



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 286 930 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 21 C 1/00

DEUTSCHES PATENTAMT

(21) DD B 21 C / 224 507 0

(22) 13. 10. 80

(45) 14. 02. 91

(71) siehe (73)

(72) Herrmann, Sigrid, Dr. Dipl.-Chem.; Bolick, Hannes, Dipl.-Ing.; Schwarz, Michael, Dipl.-Ing.; Röhnisch, Manfred, Dipl.-Ing.; Schräpler, Lutz, Dipl.-Ing.; Schietelbein, Harry; Schubert, Frank; Daut, Hans-Heiner, Dr. Dipl.-Ing.; Schwarz, Klaus, Dr. Dipl.-Met.; Edelmann, Klaus, Dr. Dipl.-Ing.; Bennemann, Martin, DE

(73) Mansfeld-Engineering GmbH, Markt 57, O - 4250 Lutherstadt Eisleben, DE

(74) siehe (73)

(54) Verfahren zur Herstellung von Mikrodraht

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von hochreinem Mikrodraht für die Halbleiterindustrie. Ziel und Aufgabe der Erfindung bestehen darin, Mikrodrähte mit hoher Oberflächengüte und hoher Kreissymmetrie bei erhöhter Ziehfähigkeit herzustellen, wobei nach hohen Umformgraden auftretende Spannungsinhomogenitäten im Drahtinneren zu vermeiden und eine Erhöhung des Streckgrenzenverhältnisses, der Streckgrenze sowie der Bruchdehnung ohne Überschreitung einer Dotierungsgrenze der Begleitelemente von 100 ppm Ma.-% zu erreichen sind. Dies wird erreicht, indem während des Kaltziehens eine Verbundverformung erfolgt, wobei der logarithmische Kaltverformungsgrad ϕ_1 3,85 nicht übersteigen darf und eine Ziehsteinabstufung $\leq 25\%$ anzuwenden ist. Die Verbundverformung ist bei einem Mantel-/Kerndrahtdurchmesser Verhältnis von $\geq 2:1$ mit einer Ziehsteinabstufung $\leq 20\%$ durchzuführen. Der minimale Umformgrad ϕ_2 im Verbund, bezogen auf den Kerndraht, beträgt $\geq 3,98$. Der freigelegte Kerndraht wird stufenweise von einem Umformgrad $\phi_3 \leq 4,61$ bis zu einem Umformgrad $\phi_3 = 6,00$ bei Ziehsteinabstufungen von $\leq 15\%$ bis $\leq 8\%$ durch Kaltziehen auf Endabmessung von 0,03 mm weiterverformt und nachfolgend einer Durchlaufglühung mit einer Durchlaufgeschwindigkeit von ≤ 4 m/s bei 200 bis 750 °C unterzogen.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung von Mikrodraht durch einen stufenweise ablaufenden Ziehprozeß in Verbindung mit einer Verbundverformung und einem abschließenden Glühvorgang, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Rohling zunächst bis zu einem Umformgrad $\varphi_1 \leq 3,85$ mit einer Ziehsteinabstufung $\leq 25\%$ gezogen, anschließend eine Verbundverformung bei einem Durchmesser Verhältnis Mantel/Kerndraht $\geq 2:1$, einen Umformgrad $\varphi_2 \geq 3,98$, bezogen auf den Kerndraht, und einer Ziehsteinabstufung $\leq 20\%$ durchgeführt wird und nach Entfernung des Mantels der Kerndraht in drei Stufen
Umformgrad φ_3 bis 4,61 mit Ziehsteinabstufung $\leq 15\%$
Umformgrad φ_3 von 4,61 bis 5,23 mit Ziehsteinabstufung $\leq 10\%$
Umformgrad φ_3 von 5,23 bis 6,00 mit Ziehsteinabstufung $\leq 8\%$
auf die Endabmessung gezogen sowie anschließend im Durchlauf mit einer Geschwindigkeit $\leq 4 \text{ m/s}$ bei 200°C bis 750°C gegläht wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß für die Verbundverformung ein metallischer Mantel aus Elektrolyt-Kupfer oder Elektrolyt-Silber auf den Kerndraht aufgezogen wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Mikrodraht aus Metallen, vorzugsweise im Durchmesserbereich zwischen 0,05 bis 0,02 mm, für elektrische Leiter der Elektrotechnik und Elektronik sowie für die Herstellung von Mikrothermoelementen, Widerständen, Mikroelektroden und Bonddrähten.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Herstellung von Mikrodrähten bis zu einem Durchmesser von 0,001 mm sind bereits verschiedene Verfahren bekannt. Die gebräuchlichste Methode ist das stufenweise Kaltziehen von Drähten durch immer engere Hartmetall- bzw. Diamantziehsteine im Einzel- oder Mehrfachzug (A. Geleji „Die Berechnung der Kräfte und des Arbeitsbedarfs bei der Formgebung im bildsamen Zustand der Metalle“ – 2. verbesserte Auflage 1955, Akademie Verlag Budapest).

