

电子材料与器件失效分析 显微组织图谱

“图谱”编审组 编

内 容 简 介

本图谱为电子器件用材料，各种类型的显微组织照片及半导体器件失效分析的照片，共计1323张。并附有主要相图及腐蚀液的成分。供从事电子材料与器件的设计、生产、检验及研究的科技人员、大专院校教师使用和参考。

电子材料与器件失效分析

显微组织图谱

“图谱”编审组 编

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

开本 787×1092 1/16 印张 34 大插图 1页 字数 480,000

1985年12月第一版 1985年12月第一次印刷

印数 1—6,000

书号：15169·3-275 定价 ~~11.60~~ 元

标 目 25—5

12.50

前 言

科学技术的飞跃发展和电子技术在各个领域里日益广泛的应用，对电子产品提出了更高的要求。实践表明，材料是基础。长寿命、高可靠和优良性能的电子器件，一方面取决于材料的化学成分和宏观缺陷的影响，另一方面与材料的微观组织、结构分布和器件的失效机理有着密切的关系。因此，总结和推广电子材料与器件的微观结构和失效机理分析方面的经验及成果，对于提高器件的成品率、可靠性和促进电子技术的高速发展，都具有重要的意义。

为适应电子技术的发展，我们将国内有关单位近三十年来在生产、科研和教学实践中，收集和积累的有价值的显微组织照片编写成册。同时，考虑到电子技术的特点，在内容选择、编排及照片说明等方面，着重反映电子技术的特殊要求，微观组织和工艺条件对器件性能的影响，但对其理论及成因未作探讨。诚然，由于电子材料、工艺与器件性能之间关系的复杂性，对某些问题的阐述未必确切、全面，但是就所提供的照片而言，却具有很大的参考价值。此外，本图谱内容较丰富、系统、全面并易于查找。

本图谱分二篇：电真空所使用的材料等计十四章；半导体材料和半导体器件失效分析计二章。合计十六章。附有用光学显微镜、超高压透射电子显微镜、扫描电子显微镜、红外显微镜、X射线形貌分析仪等拍摄的各种类型的显微组织照片，共计1323张。并附有与本图谱有关的常用相图和腐蚀液成分，可供参考。

图谱由电子工业部标准化研究所负责组织领导工作。

图谱的照片，由下列单位提供：

北京电子管厂、中国科学院电子学研究所、北京真空电子器件研究所、清华大学、南京电子管厂、华东电子管厂、南京工学院、虹光电子管厂、冶金部有色金属研究院、曙光电子管厂、南京固体器件研究所、上海冶金研究所、江苏省电子产品例行试验站、河北半导体厂、天津半导体器件厂、上海科学技术大学、冶金部峨眉半导体材料厂、广州半导体材料厂、江南无线电器件厂、北京六〇五厂、上海灯泡厂、中原专用材料厂、宝光电工厂、旭光电子管厂、国光电子管厂、红星无线电器材厂、电子工业部可靠性与环境试验研究所、金宁无线电器材厂、金川无线电器材厂、钟山电子技术研究所、汉光电工厂、北京第三无线电器材厂、中国科学院化工冶金研究所、北京冶金研究所及上海钢铁研究所等。

由下列同志负责编写：

田志芳、孙长新、刘承钧、江树儒、陈守则、金如良、陈荣坤、徐云华、莫纯昌、黄培中、蒋石湘、蔡德录。

最后请莫纯昌副教授全面审阅定稿。

在编写和审稿过程中，得到电子工业部科技司等单位 and 同志的关心、支持和密切合作；林惠修、李少秋、刘联宝、戴昌鼎、陈亨庭、李志坚、赵长春、杨连贵、吴兆皓、

蔡海金、蒋锋、陈克强及席光康等同志给予大力帮助和支持，在此一并表示衷心的感谢。

由于我们编写“电子材料与器件失效分析显微组织图谱”的工作还是初次的尝试，虽作了一定的努力，但限于条件和水平，加之经验不足，时间仓促，缺点和错误在所难免，请批评指正，以便再版时修改和补充。

“图谱”编审组

目 录

第一篇 电真空部分

第一章	热子材料	(3)
第二章	阴极材料	(23)
第三章	靶面材料	(57)
第四章	阳极材料	(69)
第五章	栅极材料	(91)
第六章	电子枪材料	(110)
第七章	管壳材料	(123)
第八章	吸气剂材料	(136)
第九章	膨胀合金	(144)
第十章	磁性材料	(168)
第十一章	电子焊料	(194)
第十二章	电子器件的焊接	(216)
第十三章	电子陶瓷	(247)
第十四章	陶瓷、玻璃与金属封接	(295)

