

Epoxy-Based Composite Adhesive Containing Silver Coated Copper Powder: Preparation and Evaluation of Its Electrical Properties

Hamed Rikhtegar¹, Seyed Jamaledin Peighambaroust^{*1} and Abdolreza Mirmohseni²

1. Faculty of Chemical and Petroleum Engineering, 2. Polymer Research Technology Laboratory, Faculty of Chemistry; University of Tabriz, 51666-16471, Tabriz, Iran

Received: 20 August 2016, accepted: 12 December 2016

ABSTRACT

The progress in scientific and technical products and increasing needs for advanced electrical and electronic devices have motivated researchers to investigate new ideas in this field. One of the main challenges in this way is the connection between microchips and other parts of electrical boards. Lead-based alloys, especially tin-lead solders are the conventional materials which have destructive effects on living organisms and the environment. Electrical conductive adhesives, used as replacement for lead-based solders, are composites comprised of a polymer matrix as adhesive material and conductive fillers for conduction of electricity. In this research conductive adhesives were prepared using diglycidyl ether of bisphenol A epoxy resin as the polymer matrix and various amounts of silver-coated copper powder as conductive filler. The copper powder was coated with silver using electroless plating. The structural properties of the filler was characterized by inductivity coupled plasma analysis. The morphology of the samples was investigated by scanning electron microscopy. The conductive properties, shear strength and thermal stability of adhesives were also evaluated. The conductive adhesive containing 70 percent by weight of silver-coated copper powder showed optimum properties. For this sample an electrical resistivity of $2.8 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ and a shear strength of 10.77 MPa were obtained. In addition, the weight loss during thermogravimetric reduction was 23.69% for the optimum sample, while it was 88.71% for the sample with no filler, indicating an improvement in thermal stability due to adding filler.

Keywords:

composite,
electrical conductive filler,
epoxy base adhesive,
electrical properties,
thermal stability properties

(*)To whom correspondence should be addressed.

E-mail: j.peighambaroust@tabrizu.ac.ir

Please cite this article using:

Rikhtegar H., Peighambaroust S.J., and Mirmohseni A., Epoxy-Based Composite Adhesive Containing Silver Coated Copper Powder: Preparation and Evaluation of Its Electrical Properties, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (Persian)*, **30**, 53-61, 2017.

تهیه چسب کامپوزیتی برپایه اپوکسی دارای پودر مس پوشش‌یافته با نقره و ارزیابی خواص الکتریکی آن

حامد ریخته‌گر^۱، سید جمال‌الدین پیغمبردوست^{۱*}، عبدالرضا میرمحسنی^۲

تبریز، دانشگاه تبریز، کد پستی ۵۱۶۶۶۱۶۴۷۱

۱- دانشکده مهندسی شیمی و نفت؛ ۲- دانشکده شیمی، گروه شیمی کاربردی

دریافت: ۱۳۹۵/۵/۳۰، پذیرش: ۱۳۹۵/۹/۲۲

مجله علوم و تکنولوژی پلیمر،

سال سی‌ام، شماره ۱،

صفحه ۶۱-۵۳، ۱۳۹۶

ISSN: 1016-3255

Online ISSN: 2008-0883

DOI: 10.22063/jipst.2017.1461

چکیده

در پژوهش حاضر، چسب کامپوزیتی رسانای الکتریسیته با استفاده از رزین اپوکسی به‌عنوان ماتریس پلیمری و ذرات پودر مس پوشش‌یافته با فلز نقره به‌عنوان پرکننده تهیه شد. سپس، روی چسب کامپوزیتی تهیه شده آزمون‌های مختلف نظیر میکروسکوپی الکترونی پویشی (SEM)، طیف‌سنجی پلاسمای جفت‌شده القایی (ICP)، تجزیه گرماوزن‌سنجی و اندازه‌گیری مقدار مقاومت ویژه الکتریکی و مقدار استحکام برشی انجام شد. تصاویر SEM از سطح شکست این چسب کامپوزیتی نشان داد، با اضافه‌شدن پوشش نقره روی سطح ذرات مس، ناهمواری‌ها و برجستگی‌های روی سطح ذرات کروی شکل مس کاهش یافته‌اند. اندازه ذرات پس از پوشش‌یافتن با نقره تغییر محسوسی نیافته و در حدود کمتر از $35 \mu\text{m}$ بود. تصاویر SEM نشان داد، مسیرهای رسانایی به‌خوبی در ماتریس پلیمری ایجاد شده‌اند. با افزودن پرکننده رسانا، استحکام برشی چسب از $12/14 \text{ MPa}$ تا $10/77 \text{ MPa}$ کاهش می‌یابد، اما این مقدار استحکام برای اتصال قطعات مناسب است. همچنین با افزودن پرکننده رسانا، پایداری گرمایی ماتریس پلیمری چسب افزایش یافت. در نهایت، بررسی خواص الکتریکی این چسب کامپوزیتی نشان داد، با افزایش مقدار پرکننده پودر مس، مقاومت ویژه الکتریکی چسب رسانا با شیب تندی کاهش می‌یابد، اما با ازدیاد پرکننده به 70% وزنی، شیب آن کم می‌شود. از این‌رو، مقدار بهینه پرکننده رسانای الکتریسیته از جنس پودر مس پوشش‌یافته با نقره برای ایجاد خواص الکتریکی، مکانیکی و گرمایی قابل قبول، 70% وزنی به‌دست آمد که مقاومت الکتریکی ویژه آن $2/8 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ است.