Die Herstellung von Mikrodrähten nach dem o. g. Ziehverfahren setzt einen hohen Aufwand an Ausrüstungen, Werkzeugen und produktiver Arbeitszeit voraus. Die Verwendung von Ziehdiamanten besonders hoher Güte in geringen Abstufungen und daher großen Stückzahlen, die nur möglichen geringen Ziehgeschwindigkeiten unter 1 m/s, die notwendige Einzelbearbeitung jeder Ziehstufe und die mit abnehmendem Drahtdurchmesser auftretenden häufigen Drahtrisse und geringen Ziehlangen von nur wenigen hundert Metern führen insgesamt zu einer wesentlichen Verteuerung dieser Fertigungsweise und begrenzen somit die Produktionskapazitäten. Die Ursache häufig auftretender Drahtrisse liegt darin begründet, daß bekanntermaßen beim Kaltziehen dem Material in radialer Richtung eine unterschiedliche Spannung aufgezwungen wird, deren Betrag vom Verformungsgrad, dem Ziehwinkel, dem Reibungswert und vom Oberflächenabstand abhängig ist. Bekannt ist auch, daß bei kubisch-flächenzentrierten Metallen nach Kaltziehen eine doppelte Fasertextur der Art $\langle 100 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ auftritt und die Mengenanteile der beiden Texturen sowohl in axialer als auch in radialer Richtung stark schwanken, ebenso die Texturschärfe.

Infolge des inhomogenen Spannungs- und Texturzustandes treten bei hohen Umformgraden sehr hohe lokale Spannungsspitzen in Mikrobereichen auf, die weit über den angelegten äußeren Ziehspannungen liegen. Dadurch wird das Material in diesen Mikrobereichen überbeansprucht und führt zu genannten unerwünschten Drahtissen.

Mit abnehmender spezifischer Festigkeit einerseits und verkleinertem Durchmesser der Drähte andererseits müssen somit technische Möglichkeiten, wie sie beim Ziehen von stärkeren Drähten oder solchen mit höheren spezifischen Festigkeitseigenschaften eingeführt sind, ausgelassen werden, da die abnehmenden absoluten Reißlasten der Drähte die Anwendung hoher Verformungsgrade oder mehrfacher Verformungsstufen in einem Arbeitsgang nicht mehr gestatten.

Zur Überwindung dieser Schwierigkeiten wurde das Wollastone-Verfahren entwickelt und durch die im DRP 286717 und in der US-PS 3505039 dargestellten Lösungen weiter verbessert.

Nach diesen Lösungen wird der umzuformende Draht mit einer um ein Vielfaches stärkeren konzentrischen Ummantelung aus Silber umgeben und im Verbund bis auf Enddurchmesser verformt und anschließend die Silberummantelung mechanisch oder chemisch mit Salpetersäure entfernt.