第二篇 半导体部分

第一章	半导体材料	(335)
第二章	半导体器件失效分析	(428)
附录一	金属及其合金金相常用腐蚀液	(492)
附录二	电子陶瓷瓷相常用腐蚀方式及条件	(497)
附录三	硅晶体缺陷常用腐蚀液	(500)
附录四	常用相图	(502)

第 一 篇

电 真 空 部 分

第一章 热子材料

在电真空器件中，热子是使间接式阴极加热到工作温度的热源体。对于直热式阴极，热子既是加热体，又是电子发射体。热丝如出现脆断，器件便告报废。因此，热丝材料的质量，不仅对长寿命、高可靠的电真空器件不容忽视，就是对白炽灯等民用灯泡也十分重要。

热丝的结构形状有折叠形与螺旋形两类。作为热源的热子位于被加热阴极套管内，由于热转移损耗产生的温差，热子的温度往往比阴极工作温度高 $200\sim 300^{\circ}\text{C}$ 。白炽灯泡中的灯丝温度高达 2500°C 以上。因此，要求热丝材料具有熔点高、再结晶温度高、高温强度高、蠕变小、缠绕性能好等特点。

热子涂覆绝缘层的目的，是防止热丝本身及热丝与阴极套管之间，可能出现的短路。现已广泛采用的热丝绝缘材料是氧化铝微粉。通常电泳氧化铝微粉的平均颗粒度为 $1.8\sim 2.5$ 微米，其中 3 微米以下的颗粒应占 $80\%\sim 90\%$ ，最大颗粒应小于 20 微米。

钨的熔点高达 3410°C ，高温下蒸发小，是做热丝的理想材料。由于钨在常温时晶粒强度大于晶界强度，产生晶界脆性，难以轧制加工成片。粉末冶金钨棒经旋锤、拉丝后，原来任意位向的晶粒，成为沿轴向拉长的纤维状晶粒。使钨丝具有良好的强度与可加工性。但是，拉制的纯钨丝加热到 $1000\sim 1100^{\circ}\text{C}$ 时就开始再结晶，纤维状晶粒开始逐渐向细小的等轴晶粒转变，从而降低了钨丝的机械性能。温度升高到 1500°C 以上，纤维状晶粒变成等轴晶粒并逐渐长大，直至占据丝的整个横断面。这种组织在低温下使钨丝呈脆性，在高温下极易引起沿晶界滑移断裂。因此纯钨丝的高温强度和抗蠕变性能很差。

为了改善钨的高温性能，一般在钨中引入附加剂硅、铝、钾等。附加剂不但能明显提高钨丝的再结晶起始温度，而且还可促使钨丝在高温再结晶时，不再变成等轴晶粒，而生成晶界呈燕尾状搭接，径向晶界面积最小，晶粒长而大的再结晶组织。这种组织的钨丝，在高温工作时，强度、制品形状和稳定性均好，称为不下垂钨丝。

添有附加剂的钨丝（如 WAL_1 、 WAL_2 ），是常用的热丝材料，其化学成分见 GB 4181—84。不下垂性，是这类钨丝的最基本的性能。

当高温再结晶时，附加剂如何会有阻碍钨丝晶粒沿径向长大的作用？究其原因长期以来有三种观点：呈线形排列；溶解于钨基体中和呈气态弥散的观点。

有人在上述三种观点的基础上，提出了综合性的观点：将附加剂从活泼的性能上区分为活性和非活性的两种：

非活性部份是无规则地，却又均匀地分布在整个钨的基体内；

活性部份则平行于丝轴，呈线形排列在纤维晶界上；

将附加剂从热性能上区别为挥发的和不挥发的两部份；

挥发部份所在区域，最后留下小于 100 埃的空孔；

不挥发部份则形成大于 100 埃的“夹杂”，它们都能抑制钨丝内晶粒沿径向成长。

这种解释有助于说明附加剂作用不同观点的统一。弥散孔内的钾元素，已经经透射电镜的直接观察所证实，逐渐地为人们所重视。

含铼 1%~5% 的钨铼合金丝，是一种优良的热丝材料。其优点是再结晶温度高，高温抗张强度高，电阻率大，点焊性能好。从钨铼合金相图可知，当铼含量小于 32% 时，钨与铼完全互溶，形成 α -固溶体。含铼 1%~5% 的钨铼合金，都远离形成 δ -相的含量，所以不会生成 δ -相 (W_2Re_5)。