واژه‌های کلیدی

کامپوزیت،
پرکننده رسانای الکتریسیته،
چسب پایه اپوکسی،
خواص الکتریکی،
خواص پایداری گرمایی

* مسئول مکاتبات، پیام‌نگار:

j.peighambardoust@tabrizu.ac.ir

مقدمه

امروزه استفاده از قلع و سرب برای لحیم‌کاری در صنایع الکترونیک در بسیاری از کشورهای اروپایی و ژاپن به دلیل سمی بودن آن‌ها و ناسازگاری با محیط زیست ممنوع شده است. پژوهشگران برای حل این مشکل استفاده از چسب‌های رسانای الکتریسیته را پیشنهاد داده‌اند که می‌توانند جایگزین مناسبی برای لحیم باشند. چسب‌های رسانای الکتریکی به کامپوزیت‌هایی با شبکه پلیمری گفته می‌شود که در آن پرکننده‌های رسانای الکتریسیته درون شبکه پلیمری جای گرفته‌اند. در این نوع چسب‌ها، اغلب شبکه پلیمر عایق الکتریسیته بوده و خواص مکانیکی مناسب را برای چسباندن فراهم می‌کند. در مقابل، پرکننده‌های رسانا وظیفه انتقال الکتریسیته را درون شبکه پلیمر برعهده دارند. این چسب‌ها افزون بر سازگاری با محیط زیست، مزایای دیگری همچون نیاز به دمای کم برای پخت، انعطاف‌پذیری زیاد، قابلیت استفاده و نصب آسان‌تر و مقاومت در برابر خستگی بیشتر نسبت به لحیم دارند [۱]. برای ماتریس پلیمری ایده‌آل، وجود خواصی همچون عمر مفید طولانی، پخت ساده و سریع، دمای انتقال شیشه‌ای به نسبت زیاد، چسبندگی خوب و مقاومت در برابر رطوبت ضروری است [۲]. هر دو نوع پلیمرهای گرم‌انرم و گرم‌سخت می‌توانند به‌عنوان ماتریس پلیمری در ساختار چسب‌های رسانا استفاده شوند. مزیت اصلی چسب‌های رسانای برپایه پلیمرهای گرم‌انرم نسبت به پلیمرهای گرم‌سخت، قابلیت به‌کارگیری مجدد آن‌هاست [۳].

اما از سوی دیگر، پلیمرهای گرم‌سخت چسبندگی بهتری در مقایسه با نمونه‌های گرم‌انرم دارند و مقاومت گرمایی و شیمیایی آن‌ها بهتر است. بیشتر چسب‌های رسانای تجاری، برپایه رزین‌های گرم‌سخت هستند. رزین‌های اپوکسی رایج‌ترین رزین‌های استفاده شده در فرمول‌بندی این نوع چسب‌ها هستند، چرا که خواص چسبندگی قوی، چروکیدگی کم و مقاومت بسیار زیاد در برابر شوک‌های گرمایی و مکانیکی دارند و استفاده آن‌ها از نظر اقتصادی مقرون به‌صرفه است. همچنین، این نوع رزین‌ها مقاومت مناسبی در برابر رطوبت، حلال‌ها و عوامل شیمیایی مخرب دارند، افزون بر اینکه می‌توان خواص آن‌ها را با اضافه‌کردن حلال مناسب، پرکننده، عوامل کندسوزکننده، مواد نرم‌کننده مناسب و افزایش سرعت پخت بهبود بخشید. سیلیکون‌ها، استرهای سیاناتی و سیانوآکریلات‌ها نیز در فرمول‌بندی چسب رسانا به‌کار می‌روند [۴-۸].

سازوکار انتقال الکترون درون چسب‌های رسانا با نظریه تراوایی توضیح داده می‌شود [۹]. برای هر چسب رسانا، غلظت ویژه‌ای از پرکننده به‌عنوان غلظت آستانه تراوایی تعریف می‌شود. این غلظت

مربوط به زمانی است که ذرات رسانا به‌طور متوالی به هم اتصال داده می‌شوند تا به نقطه تراوایی برسند. پیش از نقطه تراوایی، اتصال‌های سودمندی بین پرکننده‌ها وجود ندارد. پس از آستانه تراوایی، مقاومت ویژه چسب رسانا به‌طور ناگهانی کاهش می‌یابد و به‌جایی می‌رسد که پس از آن نقطه با افزودن پرکننده اضافی کاهش عمده‌ای در مقاومت ویژه چسب مشاهده نمی‌شود [۱۰]. براساس این نظریه، چسب‌های رسانا به سه نوع عمده همسانگرد، ناهمسانگرد و نارسانا دسته‌بندی می‌شوند.

چسب‌های رسانای همسانگرد به چسب‌هایی اطلاق می‌شود که می‌توانند الکتریسیته را در تمام جهت‌ها انتقال دهند. در ساختار این چسب‌ها، غلظت پرکننده از آستانه تراوایی بیشتر است. این موضوع باعث می‌شود، الکترون بتواند در تمام جهت‌ها حرکت کند. در طرف مقابل، در چسب‌های رسانای ناهمسانگرد، غلظت پرکننده در ناحیه غلظت کمتر از آستانه تراوایی قرار دارد و پرکننده‌های رسانا از یکدیگر جدا هستند. از این‌رو، می‌توانند الکترون‌ها را فقط در یک جهت انتقال دهند. فرایند پخت این نوع چسب‌ها معمولاً با اعمال فشار زیاد همراه با گرمادهی انجام می‌شود. نوع سوم از این گروه، چسب‌های نارسانای الکتریکی هستند که قابلیت انتقال الکتریسیته را ندارند و عایق هستند [۱۱-۱۳].

مقدار نفوذ به عوامل زیادی نظیر اندازه، شکل‌شناسی، ماهیت و مقدار پخش‌شدگی پرکننده‌های رسانا درون چسب وابسته است که هر عامل جداگانه کیفیت اتصال پرکننده‌های رسانا را تحت تأثیر قرار می‌دهد [۱۴]. از میان این عوامل، اندازه ذرات پرکننده رسانا و نحوه توزیع آن‌ها درون ماتریس پلیمری به‌عنوان دو عامل حیاتی، آستانه تراوایی را تحت تأثیر قرار می‌دهند [۱۷-۱۵].

