

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges
Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum
12. Februar 2015 (12.02.2015)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2015/018397 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
C04B 35/645 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE2014/100284

(22) Internationales Anmeldedatum:
6. August 2014 (06.08.2014)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2013 108 437.0
6. August 2013 (06.08.2013) DE
10 2013 108 610.1
9. August 2013 (09.08.2013) DE

(71) Anmelder: **ROGERS GERMANY GMBH** [DE/DE]; Am
Stadtwald 2, 92676 Eschenbach (DE).

(72) Erfinder: **LEHMEIER, Bernd**; Lilienstraße 5, 91220
Schnaittach (DE).

(74) Anwalt: **GRAF GLÜCK KRITZENBERGER**;
Hermann-Köhl-Straße 2a, 93049 Regensburg (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,

AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW,
BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR,
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME,
MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ,
OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA,
SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM,
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM,
ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ,
TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ,
RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY,
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT,
LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE,
SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,
GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu
veröffentlichen nach Erhalt des Berichts (Regel 48 Absatz
2 Buchstabe g)

(54) Title: METAL-CERAMIC SUBSTRATE AND METHOD FOR PRODUCING A METAL-CERAMIC SUBSTRATE

(54) Bezeichnung : METALL-KERAMIK-SUBSTRAT SOWIE VERFAHREN ZUM HERSTELLEN EINES METALL-
KERAMIK-SUBSTRATES

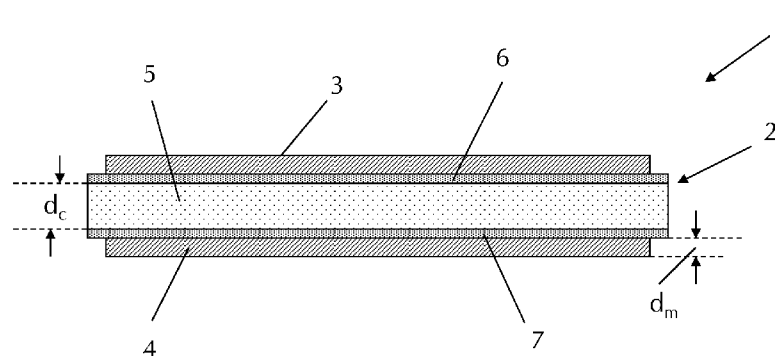


Fig. 1

(57) Abstract: The invention relates to a metal-ceramic substrate having a multilayer, plate-shaped ceramic material or substrate, which consists of an inner base layer of a silicon nitride ceramic and of at least one intermediate layer of an oxidic ceramic applied to a surface of the base layer, and having at least one metallisation which is connected to the intermediate layer by direct bonding (DCB method).

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Metall-Keramik-Substrat mit einem mehrschichtigen, plattenförmigen Keramikmaterial oder -Substrat, welches aus einer inneren Basisschicht aus einer Siliziumnitrid-Keramik und aus wenigstens einer auf eine Oberflächenseite der Basisschicht aufgetragenen Zwischenschicht aus einer oxidischen Keramik besteht, sowie mit wenigstens einer Metallisierung, die mit der Zwischenschicht durch Direktbonden (DCB-Verfahren) verbunden ist.



WO 2015/018397 A2

Metall-Keramik-Substrat sowie Verfahren zum Herstellen eines Metall-Keramik-Substrates

Die Erfindung bezieht sich auf ein Metall-Keramik-Substrat gemäß dem Oberbegriff
5 des Patentanspruches 1 oder 2 sowie auf ein Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruches 12.

Metall-Keramik-Substrate bzw. Keramiksubstrate mit Metallisierungen sind in
verschiedensten Ausführungen bekannt, insbesondere auch als Leiterplatten oder
10 Substrate für elektrische und elektronische Schaltkreise oder Module und dabei speziell für Schaltkreise oder Module mit hoher Leistung.

Bekannt ist weiterhin das sogenannte DCB-Verfahren zum direkten Verbinden von
Metallfolien oder Metallisierungen mit einem Keramikmaterial oder Keramiksubstrat
15 zum Herstellen der für Leiterbahnen, Anschlüssen usw. benötigte Metallisierung auf einem Keramiksubstrat, z.B. auf einem Aluminium-Oxid-Keramik-Substrat. Bei diesem beispielsweise in der US-PS 37 44 120 oder in der DE-PS 23 19 854 beschriebenen Verfahren sind Metallschichten oder -folien, z.B. Kupferschichten oder -folien an ihren Oberflächenseiten mit einem Überzug aus einer chemischen
20 Verbindung aus dem Metall (z.B. Kupfer) und einem reaktiven Gas (bevorzugt Sauerstoff) versehen. Dieser Überzug bildet mit einer dünnen Schicht des angrenzenden Metalls ein Eutektikum (Aufschmelzschicht) mit einer Schmelztemperatur unter der Schmelztemperatur des Metalls (z.B. Kupfers), so dass durch Auflegen der Metallschicht oder -folie auf die Keramik und durch Erhitzen
25 sämtlicher Schichten diese miteinander verbunden werden können, und zwar durch Aufschmelzen des Metalls im Wesentlichen nur im Bereich der Aufschmelzschicht bzw. Oxidschicht. Bei Verwendung von Kupfer oder eine Kupferlegierung als Metall wird dieses Verfahren auch als DCB-Bonden oder DCB-Verfahren (Direct-Copper-Bonding-Verfahren) bezeichnet.

30

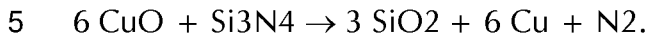
Dieses DCB-Verfahren weist dann z.B. folgende Verfahrensschritte auf:

- Oxidieren einer Kupferfolie derart, dass sich eine gleichmäßige Kupferoxidschicht ergibt;
- Auflegen des Kupferfolie auf die Keramikschicht;
- Erhitzen des Verbundes auf eine Prozesstemperatur zwischen etwa 1025°C bis 1083°C, z.B. auf ca. 1071°C;
- Abkühlen auf Raumtemperatur.

