

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7576209号
(P7576209)

(45)発行日 令和6年10月30日(2024.10.30)

(24)登録日 令和6年10月22日(2024.10.22)

(51)国際特許分類	F I	
C 0 4 B 35/587 (2006.01)	C 0 4 B 35/587	
C 0 4 B 35/622 (2006.01)	C 0 4 B 35/622	
C 0 4 B 35/626 (2006.01)	C 0 4 B 35/626	0 5 0
C 0 4 B 37/02 (2006.01)	C 0 4 B 37/02	B
H 0 1 L 23/13 (2006.01)	H 0 1 L 23/12	C
請求項の数 8 (全23頁) 最終頁に続く		

(21)出願番号	特願2024-520596(P2024-520596)	(73)特許権者	000003296
(86)(22)出願日	令和5年11月15日(2023.11.15)		デンカ株式会社
(86)国際出願番号	PCT/JP2023/041108		東京都中央区日本橋室町二丁目1番1号
(87)国際公開番号	WO2024/111483	(74)代理人	100088155
(87)国際公開日	令和6年5月30日(2024.5.30)		弁理士 長谷川 芳樹
審査請求日	令和6年4月3日(2024.4.3)	(74)代理人	100128381
(31)優先権主張番号	特願2022-188485(P2022-188485)		弁理士 清水 義憲
(32)優先日	令和4年11月25日(2022.11.25)	(74)代理人	100185591
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)	(74)代理人	100145012
早期審査対象出願			弁理士 石坂 泰紀
		(72)発明者	尹 江
			東京都中央区日本橋室町二丁目1番1号
			デンカ株式会社内
		(72)発明者	小宮 勝博
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 窒化ケイ素焼結体及びその製造方法、接合体、並びに、パワーモジュール

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

窒化ケイ素粒子を含む窒化ケイ素焼結体であって、

断面において、10 μm以上のサイズを有する粗大気孔の平均個数が1個/mm²未満であり、0.05 μm以上且つ10 μm未満のサイズを有する微小気孔の平均個数が320個/mm²未満であり、

抗折強度が670 MPa以上である、窒化ケイ素焼結体。

【請求項2】

前記断面における気孔のサイズの最大値が6 μm以下である、請求項1に記載の窒化ケイ素焼結体。

【請求項3】

前記微小気孔のサイズの平均値が1.0 μm以下であり、標準偏差が0.6 μm以下である、請求項1に記載の窒化ケイ素焼結体。

【請求項4】

酸化イットリウム、酸化マグネシウム、及びシリカを含む焼結助剤原料を粉砕機で粉砕してメジアン径が0.5 ~ 1.0 μm、且つ最大粒子径が3.9 μm以下の焼結助剤粉末を得る工程と、

窒化ケイ素粉末と前記焼結助剤粉末とを含む混合原料を調製する工程と、

前記混合原料の成形体を、不活性ガス雰囲気中、0.7 ~ 1 MPaの圧力、及び1800 ~ 2100 の焼成温度で焼成して、窒化ケイ素焼結体を得る工程と、を有し、

前記窒化ケイ素焼結体の断面において、 $10\ \mu\text{m}$ 以上のサイズを有する粗大気孔の平均個数が $1\ \text{個}/\text{mm}^2$ 未満、且つ、 $0.05\ \mu\text{m}$ 以上且つ $10\ \mu\text{m}$ 未満のサイズを有する微小気孔の平均個数が $320\ \text{個}/\text{mm}^2$ 未満であり、前記窒化ケイ素焼結体の抗折強度が $670\ \text{MPa}$ 以上である、窒化ケイ素焼結体の製造方法。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 3 のいずれか一つに記載の板状の前記窒化ケイ素焼結体と、金属板と、前記窒化ケイ素焼結体の主面と前記金属板の主面とを接合するろう材層と、を備える、接合体。

【請求項 6】

前記金属板の厚みが $0.8\ \text{mm}$ 以下である、請求項 5 に記載の接合体。

【請求項 7】

前記ろう材層は、銀、銅、錫、及び活性金属を含み、

前記活性金属は、チタン、ハフニウム、ジルコニウム、及びニオブからなる群より選ばれる一種又は二種以上を含む、請求項 5 に記載の接合体。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 3 のいずれか一つに記載の板状の前記窒化ケイ素焼結体と、金属板と、前記窒化ケイ素焼結体の主面と前記金属板の主面とを接合するろう材層と、を備える接合体と、当該接合体の前記金属板に電氣的に接続される半導体素子と、を備える、パワーモジュール。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、セラミック焼結体及びその製造方法、接合体、並びにパワーモジュールに関する。

【背景技術】

【0002】

近年、モーター等の産業機器、及び電気自動車等の製品には、大電力制御用のパワーモジュールが用いられている。このようなパワーモジュールには、半導体素子から発生する熱を効率的に拡散するとともに、漏れ電流を抑制するため、セラミック板を備える回路基板等が用いられている（例えば、特許文献 1 参照）。このようなセラミック板に用いられるセラミック焼結体は、通常、セラミック原料粉末を所定形状に成形してセラミック成形体とした後に、セラミック成形体を焼成することで製造される。

【0003】

セラミック焼結体としては、窒化物、炭化物、硼化物、又は珪化物等で構成されるものが知られている。このようなセラミック焼結体を製造する際には、焼結を促進するため、焼結助剤が用いられる。例えば、特許文献 2 では、窒化ケイ素焼結基板を製造する際に、 Si 粉末、 MgO 粉末及び Y_2O_3 粉末を用いることが提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【文献】国際公開第 2019/022133 号

【文献】国際公開第 2017/170247 号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

パワーモジュール等の電子部品は、高性能化とともに小型化及び薄型化が図られている。これに伴って、電子部品に用いられる各種製品の信頼性の要求レベルが益々高くなっていくと考えられる。本開示は、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性に優れるセラミック焼結体及びその製造方法、並びに接合体を提供する。本開示は、そのようなセラミック焼結体を備えることによって信頼性に優れるパワーモジュールを提供する。