در پژوهش حاضر، هدف نهایی ساخت چسب کامپوزیتی رسانای الکتریکی با استفاده از رزین اپوکسی به‌عنوان ماتریس پلیمری و پودر مس پوشش‌یافته با نقره به‌عنوان پرکننده رسانا برای حصول رسانایی مطلوب و بررسی خواص مکانیکی و پایداری گرمایی آن است. شکل‌شناسی سطحی نمونه سنتز شده، با SEM بررسی شد و از آزمون‌های ICP، تجزیه گرماوزن‌سنجی، اندازه‌گیری استحکام برشی و مقاومت الکتریکی برای مشخص‌کردن خواص نمونه سنتز شده به‌کار گرفته شد. نوآوری کار حاضر، تهیه پرکننده رسانای الکتریسیته ارزان‌قیمت نسبت به نمونه‌های مشابه (نانوذرات نقره خالص، پولک نقره و اکسید گرافن اصلاح شده) است که در این پژوهش مقدار بسیار کمی از نقره فلزی روی ذرات مس پوشش‌یافته است و می‌تواند بر قیمت تمام شده و نهایی چسب کامپوزیتی حاصل اثر بسزایی داشته باشد.

تجربی

مواد

با همان سرعت به مدت ۱۰ min همزده شود. در نهایت، با استفاده از کاغذ صافی پودر حاصل از محلول جدا شد و تا زمانی که pH محلول زیر صافی به ۷ برسد با آب و اتانول شست‌وشو داده شد. در آخر پودر حاصل درون گرم‌خانه در دمای ۶۰°C خشک شد [۱۸].

مواد استفاده شده برای تهیه چسب رسانا عبارت از پودر سدیم بوروهیدرید (NaBH_4)، سدیم پتاسیم تارتارات ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$)، آمونیوم سولفات ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) و محلول آمونیوم هیدروکسید (NH_4OH) ۲۸٪ حجمی بود. مواد مزبور از شرکت Merck آلمان خریداری شدند. پودر مس خالص از شرکت Aldrich و هیدروکلریک اسید (HCl) و پودر نقره نیترات (AgNO_3) نیز از شرکت دکتر مجللی تهیه و بدون خالص‌سازی استفاده شدند. رزین اپوکسی و سخت‌کننده آمینی استفاده شده به ترتیب RL ۴۴۱ و Y ۴۴۱ بوده و از شرکت پارس کامپوزیت خریداری شدند.

دستگاه‌ها

تهیه و آماده‌سازی چسب رسانای دارای پودر مس پوشش یافته با نقره
برای تهیه و آماده‌سازی چسب رسانا، ابتدا رزین اپوکسی به مقدار معینی درون بشر ریخته شد. سپس، به مقدار ۲۰٪ حجمی اتانول درون بشر دیگری ریخته شده و پرکننده رسانا به مقدار مشخص به آن اضافه شد. از همزن مغناطیسی برای اختلاط پرکننده درون اتانول کمک گرفته شد. پس از آن، پرکننده رسانا به همراه حلال به بشر دارای رزین اپوکسی اضافه شده و دوباره با همزن مغناطیسی همزده شد تا مخلوط تقریباً یکنواختی حاصل شود. پس از این مرحله مجموعه حاصل برای خروج حلال از رزین، درون گرم‌خانه با دمای حدود ۷۰°C قرار گرفت و به مدت ۲۰ min به آن زمان داده شد تا حلال‌زدایی به‌طور کامل انجام شود. سپس، مجموعه از گرم‌خانه خارج و ۱۰٪ وزنی ماده سخت‌کننده رزین به آن اضافه شد. آنگاه دوباره با استفاده از همزن مغناطیسی خوب همزده شده و به آن فرصت داده شد تا به حالت ژله‌ای درآید. پس از این مدت زمان که بسته به مقدار پرکننده متفاوت است، نمونه چسب برای قالب‌گیری و چسباندن قطعات استفاده شد. همچنین برای پخت چسب، نمونه‌های تهیه‌شده درون گرم‌خانه در دمای ۱۴۰°C به مدت ۱ h قرار گرفتند و پس از پخت از آن خارج و در دمای محیط سرد شدند. در این مطالعه، از پودر مس پوشش‌یافته با نقره به‌عنوان پرکننده رسانا استفاده شد. برای حصول نمونه مطلوب از جهت‌های مختلف از نمونه‌های با ۴۰، ۵۰، ۶۰، ۷۰ و ۸۰٪ وزنی پرکننده رسانا استفاده شد. سپس، با اندازه‌گیری مقدار رسانایی الکتریکی، نمونه مطلوب انتخاب و آزمون‌های مکانیکی و پایداری گرمایی روی آن‌ها انجام شد.

در پژوهش حاضر، میکروسکوپ الکترونی پوششی (SEM) مدل 1430VP L ساخت شرکت Carl Zeiss آلمان، طیف‌سنج پلاسمای جفت‌شده القایی (ICP) مدل ICPE-9000 ساخت شرکت Shimadzu ژاپن، دستگاه مولتی‌متر مدل GDM-8034 ساخت شرکت الکترونیک افزار آزمای ایران، دستگاه آزمون مکانیکی Universal STM-20 ساخت شرکت سنتام ایران و گرماوزن‌سنج (TGA) مدل L81A1750 ساخت شرکت Linseis آلمان به‌کار گرفته شد.