Bekannt ist weiterhin das sogenannte Aktivlot-Verfahren (DE 22 13 115; EP-A-153 618) zum Verbinden von Metallisierungen bildenden Metallschichten oder Metallfolien, insbesondere auch von Kupferschichten oder Kupferfolien mit dem jeweiligen Keramikmaterial oder Keramiksubstrat. Bei diesem Verfahren, welches speziell auch zum Herstellen von Metall-Keramik-Substraten verwendet wird, wird bei einer Temperatur zwischen ca. 800°C - 1000°C eine Verbindung zwischen einer Metallfolie, beispielsweise Kupferfolie, und einem Keramiksubstrat, beispielsweise Aluminiumnitrid-Keramik, unter Verwendung eines Hartlots hergestellt, welches zusätzlich zu einer Hauptkomponente, wie Kupfer, Silber und/oder Gold auch ein Aktivmetall enthält. Dieses Aktivmetall, welches beispielsweise wenigstens ein Element der Gruppe Hf, Ti, Zr, Nb, Ce ist, stellt durch chemische Reaktion eine Verbindung zwischen dem Lot und der Keramik her, während die Verbindung zwischen dem Lot und dem Metall eine metallische Hartlöt-Verbindung ist.

Bekannt ist weiterhin ein Metall-Keramik-Substrat mit einer inneren Schicht oder Basisschicht aus einer Siliziumnitrid-Keramik, beispielsweise aus der EP 798 781 B1, die im Vergleich zu anderen Keramiken, insbesondere auch im Vergleich zu einer Aluminiumoxid-Keramik (Al_2O_3 -Keramik) eine wesentlich höhere mechanische Festigkeit aufweist. Um das Aufbringen der Metallisierungen mit dem DCB-Verfahren zu ermöglichen, wurde vorgeschlagen, auf die Oberflächenseiten der Basisschicht aus der Siliziumnitrid-Keramik jeweils eine Zwischenschicht aus einer reinen Aluminiumoxid-Keramik aufzubringen. Diese Verfahrensweise führt jedoch nicht zu einer vollständigen, insbesondere auch nicht zu einer fehlerstellenfreien Verbindung zwischen dem Keramikmaterial und der Metallisierung. Vielmehr ergeben sich speziell auch bei Verwendung von Metallisierungen aus Kupfer zahlreiche Gaseinschlüsse zwischen der Metallisierung und dem Keramikmaterial, die durch

eine Reaktion zwischen dem Sauerstoff aus dem Kupfer- bzw. Kupferoxid-Eutektikum (Cu/Cu₂O-Eutektikum) und der Siliziumnitrid-Keramik herrühren, und zwar entsprechend der nachstehenden Formel:



Durch diese Reaktion wird einerseits die für das Bonden notwendige flüssige eutektische Cu/Cu₂-Phase verbraucht. Andererseits bilden sich durch den entstehenden gasförmigen Stickstoff (N₂) Blasen. Diese nachteilige Reaktion lässt
10 sich bei einer Zwischenschicht aus der reinen Aluminiumoxid-Keramik nicht vermeiden. Dies ist nach einer der vorliegenden Erfindung zugrunde liegenden Erkenntnis u.a. auf die sehr unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Siliziumnitrid ($3,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und von Aluminiumoxid ($8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) zurückzuführen. Diese Unterschiede im thermischen
15 Ausdehnungskoeffizient führen z.B. während des Aufbrennens oder Sinterns der Zwischenschicht aus der Aluminiumoxid-Keramik, aber auch während des Bondens der Metallisierungen (DCB-Verfahren) zu Rissen in der Zwischenschicht, so dass durch diese Risse hindurch die vorstehende Reaktion zwischen dem Cu/Cu₂O-Eutektikum und der Siliziumnitrid-Keramik erfolgen kann.

20 Bekannt ist weiterhin (EP 0 499 589) auf eine Keramikbasisschicht wenigstens eine Zwischenschicht aus reinem Siliziumoxid bzw. Siliziumdioxid (SiO₂) vorzusehen und dann mit Hilfe des DCB-Verfahrens die Metallisierung aufzubringen. Diese Verfahrensweise führt ebenfalls nicht zu einem brauchbaren Ergebnis, da die für das
25 DCB-Verfahren notwendige eutektische Schmelze mit dem SiO₂ zu flüssigen Cu₂O-SiO₂ reagiert. Eine Zwischenschicht aus Siliziumdioxid (SiO₂) ist somit für das Aufbringen der Metallisierungen mit dem DCB-Verfahren nicht brauchbar.

Bekannt sind weiterhin Metall-Keramik-Substrate mit einer inneren Basisschicht, die
30 von einer Siliziumnitrid-Keramik gebildet ist und die beidseitig mit jeweils einer Zwischenschicht einer oxidischen Keramik versehen ist, auf die dann jeweils eine Metallisierung durch DCB-Bonden aufgebracht ist (DE 10 2005 042 554 A1). Die Zwischenschichten bestehen dabei beispielsweise aus Forsterit, Cordierit, Mullit oder

Mischungen hiervon. Durch die Zwischenschichten wird u.a. auch ein Ausgleich der sehr unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der Siliziumnitrid-Keramik und des Metalls (z.B. Kupfer) der Metallisierungen erreicht. Weiterhin wird durch die Zwischenschichten während des DCB-Prozesses eine Reaktion des Sauerstoffs aus dem Kupfer- bzw. Kupferoxid-Eutektikum mit der Siliziumnitrid-Keramik und damit durch freigesetzten Stickstoff bedingte Fehlstellen in der eutektischen Verbindung zwischen der jeweiligen Metallisierung und der Zwischenschicht vermieden.

Angestrebt ist bei diesem bekannten Metall-Keramik-Substrat auch, dass der Anteil an freiem Siliziumdioxid am Übergang zwischen der Zwischenschicht und der jeweiligen Metallisierung im Wesentlichen Null ist, um eine die Qualität der eutektischen Verbindung der Metallisierung mit der Zwischenschicht und damit eine die Qualität des Metall-Keramik-Substrates insgesamt beeinträchtigende Reaktion zwischen dem freien Siliziumdioxid und dem Kupfer bzw. Kupferoxid-Eutektikum zu vermeiden. Diese Verteilung des freien Siliziums in der Zwischenschicht erfordert ein besonderes Temperatur-Zeit-Profil beim Brennen der Zwischenschicht.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Metall-Keramik-Substrat aufzuzeigen, welches insbesondere auch als Leiterplatte für elektrische Schaltkreise oder Module weiter verbesserte Eigenschaften, insbesondere hinsichtlich der Anpassung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten durch die jeweilige Zwischenschicht sowie hinsichtlich der Vermeidung von Fehlstellen durch beim DCB-Bonden freigesetzten Stickstoff aufweist.

Zur Lösung dieser Aufgabe ist ein Metall-Keramik-Substrat entsprechend den Patentansprüchen 1 oder 2 ausgebildet. Ein Verfahren zum Herstellen eines Metall-Keramik-Substrates ist Gegenstand des Patentanspruches 12.

