X線回折法による半導体パッケージ用封止樹脂/ 銅界面の残留応力評価

加々良 剛志*・若林 みどり*・和 泉 篤 士*

1. はじめに

近年の半導体高性能化に伴い、半導体パッケージ用封止樹脂にも更なる耐熱性、電気絶縁性、熱伝導性、耐湿性などの特性が求められている。これらは半導体パッケージの長期信頼性にも影響する重要因子である。弊社においても、次世代パワー半導体用の高耐熱性封止樹脂の研究開発を行っており、この研究における最も重要な課題は、半導体パッケージにおける封止樹脂と金属（配線および基板）界面の密着性である。半導体パッケージ製造工程では、封止樹脂の成形および熱硬化、半田リフローなど様々な加熱工程を経るため、構成材料（樹脂/金属）間の弾性率や線膨張率（CTE）の違いによる熱応力が発生する。これら複数の加熱冷却処理による熱履歴によって、封止樹脂と金属に様々な熱応力が発生し、その応力が封止樹脂と金属界面に蓄積されたものが残留応力となり、パッケージの歪みや反りの要因となる。これらは、界面の剥離という半導体パッケージにおける致命的な不良に繋がる。そこで半導体パッケージ製造工程において発生する熱応力の発生メカニズムを解明できれば、プロセス改善による残留応力制御および界面密着性向上が期待される。

残留応力の評価手法として、X線回折法、機械的破壊法、そり変形法、ラマン分光法などが挙げられるが、これらの手法は対象材料、測定箇所、応力種など、検討目的によって使い分けられる。今回の半導体パッケージ評価では、封止樹脂/金属界面の情報を非破壊で取得可能なX線回折法による検討を実施した。X線回折法は、X線の透過性を利用することで、封止樹脂/金属界面までX線を侵入させることができ、且つ非破壊で評価できる利点がある。このX線回折法による残留応力評価は金属分野では広く用いられている手法であるが、樹脂/金属界面といった有機材料への適用例は限られる。その理由として、金属材料界面の残

留応力は一般にGPaオーダーであるため、金属の格子歪が大きく、X線回折法による計測が容易である一方で、有機/金属材料界面の残留応力はMPaオーダーであるため、そのような微小残留応力による僅かな格子歪を高精度に解析する必要があり、評価技術開発が進んでいないのが現状である。本報告では、X線回折法による半導体パッケージの封止樹脂/金属基板界面の残留応力評価について検討したので報告する。

2. X線回折法による残留応力評価原理

X線回折法による残留応力評価法は、結晶材料の結晶子の格子歪を解析する手法である。無配向結晶材料内部の結晶子は一般的にランダムな方向を向いて存在しており、歪みがない場合、格子面間隔は一定の値を持つ。しかしながら図1のように引張応力が加えられた場合、力の方向に応じて格子面間隔に歪みが生じる。試料面法線と格子面法線がなす角を ψ と定義すると、 $\psi = 0^\circ$ の結晶子ではボアソン歪みに応じて面間隔が小さくなり、 ψ が 0° から大きくなるにつれ結晶子の面間隔が広がる。このように、材料内部に存在する結晶子の格子面間隔を ψ の関数として記述することが可能であり、この歪みをX線回折法により求めることで残留応力を算出することが可能である。

X線回折法による残留応力評価手法の中で、平面応力近似が可能な場合に最もよく用いられているのが $\sin^2 \psi$ 法であり、 $\sin^2 \psi$ における残留応力(σ)の算出式は式(1)で表される。

図1 結晶格子面間隔の変化

* Kakara, Takeshi/Wakabayashi, Midori/Izumi, Atsushi
住友ベークライト(株) 研究開発本部コーポレート
R&D センター
神戸市西区室谷 1-1-5 (〒651-2241)
kakara-takeshi@sumibe.co.jp
2017.1.20 受理

$$\sigma = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot \theta_0 \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \frac{\Delta(2\theta)}{\Delta(\sin^2 \Psi)} \quad (1)$$