روش‌ها

تهیه پودر مس پوشش‌یافته با نقره به‌عنوان پرکننده رسانا

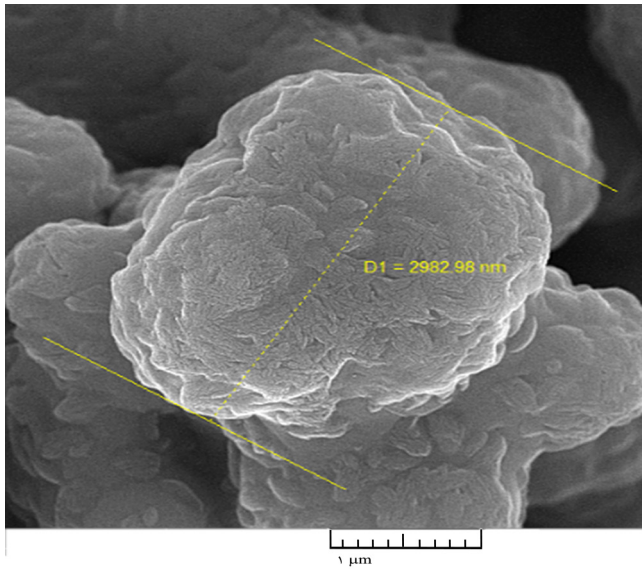
برای پوشش‌دهی ذرات مس با اندازه ذرات ۱۴ μm تا ۲۵ μm با فلز نقره از روش آبکاری بی‌الکترو استفاده شد. بدین منظور، ابتدا ۲۰ g پودر مس با هیدروکلریک اسید ۵٪ حجمی شست‌وشو داده شد تا اکسید مس موجود روی ذرات مس از روی ذرات جدا شود. سپس، پودر مس با آب مقطر شست‌وشو داده شده و با کاغذ صافی جدا شد تا به حالت خنثی برسد. پودر حاصل به ۷۰ mL محلول حاوی آمونیوم سولفات ۰/۵ M و آمونیوم هیدروکسید ۱ M اضافه شد. سپس، با همزن مغناطیسی به مدت ۲ min با سرعت ۶۰۰ rpm همزده شد. پس از گذشت زمان مزبور ۳۰ mL محلول سدیم پتاسیم تارتارات با غلظت ۴۰۰ g/L به محلول اضافه و به مدت ۵ min با همان سرعت همزده شد. پس از آن، ۶۴ mL محلول حاوی ۵/۶ g نقره نیترات و ۵/۲ mL آمونیوم هیدروکسید ۲۸٪ حجمی قطره‌قطره و با سرعت حدود ۸ mL/min به محلول اضافه شد. با افزودن محلول مزبور، ذرات مس که به رنگ آجری بودند، شروع به تغییر رنگ کرده و به رنگ خاکستری روشن درآمدند. سپس اجازه داده شد تا محلول

میکروسکوپی الکترونی پوششی

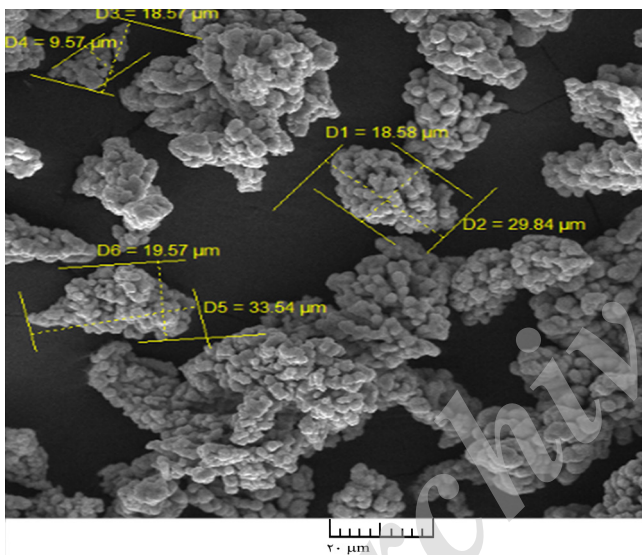
برای آگاهی از شکل‌شناسی سطح پرکننده رسانا و سطح شکست چسب رسانای تهیه شده از میکروسکوپ الکترونی پوششی (SEM) استفاده شد. تمام نمونه‌ها با بخار طلا پوشش یافتند. برای بررسی سطح شکست نمونه‌ها پیش از پوشش‌دهی، درون نیتروژن مایع شکسته شدند.

طیف‌سنجی پلاسمای جفت شده القایی

برای تشخیص مقدار وزنی نقره فلزی نشانده شده روی پودر مس، دستگاه طیف‌سنجی پلاسمای جفت شده القایی (ICP) به‌کار گرفته شد.



(الف)



(ب)

شکل ۱- تصاویر SEM سطح پودر مس پیش از پوشش‌دهی با نقره در شکل ۱ نشان داده شده است. سطح نسبتاً ناهموار و با برجستگی کم در تصویر مشاهده می‌شود. ناهمواری‌های سطح ذرات کروی احتمالاً به ذرات مس اکسید تشکیل شده روی سطح مربوط است. اندازه ذرات به‌طور میانگین کوچک‌تر از $35 \mu\text{m}$ است. شکل ۲ تصویر سطح پودر مس پوشش‌یافته با فلز نقره را نشان می‌دهد. با اضافه شدن پوشش نقره روی سطح ذرات مس، ناهمواری‌ها و برجستگی‌های روی سطح ذرات کروی شکل مس کاهش یافته است. اندازه ذرات پس از پوشش‌یافتن با نقره تغییر محسوسی نداشته و اندازه آن‌ها کمتر از $35 \mu\text{m}$ است. شکل ۳ تصاویر SEM مربوط به رزین اپوکسی پخت شده و نمونه‌های چسب رسانا را نشان می‌دهد. در شکل ۳-الف مربوط به رزین اپوکسی پخت شده مشاهده می‌شود، سطح صاف و یکنواخت است. در شکل ۳-ب مربوط به چسب رسانا با 40% وزنی از ذرات مس پوشش‌یافته با نقره، مشاهده می‌شود، ذرات درون ماتریس رزین اپوکسی پخش شده و مسیرهای رسانایی الکتریکی را تشکیل داده‌اند. در این شکل مشخص است، تراکم پخش ذرات در ماتریس کم بوده و این موضوع یکی از دلایل زیاده‌بودن مقاومت الکتریکی آن است.

شکل ۳-ج مربوط به چسب رسانا با 70% وزنی پودر مس پوشش‌یافته با نقره است. در این تصویر نیز ذرات به‌وضوح قابل مشاهده‌اند و تراکم پخش ذرات در مقایسه با نمونه پیشین بیشتر است. همچنین، مسیرهای رسانایی ایجاد شده بیشتر و مقاومت الکتریکی آن نیز کمتر است.