Eine Besonderheit des erfindungsgemäßen Metall-Keramik-Substrates besteht darin, dass die jeweilige Zwischenschicht Siliziumdioxid (SiO_2) in kristalliner Form, auch Cristobalit genannt, enthält, und zwar in einer willkürlichen Verteilung. Unter Cristobalit wird damit ein kristallines Siliziumdioxid verstanden. Da das Siliziumdioxid in kristalliner Form vorliegt, besteht keine Gefahr einer Beeinträchtigung der Qualität der eutektischen Verbindung zwischen der

Zwischenschicht und der Metallisierung durch die Reaktion zwischen freiem Siliziumoxid und dem Kupfer bzw. Kupferoxid-Eutektikum, da die Reaktionsgeschwindigkeit stark herabgesetzt ist. Ein besonderes Temperatur-Zeit-Profil beim Brennen der Zwischenschicht ist daher nicht erforderlich. Ferner ist
5 dadurch ein leichteres und verbessertes Verbinden der einzelnen Phasen der Schmelze möglich. Die erfindungsgemäße willkürliche Verteilung der einzelnen Phasen in der Zwischenschicht bewirkt eine mechanische Stabilisierung der Schicht. Vorteilhaft können die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten sich gegenseitig kompensieren indem partiell keine Spannungsspitzen entstehen. Daraus resultiert
10 eine verbesserte Temperaturwechselbeständigkeit.

Unter willkürlicher Verteilung wird im erfindungsgemäßen Sinne eine statistisch homogene Verteilung ohne partielle Ansammlungen von Siliziumdioxid in kristalliner Form bzw. Cristobalit verstanden.

15 Auch bei der Erfindung wird durch die Zwischenschichten ein Ausgleich der sehr unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der Siliziumnitrid-Keramik und des Metalls (z.B. Kupfer) der Metallisierungen erreicht, so dass durch die Zwischenschichten während des DCB-Prozesses eine Reaktion des Sauerstoffs aus
20 dem Kupfer- bzw. Kupferoxid-Eutektikum mit der Siliziumnitrid-Keramik und damit Fehlstellen in der eutektischen Verbindung, die (Fehlstellen) durch freigesetzten Stickstoff bedingt sind, zwischen der jeweiligen Metallisierung und der Zwischenschicht vermieden werden.

25 Bei einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung besteht die oxidische Keramik der Zwischenschicht ausschließlich oder nahezu ausschließlich Magnesiumsilikat mit Zirkonium- und/oder Yttriumsilikat und mit einem Anteil an freiem Siliziumoxid in kristalliner Form. Magnesium und Zirkonium sowie Yttrium fördern (katalysieren) die Umwandlung von glasförmigem Siliziumoxid (keine
30 Gitterstruktur) in das Siliziumoxid in kristalliner Form (Cristobalit).

Der Ausdruck „im Wesentlichen“ bzw. „etwa“ bzw. „ca.“ bedeutet im Sinne der Erfindung Abweichungen vom jeweils exakten Wert um $\pm 10\%$, bevorzugt um $\pm$

5% und/oder Abweichungen in Form von für die Funktion unbedeutenden Änderungen.

Weiterbildungen, Vorteile und Anwendungsmöglichkeiten der Erfindung ergeben sich auch aus der nachfolgenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen und aus den Figuren. Dabei sind alle beschriebenen und/oder bildlich dargestellten Merkmale für sich oder in beliebiger Kombination grundsätzlich Gegenstand der Erfindung, unabhängig von ihrer Zusammenfassung in den Ansprüchen oder deren Rückbeziehung. Auch wird der Inhalt der Ansprüche zu einem Bestandteil der Beschreibung gemacht. Die Erfindung wird im Folgenden anhand der Figuren an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert. Es zeigen:

Figur 1 in vereinfachter Darstellung einen Schnitt durch ein Metall-Keramik-Substrat gemäß der Erfindung;

15

Figur 2 verschiedene Verfahrensschritte bei der Herstellung des Metall-Keramik-Substrats der Figur 1;

Figur 3 in schematischer Darstellung eine Methode zur Ermittlung der Adhäsions- bzw. Peelfestigkeit der auf das Keramikmaterial oder Keramiksubstrat aufgebracht, von einer Metallfolie gebildeten Metallisierung;

20

Figur 4 in vereinfachter Darstellung einen Schnitt durch ein strukturiertes Metall-Keramik-Substrat gemäß der Erfindung;

25

Figur 5 in einer Darstellung ähnlich Figur 4 ein Halbleitermodul.

Das in den Figuren mit 1 bezeichnete Metall-Keramik-Substrat besteht aus einem plattenförmigen Keramik-Material oder Keramik-Substrat 2, welches an beiden Oberflächenseiten mit Hilfe des DCB-Verfahrens mit jeweils einer von einer Metallfolie 3.1 bzw. 4.1, d.h. einer dargestellten Ausführungsform von einer Kupferfolie gebildeten Metallisierung 3 bzw. 4 mit einer Dicke d_m versehen ist. Das Keramiksubstrat 2 ist seinerseits mehrschichtig ausgeführt, und zwar bestehend aus

30

einer inneren Keramik- oder Basisschicht 5 aus Siliziumnitrid (Si_3N_4), die an beiden Oberflächenseiten jeweils mit einer Zwischenschicht 6 und 7 aus einer oxidischen Keramik versehen ist. Die Zwischenschichten 6 und 7 ermöglichen ein Aufbringen der Metallisierungen 3 und 4 mit Hilfe des DCB-Verfahrens, und zwar ohne die
5 Ausbildung von Störstellen und mit hoher Adhäsions- oder Peelfestigkeit des die Metallisierungen 3 und 4 bildenden Kupfers an dem Keramikmaterial 2.

Die Basisschicht 5 aus Siliziumnitrid besitzt eine Dicke d_c und enthält beispielsweise zusätzlich zu Siliziumnitrid u.a. auch Sinterhilfsmittel in Form zumindest eines Oxids
10 von Ho, Er, Yb, Y, Mg, Ca, La, Sc, Pt, Ce, Nd, Dy, Sm und/oder Gd, z.B. in einem Anteil von 1,0 bis 8,0 Gewichtsprozent sowie auch Ti, Fe, Cr als Verunreinigungen, z.B. in einem Anteil von 0,1 bis 1,0 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf die Gesamtmasse der die Basisschicht 5 bildenden Keramik.