10

20

30

40

50

【課題を解決するための手段】

【0006】

本開示の一側面は、以下のセラミック焼結体を提供する。

【0007】

[1] セラミック粒子を含むセラミック焼結体であって、断面において、 $10\ \mu\text{m}$ 以上のサイズを有する粗大気孔の平均個数が $1\ \text{個}/\text{mm}^2$ 未満、且つ、 $10\ \mu\text{m}$ 未満のサイズを有する微小気孔の平均個数が $400\ \text{個}/\text{mm}^2$ 未満であり、抗折強度が $640\ \text{MPa}$ 以上である、セラミック焼結体。

【0008】

上記セラミック焼結体は、断面における粗大気孔及び微小気孔の両方の個数が十分に小さく、且つ高い抗折強度を有する。このようなセラミック焼結体は、金属板等などの異種の材料と接合された場合に、温度変化がある場合に内部応力が生じ、これが原因となって絶縁破壊が生じる。上記セラミック焼結体は、高い抗折強度を有しているうえに、粗大気孔及び微小気孔の個数が十分に低減されている。このため、温度変化に伴って内部応力が発生したときに、クラックの発生及び進展を十分に抑制することができる。このため、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性にも優れる。

10

【0009】

上記[1]のセラミック焼結体は、以下の[2]又は[3]であってもよい。

【0010】

[2] 前記断面における気孔のサイズの最大値が $6\ \mu\text{m}$ 以下である、[1]に記載のセラミック焼結体。

20

[3] 前記微小気孔のサイズの平均値が $1.0\ \mu\text{m}$ 以下であり、標準偏差が $0.6\ \mu\text{m}$ 以下である、[1]又は[2]に記載のセラミック焼結体。

【0011】

上記[2]のセラミック焼結体は、気孔のサイズの最大値が $6\ \mu\text{m}$ 以下であることによって、温度変化に伴うクラックの発生を十分に抑制することができる。したがって、絶縁信頼性に一層優れる。上記[3]のセラミック焼結体は、ヒートサイクルの環境下における耐久性を十分に高くすることができる。

【0012】

本開示の一側面は、以下のセラミック焼結体の製造方法を提供する。

30

【0013】

[4] 焼結助剤原料を粉砕機で粉砕してメジアン径が $0.5\sim 1.0\ \mu\text{m}$ の焼結助剤粉末を得る工程と、

セラミック粉末と前記焼結助剤粉末とを含む混合原料を調製する工程と、

前記混合原料の成形体を焼成して、抗折強度が $640\ \text{MPa}$ 以上であるセラミック焼結体を得る工程と、を有する、セラミック焼結体の製造方法。

【0014】

上記製造方法は、焼結助剤原料を粉砕機で粉砕してメジアン径が $0.5\sim 1.0\ \mu\text{m}$ の焼結助剤粉末を得る工程を有する。このような焼結助剤粉末は、粒子径が十分に小さく、且つ凝集が十分に抑制されている。このような焼結助剤を含む混合原料を用いることによって、セラミック粉末の粒成長が均一且つ円滑に進行し、十分に気孔が低減されるとともに高い抗折強度を有するセラミック焼結体を得ることができる。このようなセラミック焼結体は、温度変化に伴って内部応力が発生したときに、クラックの発生及び進展を十分に抑制することができる。このため、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性に優れる。

40

【0015】

上記[4]のセラミック焼結体の製造方法は、以下の[5]であってもよい。

【0016】

[5] 上記セラミック焼結体の断面において、 $10\ \mu\text{m}$ 以上のサイズを有する粗大気孔の平均個数が $1\ \text{個}/\text{mm}^2$ 未満、且つ、 $10\ \mu\text{m}$ 未満のサイズを有する微小気孔の平均個

50

数が400個/mm²未満であってよい。このようなセラミック焼結体は、一層優れた絶縁信頼性を有する。

【0017】

本開示の一側面は、以下の接合体を提供する。

【0018】

[6]上記[1]～[3]のいずれか一つに記載の板状の前記セラミック焼結体と、金属板と、前記セラミック焼結体の主面と前記金属板の主面とを接合するろう材層と、を備える接合体。

【0019】

上記接合体は、上記セラミック焼結体を備える。このセラミック焼結体は、温度変化に伴って内部応力が発生したときに、クラックの発生及び進展を十分に抑制することができる。したがって、上記接合体は、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性にも優れる。

10

【0020】

上記[6]の接合体は、以下の[7]又は[8]であってもよい。

【0021】

[7]前記金属板の厚みが0.8mm以下である、[6]に記載の接合体。

[8]前記ろう材層は、銀、銅、錫、及び活性金属を含み、前記活性金属は、チタン、ハフニウム、ジルコニウム、及びニオブからなる群より選ばれる一種又は二種以上を含む、[6]又は[7]に記載の接合体。

20

【0022】

本開示の一側面は、以下のパワーモジュールを提供する。

【0023】

[9]上記[1]～[3]のいずれか一つに記載の板状の前記セラミック焼結体と、金属板と、前記セラミック焼結体の主面と前記金属板の主面とを接合するろう材層と、を備える接合体と、

当該接合体の前記金属板に電気的に接続される半導体素子と、を備えるパワーモジュール。

【0024】

上記パワーモジュールは、半導体素子で発生した熱が伝わる接合体の絶縁体として上記セラミック焼結体を備える。上記セラミック焼結体は、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性に優れる。したがって、上記パワーモジュールは信頼性に優れる。

30

【発明の効果】

【0025】

本開示は、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性に優れるセラミック焼結体及びその製造方法、並びに接合体を提供することができる。本開示は、そのようなセラミック焼結体を備えることによって信頼性に優れるパワーモジュールを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

