力窗口下断裂, 可靠性高; 如果 $m < 11$, 表明材料强度在很大的范围内变化, 容易在低应力下断裂, 可靠性低^[7]。

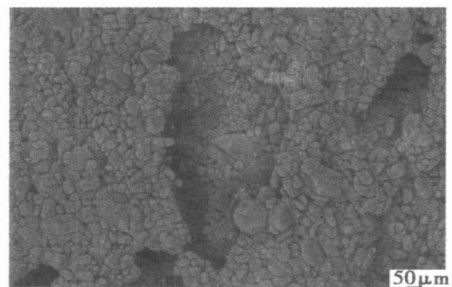
4 结果及讨论

4.1 表面形貌

图 4(a) 是自然表面扫描电子显微镜 (SEM) 照片, 由于流延工艺中流场的不均匀性, 表面存在局部的不平整。除了气孔、夹杂等本征缺陷外, 流延工艺形成的自然表面并不存在形状及尺寸异常的缺陷。图 4(b) 是热切表面 SEM 照片, 由于切刀下降过程中的剪切作用, 部分氧化铝颗粒剥离, 在切刀的挤压作用下, 形成狭长的凹坑状缺陷。在组装工艺及封装测试过程中, 凹坑状的缺陷容易造成应力集中, 导致陶瓷元件在低应力下开裂。



(a) 自然表面



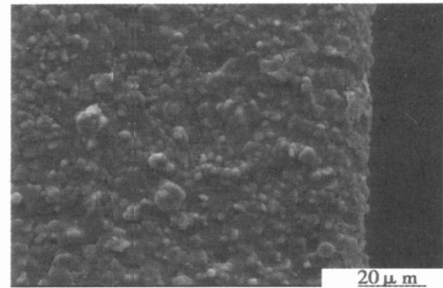
(b) 热切表面

图 4 氧化铝陶瓷自然表面和热切表面扫描电镜照片

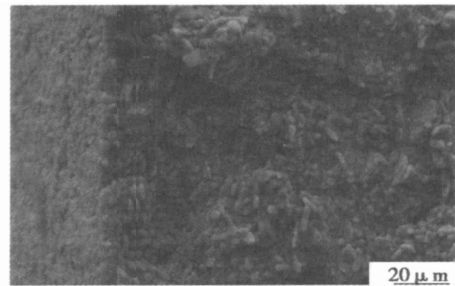
Fig 4 SEM of natural and hot-cutting surface of alumina

图 5(a) 是自然表面棱边的 SEM 照片, 热切工艺中, 切刀首先与生瓷上表面 (自然表面) 接触, 在切刀下降产生的挤压作用下, 生瓷带产生横向移动, 在棱边形成圆角。圆角的形成有利于缓释陶瓷元件受载时的应力集中, 对陶瓷元件的可靠性是有利的。图 5(b) 是热切表面棱边的 SEM 照片。切刀使用一定次数之后, 由于切刀与生瓷中硬质氧化铝颗粒间的磨损, 及热切深度参数的不合理设置, 在热切工艺的最后阶段, 切刀并未将生瓷完全切开, 生瓷元件在外力

作用下分开, 形成撕裂状的棱边形貌。棱边位置的缺陷更容易造成应力集中, 因此这种撕裂状的缺陷对于陶瓷元件是非常危险的。



(a) 自然表面棱边特征



(b) 热切表面撕裂状的棱边缺陷

图 5 自然表面和热切表面的棱边特征

Fig 5 Characteristic of edge of natural and cutting samples

4.2 粗糙度

图 6 是自然表面与热切表面表面粗糙度的比较。自然表面的粗糙度在 $0.6 \sim 0.7 \mu\text{m}$; 热切表面粗糙度均大于 $1.2 \mu\text{m}$, 部分试样热切表面粗糙度达到 $3 \mu\text{m}$, 个别试样热切表面粗糙度甚至达到 $5 \mu\text{m}$ 以上。表明热切表面的表面质量与自然表面的表面质量存在较大的差异, 热切工艺对生瓷的剪切及剥离作用, 造成热切表面起伏不平即沟壑状缺陷, 是导致热切表面质量变差的主要原因。对于脆性材料, 表面粗糙度存在显著差异时, 强度会显著下降^[8]。因此, 热切表面与自然表面表面质量的显著差异将导致热切表面承受载荷的能力显著降低。