طیف‌سنجی پلاسمای جفت شده القایی

برای تعیین مقدار نقره پوشش‌دهنده سطح پودر مس، از طیف‌سنجی پلاسمای جفت شده القایی (ICP) استفاده شد. نتایج این آزمون نشان

اندازه‌گیری مقدار مقاومت ویژه الکتریکی

مقدار مقاومت ویژه الکتریکی نمونه‌ها، براساس استاندارد مقاومت دوقطه‌ای با دستگاه مولتی‌متر اندازه‌گیری شد.

تعیین مقدار استحکام برشی

مقدار استحکام برشی نمونه چسب تهیه شده با دستگاه Universal آزمون مکانیکی اندازه‌گیری شد. بدین منظور، نمونه‌ها برای آزمون استحکام برشی مطابق استاندارد ASTM D1002 تهیه و بررسی شدند.

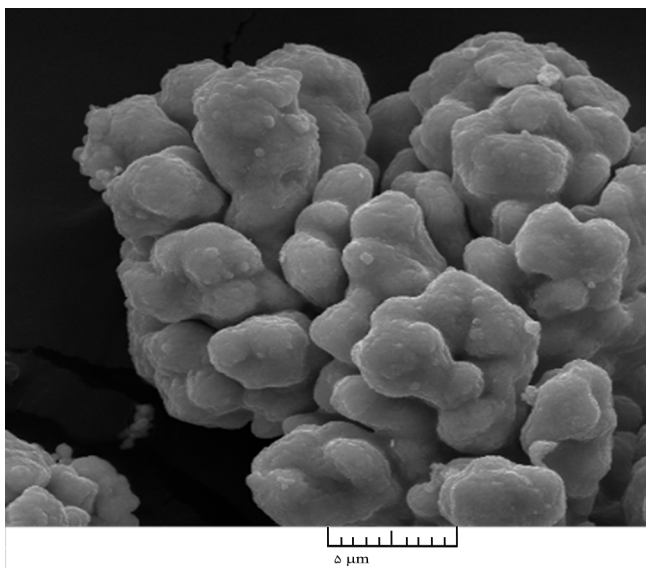
تجزیه گرماوزن‌سنجی

مقدار پایداری گرمایی نمونه‌های چسب رسانا با روش تجزیه گرماوزن‌سنجی (TGA) بررسی شد. مقدار مشخصی از نمونه درون بوته آزمون قرار گرفت و به همراه بوته مرجع داخل دستگاه قرار داده شد. سپس، دمای سامانه از 20°C تا 800°C با سرعت $10^\circ\text{C}/\text{min}$ در جو نیتروژن افزایش داده شد. با افزایش دما، ماتریس چسب تخریب می‌شود و پرکننده فلزی درون بوته باقی می‌ماند.

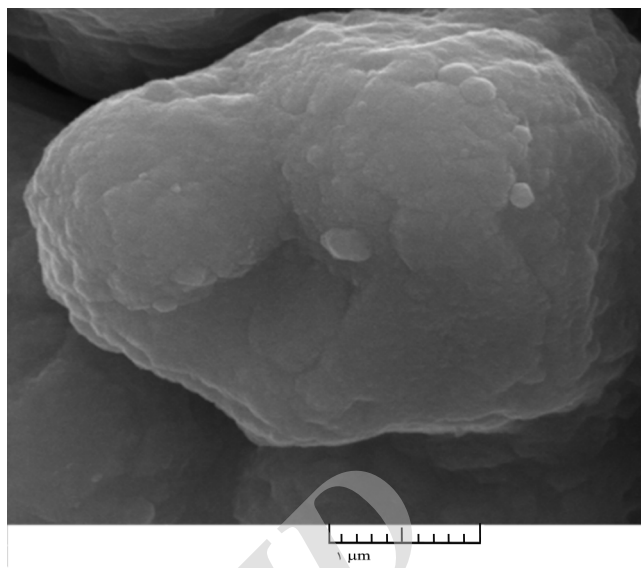
نتایج و بحث

میکروسکوپی الکترونی پوشی

تصاویر SEM سطح پودر مس پیش از پوشش‌دهی با نقره در شکل ۱ نشان داده شده است. سطح نسبتاً ناهموار و با برجستگی کم در تصویر مشاهده می‌شود. ناهمواری‌های سطح ذرات کروی احتمالاً به ذرات مس اکسید تشکیل شده روی سطح مربوط است. اندازه ذرات به‌طور میانگین کوچک‌تر از $35 \mu\text{m}$ است. شکل ۲ تصویر سطح پودر مس پوشش‌یافته با فلز نقره را نشان می‌دهد. با اضافه شدن پوشش نقره روی سطح ذرات مس، ناهمواری‌ها و برجستگی‌های روی سطح ذرات کروی شکل مس کاهش یافته است. اندازه ذرات پس از پوشش‌یافتن با نقره تغییر محسوسی نداشته و اندازه آن‌ها کمتر از $35 \mu\text{m}$ است. شکل ۳ تصاویر SEM مربوط به رزین اپوکسی پخت شده و نمونه‌های چسب رسانا را نشان می‌دهد. در شکل ۳-الف مربوط به رزین اپوکسی پخت شده مشاهده می‌شود، سطح صاف و یکنواخت است. در شکل ۳-ب مربوط به چسب رسانا با 40% وزنی از ذرات مس پوشش‌یافته با نقره، مشاهده می‌شود، ذرات درون ماتریس رزین اپوکسی پخش شده و مسیرهای رسانایی الکتریکی را تشکیل داده‌اند. در این شکل مشخص است، تراکم پخش ذرات در ماتریس کم بوده و این موضوع یکی از دلایل زیاده‌بودن مقاومت الکتریکی آن است.