40

【0026】

【図1】図1は、セラミック焼結体の断面の一部を模式的に示す拡大断面図である。

【図2】図2は、接合体の厚さ方向に沿う断面図である。

【図3】図3は、パワーモジュールの断面図である。

【図4】図4は、レーザー回折・散乱法による焼結助剤粉末の体積基準の粒子径分布の一例を示す図である。

【図5】図5は、製造方法の一例において焼結が進行するときの粒成長のイメージ例を示す図である。

【図6】図6は、走査型電子顕微鏡による断面の一例を示す写真(200倍)である。

【図7】図7は、走査型電子顕微鏡による断面の一例を示す写真(1000倍)である。

50

【図 8】図 8 は、絶縁破壊を検査する検査装置の一例を模式的に示す図である。

【図 9】図 9 は、従来の製造方法において焼結が進行するときの粒成長のイメージを示す図である。

【図 10】図 10 は、走査型電子顕微鏡による、従来の成形体（セラミックグリーンシート）の断面（200倍）と、当該断面に含まれる焼結助剤粉末の凝集体の写真である。

【図 11】図 11 は、走査型電子顕微鏡による従来のセラミック焼結体の断面の写真（200倍）である。

【図 12】図 12 は、レーザー回折・散乱法による従来の焼結助剤粉末の粒子径分布の一例を示す図である。

【図 13】図 13 は、走査型電子顕微鏡による従来の断面の一例を示す写真（200倍）である。

10

【図 14】図 14 は、走査型電子顕微鏡による従来の断面の一例を示す写真（1000倍）である。

【発明を実施するための形態】

【0027】

以下、場合により図面を参照して、本開示の実施形態について説明する。ただし、以下の実施形態は、本開示を説明するための例示であり、本開示を以下の内容に限定する趣旨ではない。なお、「～」の記号で示される数値範囲は、下限値及び上限値を含む。すなわち、「A～B」で示される数値範囲は、A以上且つB以下を意味する。上限値のみを有する数値範囲と下限値のみを有する数値範囲を組み合わせた数値範囲も本開示に含まれる。各数値範囲の上限又は下限をいずれかの実施例の数値で置き換えたものも、本開示に含まれる。複数の材料が例示されている場合、そのうちの一種を単独で用いてもよいし、複数を組み合わせて用いてもよい。

20

【0028】

一実施形態に係るセラミック焼結体は、セラミック粒子を含む。セラミック焼結体は気孔を含んでもよい。セラミック焼結体に含まれる気孔の個数及びサイズは、セラミック焼結体の耐ヒートサイクル性及び高温における絶縁信頼性に影響を与える。気孔には、粗大気孔と微小気孔とが含まれる。粗大気孔と微小気孔は、それぞれのサイズが互いに異なっており、気孔のサイズは以下のようにして測定される。

【0029】

図 1 は、セラミック焼結体の断面の一部を走査型電子顕微鏡で観察したときの画像の一例を模式的に示す図である。図 1 に示されるようにセラミック焼結体の断面 10C は、セラミック粒子と気孔 20 とを含む。図 1 では、気孔 20 を模式的に拡大して示している。なお、断面 10C には多数のセラミック粒子が含まれているが、図 1 では、便宜上、セラミック粒子の表示を省略している。

30

【0030】

本開示では、気孔 20 のサイズは、気孔 20 の外縁において間隔が最も大きくなるように選択される 2 点を結ぶ線分 L の長さである。そして、この線分 L の長さに応じて、「粗大気孔」と「微小気孔」とそれ以外の気孔に分類される。図 1 に示される気孔 20 の線分 L の長さが $0.05 \mu\text{m}$ 以上且つ $10 \mu\text{m}$ 未満であれば、「微小気孔」に分類される。一方、同様の方法で測定される線分 L の長さが $10 \mu\text{m}$ 以上である気孔は、「粗大気孔」に分類される。それ以外の気孔の線分 L の長さは $0.05 \mu\text{m}$ 未満である。

40

【0031】

セラミック焼結体の抗折強度は、粗大気孔の平均個数及び微小気孔の平均個数によって大きく変動する。本実施形態のセラミック焼結体の粗大気孔の平均個数 P_1 は $1 \text{個}/\text{mm}^2$ 未満である。粗大気孔の平均個数 P_1 は、走査型電子顕微鏡による断面（倍率：200倍）を 5 箇所以上の視野において観察し、それぞれの視野に含まれる粗大気孔を足し合わせた合計個数に基づいて、以下の計算式で求められる。

粗大気孔の平均個数 $P_1 = \text{粗大気孔の合計個数} / \text{視野数} / 1 \text{視野当たりの面積}$

【0032】

50

セラミック焼結体の耐ヒートサイクル性及び高温における絶縁信頼性を十分に高くする観点から、粗大気孔の平均個数 P_1 は、 0.8 個 / mm^2 未満であってよく、 0.6 個 / mm^2 未満であってよく、 0.5 個 / mm^2 未満であってよく、 0.1 個 / mm^2 未満であってよい。粗大気孔の平均個数 P_1 の下限値は、 0 個 / mm^2 であってよい。粗大気孔の平均個数 P_1 は、例えば、焼結助剤粉末の粒子径又は凝集度を変えることで調整することができる。

【0033】

本実施形態のセラミック焼結体の微小気孔の平均個数 P_2 は 400 個 / mm^2 未満である。微小気孔の平均個数 P_2 は、走査型電子顕微鏡による断面（倍率： 1000 倍）を 5 箇所以上の視野において観察し、それぞれの視野に含まれる微小気孔を足し合わせた合計個数に基づいて、以下の計算式で求められる。なお、微小気孔のサイズ及び個数は、ImageJ等の画像処理ソフトウェアを用いてカウントすることができる。