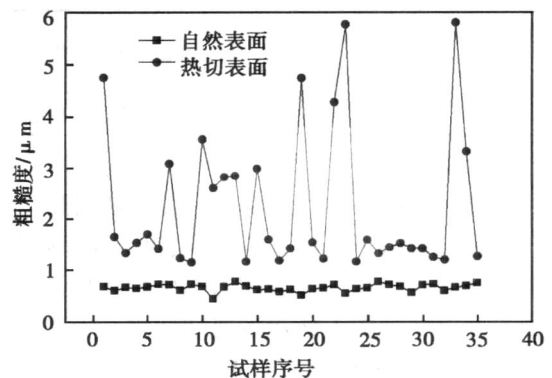


图 6 自然表面和热切表面的表面粗糙度

Fig 6 Surface roughness of natural and hot-cutting surfaces
宇航材料工艺 2008年 第2期

4.3 强度及断口分析

将第一批试样的热切表面和自然表面置于弯曲试验中高应力区域,得到的强度曲线如图 7 所示。热切表面的特征强度为 358 MPa,自然表面的特征强度为 478 MPa,强度差值为 130 MPa,表明对于氧化铝陶瓷试样,热切缺陷的存在使强度显著下降。自然表面的 Weibull 模量为 10.7,与 11 比较接近,而热切表面的 Weibull 模量为 8.8,远小于 11。表明当热切缺陷存在时,强度离散程度也会显著的降低。

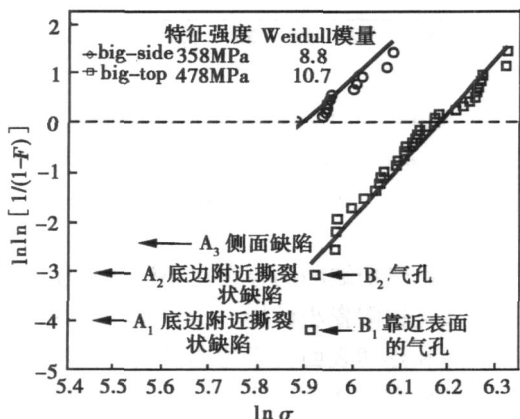


图 7 第一批大试样自然表面和热切表面强度比较
Fig 7 Strength data of natural and hot-cutting surface of first group samples

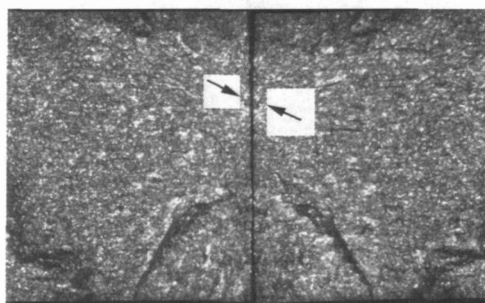
在光学显微镜下对两组试样进行断口分析,可以发现断裂源。自然表面的断裂源主要是表面附近的气孔或者气孔在表面的裸露,如图 8(a)中箭头所示;热切表面的断裂源主要是热切表面底边附近的缺陷,如图 8(b)中箭头所示。表明通过将自然表面和热切表面分别置于弯曲试验中高应力区域获得的强度数据对应于氧化铝陶瓷的本征缺陷和热切缺陷的强度特征。

利用 SEM 对自然表面 B₁ 数据点对应的试样进行断口分析,得到断裂源的形状及尺寸如图 9(a)所示。热切表面 B₂ 数据点对应的试样的断口如图 9(b)所示。B₁ 试样断裂源是圆形的气孔,尺寸接近 100 μm。A₁ 的断裂源是底边附近凹坑状的热切缺陷,尺寸接近 200 μm。根据 Griffith/Iwlin 的强度与缺陷尺寸的关系 $\sigma = \frac{K_I}{Y\sqrt{a}}$,当缺陷尺寸相差 2 倍时,强度的差值在 1.4 倍(考虑缺陷形状差异的情况下,情况会略有变化^[21])。与 A₁ 和 B₁ 点的强度差值比较吻合。