15 Bei der dargestellten Ausführungsform besitzen die beiden Metallisierungen 3 und 4 beispielsweise dieselbe Dicke d_m , die maximal das Vierfache der Dicke d_c der Basisschicht 5 oder der Gesamtdicke des Keramikmaterials 2 betragen kann. Üblicherweise liegt die Dicke d_m der Metallisierungen 3 und 4 im Bereich zwischen 0,01 mm – 1,0 mm. Die Dicke d_c liegt beispielsweise im Bereich zwischen 0,1 mm
20 und 2,0 mm.

Die beiden Zwischenschichten 6 und 7 sind in der Figur mit einer stark vergrößerten Dicke wiedergegeben, die die Darstellung dieser Schichten ermöglicht. Die Dicke dieser Zwischenschichten liegt tatsächlich im Bereich zwischen 0,5 μm und 15 μm ,
25 bevorzugt im Bereich zwischen 2,0 μm und 4,0 μm .

Eine Besonderheit des Metall-Keramik-Substrates 1 besteht darin, dass die Zwischenschichten 6 und 7 Siliziumdioxid (SiO_2) in kristalliner Form über ihre gesamte Schichtdicke willkürlich verteilt enthalten, bevorzugt auch Anteile an
30 Zirkonoxid (ZrO_2) und Spuren von Aluminiumsilikat (Al_2SiO_4). Siliziumdioxid (SiO_2) in kristalliner Form wird auch mit dem Begriff Cristobalite bezeichnet. Unter willkürlicher Verteilung wird im erfindungsgemäßen Sinne eine statistisch homogene Verteilung ohne partielle Ansammlungen von Siliziumdioxid in kristalliner Form

bzw. Cristobalit verstanden. Der durchschnittliche Korngrößendurchmesser des Siliziumdioxids (SiO_2) in kristalliner Form liegt unter $2\ \mu\text{m}$, vorzugsweise zwischen $0,5$ und $1,5\ \mu\text{m}$. Es ist ferner eine matrixartige Verteilung vorgesehen. Durch das Siliziumdioxid (SiO_2) in kristalliner Form die bestehenden Lücken zwischen anderen

5 Phasen in der Schmelze geschlossen werden und dadurch eine Diffusionssperre für Sauerstoff bewirkt wird.

Im Detail bestehen die oxidischen Zwischenschichten 6 und 7 ausschließlich oder im Wesentlichen ausschließlich aus Magnesiumsilikat (MgSiO_3 , $\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$) mit

10 Zirkoniumsilikat (ZrSiO_4) und/oder Yttriumsilikat ($\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$), Rest Siliziumdioxid (SiO_2) in kristalliner Form, Zirkoniumoxid (ZrO_2) sowie eventuell Spuren von Aluminiumsilikat (Al_2SiO_4).

Bei einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Metall-Keramik-

15 Substrates weisen die Zwischenschichten 6 und 7 dann folgende Zusammensetzung auf:

40 Gewichtsprozent	Magnesiumsilikat (MgSiO_3 / $\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$)
10 Gewichtsprozent	Gewichtsprozent Zirkoniumsilikat (ZrSiO_4) und/oder
20	Yttriumsilikat ($\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$)
Rest:	SiO_2 in kristalliner Form + ZrO_2 + Spuren von Al_2SiO_4 ,

jeweils bezogen auf die Gesamtmasse der jeweiligen Zwischenschicht 6 bzw. 7.

25 Die Herstellung des Keramikmaterials 2 bestehend aus der Basisschicht 5 und den Zwischenschichten 6 und 7 erfolgt beispielsweise, wie folgt:

Auf die Basisschicht 5 (Figur 2, Position a) wird eine Ausgangslösung oder Ausgangsdispersion aufgebracht, die zumindest Zr, Mg, Y, Al, Kristallbildner, Ca, Si, Ca enthält. Das Aufbringen erfolgt z.B. durch Sprühen, Tauchen oder in einem Sol-

30 Gel-Prozess. Im Anschluss daran erfolgt ein Einbrennen und Dichtsintern der Zwischenschichten 6 und 7 in einer oxidischen Atmosphäre, und zwar bei einer Temperatur und mit einer Prozessdauer, die deutlich über der Prozesstemperatur und Prozessdauer des DCB-Verfahrens liegen, d.h. bei einer Temperatur im Bereich

zwischen 1100°C und 1400°C und mit einer Brenn- oder Prozessdauer beispielsweise von mehreren Stunden, z.B. von etwa ein bis sechs Stunden. Der bei diesem Einbrennen und Dichtsintern aus dem Siliziumnitrid der Basisschicht 5 freigesetzte Stickstoff kann über freie Gitterplätze in der jeweils entstehenden

- 5 Zwischenschicht 6 bzw. 7 nach außen entweichen, so dass dichte Zwischenschichten 6 und 7 ohne Fehlstellen erreicht werden. Nach dem Einbrennen und Dichtsintern ist das Keramikmaterial 2 erhalten (Figur 2, Position b).

- Die Komponenten der Zwischenschichten 6 und 7 stammen somit teilweise aus der auf die Basisschicht 5 aufgetragenen Ausgangslösung oder Ausgangsdispersion, teilweise aber auch aus der Basisschicht 5 selbst. Bei einer bevorzugten Ausführungsform enthält die Basisschicht 5 auch Magnesium und/oder Yttrium, sodass die Magnesiumsilikate (MgSiO_3 , $\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$) und/oder Yttriumsilikate ($\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$) der Zwischenschichten 6 und 7 zumindest zum Teil aus dem Magnesium oder Yttrium der Basisschicht 5 gebildet werden.
- 10
15

- Nach dem Erzeugen der Zwischenschichten 6 und 7 werden mit Hilfe des DCB-Verfahrens die Metallisierungen 3 und 4 aufgebracht, und zwar durch Auflegen von voroxidierten Kupferfolien 3.1 und 4.1 (Position c der Figur 2) und durch anschließendes Erhitzen der von dem Keramikmaterial 2 und den Kupferfolien 3.1 und 4.1 gebildeten Anordnung auf die DCB-Bond- oder Prozesstemperatur zwischen etwa 1025°C bis 1083°C, beispielsweise 1071°C über eine Zeitdauer kürzer 20 Minuten. (Position d der Figur 2).
- 20