(E :ヤング率, ν :ポアソン比, θ_0 :無歪み角, 2θ :回折角)
 ここで, σ の符号が正の場合は引張応力, 負の場合は圧縮応力となる. 式(1)から σ を算出するには, 測定材料の物性値と X 線測定から求められる $2\theta - \sin^2 \Psi$ 線図の傾きが必要となる. $2\theta - \sin^2 \Psi$ 線図は, 複数の Ψ (一般に 5 点以上が推奨される) における回折角を測定し, 横軸に $\sin^2 \Psi$, 縦軸にそれぞれの Ψ で得られた回折プロファイルのピークトップの 2θ をプロットすることで得られる.

3. 測定試料と X 線測定条件

半導体パッケージにおける封止樹脂/金属界面の残留応力解析では, 封止樹脂/銅箔複合材料を用いて評価を行った. 半導体パッケージ用樹脂であるシリカフィラー含有熱硬化性樹脂を 2 枚の銅箔 (厚さ $12 \mu\text{m}$, 弾性率 65 GPa) で挟んで成形・後硬化し, $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 1.3 \text{ mm}$ の測定試料を作製した. 封止樹脂には銅との密着信頼性の異なる樹脂-A (低密着信頼性) と樹脂-B (高密着信頼性) を用いた. 樹脂-A は熱履歴による樹脂/銅界面での剥離が生じやすく, 樹脂-B は剥離が発生しにくい.

X 線回折測定は大型放射光施設 SPring-8 の BL 19 B 2 ビームラインで行い, HUBER 社製多軸回折計を用い, 入射 X 線エネルギーを 8.0 keV とし, 回折 X 線は 2 次元検出器 PILATUS 300 K により計測した. 測定に用いた結晶面は $\text{Cu}(331)$ 面で, 得られた 2 次元回折像を基に $\sin^2 \Psi$ 法により解析を行った. $\sin^2 \Psi$ 法における Ψ は, $0.0, 13.6, 24.1, 31.8, 38.6, 41.6, 45.0^\circ$ の 7 点とし, 残留応力計算に用いる銅箔のポアソン比は 0.343 とした. さらに, アントンパール社製試料加熱ステージ DHS 1100 を取り付けることで, 封止樹脂の熱処理過程を想定した, 40°C から 250°C での熱サイクル時の応力評価を実施した.

4. X 線回折法による評価の妥当性検証

40°C , 250°C における各 Ψ での $\text{Cu}(331)$ 面の回折プロファイルを図 2 に示す. 40°C , 250°C ともに明確な回折ピークおよび Ψ 依存性が観測された. また, 今回使用した 8.0

図 2 $\text{Cu}(331)$ 面回折ピーク Ψ 依存性 (上: 40°C , 下: 250°C)

keV の X 線は, 厚さ $12 \mu\text{m}$ の銅箔を透過するため, 得られた回折線は封止樹脂/銅箔界面の情報を含むものである. 250°C でのピークは 40°C のものに比べ, 低角側に観測されているが, これは銅の熱膨張による格子面間隔の広がりによるものである.

各 Ψ における回折ピークをガウス関数によりフィッティングを行い, 得られたピークトップ値 2θ と Ψ から得られた $2\theta - \sin^2 \Psi$ 線図を図 3 に示す. 40°C では近似曲線の R^2 値が 0.998 , 250°C では 0.973 と高い直線性を示し, 高精度で評価出来ていることを確認した.