10

微小気孔の平均個数 $P_2 = \text{微小気孔の合計個数} / \text{視野数} / 1 \text{ 視野当たりの面積}$

【0034】

セラミック焼結体の耐ヒートサイクル性及び高温における絶縁信頼性を十分に高くする観点から、微小気孔の平均個数 P_2 は、 350 個 / mm^2 未満であってよく、 320 個 / mm^2 未満であってよく、 290 個 / mm^2 未満であってよく、 210 個 / mm^2 未満であってよい。微小気孔の平均個数 P_2 は、 10 個 / mm^2 以上であってよく、 50 個 / mm^2 以上であってよく、 100 個 / mm^2 以上であってよい。微小気孔の平均個数 P_2 は、例えば、焼結助剤粉末の粒子径又は凝集度を変えることで調整することができる。

20

【0035】

粗大気孔の平均個数 P_1 は 0 個 / mm^2 であってよく、セラミック焼結体の断面に含まれる気孔のサイズの最大値は、 $6 \mu\text{m}$ 以下であってよく、 $5 \mu\text{m}$ 以下であってよく、 $3 \mu\text{m}$ 以下であってよい。これによって、セラミック焼結体の抗折強度を一層高くすることができる。セラミック焼結体の断面に含まれる気孔のサイズの最大値は、 $0.5 \mu\text{m}$ 以上であってよく、 $1.0 \mu\text{m}$ 以上であってよく、 $1.2 \mu\text{m}$ 以上であってよい。気孔のサイズの最大値は、走査型電子顕微鏡による断面（倍率： 200 倍）を 5 箇所以上の視野において観察したときに検出される全気孔のサイズの測定値から求められる。

【0036】

耐ヒートサイクル性及び高温における絶縁信頼性を一層向上する観点から、セラミック焼結体の断面に含まれる微小気孔のサイズの平均値は $1.0 \mu\text{m}$ 以下であり、当該サイズの標準偏差は $0.6 \mu\text{m}$ 以下であってよい。幾つかの例では、セラミック焼結体の断面に含まれる微小気孔のサイズの平均値は $0.7 \mu\text{m}$ 以下であってよく、当該サイズの標準偏差は $0.5 \mu\text{m}$ 以下であってよい。別の幾つかの例では、セラミック焼結体の断面に含まれる微小気孔のサイズの平均値は $0.6 \mu\text{m}$ 以下であってよく、当該サイズの標準偏差は $0.47 \mu\text{m}$ 以下であってよい。セラミック焼結体の断面に含まれる微小気孔のサイズの平均値は $0.1 \mu\text{m}$ 以上であってよい。微小気孔のサイズの平均値は、上述の平均個数 P_2 を求めるときと同様の方法で求められる。すなわち、 5 箇所以上の視野に含まれる微小気孔のサイズの算術平均として求められる。微小気孔のサイズの標準偏差も 5 箇所以上の視野に含まれる微小気孔のサイズの標準偏差として求められる。

30

40

【0037】

断面 $10C$ は、気孔 20 及びセラミック粒子の他に、焼結助剤相を含んでよい。断面 $10C$ におけるセラミック粒子（セラミック相）の面積比率の平均値は、 $70 \sim 90\%$ であってよく、 $75 \sim 85\%$ であってよい。断面 $10C$ における焼結助剤相の面積比率の平均値は、 $10 \sim 25\%$ であってよく、 $14 \sim 22\%$ であってよい。セラミック粒子及び焼結助剤相をこのような面積比率で含む断面 $10C$ を有するセラミック焼結体は、十分に高い熱伝導率と抗折強度を有する。

【0038】

セラミック焼結体の断面に含まれる、 $20 \mu\text{m}$ 以上の長軸を有するセラミック粒子の個数は多い方が好ましい。これによって、抗折強度と熱伝導率とを高い水準で両立すること

50

ができる。長軸の長さが20 μm以上であるセラミック粒子の個数の測定は、走査型電子顕微鏡を用いて1000倍に拡大して示す画像（視野面積：0.02 mm²）を用いて行う。セラミック粒子の長軸の長さは、気孔20のサイズと同様にして測定することができる。すなわち、セラミック粒子の長軸の長さは、セラミック粒子の外縁において間隔が最も大きくなるように選択される2点を結ぶ線分（長軸）の長さである。

【0039】

測定は、5箇所以上の視野において行い、各視野で長軸の長さが20 μm以上であるセラミック粒子の個数の平均値を平均個数とする。20 μm以上の長軸を有するセラミック粒子の平均個数は10個以上であってよく、15個以上であってよく、17個以上であってよい。20 μm以上の長軸を有するセラミック粒子の平均個数は、50個以下であってよく、45個以下であってよく、40個以下であってよい。20 μm以上の長軸を有するセラミック粒子の個数の標準偏差は0.6 μm未満であってよく、0.5 μm未満であってよい。20 μm以上の長軸を有するセラミック粒子の個数の標準偏差は0.1 μm以上であってよく、0.15 μm以上であってよい。このようなセラミック焼結体は均一性の高い微細組織を有する。このため、信頼性に優れる。

10

【0040】

20 μm以上の長軸（サイズ）を有するセラミック粒子のアスペクト比は、3以上であってよく、4以上であってよい。このような形状及びサイズを有するセラミック粒子の個数は、焼結の際の粒成長を円滑に進行させることによって増やすことができる。アスペクト比は、短軸の長さに対する長軸の長さの比である。短軸は、長軸に直交する方向において、セラミック粒子の外縁において間隔が最も大きくなるように選択される2点を結ぶ線分である。

20

【0041】

セラミック焼結体を構成するセラミック粒子は、窒化ケイ素粒子、窒化アルミニウム粒子及びアルミナ粒子からなる群より選ばれる少なくとも一つを含有していてもよい。

【0042】

セラミック焼結体としては、主成分として窒化ケイ素粒子を含む窒化ケイ素焼結体、主成分として窒化アルミニウム粒子を含む窒化アルミニウム焼結体、及び、主成分としてアルミナ粒子を含むアルミナ焼結体が挙げられる。また、複数種類のセラミック粒子を含む複合焼結体であってよい。