钨钼合金丝也可作热丝材料，其熔点介于钨与钼之间，而电阻率和相对延伸率，比钨和钼都高；其丝料在 1100~1300℃ 退火后，可进行室温缠绕，但加热温度过高，合金会形成脆弱的粗晶粒组织。钨钼合金的化学成份见 GB 4183—84。

根据 GB 4194—84 标准的规定，让直径为 1.25 毫米、长度为 418 毫米的钨丝，在压强为 10^{-4} 托的真空下，加 2 公斤静载荷，升温至 2600℃，保持 4 小时，完成高温蠕变试验后，如钨丝的残余伸长小于 2 毫米，晶粒长而大，形状系数 (L/W) 大，晶粒间成燕尾状啮合搭接，这种组织的钨丝，就具有良好的不下垂性。若经高温蠕变后，钨丝的残余伸长大于 2 毫米，晶粒细碎，形状系数小，似等轴晶，这种组织的钨丝，高温不下垂性就差。

根据 GB 4194—84 标准规定，将直径为 0.4 毫米、长度 1~2 米的钨丝，在压强为 10^{-4} 托的真空下，加热到 2800℃，保温 15 分钟，进行高温处理，如钨丝的晶粒长而大，形状系数大，晶粒间成燕尾状啮合形搭接，这种组织的钨丝不易脆断。如果经高温处理后，钨丝的晶粒短碎，形状系数小，晶粒间接头平直，互不啮合搭接，这种组织的钨丝易脆断。

综合上述，钨丝的正常组织，应为纤维状组织、形成燕尾形或啮合形搭接。

钨丝缺陷的种类很多，主要有分层、表面劈裂、再结晶后出现大晶粒或晶粒不均匀引起脆断、中心疏松等等。造成这些缺陷的原因是多方面的。一般认为，分层现象，主要是由于钨棒旋锤中出现开裂。表面劈裂，可能是钨丝拉丝过程中造成的。而脆断的主要原因之一可能是某些熔点较低的金属（如铁、镍、碳等）吸附于钨丝表面，在高温时，沿晶界渗入所引起的。

钨丝的缠绕性能是灯泡厂与电子管厂极为重视的工艺性能之一。虽然这一性能，很难用金属力学性能中，某一确定的内容来表征，但它综合地反映了钨丝的拉伸、塑性、弯曲及扭转性能，也反映了钨丝的晶界脆性、表面裂纹、缺陷等机械损伤多方面的影响。绕丝性能的好坏，主要取决于钨丝化学成份及加工工艺的控制。

热子绝缘层的主要缺陷是氧化铝涂层的龟裂与脱落。

参 考 资 料

[1] 成湘陵：电子管和灯泡用不下垂钨及其合金丝生产的进展，《钨钼材料》1—2 (1974)。

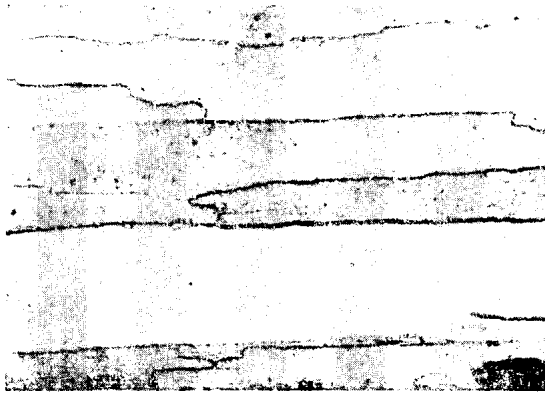


图 1-1 100×

名 称: 钨铝丝 (ϕ 1.25 毫米)

