

聚酯改性硅有机漆介电与耐热性能的研究^{*}

王 卉

(中山大学物理学系, 广州 510275)

摘 要 测量经不同固化条件制备的聚酯改性硅有机漆膜的体电阻率、损耗随温度的变化, 并用热重和差热分析研究了固化温度对漆膜介电和耐热性能的影响, 获得使漆膜具有最小介质损耗和最高的热分解温度的研制工艺.

关键词 电子绝缘漆, 电阻率, 损耗, 热分解

分类号 TN 305

近年来, 电子绝缘的研究与开发, 及其对器件性能的影响, 越来越引起人们的关注^[1~3]. 半导体器件的高温稳定性是器件稳定性的一个重要方面. 提高器件的高温稳定性, 除了合理选择器件参数、设计器件结构外, 还要选择高温性能好的电子绝缘材料^[4]. 我们选用电子器件终端的聚酯改性硅有机漆材料, 研究其介电与耐热性能及固化工艺对其影响.

1 样品制作与测量

选用一组厚 1 mm 直径为 35 mm 的铝片, 将其在甲苯、丙酮溶液中依次超声处理两次, 并在 $\text{HF}:\text{HNO}_3 = 1:9$ 的溶液中浸泡以除去其表面杂质, 用大量去离子水冲洗干净后, 丙酮脱水, 在红外灯下烘干. 再将铝片置于甩胶机上, 在其表面涂敷硅漆并甩胶, 使漆膜均匀无气泡. 然后将试样分成 5 组, 按不同的工艺进行固化. 固化后漆膜厚度约 $40\mu\text{m}$.

在固化工艺的选择中, 我们固定漆膜的低温固化过程, 对决定材料固化程度的高温阶段, 固定固化时间, 改变固化温度. 5 组试样的固化温度分别取 180, 190, 200, 210, 220°C . 然后将所有固化后的试样漆膜表面蒸发直径为 25 mm 的铝电极, 供介电性能测量用. d 测量用 ZC-36 型高阻计, $\text{tg}W$ 测量采用 TR-10C 型电桥. 同时, 取少量在上述 5 种固化条件固化的漆膜, 用 4-1 型示差精密热天平对各种漆膜进行热重、差热分析.

2 实验结果与分析

图 1(A) 示出了不同固化条件下制备的漆膜的 $\lg d$ 随测量温度的变化. 可以看出, 在一定测量温度下, 漆膜的电阻率随固化温度由 180°C 至 210°C 升高而升高, 当固化温度上升到 220°C 时, d 反而下降. 图 1(B) 是不同固化条件下制备的漆膜的 $\text{tg}W$ 随温度的变化情况. 实验结果表明, 当温度较高时 ($> 160^\circ$), 同一温度下, 各薄膜的 $\text{tg}W$ 的大小依次为:

$$\text{tg}W_{180^\circ\text{C}} > \text{tg}W_{90^\circ\text{C}} > \text{tg}W_{200^\circ\text{C}} > \text{tg}W_{210^\circ\text{C}}, \text{tg}W_{220^\circ\text{C}} > \text{tg}W_{210^\circ\text{C}}.$$

即 $\text{tg}W$ 值随固化温度升高而降低, 但当固化温度上升到 220°C , $\text{tg}W$ 反而升高.

^{*} 收稿日期: 1996-04-23 王卉, 女, 30 岁, 博士

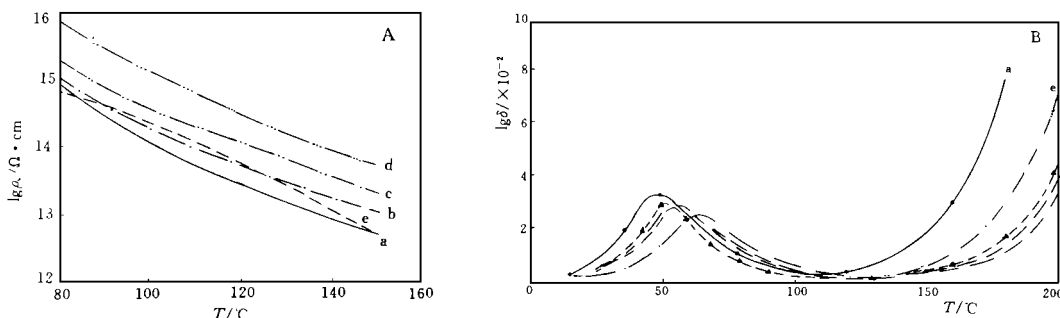


图 1 漆膜的 $\lg d - t$ (A) 和 $\lg \delta - t$ (B) 曲线

Fig. 1 The $\lg d$ vs t diagram (A) and $\lg \delta$ vs t (B) of the silicon painted film
固化温度 ($^{\circ}\text{C}$): a 180; b 190; c 200; d 210; e 220

对经不同固化工工艺固化的硅漆进行了热重、差热分析。图 2 示出了由热重、差热分析实验得到的硅漆的分解温度与其对应的固化温度的关系曲线。

由实验结果可以看出,当固化温度从 180°C 到 210°C 上升时,硅漆试样的分解温度也升高;而当固化温度达 220°C 时,试样的分解温度下降。这表明,在 $180 \sim 210^{\circ}\text{C}$ 固化的试样,随着固化温度的上升,材料的交联程度增大。