- 25 Nach dem DCB-Bonden der Metallisierungen 3 und 4 erfolgt bevorzugt noch eine Nachbehandlung des hergestellten Metall-Keramik-Substrates 1 in einem Druck-Verfahren zur weiteren Reduzierung von Fehlstellen (Poren oder Lunkern) in der Verbindungsschicht, z.B. in der eutektischen Verbindungsschicht zwischen den Metallisierungen 3 und 4 und der jeweiligen Zwischenschicht 6 bzw. 7. Das Metall-Keramik-Substrat 1 wird hierbei in einer Schutzgasatmosphäre (z.B. Argon) bei einer Temperatur zwischen 500°C und 1000°C mit einem solchen Druck beaufschlagt, dass sich eine Volumenreduzierung von 5% bis 20% der eutektischen Verbindungsschicht ergibt, beispielsweise mit einem Druck bis zu 1000 bar. Mit der
- 30

Druckbehandlung werden nicht nur Fehlstellen in der Verbindungsschicht reduziert, sondern bei der Druckbehandlung wird auch Material der Metallisierungen 3 und 4 durch bleibende Verformung in Vertiefungen oder offene Poren der Verbindungsschicht hineingedrückt, wodurch die Haftfestigkeit der Metallisierungen 3 und 4 zusätzlich verbessert wird.

Es hat sich gezeigt, dass die Zwischenschichten 6 und 7 in der beschriebenen Zusammensetzung in vorteilhafter Weise einen Ausgleich der sehr unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Metalls bzw. Kupfers der Metallisierungen 3 und 4 und des Siliziumnitrids der Basisschicht 5 bewirken, so dass sich beim DCB Prozess keine thermisch bedingten Risse in den Zwischenschichten 6 und 7 ergeben, die die Dichtheit dieser Schichten beeinträchtigen könnten. Die Zwischenschichten 6 und 7 verhindern somit wirksam, dass während des DCB-Prozesses Sauerstoff aus dem Kupfer- bzw. Kupferoxid-Eutektikum (Cu/Cu₂O-Eutektikum) an die Basisschicht 5 gelangen und dort mit dem Siliziumnitrid unter Freisetzung von Stickstoff reagieren kann, was zu einer Blasenbildung bzw. zur Bildung von Fehlstellen in der Verbindung zwischen den Metallisierungen 3 und 4 und dem Keramikmaterial führen würde. Diese Sperrwirkung der Zwischenschichten 6 und 7 gegenüber Sauerstoff während des DCB-Prozesses wird insbesondere auch dadurch unterstützt, dass die Prozesstemperatur und die Prozessdauer des DCB-Prozesses wesentlich kleiner sind als die Prozesstemperatur und die Prozessdauer beim Brennen bzw. Dichtintern der Zwischenschichten 6 und 7.

Die Basisschicht 5 weist an ihrer mit der jeweiligen Zwischenschicht 6 bzw. 7 zu versehenen Oberfläche eine mittlere Oberflächenrauheit Ra nach DIN 4760 auf, die im Bereich zwischen 0,2 Ra und 0,7 Ra liegt, beispielsweise 0,4 Ra beträgt. Erst bei einer ausreichenden Oberflächenrauheit, lässt sich für die Zwischenschichten 6 und 7 und die mit diesen verbundenen Metallisierungen 3 und 4 eine ausreichend hohe Adhäsion- bzw. Peelfestigkeit erreichen, beispielsweise eine Peelfestigkeit größer als 40 N/cm. Diese Peelfestigkeit wird mit der in der Figur 3 dargestellten Methode gemessen. Ein Prüfling 1.1, der von seinem Aufbau her dem Metall-Keramik-Substrat entspricht, allerdings nur mit der Metallisierung 3 und der Zwischenschicht 6

versehen ist, wird in der vorbeschriebenen Weise hergestellt. Die Metallisierung 3 ist dabei als Streifen mit einer Breite von 1 cm und einer Dicke mit 0,3 mm gefertigt. An einem nach oben wegstehenden Ende der streifenförmigen Metallisierung 3 wird bei eingespanntem Prüfling 1.1 eine Kraft ausgeübt, und zwar mit einer solchen Größe, dass die streifenförmige Metallisierung 3 mit einer Geschwindigkeit von 0,5 cm/min von dem Keramikmaterial 2 abgezogen wird. Die hierfür benötigte Kraft F bestimmt dann die Adhäsions- oder Peelfestigkeit.

Die Figur 4 zeigt das Metall-Keramik-Substrat 1 mit strukturierter Metallisierung 3 zur Ausbildung strukturierter Metallbereiche 3s z.B. in Form von Leiterbahnen, Kontakt- und/oder Befestigungsflächen. Die Strukturierung ist mit den üblichen Techniken erfolgt.

Die Figur 5 zeigt das Metall-Keramik-Substrat 1 mit strukturierter Metallisierung 3, mit den strukturierten Metallbereichen 3s und mit elektrischen oder elektronischen Bauelementen 8 auf der strukturierten Metallisierung 3.

Die Erfindung wurde voranstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert. Es versteht sich, dass Änderungen sowie Abwandlungen möglich sind, ohne dass dadurch der der Erfindung zugrunde liegende Erfindungsgedanke verlassen wird.

Bezugszeichenliste

	1	Metall-Keramik-Substrat
5	1.1	Prüfling
	2	Keramikmaterial
	3, 4	Metallisierung
	3s	Metallbereich der strukturierten Metallisierung 3
	3.1, 4.1	Metallfolie
10	5	Basisschicht
	6, 7	Zwischenschicht
	8	Bauelement
	F	Kraft
	d_c	Dicke der Basisschicht 5
15	d_m	Dicke der Metallisierungen