工艺条件: 蠕变试验*

腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
= 1 : 1 擦拭

图片说明: 晶粒大而长, 长宽比大于 15。
晶粒间成啮合式搭接。残余伸
长仅 0.8 毫米/米。不下垂性能
很好



图 1-2 100×

名 称: 钨铝丝

工艺条件: 蠕变试验

腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
= 1 : 1 擦拭

图片说明: 晶粒长宽比大于 13。晶粒间成
燕尾状和啮合式搭接, 残余伸
长 1.0 毫米/米。不下垂性能
好



图 1-3 100×

名 称: 钨铝丝

工艺条件: 蠕变试验

腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
= 1 : 1 擦拭

图片说明: 晶粒长宽比大于 7。残余伸长
1.8 毫米/米。合格

* 参照 SJ/Z:29-72。

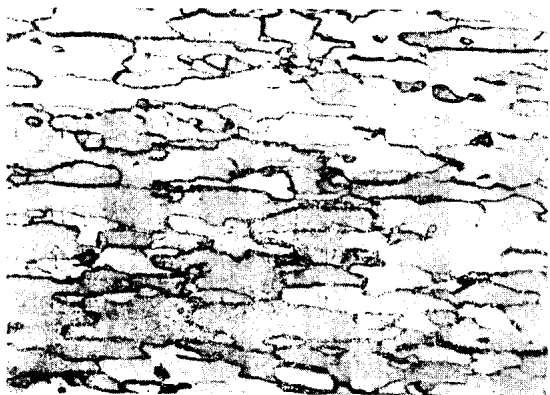


图 1-4 100×

名称: 钨铝丝
工艺条件: 蠕变试验
腐蚀液: 10% 铁氰化钾: 10% 氢氧化钠
=1:1 擦拭
图片说明: 晶粒长宽比约为 4。残余伸长
2.4 毫米/米。不合格。晶粒中
出现少量等轴晶, 部分长晶粒
仍保持燕尾状或啮合式搭接

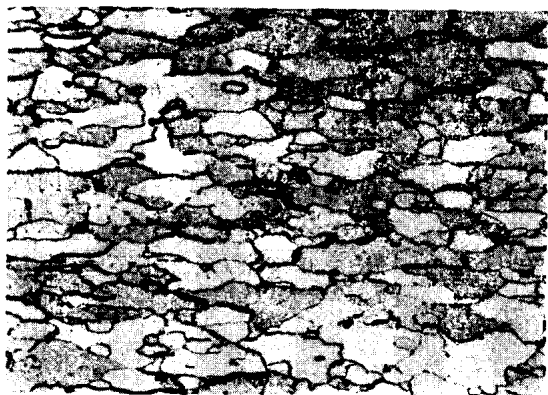


图 1-5 100×

名称: 钨铝丝
工艺条件: 蠕变试验
腐蚀液: 10% 铁氰化钾: 10% 氢氧化钠
=1:1 擦拭
图片说明: 晶粒细小, 晶界出现孔洞。残
余伸长 3.4 毫米/米, 不合格



图 1-6 100×

名称: 钨铝丝
工艺条件: 蠕变试验
腐蚀液: 10% 铁氰化钾: 10% 氢氧化钠
=1:1 擦拭
图片说明: 晶界断裂, 形成孔洞。残余伸
长 10.5 毫米/米。不合格



图 1-7 100×

名 称: 钨铝丝
 工艺条件: 蠕变试验
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 晶粒生长很不均匀, 外粗内细



图 1-8 100×

名 称: 钨铝丝
 工艺条件: 蠕变试验
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 近似等轴晶组织, 局部区域有较多孔洞



图 1-9 100×

名 称: 钨铝丝 ($\phi 0.4$ 毫米)
 工艺条件: 高温处理*
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 晶粒大而长, 晶粒长宽比大于 30, 搭接性能好

* 参照 GB 4194-84。

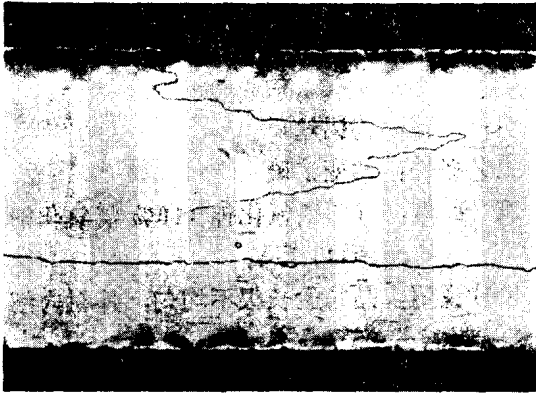


图 1-10 100×

名 称: 钨铝丝
 工艺条件: 高温处理
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 晶粒间成燕尾状搭接, 搭接性
 能好