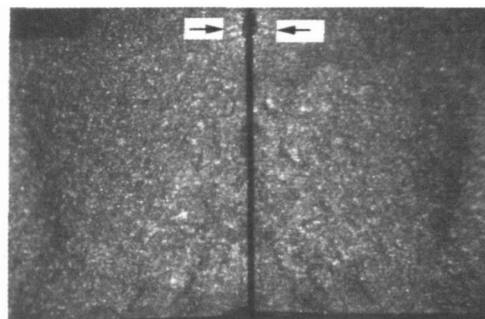
对于自然表面的试样,图 9(a)中的气孔是尺寸最大的气孔,而对于热切表面的试样,大部分试样热切底边附近的缺陷尺寸在 100 ~ 200 μm 变化,大于宇航材料工艺 2008 年 第 2 期

陶瓷内部气孔的尺寸,并且这些缺陷都是断裂源。在晶粒尺寸相同的情况下,形状和尺寸不同的缺陷造成的应力集中程度不同,导致不同的断裂强度。因此热切表面强度数据低于自然表面强度,并且热切表面试样的强度数据低于自然表面强度的最低值。表明,热切底边附近的大尺寸缺陷导致热切表面强度显著低于自然表面强度的根源。

对于自然表面试样,气孔或夹杂缺陷尺寸在 20 ~ 100 μm 变化,而热切表面的缺陷尺寸(包括侧面的狭长的凹坑状缺陷尺寸,如图 10 所示)变化范围为 50 ~ 200 μm。强度的分散程度实际反映了陶瓷缺陷尺寸的分散程度。因此,热切缺陷尺寸在大范围内变化是导致其强度分散程度更大(具有更小的 Weibull 模量),可靠性更低的原因。

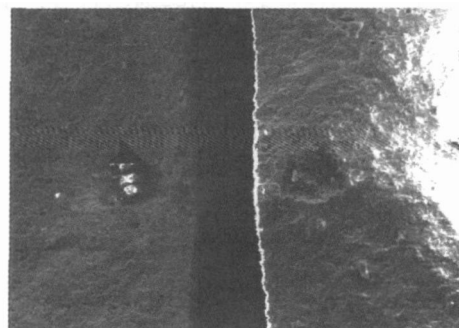


(a) 自然表面的断裂源

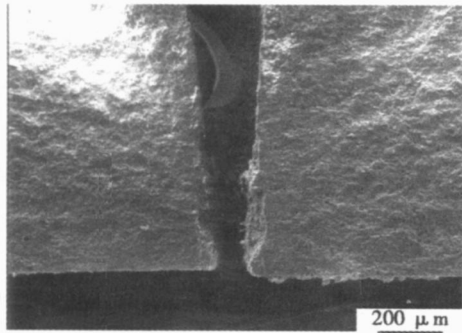


(b) 热切表面的断裂源

图 8 自然表面和热切表面试样典型断口照片
Fig 8 Typical fractography of surface for natural and hot-cutting samples



(a) B₁



(b) A₁

图 9 最低强度数据点对应的试样断裂源形状和尺寸

Fig 9 Shape and size of fracture origin corresponding to samples with lowest strength