30

【0043】

セラミック焼結体の抗折強度は、640 MPa以上である。このようなセラミック焼結体は、信頼性に優れる。セラミック焼結体の抗折強度は、670 MPa以上、690 MPa以上、又は720 MPa以上であってよい。この抗折強度は、実施例に記載の方法によって測定される。このように高い抗折強度を有するセラミック焼結体は高い絶縁性を有する。このような抗折強度とともに、粗大気孔及び微小気孔の平均個数が十分に小さいことから、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温での絶縁信頼性に優れる。このようなセラミック焼結体は、例えば、パワーモジュール用の絶縁基板として好適に用いることができる。セラミック焼結体の抗折強度の上限は、例えば950 MPaであってよい。なお、セラミック焼結体の用途はこれに限定されない。

40

【0044】

一実施形態に係る接合体は、板状のセラミック焼結体（セラミック板）と、金属板と、セラミック焼結体の主面と金属板の主面とを接合するろう材層と、を備える。セラミック板は、上記実施形態に係るセラミック焼結体であってよい。このセラミック焼結体は、温度変化に伴って内部応力が発生したときに、クラックの発生及び進展を十分に抑制することができる。したがって、上記接合体は、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性にも優れる。

【0045】

図2は本実施形態の接合体の一例を示す、厚さ方向に沿う断面図である。ただし、この例の説明内容は本例に限定されず、接合体の他の例にも適用される。図2の接合体100

50

は、セラミック板 10 と、セラミック板 10 の一方の主面 10 A にろう材層 5 1 を介して接合された金属板 4 1 と、セラミック板 10 の他方の主面 10 B にろう材層 5 1 を介して接合された金属板 4 2 と、を備える。金属板 4 1 は、パターン形成されており、例えば回路として機能する。本明細書では、このようにパターン形成されたものも金属板と称する。金属板 4 2 はパターン形成されておらず、例えば放熱板として機能する。セラミック板 10 は、上述のセラミック焼結体で構成される。

【0046】

金属板 4 1 , 4 2 は、例えば銅板であってよい。金属板 4 1 , 4 2 の厚みは、放熱性能の向上及び導電性向上の観点から、0.3 mm 以上であってよく、0.4 mm 以上であってもよい。金属板 4 1 , 4 2 の厚みは、温度変化に伴ってセラミック板 10 に生じる内部応力を低減する観点から、0.8 mm 以下であってよく、0.7 mm 以下であってよい。金属板 4 1 , 4 2 の厚み範囲の一例は、0.3 ~ 0.8 mm である。

10

【0047】

セラミック板 10 の厚みは、絶縁性向上の観点から、0.2 mm 以上であってよく、0.3 mm 以上であってもよい。セラミック板 10 の厚みは、接合体 100 を薄型化する観点から、0.8 mm 以下であってよく、0.6 mm 以下であってもよい。

【0048】

ろう材層 5 1 , 5 2 は、セラミック板 10 と金属板 4 1 , 4 2 とを接合する層であり、ろう材成分を含む。ろう材層は、例えば、ろう材に由来する銀、又は銀及び銅を含んでよい。ろう材層 5 1 , 5 2 は、さらに、ろう材に由来する錫及び活性金属からなる群より選ばれる一種又は二種以上の金属を含有してよい。ろう材層 5 1 , 5 2 において、二種以上の金属は合金となっていてよい。活性金属は、チタン、ハフニウム、ジルコニウム、及びニオブからなる群より選ばれる一種又は二種以上を含んでいてよい。ろう材層 5 1 , 5 2 に含まれる銀及び銅は、例えば Ag - Cu 共晶合金等の合金として含まれていてもよい。ろう材層 5 1 , 5 2 における銀の含有量は、Ag 換算で 45 ~ 95 質量% であってよく、50 ~ 95 質量% であってもよい。ろう材層 5 1 , 5 2 における銀及び銅の合計含有量は、それぞれ Ag 及び Cu に換算して 65 ~ 100 質量% であってよく、70 ~ 99 質量% であってよく、90 ~ 98 質量% であってもよい。ろう材層 5 1 , 5 2 の厚み及び組成は、互いに同一であってもよいし、互いに異なっていてよい。

20

【0049】

接合体の変形例では、セラミック板の両方の主面に接合されるそれぞれの金属板が同じ形状であってもよい。例えば、回路がパターン形成される前の接合体であってもよい。別の変形例では、セラミック板の一方の主面に接合される金属板が複数であってもよい。セラミック板の一方の主面のみに金属板が接合されていてもよい。

30

【0050】

一実施形態に係るパワーモジュールは、接合体（回路基板）と、接合体の金属板に電気的に接続される半導体素子と、を備える。接合体は、上述の接合体 100 又はその変形例であってもよい。セラミック焼結体、接合体、及びこれらの変形例に関する説明内容は、本実施形態のパワーモジュールに適用される。このようなパワーモジュールは、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性にも優れるセラミック板を有する接合体を備える。したがって、温度が大きく変動する環境下で使用しても、高い性能を維持することができる。このように、上記パワーモジュールは信頼性に優れる。

40

【0051】

図 3 は、パワーモジュールの一例を示す断面図である。この例の説明内容は本例に限定されず、パワーモジュールの他の例にも適用される。図 3 のパワーモジュール 200 は、ベース板 90 と、ハンダ 82 を介してベース板 90 の一方面と接合される接合体 100 とを備える。接合体 100 の一方面側における金属板 42（放熱板）がハンダ 82 を介してベース板 90 と接合している。

【0052】

接合体 100 の他方面側における金属板 41（回路パターン）には、ハンダ 81 を介し

50

て半導体素子 80 が取り付けられている。半導体素子 80 は、アルミワイヤ（アルミ線）等の金属ワイヤ 84 で金属板 41 の所定箇所に接続されている。このようにして、半導体素子 80 と金属板 41 とは電氣的に接続されている。筐体 86 の外部と金属板 41 とを電氣的に接続するため、金属板 41 の一つである金属板 41 a は、ハンダ 85 を介して筐体 86 を貫通して設けられる電極 83 に接続されている。