(ب)



(الف)

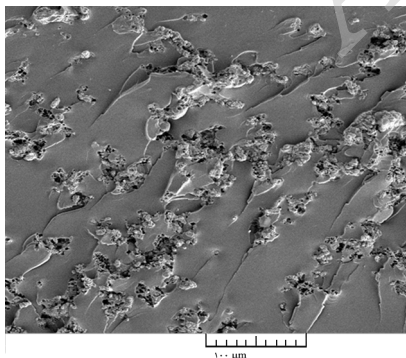
شکل ۲- تصاویر SEM سطح پودر مس پوشش یافته با نقره با بزرگ‌نمایی‌های متفاوت: (الف) ۳۰۰۰۰ برابر و (ب) ۱۰۰۰ برابر.

شد. در این مرحله، نوع پرکننده استفاده شده پودر مس پوشش یافته با نقره بود. پس از آن، آزمون اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی انجام شد. از نمونه‌های ۱ تا ۵، نمونه ۴ با ۷۰٪ وزنی پرکننده رسانا به‌عنوان مناسب‌ترین نمونه برای مطالعات خواص مکانیکی و گرمایی انتخاب شد. زیرا همان‌طور که در **شکل ۴** مشخص است، تغییرات شیب کاهش مقاومت الکتریکی تا مقدار ۷۰٪ وزنی نسبتاً تند است، ولی از این مقدار تا ۸۰٪ وزنی با افزایش ۱۰٪ وزنی پرکننده تغییر قابل توجهی مشاهده می‌شود. اما، با افزایش بیشتر درصد پرکننده خواص مکانیکی چسب بسیار کاهش می‌یابد. همچنین، با افزایش درصد پرکننده از ۷۰٪ به ۸۰٪ آماده‌سازی و به‌کارگیری چسب رسانا نیز با مشکلاتی نظیر خشک شدن سریع، عدم پخش یکنواخت پرکننده و سخت شدن فرایند قالب‌گیری مواجه می‌شود.

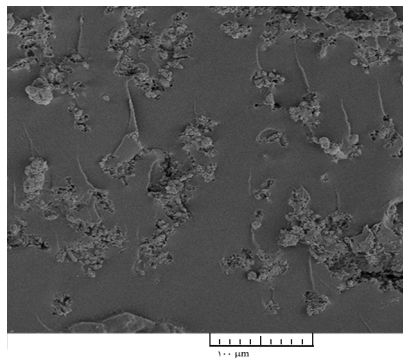
داد، طی فرایند بی‌الکتروود فلز نقره به مقدار ۱۵٪ وزنی پرکننده روی ذرات پودر مس نشسته و سطح ذرات را پوشش داده است. این مقدار در حالت نظری محاسبه شده و مقدار آن برابر با ۱۵/۱۷٪ وزنی پرکننده بود که حاکی از موفقیت فرایند بی‌الکتروود در پوشش‌دهی ذرات مس است.

اندازه‌گیری مقدار مقاومت ویژه الکتریکی

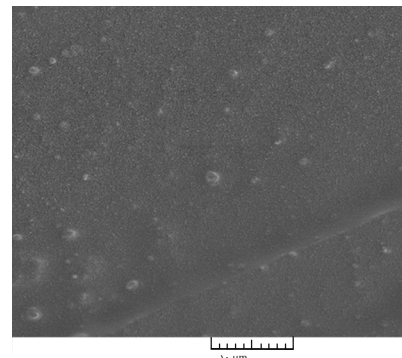
پس از ساخت نمونه‌ها با ابعاد مشخص و استاندارد، مقاومت نمونه‌ها به‌وسیله مولتی‌متر با مقاومت داخلی کم، اندازه‌گیری شد. مشخصات نمونه‌ها و مقدار مقاومت اندازه‌گیری شده آن‌ها در **جدول ۱** آمده است. مقاومت هر یک از نمونه‌ها با سه مرتبه تکرار اندازه‌گیری و مقدار میانگین آن‌ها گزارش شده است. همان‌طور که در این جدول مشاهده می‌شود، ابتدا چسب رسانا با ترکیب درصد وزنی پرکننده ۴۰٪ تا ۸۰٪ وزنی تهیه



(ج)

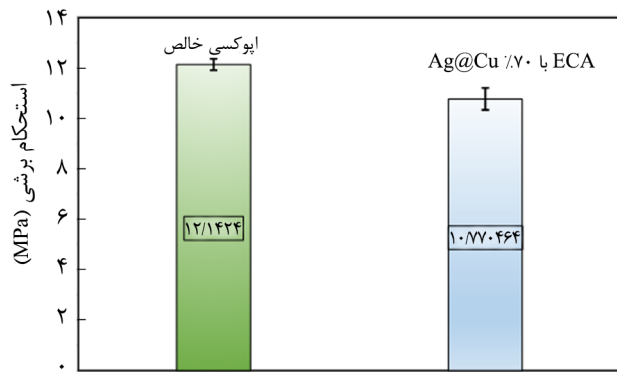


(ب)



(الف)

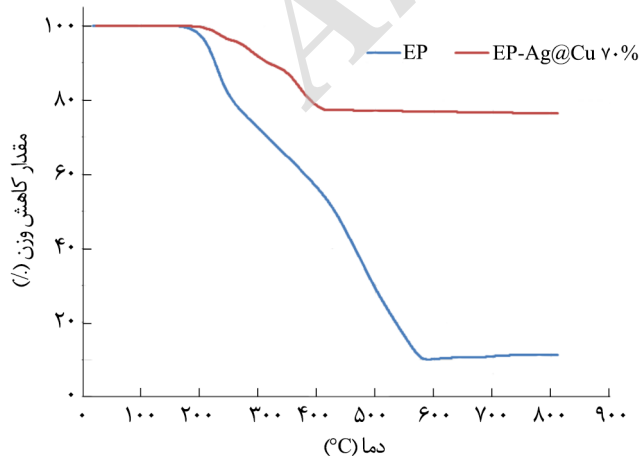
شکل ۳- تصاویر SEM: (الف) رزین اپوکسی پخت شده و چسب رسانا دارای مس پوشش یافته با نقره (ب) ۴۰٪ وزنی و (ج) ۷۰٪ وزنی.