Bei Anwendung dieser Verfahren wird der Ziehaufwand wieder auf das für stärkere Drähte praktizierte Maß reduziert, d. h. es können Vielfachziehmaschinen mit größeren Abstufungen eingesetzt werden. Die Ziehfähigkeit wird durch Ziehgeschwindigkeiten von mehreren m/s und Drahtlängen von mehreren tausend Metern entscheidend verbessert.

Nachteile dieses Verfahrens bestehen jedoch darin, daß sich die Oberfläche von Wollastondrähten gegenüber der Oberfläche kaltgezogener Drähte infolge starker Riefigkeit wesentlich verschlechtert hat und ihr Drahtquerschnitt entscheidend von der Kreisform abweicht. Fernerhin liegen beim Ätzzvorgang infolge der chemisch bedingten Lösezeit für das Abtragen des Silbermantels die Durchlaufgeschwindigkeiten derart niedrig, daß der zuvor eingesparte Aufwand im Ziehprozeß größtenteils wieder durch den zeitlich hohen Ätzaufwand kompensiert wird.

Die Herstellung von Mikrodrähten nach dem Direktziehverfahren und nach dem Wollastonverfahren ist somit nur unter beträchtlichem technisch-ökonomischem Aufwand möglich. Sie ermöglichen es nicht, Wirtschaftlichkeit, hohe Oberflächengüte und Drahtrundheit in einem Verfahren zu realisieren.

Ziel der Erfindung

Das Ziel des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, Mikrodrähte aus Au, AuAg, AlSi, AgPd und anderen Metallen mit hoher Oberflächengüte, hoher Kreissymmetrie und verbesserten mechanischen Eigenschaften bei erhöhter Ziehbarkeit wirtschaftlich herzustellen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Mittels der Erfindung soll die technische Aufgabe gelöst werden, die nach hohen Umformgraden auftretenden Spannungsinhomogenitäten im Drahtinneren zu vermeiden sowie eine Erhöhung des Streckgrenzenverhältnisses, der Streckgrenze und der Bruchdehnung, ohne Überschreitung einer Dotierungsgrenze der Begleitelemente von 100 ppm Ma.-%, zu erreichen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß innerhalb einer Kaltverformung eine Verbundverformung bei entsprechend abgestimmten Parametern zwischen Kaltverformungsgrad ϕ_1 vor der Mantelung, Manteldicke zu Kerndrahtdurchmesser, Verformungsgrad im Verbund ϕ_2 , Verbundzieh- und nachfolgende Kaltziehtechnologie, eingeschoben wird, wobei der logarithmische Kaltverformungsgrad ϕ_1 vor der Mantelung $\leq 3,85$ betragen muß bei einer Ziehsteinabstufung $\leq 25\%$. Bei der eingeschobenen Verbundverformung mit einem Mantel-Kerndrahtdurchmesser Verhältnis von $\geq 2:1$ erfolgt eine minimale Kerndrahtverformung von $\phi_2 \geq 3,98$ mit maximaler Querschnittsreduzierung $\leq 20\%$ bei Verwendung beliebiger Schmiermittel. Der Gesamtformänderungsbetrag bis zur Mantelentfernung, bezogen auf den Kerndraht, muß $\phi_{1-2} \geq 7,83$ betragen.

Beim nachfolgenden Kaltziehvorgang bis $\phi_3 \leq 4,61$ sind Ziehsteinabstufungen von $\leq 15\%$, von $\phi_3 \geq 4,61$ bis $\phi_3 \leq 5,23$, Ziehsteinabstufungen von $\leq 10\%$ sowie von $\phi_3 > 5,23$ bis $\phi_3 = 6,00$, Ziehsteinabstufungen von $< 8\%$ bei Einsatz beliebiger Schmiermittel anzuwenden. Nach der Verformung auf Endabmessung erfolgt eine Durchlaufglühung mit einer Glühgeschwindigkeit $\leq 4 \text{ m/s}$ bei einer Temperatur von 200°C bis 750°C .