【0053】

ベース板 90 の一方の主面上には、当該主面と一体になって接合体 100 を收容する筐体 86 が配置されている。ベース板 90 の一方の主面と筐体 86 とで形成される收容空間には樹脂 95 が充填されている。樹脂 95 は、接合体 100 及び半導体素子 80 を封止している。樹脂は、例えば、熱硬化型樹脂であってよく、光硬化型樹脂であってよい。

10

【0054】

ベース板 90 の他方の主面には、グリース 94 を介して放熱部材をなす冷却フィン 92 が接合されている。ベース板 90 の端部には冷却フィン 92 をベース板 90 に固定するネジ 93 が取り付けられている。ベース板 90 及び冷却フィン 92 はアルミニウムで構成されていてもよい。ベース板 90 及び冷却フィン 92 は、高い熱伝導率を有することによって放熱部として良好に機能する。

【0055】

セラミック板 10（板状のセラミック焼結体）によって、金属板 41 と金属板 42 は電氣的に絶縁される。金属板 41（41 a）は電気回路を構成してよい。金属板 41 及び金属板 42 は、ろう材成分を含むろう材層（不図示）によってセラミック板 10 の主面 10 A 及び主面 10 B にそれぞれ接合されている。パワーモジュール 200 は接合体 100 を備えることから信頼性に優れる。

20

【0056】

一実施形態に係るセラミック焼結体の製造方法は、焼結助剤原料を粉碎機で粉碎して D50（メジアン径）が 0.5 ~ 1.0 μm の焼結助剤粉末を得る粉碎工程と、セラミック粉末と焼結助剤粉末とを含む混合原料を調製する混合工程と、混合原料の成形体を焼成する焼成工程と、を有する。

【0057】

焼結助剤粉末は、アルカリ土類金属酸化物、希土類酸化物、当該希土類酸化物とは異なる遷移金属酸化物、シリカ及びアルミナからなる群より選ばれる少なくとも二つを含む。焼結助剤粉末は、当該群から選ばれる少なくとも三つを含んでよい。

30

【0058】

アルカリ土類金属酸化物は、構成元素としてアルカリ土類金属と酸素とを有する。アルカリ土類金属酸化物は、酸化マグネシウム、酸化カルシウム及び酸化ストロンチウムからなる群より選ばれる少なくとも一つを含んでよい。希土類酸化物は、構成元素として希土類元素と酸素とを有する。希土類酸化物は、例えば、酸化イットリウム及び酸化セリウムからなる群より選ばれる少なくとも一つを含んでよい。当該希土類酸化物とは異なる遷移金属酸化物は、構成元素として、希土類とは異なる遷移金属と酸素とを有する。このような遷移金属酸化物は、例えば、酸化鉄を含んでよい。

【0059】

焼結助剤粉末の一例は、酸化マグネシウム、希土類酸化物、及びシリカを含む。この場合、焼結助剤粉末の全体を 100 質量部としたときに、希土類酸化物の含有量は、30 ~ 80 質量部であってよく、40 ~ 70 質量部であってよい。このとき、酸化マグネシウムの含有量は 5 ~ 40 質量部であってよく、10 ~ 30 質量部であってよい。このとき、シリカの含有量は 5 ~ 40 質量部であってよく、10 ~ 30 質量部であってよい。

40

【0060】

粉碎工程における焼結助剤粉末の D50（メジアン径）は、例えば、焼結助剤原料を粉碎機で粉碎して調製してもよい。粉碎機としては、ビーズミル式粉碎機を用いることができる。ビーズミル式粉碎機のビーズの直径、周速及び粉碎時間からなる群より選ばれる少なくとも一つの条件を変更することで、焼結助剤粉末の粒子径分布を調整してもよい。ビ

50

ーズの直径は0.1～0.3mmであってよい。ロータの周速は8～12m/秒であってよい。粉碎時間は5～20分間であってよい。ビーズミル式粉碎機以外の粉碎機としては、ボールミル、振動ミル、及びポットミル等が挙げられる。

【0061】

焼結助剤粉末のD50が1.0 μ mを超えると気孔の個数及びサイズが増大して、抗折強度が低下する。焼結助剤粉末のD50は0.5 μ m未満になると、粉碎機から焼結助剤原料に加えられる入力エネルギーと粉碎比の関係性により、粉碎された粒子が凝集する傾向にある。この要因としては、粉碎が進むと粉碎された粒子同士の接触頻度が増加すること、及び、ポテンシャルエネルギーが引力リッチになることが考えられる。

【0062】

焼結助剤粉末のD50は、レーザー回折・散乱法による粒子径分布測定装置によって測定される体積基準の粒子径分布に基づいて求められる。焼結助剤粉末のD50が上記範囲であることによって、焼結助剤粉末に含まれる粒子が十分に小さく、且つ粒子同士が凝集することを抑制できる。これによって、セラミック焼結体を作製する際に、焼結助剤粉末の粒子及び凝集体に起因する気孔の発生を抑制することができる。また、セラミック粒子の粒成長を高い均一性で進行させることができる。

【0063】

図4及び図12は、レーザー回折・散乱法による焼結助剤粉末の体積基準の粒子径分布の例を示す図である。横軸は、対数目盛の粒径[μ m]であり、縦軸は頻度[体積%]である。本開示における粒子径分布は、JIS Z 8825:2013「粒子径解析-レーザー回折・散乱法」に記載の方法に準拠して測定される。粒子径分布測定には、ベックマンコールター社製のLS-13320(商品名)を用いることができる。測定条件としては、粒子屈折率を2.2、溶媒の屈折率を1.33とする。