Patentansprüche

1. Metall-Keramik-Substrat mit einem mehrschichtigen, plattenförmigen
5 Keramikmaterial oder -substrat (2), welches aus einer inneren Basisschicht (5) aus einer Siliziumnitrid-Keramik und aus wenigstens einer auf eine Oberflächenseite der Basisschicht (5) aufgetragenen Zwischenschicht (6, 7) aus einer oxidischen Keramik besteht, sowie mit wenigstens einer Metallisierung (3, 4), die mit der Zwischenschicht (6, 7) durch Direktbonden (DCB-Verfahren) verbunden ist,
10 **dadurch gekennzeichnet,**
dass die wenigstens eine Zwischenschicht (6, 7) aus der oxidischen Keramik Siliziumdioxid (SiO_2) in kristalliner Form in einer willkürlichen Verteilung enthält.
- 15 2. Metall-Keramik-Substrat mit einem mehrschichtigen, plattenförmigen Keramikmaterial oder -substrat (2), welches aus einer inneren Basisschicht (5) aus einer Siliziumnitrid-Keramik und aus wenigstens einer auf eine Oberflächenseite der Basisschicht (5) aufgetragenen Zwischenschicht (6, 7) aus einer oxidischen Keramik besteht, sowie mit wenigstens einer Metallisierung (3, 4), die mit der
20 Zwischenschicht (6, 7) durch Direktbonden (DCB-Verfahren) verbunden ist, **dadurch gekennzeichnet,**
dass die wenigstens eine Zwischenschicht (6, 7) aus Magnesium-Silikat ($\text{MgSiO}_3/\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$) mit Zirkoniumsilikat (ZrSiO_4) und/oder Yttriumsilikat ($\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_3$), Rest Siliziumdioxid (SiO_2) in kristalliner Form und Zirkoniumoxid
25 (ZrO_2) besteht.
3. Metall-Keramik-Substrat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die wenigstens eine Zwischenschicht (6, 7) zusätzlich aus Magnesium-Silikat ($\text{MgSiO}_3/\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$) mit Zirkoniumsilikat (ZrSiO_4) und/oder Yttriumsilikat
30 ($\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_3$) besteht.

4. Metall-Keramik-Substrat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die wenigstens eine Zwischenschicht (6, 7) ausschließlich oder im Wesentlichen ausschließlich, d.h. bis zu mindestens 40 Gewichtsprozent aus Magnesium-Silikat ($\text{MgSiO}_3/\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$) mit Zirkoniumsilikat (ZrSiO_4)
5 und/oder Yttriumsilikat ($\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_3$), Rest Siliziumdioxid (SiO_2) in kristalliner Form und Zirkoniumoxid (ZrO_2) besteht.
5. Metall-Keramik-Substrat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die wenigstens eine Zwischenschicht (6, 7) Spuren von
10 Aluminiumsilikat (Al_2SiO_4) enthält.
6. Metall-Keramik-Substrat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die wenigstens eine Zwischenschicht folgende Zusammensetzung aufweist:
- | | |
|--------------------|--|
| 40 Gewichtsprozent | Magnesiumsilikat |
| 10 Gewichtsprozent | Zirkoniumsilikat und/oder Yttriumsilikat |
| 50 Gewichtsprozent | Siliziumdioxid in kristalliner Form, Zirkonoxid und
Spuren von Aluminiumsilikat und eventuell weiteren
Komponenten |
- 15 jeweils bezogen auf die Gesamtmasse der Zwischenschicht.
7. Metall-Keramik-Substrat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die wenigstens eine Zwischenschicht eine Dicke im Bereich zwischen 0,5 und 15 μm , bevorzugt im Bereich zwischen 2 und 4 μm
20 aufweist.
8. Metall-Keramik-Substrat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Basisschicht (5) am Übergang zu der wenigstens einen Zwischenschicht (6, 7) eine mittlere Oberflächenrauheit im Bereich zwischen 0,2
25 Ra und 0,7 Ra, vorzugsweise eine mittlere Oberflächenrauheit von 0,4 Ra aufweist.

9. Metall-Keramik-Substrat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Basisschicht (5) an ihren beiden, einander gegenüberliegenden Oberflächenseiten mit der Zwischenschicht (6, 7) versehen ist, und dass auf jede Zwischenschicht jeweils wenigstens eine Metallisierung durch DCB-Bonden aufgebracht ist.
10. Metall-Keramik-Substrat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die wenigstens eine Metallisierung (3, 4) die freiliegende Außenfläche des Metall-Keramik-Substrates bildet.
11. Metall-Keramik-Substrat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens eine Metallisierung (3, 4) strukturiert und beispielsweise mit wenigstens einem Bauelement (8) versehen ist.
12. Verfahren zum Herstellen eines Metall-Keramik-Substrats (1) nach einem der Ansprüche 2 - 11, dadurch gekennzeichnet, dass die wenigstens eine Zwischenschicht (6, 7) aus der oxidischen Keramik in einem Brenn- und/oder Sinterprozess bei einer Prozesstemperatur und/oder Prozessdauer größer als die Prozesstemperatur und/oder Prozessdauer des DCB-Prozesses erzeugt wird.
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die wenigstens eine Zwischenschicht (6, 7) durch Aufbringen einer Magnesium und/oder Zirkonium und/oder Silizium enthaltenden Lösung oder Dispersion erzeugt wird, z.B. durch Sprühen, Tauchen oder in einem Sol-Gel-Prozess.
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Magnesium-Silikat der wenigstens einen Zwischenschicht (6, 7) zumindest teilweise aus dem in der Basisschicht (5) enthaltenden Magnesium während des Brennens und/oder Sinterns der Zwischenschicht (6, 7) in einer sauerstoffhaltigen Atmosphäre erzeugt wird.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Basisschicht (5) an ihrer mit der wenigstens einen Zwischenschicht (6, 7) zu versehenen Oberflächenseite mit einer mittleren Oberflächenrauheit im Bereich zwischen 0,2 Ra und 0,7 Ra versehen wird.

5

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Basisschicht (5) an ihren beiden Oberflächenseite mit jeweils einer Zwischenschicht (6, 7) versehen und auf jede Zwischenschicht wenigstens eine Metallisierung (3, 4) durch DCB-Bonden aufgebracht wird.

10

17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens eine Metallisierung (3, 4) strukturiert wird.

18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem Aufbringen der Metallisierungen (3, 4) eine Nach- oder Druckbehandlung des hergestellten Metall-Keramik-Substrates (1) in einer Schutzgasatmosphäre (z.B. Argon) bei einer Temperatur zwischen 500°C und 1000°C erfolgt, bevorzugt mit einem solchen Druck, dass sich eine Volumenreduzierung der Verbindungsschicht zwischen den Metallisierungen (3, 4) und dem Keramikmaterial oder -substrat (2) von 5% bis 20% ergibt, beispielsweise mit einem Druck bis zu 1000 bar.