شکل ۵- استحکام برشی نمونه‌های چسب رسانا.

تجزیه گرماوزن سنجی

تجزیه گرماوزن سنجی (TGA) چسب رسانا تا دمای 800°C در جو نیتروژن با سرعت گرمادهی ثابت $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ انجام شد. نمونه‌ها به شکل پودر آماده و سپس بررسی شدند. نمونه‌های آزمون شده شامل رزین اپوکسی پخت شده و چسب رسانا دارای ۷۰٪ وزنی پودر مس پوشش‌یافته با نقره بود. نتایج حاصل در شکل ۶ نشان داده شده است. مشاهده می‌شود، رزین اپوکسی در دمای نزدیک به 200°C شروع به تجزیه گرمایی می‌کند و شرایط برای سایر نمونه‌ها نیز به همین ترتیب است. مقدار کاهش وزن نهایی رزین اپوکسی برابر ۸۸/۷۱٪ بود و با اضافه شدن پودر مس پوشش‌یافته به مقدار ۲۳/۶۹٪ کاهش یافت که این موضوع حاکی از بهبود پایداری گرمایی نمونه است. البته این چسب همچنان شرایط مناسب برای تحمل دما را دارد. از مشخصه‌های دیگر پایداری گرمایی چسب‌ها، دمایی است که در آن ۱۰٪ وزنی از ماتریس چسب طی تجزیه گرماوزن سنجی



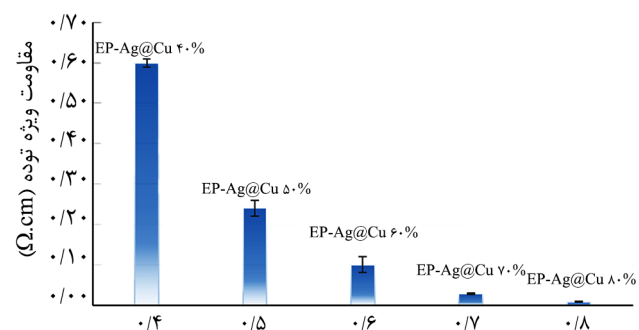
شکل ۶- دمانگاشت TGA نمونه‌های چسب رسانا.

جدول ۱ - مشخصات و مقدار مقاومت نمونه‌های رسانا.

مقاومت توده ($\Omega\cdot\text{cm}$)	مقاومت ظاهری (Ω)	مشخصات نمونه		
		مس پوشش‌یافته با نقره (%)	رزین اپوکسی (%)	ردیف
۰/۶	۱۵	۴۰	۶۰	۱
۰/۲۴	۶	۵۰	۵۰	۲
۰/۱	۲/۵	۶۰	۴۰	۳
۰/۰۲۸	۰/۷	۷۰	۳۰	۴
۰/۰۰۸	۰/۲	۸۰	۲۰	۵

آزمون مقدار استحکام برشی

استحکام برشی لایه‌ای چسب رسانا پس از آماده‌سازی نمونه‌ها با دستگاه آزمون مکانیکی اندازه‌گیری شد. نمونه‌های استفاده شده در این آزمون عبارت از رزین اپوکسی پخت شده و چسب رسانای دارای ۷۰٪ وزنی پودر مس پوشش‌یافته با نقره بود. این آزمون برای هر نمونه دو بار انجام و میانگین نتایج گزارش شد. نتایج حاصل از این آزمون در شکل ۵ نشان داده شده است. مطابق این شکل، رزین اپوکسی پخت شده به تنهایی دارای استحکام برشی برابر $12/14\text{ MPa}$ بود و افزودن پودر مس پوشش‌یافته با نقره باعث شد تا استحکام برشی نمونه تا $10/77\text{ MPa}$ کاهش یابد. با توجه به اینکه برهم‌کنش بین ماتریس چسب و پرکننده رسانا از عوامل اثرگذار بر خواص مکانیکی چسب رساناست، کاهش استحکام برشی با توجه به اضافه شدن پرکننده رسانا و تضعیف ماتریس اپوکسی به واسطه برهم‌کنش ضعیف بین پودر مس پوشش‌یافته با نقره و رزین اپوکسی اجتناب‌ناپذیر است. با افزودن پرکننده رسانا، استحکام برشی چسب کاهش می‌یابد. اما، این مقدار در مقایسه با چسب‌های رسانای تجاری برای اتصال قطعه‌های الکتریکی مقداری قابل قبول است [۱۹].



شکل ۴- مقاومت ویژه توده چسب رسانا برحسب درصد وزنی پودر مس پوشش‌یافته با نقره.

جدول ۲- مشخصات پایداری گرمایی نمونه‌ها.

مشخصات نمونه	دمای کاهش ۱۰٪ وزنی ماتریس (°C)	دمای شروع کاهش وزن چسب (°C)	دمای پایان کاهش وزن چسب (°C)
رزین اپوکسی پخت شده چسب رسانا با ۷۰٪ وزنی پودر مس پوشش یافته با نقره	۲۲۵/۷۶	۱۸۹	۵۷۲
	۲۴۰/۳۲	۲۱۰	۵۴۷

کاهش می‌یابد. این مشخصه و دمای شروع و پایان کاهش وزن برای نمونه‌های مطالعه شده در **جدول ۲** آمده است. نتایج نشان می‌دهد، با افزودن پرکننده دمای کاهش ۱۰٪ وزنی و دمای شروع کاهش وزن چسب افزایش یافته و دمای پایان کاهش وزن چسب کاهش می‌یابد. چسب رسانا با شیب تندی کاهش یافت، اما با ازدیاد به ۷۰٪ وزنی شیب آن کم می‌شود. از این رو، مقدار بهینه پرکننده رسانای الکتریسته از جنس پودر مس پوشش یافته با نقره برای ایجاد خواص الکتریکی، مکانیکی و گرمایی قابل قبول، ۷۰٪ وزنی به دست آمد که مقاومت الکتریکی ویژه آن $10^{-2} \times 2/8 \Omega \cdot \text{cm}$ است. تصاویر SEM حاکی از ایجاد مسیرهای رسانایی مناسب درون ماتریس پلیمری چسب است. استحکام برشی نمونه مزبور در مقایسه با چسب خالص تا ۱۰/۷۷ MPa کاهش یافت، ولی این مقدار هنوز برای اتصال قطعات الکتریکی قابل قبول بوده و پایداری گرمایی نمونه چسب ساخته شده نیز افزایش یافته است.