【0064】

焼結助剤粉末は、図4に示されるように、粒子径分布(頻度%)におけるピークが一つのみであってよい。このような焼結助剤粉末は、図12に示すようにピークを複数あるものよりも凝集が十分に抑制されている。このため、セラミック焼結体における気孔のサイズ及び個数を十分に低減することができる。粒子径分布におけるピークは、シャープであってよい。例えば、焼結助剤粉末のD100は、5.5 μ m未満であってよく、5 μ m未満であってよい。例えば、D50に対するD100の比は、5以下であってよい。D100の下限の一例は2 μ mである。D50に対するD100の比の下限の一例は2である。

【0065】

混合工程では、粉碎によって得られた焼結助剤粉末と、セラミック粉末、及び、必要に応じて添加剤を配合し、例えばボールミル等を用いて混合する。このようにして、焼結助剤粉末とセラミック粉末を含む混合原料を調製する。添加剤としては、バインダ、可塑性剤、分散媒、及び離型剤等が挙げられる。バインダとしては、例えば、可塑性又は界面活性効果を有するメチルセルロース系のもの、熱分解性に優れたアクリル酸エステル系のものが挙げられる。可塑性剤としては、例えばグリセリンが挙げられる。分散媒としては、イオン交換水及びエタノール等が挙げられる。

【0066】

セラミック粉末としては、例えば、窒化ケイ素粉末、窒化アルミニウム粉末、又は酸化アルミニウム粉末等を用いることができる。セラミック粉末のD50(メジアン径)は、0.1～6 μ mであってよく、0.5～4 μ mであってよい。これによって、十分に緻密化したセラミック焼結体を得ることができる。セラミック粉末のD50は、焼結助剤粉末のD50と同じ方法で求められる。セラミック粉末の粒子径分布(頻度%)のピークの数も一つであってよい。

【0067】

セラミック粉末に対する焼結助剤粉末の質量基準の配合比は、0.03～0.12であってよく、0.05～0.1であってよい。これによって、セラミック焼結体が緻密化し易くなり、抗折強度を十分に高くすることができる。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 8 】

混合工程で得られた混合原料を、ドクターブレード法、カレンダー法、又は押し出し法等によって離型フィルム上に所定の厚みで塗布して乾燥し、成形して成形体を得る。成形圧力は3 ~ 30 MPaであってよい。成形体は一軸加圧して作製してもよいし、CIPによって作製してもよい。また、ホットプレスによって成形しながら焼成してもよい。例えば、ドクターブレード法等の上記方法によってセラミックグリーンシート基材を作製した後、ダイとパンチを備える金型を用いてセラミックグリーンシート基材を打ち抜いて成形体を得てもよい。

【 0 0 6 9 】

金型で打ち抜かれる際のセラミックグリーンシート基材の固形分の含有量は、65 ~ 85質量%であってよく、75 ~ 85質量%であってよい。固形分の含有量は、金型で打ち抜く前に、セラミックグリーンシート基材を乾燥する乾燥工程を行って調節してもよい。

10

【 0 0 7 0 】

焼成工程で成形体を焼成する前に、成形体の脱脂を行ってもよい。脱脂方法は特に限定されず、例えば、成形体を空气中又は窒素等の非酸化雰囲気中で300 ~ 700 に加熱して行ってよい。加熱時間は、例えば1 ~ 10時間であってよい。

【 0 0 7 1 】

セラミック焼結体は、成形体を焼成して得ることができる。焼成時の雰囲気、温度及び時間等は、セラミック焼結体の種類に応じて適宜設定することができる。セラミック焼結体として窒化ケイ素焼結体を製造する場合、窒素ガス又はアルゴンガス等の不活性ガス雰囲気中で行ってよい。焼成時の圧力は、0.7 ~ 1 MPaであってよい。焼成温度は1800 ~ 2100、1800 ~ 2000、又は1800 ~ 1900 であってよい。当該焼成温度における焼成時間は3 ~ 20時間であってよく、4 ~ 16時間であってよい。

20

【 0 0 7 2 】

セラミック焼結体として窒化アルミニウム焼結体を製造する場合、焼成温度は例えば1760 ~ 1840 であってよい。1760 ~ 1840 の温度範囲における保持時間は、例えば1 ~ 10時間であってよい。焼成は大気圧下で行ってよい。窒化ケイ素焼結体及び窒化アルミニウム焼結体以外のセラミック焼結体(例えば、及び酸化アルミニウム焼結体)を製造する場合、焼結体の緻密化が十分に進行するような焼結条件を適宜設定すればよい。

30

【 0 0 7 3 】

図5は、本実施形態の製造方法の一例において焼結が進行するときの粒成長のイメージを示す図である。この例では、図5の(a)に示されるように、成形体において、微細な焼結助剤粉末32がセラミック粒子12中に高い均一性で分散している。このような成形体を焼成すると、図5の(b)に示されるように液化した焼結助剤相32aが毛細管現象によって粒界に拡散する。焼結助剤相32aが拡散すると成形体(セラミック焼結体)の収縮が進行し、図5の(c)のように気孔22が消滅する。加熱を継続すると、セラミック粒子12が焼結助剤相32a中に溶けて、図5の(d)に示されるように柱状のセラミック粒子14が生成する。このように、液相焼結が進行する際に、セラミック粒子の円滑な粒成長に伴って気孔22が十分に消滅するため、セラミック焼結体に含まれる気孔を十分に低減することができる。焼結助剤相32aの一部はセラミック焼結体に残存してもよい。

40

【 0 0 7 4 】

図9は、従来の製造方法において焼結が進行するときの粒成長のイメージを示す図である。従来の製造方法では、図9の(a)に示されるように、成形体において、焼結助剤粉末の凝集体132がセラミック粒子112中に含まれている。そのような従来の成形体の断面写真が図10に示されている。このような成形体を焼成すると、図9の(b)に示されるように液化した焼結助剤相132aが凝集体132を起点に毛細管現象によって粒界に拡散する。毛細管現象による拡散が進行すると、凝集体132のサイズが大きいため、凝集体132の部分に気孔122が生じる。気孔122は大きいサイズを有するため、成