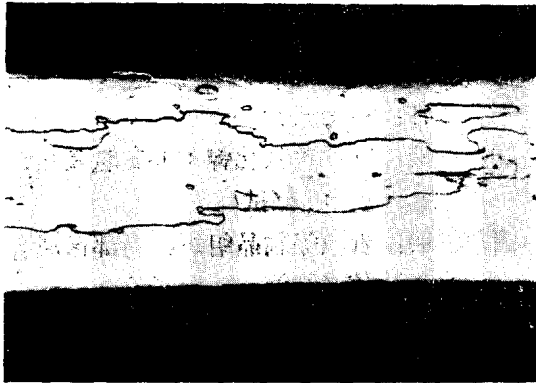


图 1-11 100×

名 称: 钨铝丝
 工艺条件: 高温处理
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 晶粒长宽比大于20, 晶粒成燕
 尾状结合; 碎晶较多。合格

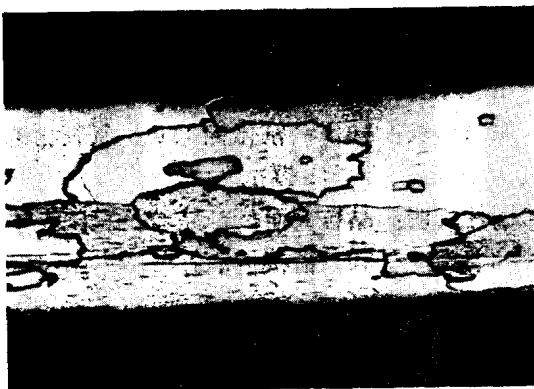


图 1-12 100×

名 称: 钨铝丝
 工艺条件: 高温处理
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 晶粒长宽比大于4, 接头平,
 晶粒短碎, 丝脆, 不合格



图 1—13 100×

名 称: 钨铝丝
 工艺条件: 高温处理
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 晶粒细小, 方向性不明显, 不合格

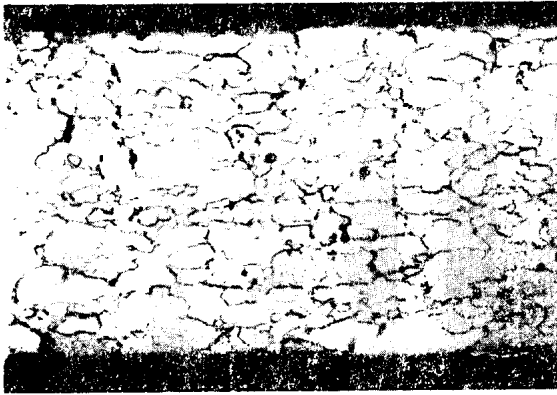


图 1—14 100×

名 称: 钨铝丝
 工艺条件: 高温处理
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 晶界出现点状气孔, 易脆断



图 1—15 100×

名 称: 钨铝丝
 工艺条件: 高温处理
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1:1 擦拭
 图片说明: 表面受污染, 近表层晶界开裂, 高温处理后发脆

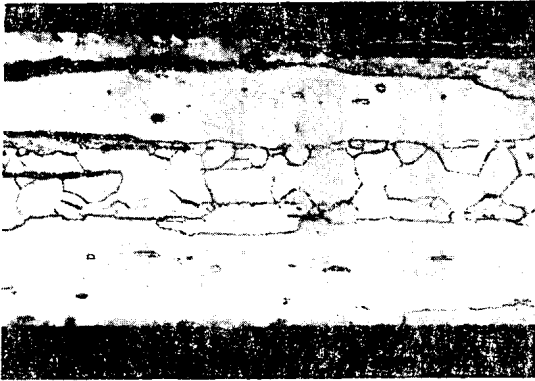


图 1-16 100×

名 称：钨铝丝
工艺条件：高温处理
腐 蚀 液：10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
=1:1 擦拭
图片说明：晶粒大小不均匀，表层晶界有
裂纹



图 1-17 400×

名 称：钨铝丝 (WAl₂)
工艺条件：原材料
腐 蚀 液：10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
=1:1
图片说明：细纤维状组织，性能好



图 1-18 200×

名 称：粗钨铝丝 (WAl₂)
工艺条件：粗拉
腐 蚀 液：10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
=1:1
图片说明：粗纤维状组织