کاهش می‌یابد. این مشخصه و دمای شروع و پایان کاهش وزن برای نمونه‌های مطالعه شده در **جدول ۲** آمده است. نتایج نشان می‌دهد، با افزودن پرکننده دمای کاهش ۱۰٪ وزنی و دمای شروع کاهش وزن چسب افزایش یافته و دمای پایان کاهش وزن چسب کاهش می‌یابد.

نتیجه گیری

در این مطالعه، چسب کامپوزیتی رسانای الکتریسته برپایه رزین اپوکسی با استفاده از پرکننده‌های رسانای الکتریسته تهیه شد. مطالعات نشان داد، با افزایش مقدار پرکننده مقاومت ویژه الکتریکی

مراجع

- Dou S., Qi J., Guo X., and Yu C., Preparation and Adhesive Performance of Electrical Conductive Epoxy-Acrylate Resin Containing Silver-Plated Graphene, *J. Adhes. Sci. Technol.*, **28**, 1556-1567, 2014.
- Jagt J.C., Reliability of Electrically Conductive Adhesive Joints for Surface Mount Applications: A Summary of the State of the Art, *IEEE Transac. Compon. Pack. Manufact. Technology, Part A*, **21**, 215-225, 1998.
- Li Y. and Wong C., Recent Advances of Conductive Adhesives as a Lead-free Alternative in Electronic Packaging: Materials, Processing, Reliability and Applications, *Mater. Sci. Eng. R: Reports*, **51**, 1-35, 2006.
- Chien I.Y. and Nguyen M.N., Low Stress Polymer Die Attach Adhesive for Plastic Packages, *Proceeding of 44th Electronic Components and Technology Conference*, 580-584, 1994.
- Galloway D.P., Grosse M., Nguyen M.N., and Burkhardt A., Reliability of Novel Die Attach Adhesive for Snap Curing, *Proceeding of Electronics Manufacturing Technology Symposium, 17th IEEE/CPMT International*, 141-147, 1995.
- Gonzales J.I.J. and Mena M.G., Moisture and Thermal Degradation of Cyanate-Ester-Based Die Attach Material, *Proceeding of 47th Electronic Components and Technology Conference*, 525-535, 1997.
- Lutz M. and Cole R., High Performance Electrically Conductive Silicone Adhesives, *Microelectron. Int.*, **7**, 27-30, 1990.
- Pujol J., Prud'homme C., Quenneson M., and Cassat R., Electroconductive Adhesives: Comparison of Three Different Polymer Matrices. Epoxy, Polyimide and Silicone, *J. Adhes.*, **27**, 213-229, 1989.
- Mikrajuddin A., Shi F., Chungpaiboonpatana S., Okuyama K., Davidson C., and Adams J., Onset of Electrical Conduction in Isotropic Conductive Adhesives: A General Theory, *Mater. Sci. Semiconduct. Proc.*, **2**, 309-319, 1999.
- Lovinger A.J., Development of Electrical Conduction in Silver-Filled Epoxy Adhesives, *J. Adhes.*, **10**, 1-15, 1979.
- Zhang R., Agar J.C., and Wong C., Recent Advances on Electrically Conductive Adhesives, *Proceeding of 12th Electronics Packaging Technology Conference (EPTC)*, 696-

- 704, 2010.
12. Lump J., Li J.K., Andrews R., and Jacques D., Aspect Ratio and Loading Effects of Multiwall Carbon Nanotubes in Epoxy for Electrically Conductive Adhesives, *J. Adhes. Sci. Technol.*, **22**, 1659-1671, 2008.
 13. Tao Y., Yang Z., Lu X., Tao G., Xia Y., and Wu H., Influence of Filler Morphology on Percolation Threshold of Isotropic Conductive Adhesives (ICA), *Sci. China Technol. Sci.*, **55**, 28-33, 2012.
 14. Wu H., Wu X., Ge M., Zhang G., Wang Y., and Jiang J., Effect Analysis of Filler Sizes on Percolation Threshold of Isotropic Conductive Adhesives, *Compos. Sci. Technol.*, **67**, 1116-1120, 2007.
 15. Ma H., Qiu H., and Qi S., Electrically Conductive Adhesives Based on Acrylate Resin Filled with Silver-Plated Graphite Nanosheets and Carbon Nanotubes, *J. Adhes. Sci. Technol.*, **29**, 2233-2244, 2015.
 16. Prolongo S.G., Moriche R., Jiménez-Suárez A., Sánchez M., and Ureña A., Epoxy Adhesives Modified with Graphene for Thermal Interface Materials, *J. Adhes.*, **90**, 835-847, 2014.
 17. Liu Q., Zhou X., Fan X., Zhu C., Yao X., and Liu Z., Mechanical and Thermal Properties of Epoxy Resin Nanocomposites Reinforced with Graphene Oxide, *Polym. Plast. Technol. Eng.*, **51**, 251-256, 2012.
 18. Djokic S., Dubois M., and Lepard R.H., Process for the Production of Silver Coated Particles, *US Pat. 5945158A*, 1999.
 19. Zandiatashbar A., Picu R., and Koratkar N., Mechanical Behavior of Epoxy-Graphene Platelets Nanocomposites, *J. Eng. Mater. Technol.*, **134**, 031011-031016, 2012.

Archive of SID