15

20

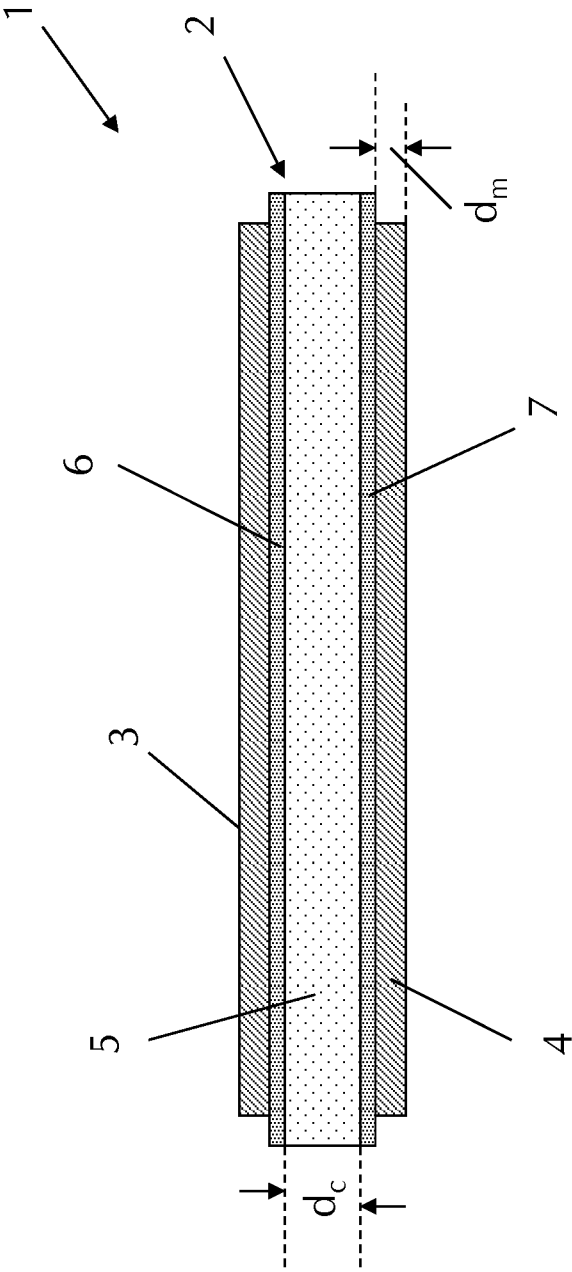


Fig. 1

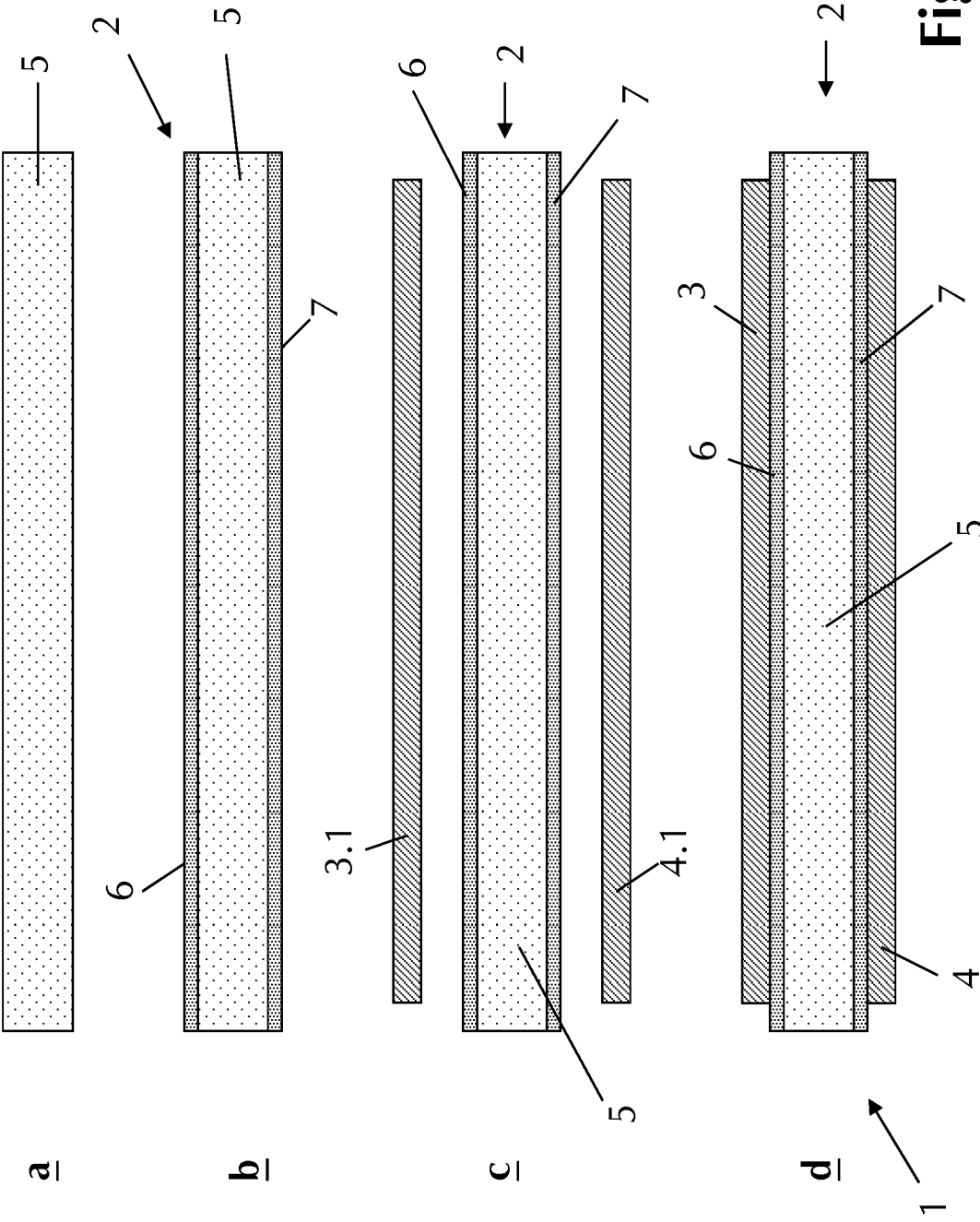


Fig. 2

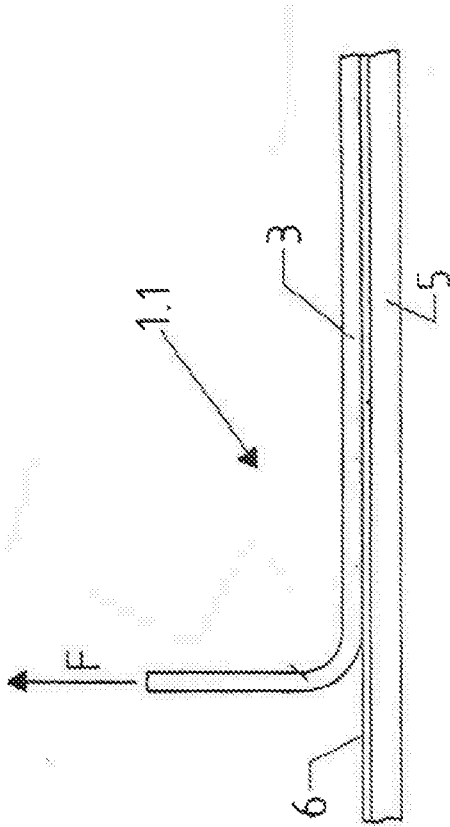