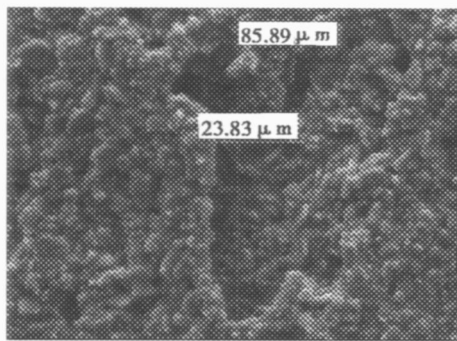


图 10 热切侧面的沟壑状缺陷

Fig 10 Ravine like defect on side surface of hot-cutting surface

将第一批试样的底面和热切表面置于弯曲试验中高应力区域,此时,热切表面完全处于高应力区域,而对于底面试样,底边附近的热切缺陷同样处于高应力区域。强度分布如图 11 所示。特征强度差值虽然在 32 MPa,但是对于图中的低强度区域,两者强度数据非常接近,而在高强度区域,二者强度大小才表现出一定的差距。断口分析表明,对于低强度区域,热切表面和底面的断裂源都是热切底边附近的大尺寸缺陷,具有相同的断裂源,因此强度数据非常接近。而对于高强度区域,热切表面试样的断裂源是侧面的狭长沟壑状缺陷,而底面试样的断裂源是靠近表面或裸露在表面的气孔缺陷(属于陶瓷内部缺陷),缺陷尺寸略小,因而具有较高的强度。底面试样的强度离散程度较大,是因为底面试样断裂源的缺陷类型不同,缺陷尺寸的分散程度较大。以上分析表明,氧化铝陶瓷不会因为层压而在显微结构上出现各向异性,导致侧面和自然表面的强度差异。进一步证明了导致侧面和自然表面强度差异的主要原因是热切工艺在侧面形成的大尺寸表面缺陷。

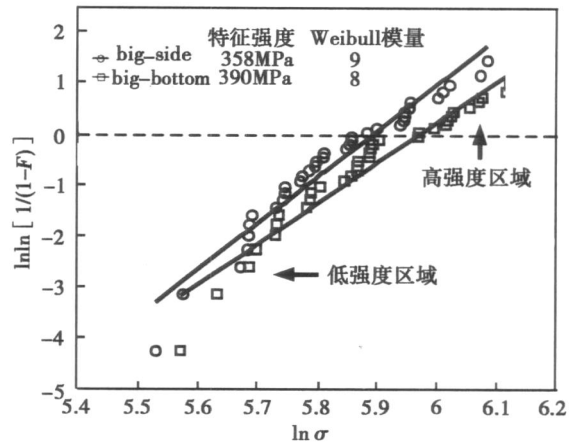


图 11 热切表面和底面的强度分布

Fig 11 Strength distribution of hot-cutting surface and bottom of samples

为了讨论热切缺陷的存在对小试样强度的影响,将第一批氧化铝陶瓷小试样(1 mm × 1 mm × 20 mm)的自然表面和热切表面置于弯曲试验中高应力区域,得到的强度分布如图 12 所示。对于小试样,热切表面特征强度为 320 MPa,自然表面特征强度为 502 MPa,二者差值达到 180 MPa,远大于大试样热切表面和自然表面强度差值(120 MPa)。自然表面 Weibull 模量为 15,而热切表面 Weibull 模量为 7,远小于可接受的强度分散程度($m = 11$)。以上分析表明,热切缺陷的存在,对小试样的强度影响更大,强度极低,同时强度分散度更大。

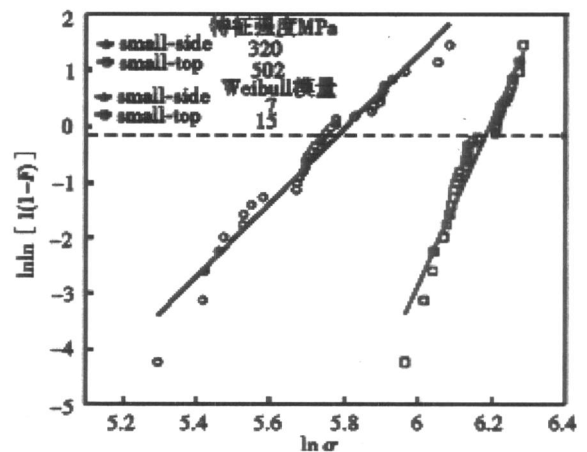


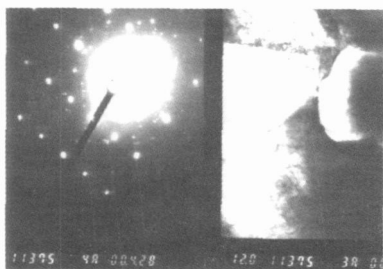
图 12 小试样热切表面和自然表面强度分布

Fig 12 Strength distribution of hot-cutting surface and natural surface of little samples

5 结论

氧化铝陶瓷封装制造中,生瓷热切工艺产生的缺陷在烧结过程中保留下来,形成最终陶瓷元件的表面缺陷。与流延形成自然表面比较,热切表面存在狭长

(下转第 68 页)



(b) TiC颗粒电子衍射图

图 6 透射电镜照片

Fig 6 Photograph of TEM

通过对离子注入的蠕变疲劳断口用扫描电镜观察可以看到明显的裂纹源区、扩展区和瞬断区,一般疲劳源区多沿表面发生,而离子注入试样的源区有的发生硬化层的次表面如图 7 所示,这和注入层的应力状态及强化机制密切相关。