硅漆的介电与耐热性实验结果在固化温度达 220°C 有反常现象出现,因而,我们又对只经低温阶段,而尚未经高温固化的硅漆进行了热重、差热分析。

实验结果表明,试样在环境温度达 221°C 附近已开始氧化分解。那么经 220°C 长时固化的硅漆内部已有某些部位发生了氧化,主链的个别位置发生了断裂。

我们结合耐热实验对介电性能的实验结果进行分析。

2.1 电阻率 对于有机介质薄膜,一定温度下的电导率为^[5]: $\nabla = A e^{-U/RT}$, 其中 U 为电导总势垒。当温度 T 升高时,电阻率 d 下降。在实验中,即为如图 1 所示的在一定固化条件下,漆膜的电阻率随测量温度的升高而下降。

由硅漆的热重、差热分析得到,固化温度从 180°C 到 210°C 上升时,材料交联程度增大,而达 220°C 后,材料内部已有键的断裂。也即随着固化温度从 180°C 上升至 210°C , 参与导电所需克服总势垒也越大,即 $U_{180^{\circ}\text{C}} < U_{190^{\circ}\text{C}} < U_{200^{\circ}\text{C}} < U_{210^{\circ}\text{C}}$ 。而固化温度达到 220°C , U 下降,即 $U_{220^{\circ}\text{C}} < U_{210^{\circ}\text{C}}$ 。那么, $d \propto e^{U/RT}$ 。

当 T 一定时, U 越大,则 d 越大; U 减小则 d 也减小。则表现出: $d_{180^{\circ}\text{C}} < d_{190^{\circ}\text{C}} < d_{200^{\circ}\text{C}} < d_{210^{\circ}\text{C}}$, $d_{220^{\circ}\text{C}} < d_{210^{\circ}\text{C}}$ 即随着固化温度由 180°C 到 210°C 上升时,漆膜的电阻率也增大,固化温度继续升至 220°C , 电阻率则减小。

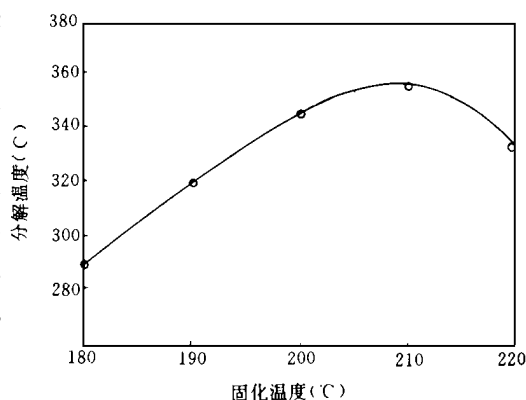


图 2 硅漆的分解温度随固化温度的变化

Fig. 2 The diagram of decomposition temperature vs solidifying temperature of silicon paint

2.2 高温区介质损耗 对于介质材料来说,其松弛时间 $\tau \propto e^{U/RT}$,在高温区, τ 减小,这样松弛极化的建立速度可以跟得上交变电场的变化,松弛损耗很小.而此时,温度高,电导大,介质损耗由电导损耗来决定^[5].

$$\tau_g W = V/kXX$$

测量表明 210℃ 时电导和损耗达到极小.

3 结 论

(1) 硅漆的 d 、 $\tau_g W$ 随固化温度呈规律性变化,固化温度由 180℃ 上升,高温区硅漆的 d 升高, $\tau_g W$ 下降,固化温度达 220℃,硅漆的 d 下降, $\tau_g W$ 上升,固化温度为 210℃ 时制备的硅漆,具有最大电阻率和最小的介质损耗.因此,通过控制聚酯改性硅有机漆的固化温度可以控制漆膜的 d 、 $\tau_g W$ 达到提高电阻率、降低介质损耗的目的.

(2) 硅漆的分解温度随固化温度的变化呈规律性变化,固化温度由 180℃ 升高,硅漆的分解温度也随之升高;到 210℃ 时,分解温度达最大;固化温度继续升高时,硅漆的分解温度减小.因此,改变固化温度可提高硅漆的分解温度,也即提高了材料的使用温度.

(3) 聚酯改性硅有机漆高温固化温度的上限为不超过 220℃,一般应选择 210℃ 或略小于此温度为其高温固化温度.

参 考 文 献

- 1 Baliga B J, Tech B. High voltage device termination techniques- a comparative review. IEEE Proc, 1982, 129 173
- 2 Lachen S S, Krishnan N H, Krishnan S, et al. Edge passivation and related electrical stability in silicon power devices. IEEE Trans. on Semiconductor Manufacturing, 1990, 3 12
- 3 佐藤文彦. 电子绝缘. J IEE Japan, 1990, 110 379
- 4 冯玉柱. 高压硅器件表面保护材料带电电荷变化规律的研究: [学位论文]. 西安: 西安交通大学, 1988
- 5 陈季丹, 刘子玉. 电介质物理学. 北京: 机械工业出版社, 1982. 153

Dielectric and Thermal Stability Property of Polyester Improved Silicon Paint

Wang Hui*

Abstract The bulk resistivity and loss tangent of polyester improved silicon paint solidified at different condition are measured at different temperature. Effects of solidifying temperature on the dielectric and thermal stability property of silicon paint are analysed and studied by TGA and DTA. The preparation technology of the silicon paint, which the loss tangent is the lowest and the decomposition temperature is the highest, is obtained.

Keywords electronic insulating paint, resistivity, loss tangent, decomposition

* Department of Physics, Zhongshan University, Guangzhou 510275