Fig. 3

4/5

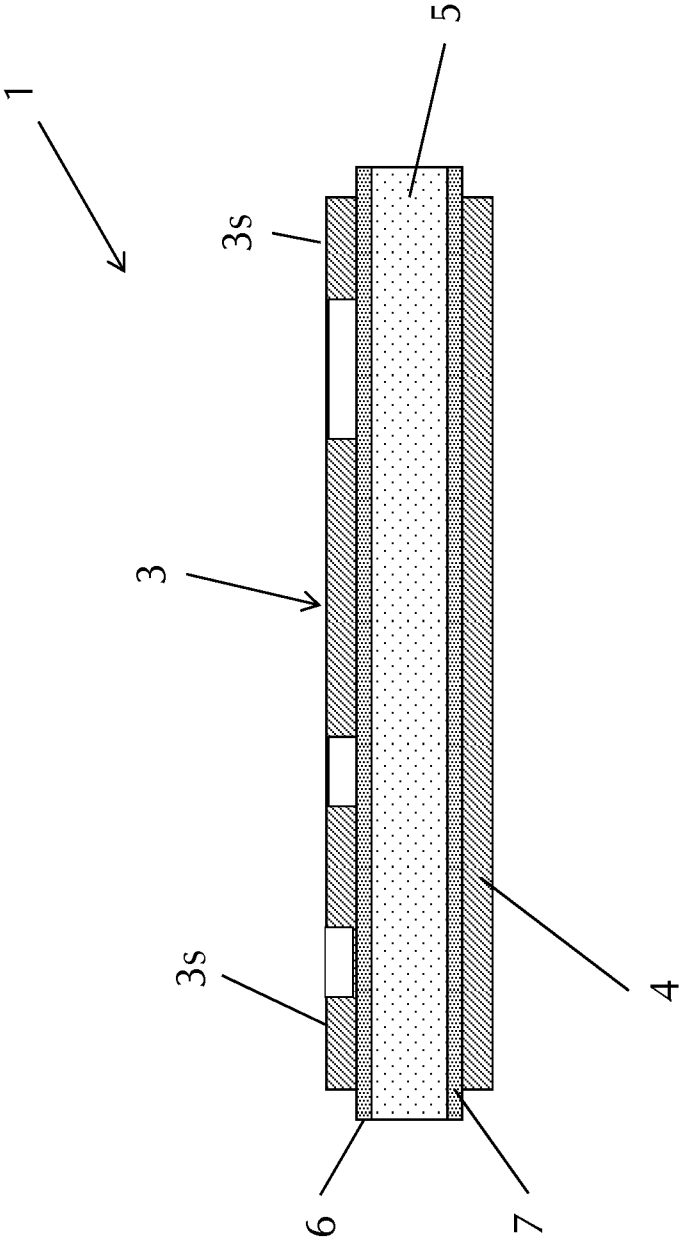


Fig. 4

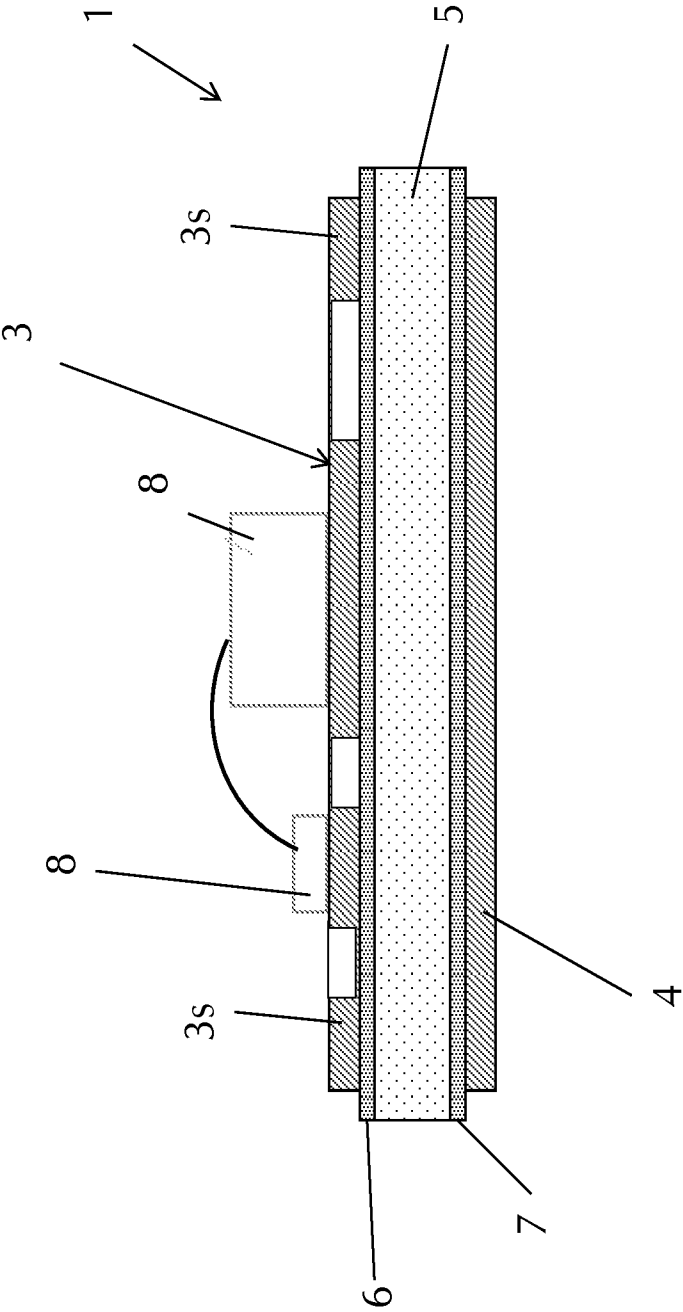


Fig. 5