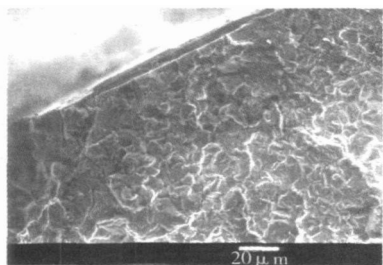


图 7 离子注入硬化层形貌

Fig 7 Appearance of ion-implanted strengthened layer

在扩展区可以看到沿晶和疲劳条带以及沿晶二次裂纹。综上所述,采用 Ti + C 双离子注入技术,使材料抗蠕变疲劳性能得到明显提高。这一结果对航空发动机涡轮盘及叶片等热端部件的结构设计和寿命分析具有很好的应用前景。

4 结论

GH4169 合金注入足够量的 Ti + C 离子会增强位错的应力场,引起表层硬化,阻止位错运动,达到表层强化的目的;在表层形成 TiC 相微观弥散结构,有利于蠕变疲劳性能的提高;经 Ti + C 离子注入后 GH4169 合金的表层处于残余压应力状态,这对提高抗蠕变疲劳性能极为有利。试验证明:Ti + C 离子注入的试样性能比未注入离子的蠕变疲劳寿命提高近 50%。

参考文献

- 1 ZhangTonghe, Liang Hong et al Proceedings of the international conference on surface science and english and engineering Beijing: Interational Academic Publishers, 1995
- 2 哈宽富. 金属力学性质的微观理论. 北京:科学出版社, 1983
- 3 Zhang Tonghe, Wang Xiaoyan Behavior of mevva metal ion implantation for surface modifacation of materials Surface and Coatings Technology, 1996
- 4 张通和. 高能 Ti 离子 H13 钢强化机理研究. 北京:原子能出版社, 1996

(编辑 李洪泉)

(上接第 64 页)

的沟壑状缺陷并且在热切底边存在撕裂状缺陷。与自然表面比较,热切表面的表面粗糙度较大,热切表面的质量较差,大的粗糙度表明热切缺陷在 Z 方向具有较大的尺寸。在组装及封装测试中,容易造成应力集中,导致封装在低应力下失效。

热切缺陷的存在,使氧化铝陶瓷强度显著下降,同时使强度分散性增加。相对于陶瓷内部气孔、夹杂等缺陷,热切缺陷尺寸更大,分布更密集,是更危险的表面缺陷。当陶瓷元件尺寸变小时,可靠性对热切缺陷更为敏感。热切缺陷的存在使强度下降更为显著,同时,强度分散度显著增加。

在当前工艺条件下,如何通过改善生瓷加工性能,监控工艺参数,以减少热切工艺对氧化铝陶瓷的损伤以及如何通过后续处理工艺以提高氧化铝陶瓷的可靠性,需要进一步的研究。

参考文献

- 1 Tummala R R, Rymaszewski E J, Klopfenstein A G et al 微电子封装手册. 北京:电子工业出版社, 2000: 528
- 2 Green D J. 陶瓷材料力学性能导论. 北京:清华大学出

版社, 2003: 198

- 3 Taichiu Lee, Jianxin Deng Mechanical surface treatment of electro-discharge machined (EDMed) ceramic composite for improved strength and reliability Journal of the European Ceramic Society, 2002; 22: 545 ~ 550
- 4 Zhang J H, Lee T C X Ai et al Investigation of the surface integrity of laser-cut ceramic. Journal of materials processing technology, 1996; 57: 304 ~ 310
- 5 Weibull W. A statistical theory of strength of materials Royal swedish for engineering research 1939: 1 ~ 45
- 6 Weibull W. A stastistical distribution function of wide applicability. J Appl Mech, 1951: 18 ~ 253
- 7 Askeland D R, Phule P P. Essentials of materials science and engineering Peking: Tsinghua press, 2005: 190
- 8 Deng Jianxin, Lee Taichui Surface integrity in electro-discharge machining, ultrasonic machining, and diamond saw cutting of ceramic composites Ceramics International, 2000; 26: 825 ~ 830

(编辑 吴坚)