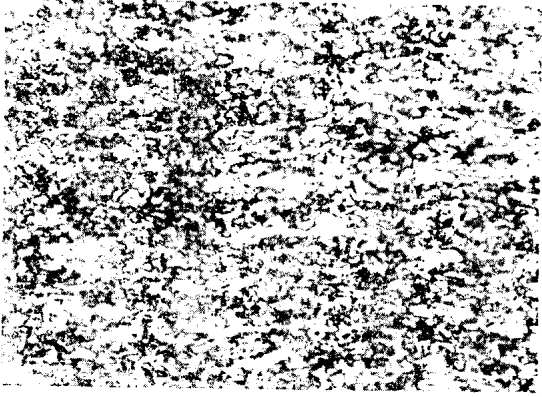


图 1—19 400×

名 称: 钨铝丝 (WA1₂)
 工艺条件: 原材料
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1 : 1
 图片说明: 短纤维状或粒状组织

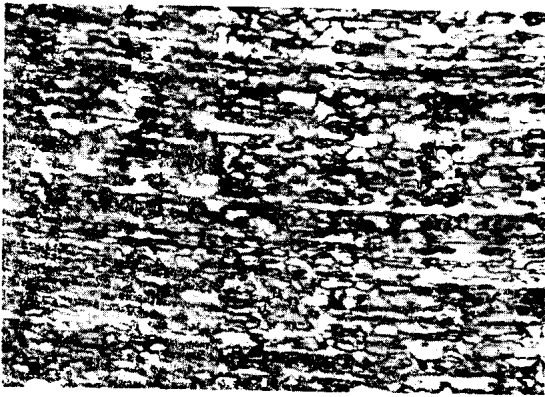


图 1—20 300×

名 称: 钨钼丝 (WMo50)
 工艺条件: 氢气退火, 1630℃, 6 分钟
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠
 = 1 : 1
 图片说明: 再结晶组织

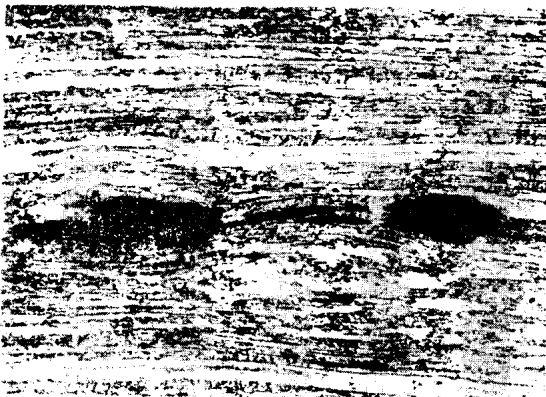


图 1—21 150×

名 称: 钨铝丝 (WA1₂φ1 毫米)
 工艺条件: 1650±50℃, 5 分钟湿氢定型
 处理, 芯丝为钼
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾和 10% 氢氧化
 钠混合液
 图片说明: 纵向裂纹



图 1—22 150×

名 称: 钨铝丝 (WAl_2 , $\phi 1$ 毫米)
 工艺条件: 1720℃, 3 分钟湿氢定型处理, 芯丝为钨
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾和 10% 氢氧化钠混合液
 图片说明: 严重纵向裂纹, 局部地区有大晶粒



图 1—23 150×

名 称: 钨铝丝 (WAl_2 , $\phi 1$ 毫米)
 工艺条件: 1200℃, 15 分钟湿氢定型处理, 芯丝为镍
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠 = 1 : 1
 图片说明: 由于镍污染, 表面形成再结晶层, 致使丝变脆

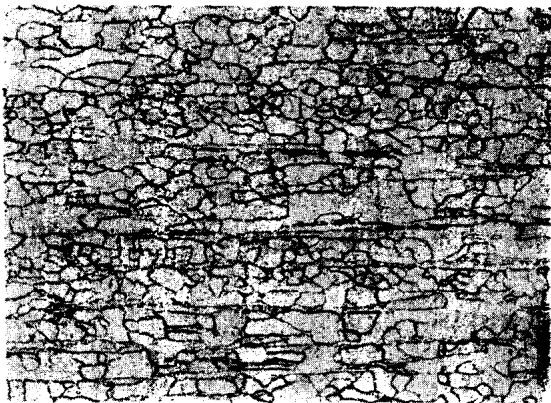


图 1—24 150×

名 称: 钨铝丝 (WAl_2 , $\phi 1$ 毫米)
 工艺条件: 1650 ± 50℃, 5 分钟湿氢定型处理, 芯丝为镍
 腐 蚀 液: 10% 铁氰化钾 : 10% 氢氧化钠 = 1 : 1
 图片说明: 镍污染后, 高温下继续向内扩散, 形成全部再结晶等轴状大晶粒。易脆断