Als metallische Mantelwerkstoffe werden vorzugsweise 99,9%iges Elektrolyt-Kupfer oder Elektrolyt-Silber eingesetzt.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll in einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Goldbolzen der Reinheit 99,99 % bzw. 99,999 % werden mittels herkömmlichen Pressen kalt von 25 mm auf 6 mm Durchmesser gepreßt. Von 6 mm bis 3,65 mm, entsprechend einem logarithmischen Kaltumformgrad von $\phi = 0,99$, erfolgt eine Durchmesserreduzierung im einfachen Geradeauszug mit Ziehsteinabstufungen von 15 bis 20%.

So hergestellter Golddraht wird mit Tetra gereinigt und in ein Elektrolyt-Kupferrohr der Abmessung $8 \times 2 \text{ mm}$, welches zuvor mit einer Lösung, bestehend aus 25 bis 70 Vol.-% Essigsäure, $\gamma = 1,05$, 20 bis 60 Vol.-% Salpetersäure, $\gamma = 1,54$, 0 bis 30 Vol.-% Wasser sowie 0 bis 500 g/l Kupfersalze und 1 ml/l Silikonöl bei einer Temperatur von 20°C bis 30°C , behandelt wurde, eingefädelt.

Anschließend erfolgt wiederum eine Verformung des Verbunddrahtes im Geradeauszug bis 3,65 mm mit Ziehsteinabstufungen von 15 bis 20%.

Von 3,65 mm Durchmesser bis 0,85 mm Durchmesser wird ein Trommelzug mit 15% Ziehsteinabstufung angewendet, ehe abschließend im Mehrfachzug eine Verformung bis auf 0,2 mm Verbunddurchmesser mit Ziehsteinabstufungen von 15% stattfindet.

Der Elektrolyt-Kupfer-Mantel wird darauffolgend chemisch mit Salpetersäure entfernt, so daß ein Golddraht mit 0,1 mm Durchmesser vorliegt.

Die Verformung im Mehrfachzug von 0,1 bis 0,03 mm Durchmesser wird dreistufig im Mehrfachzug mit folgenden Ziehsteinabstufungen ausgeführt:

- 0,1–0,05 mm Durchmesser: 10 %
- 0,0485–0,0367 mm Durchmesser: 9 %
- 0,0367–0,030 mm Durchmesser: 5 %

Die Ziehgeschwindigkeit beträgt 3 m/s, als Schmiermittel wird Dielektrikum eingesetzt.

Entsprechend Anforderung wird ein halbharter Zustand durch eine Schlußglühung im Durchlaufverfahren bei Temperaturen von 200°C bis 600°C eingestellt.

Die Erfindung zeichnet sich im Vergleich zum Stand der Technik durch eine Vielzahl von Vorteilen aus. Sie bestehen unter anderem darin, daß die Kaltziehbarkeit wesentlich verbessert wird. Der hohe Kaltverformungsgrad erzeugt dabei eine hohe Oberflächengüte und Kreisrundheit des Querschnittes. Die erzielbaren Drahtlängen von mehreren tausend Metern ermöglichen eine ökonomische Drahtfertigung und gestatten nachgelagerte technologische Prozesse wie Glühen, Reinigen, Wickeln durchzuführen. Der Aufbau schädlicher lokaler Spannungsspitzen wird vermieden, es erfolgt die Ausbildung einer für die Kaltverformung günstigen Versetzungs- und Texturstruktur. Durch die Erhöhung des Mengenanteils der $\{111\}$ -Textur tritt eine wesentliche Verbesserung der mechanischen Eigenschaften ein, indem die Bruchdehnung, die Streckgrenze und das Streckgrenzenverhältnis bei gleichzeitiger Steigerung der Zugfestigkeit erhöht werden.

Der durch das vorgeschlagene Verfahren hergestellte Draht erhält solche Eigenschaften, wie sie zum Einsatz auf automatisch arbeitenden Bondgeräten unerläßliche Voraussetzung sind, und zwar Durchmessertoleranz $\leq 0,001 \text{ mm}$, Oberflächenrauigkeit $\leq 0,0005 \text{ mm}$, erhöhtes Streckgrenzenverhältnis $\geq 0,9$.