5. 残留応力解析

40°C と 250°C の温度サイクルにおける樹脂-A と樹脂-B の残留応力変化を図 4 に示す. 密着信頼性の低い樹脂-A は初期状態の 40°C では $9.3 \pm 0.7 \text{ MPa}$, 250°C 加熱時には $3.0 \pm 0.5 \text{ MPa}$ となり, その後の温度サイクルは同様の応力変化の繰り返しであった. このことから, 樹脂-A は常時引張方向の残留応力が存在していることが判明した. 一方で, 高密着信頼性である樹脂-B は初期状態の 40°C では $-39.5 \pm 0.7 \text{ MPa}$, 250°C に加熱した際は $7.3 \pm 0.5 \text{ MPa}$ となり, 加熱により圧縮応力から引張応力に変化することが明らかとなった. このように, 今回の検討に用いた銅との密着信頼性の異なる樹脂には, 温度サイクル時において異なる残留応力変化挙動を示すことが明らかとなった. また, 残留応力の絶対値を比較すると, 樹脂-A の方が低い応力となっている. しかし密着信頼性は樹脂-B の方が高

図 3 各温度での $2\theta - \sin^2 \Psi$ 線図

図 4 各温度における残留応力解析結果

図5 各樹脂のCTE温度依存性

図6 各温度での銅と樹脂の歪み量差

いことから、残留応力と密着信頼性には、引張/圧縮といった応力モードが関係している可能性も示唆される。

6. 残留応力とCTEの関係

残留応力は一般的に異種材料間のCTE差によって生じる。本評価に用いた樹脂2種は図5に示すようなCTEの温度依存性を示す。この結果を基に、今回評価した40℃から250℃への昇温に伴う各樹脂の歪みを計算したところ、樹脂-A、-Bはそれぞれ3400 ppm、3900 ppmの寸法変化が生じていることになる。また、同じ温度範囲における銅（CTE=16.8 ppm/℃）の歪み量は3700 ppmとなる。このように銅の歪み量との大小関係が両樹脂で異なっている。この要因により、銅が受ける残留応力モードが異なると推定される。各温度における、樹脂-A、-Bと銅の歪み量の差を算出した結果を図6に示す。図4に示すとおり、両樹脂とも250℃では同等の残留応力を示す。250℃から40℃へ冷却した場合、樹脂-Aは銅よりも収縮量が小さく、樹脂-Bは銅よりも収縮量が大きくなる。このため、樹脂-Aは銅の収縮を妨げ、樹脂-Bは銅をより収縮させるような働きをする。これにより、樹脂-A/銅箔界面には引張方向の応力が、樹脂-B/銅箔界面には圧縮方向の応力が生じる。また、この冷却過程から推測される結果は、各温度サイクルにおける残留応力の変化挙動を説明可能であり、樹脂と銅という異種材料間の歪み量の差が、残留応力に関係していることを示す結果である。

7. 結論

X線回折法による半導体パッケージ用封止樹脂/銅箔界面の残留応力解析を行った。加熱冷却過程の残留応力その場観察によって、樹脂/銅箔界面の残留応力は異種材料間の歪み量差によって生じ、密着信頼性の異なる樹脂間で加熱冷却時の応力変化挙動が異なることが明らかとなった。今後、評価技術の更なる高精度化を行い、残留応力と密着信頼性との相関解明、次世代の高密着信頼性樹脂の早期開発を目指す。

謝辞

X線回折法による残留応力評価検討は、高輝度光科学センターの承認のもと、SPring-8 BL 19 B 2 ビームラインにおいて実施した（課題番号：2015 B 1622, 2015 B 1899）。

参考文献

- 1) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明, 菖蒲敬久: 放射光による応力とひずみの評価(及川清), 養賢堂, 56(2009)
- 2) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明: 残留応力のX線評価-基礎と応用(及川清), 養賢堂, 121-144(2006)
- 3) Nakamae, K., Nishino, T., Xu, A., Matsumoto, T. and Miyamoto, T.: *J. Appl. Polym. Sci.*, **40**, 2231(1990)
- 4) Nishino, T., Xu, A., Matsumoto, T., Matsumoto, K. and Nakamae, K.: *J. Appl. Polym. Sci.*, **45**, 1239(1992)
- 5) 小出昭一郎: 物理学(真喜屋実孜), 裳華房, 89(2003)