50

形体が収縮しても消滅せず、図9の(c)に示されるように気孔122がセラミック焼結体中に残存する。このようにして、セラミック焼結体中に含まれるサイズの大きな気孔の個数が増加する。図11は、このようにして得られる従来のセラミック焼結体の断面110Cを示している。断面110Cには凝集体132に由来する気孔122が含まれている。
【0075】

従来の製造方法に対し、本実施形態の製造方法では、焼結助剤粉末の粒子が十分に微細であり、且つ粒子同士の凝集が抑制されている。このため、焼結助剤粉末の痕跡として残存する気孔を低減できる。これによって、焼結過程で生じる気孔の個数を低減するとともに、気孔のサイズを小さくすることができる。このようにして得られるセラミック焼結体の気孔の個数は十分に低減されるとともに、気孔のサイズは十分に低減されている。またこのセラミック焼結体は640MPa以上という高い抗折強度を有する。セラミック焼結体の抗折強度は、上述したとおり、670MPa以上、690MPa以上、又は720MPa以上であってもよい。セラミック焼結体に含まれる粗大気孔及び微小気孔の平均個数 P_1 、 P_2 も上述したとおりである。このようなセラミック焼結体は、温度変化に伴って内部応力が発生したときに、クラックの発生及び進展を十分に抑制することができる。このため、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性に優れる。

【0076】

図8は、接合体(回路基板)の漏れ電流を測定して絶縁破壊を検査する検査装置の一例を模式的に示す図である。検査装置400は、交流電源60と、交流電源60に接続された耐電圧試験器50とを備える。耐電圧試験器50の一方の端子は、セラミック板10に接合された金属板41に接触する導電性支持部72aと電気的に接続される。耐電圧試験器50の他方の端子は、絶縁油76を貯留する貯留槽77内に配置される電極70を介して、金属板42に接触する導電性支持部72bと電気的に接続される。

【0077】

電極70は、貯留槽77の底面及び一側面に沿って配置されている。電極70は、図8に示されるように、鉛直方向断面で見たときにL字型形状を有している。電極70には、導電性支持部72bに隣接して、2つの絶縁性支持部74が設置されている。2つの絶縁性支持部74は、金属板42とそれぞれ接し、接合体100を絶縁油76中において支持している。

【0078】

電極70及び導電性支持部72a、72bとしては、例えば無酸素銅製のものを用いることができる。絶縁油76としては、例えばフッ素系不活性液体が用いることができる。耐電圧試験器50としては市販のものを用いることができる。このような検査装置400では、セラミック板10を挟む金属板41、42の間に例えば10~15kV程度の電圧を印加し、耐電圧試験器50において漏れ電流の有無を測定する。絶縁油76を加熱することによって、例えば100以上の高温下における接合体100におけるセラミック板10の絶縁性能を評価することができる。

【0079】

検査装置は図8の構成に限定されず、例えば100以上の温度下で、金属板41、42間に電圧を印加したときの漏れ電流を測定可能な検査装置であれば、特に制限なく用いることができる。

【0080】

以上、本開示の実施形態を説明したが、本開示は上記実施形態に何ら限定されるものではない。セラミック焼結体の実施形態に関する説明内容は、接合体、パワーモジュール、及びセラミック焼結体の製造方法にも適用される。セラミック焼結体の製造方法の実施形態に関する説明内容は、セラミック焼結体にも適用される。

【0081】

上記各実施形態で具体的に記載された数値範囲の上限値及び下限値を任意に組み合わせた数値範囲も、本開示に含まれる。また、数値範囲の上限値及び/又は下限値を、以下に説明する実施例の値で置換したのも本開示に含まれる。

10

20

30

40

50

【実施例】

【0082】

実施例及び比較例を参照して本開示の内容をより詳細に説明するが、本開示は下記の具体例に限定されるものではない。

【0083】

[焼結助剤粉末の調製]

(比較例1～5、実施例1～3)

焼結助剤粉末の原料として、市販の酸化イットリウム粉末、酸化マグネシウム粉末及びシリカ粉末を準備した。これらを、 $Y_2O_3 : MgO : SiO_2 = 5 : 2 : 2$ の質量比となるように配合して混合粉末を得た。ビーズミル式粉碎機(アシザワ・ファインテック株式会社製、装置名:スターミルLMZ)を用いて混合粉末を粉碎し、焼結助剤粉末を得た。ビーズミル式粉碎機による粉碎条件(ビーズの直径、ロータの周速及び粉碎時間)を表1及び表2に示すとおりに変更して、粉碎条件が互いに異なる複数種類の焼結助剤粉末を調製した。

【0084】

レーザー回折・散乱法による粒子径分布測定装置(日機装株式会社製、装置名:粒子径分布測定器MT3000II)を用いて、各焼結助剤粉末の体積基準の粒子径分布を測定した。これらの粒子径分布の測定結果から、D50(メジアン径)、及び、D100(最大粒子径)を求めた。結果は、表1及び表2に示すとおりであった。表1及び表2には、D50に対するD100の比も示した。実施例1～3の粒子径分布(頻度%)は、図4に示すようにいずれもピークを一つのみ有していた。

【0085】

【表1】

番号	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
ビーズの直径 [mm]	1.0	0.3	0.2	0.2
周速 [m/s]	8	8	8	4
粉碎時間 [min]	6	6	6	6
D50 [μm]	1.9	1.4	1.4	1.5
D100 [μm]	10.5	6.5	4.5	6.5
D100/D50	5.53	4.64	3.21	4.33

【0086】

【表2】

番号	実施例1	実施例2	実施例3	比較例5
ビーズの直径 [mm]	0.2	0.2	0.2	0.2
周速 [m/s]	12	12	12	12
粉碎時間 [min]	6	14	20	30
D50 [μm]	1.0	0.8	0.9	1.1
D100 [μm]	3.9	2.9	4.3	6.0
D100/D50	3.90	3.63	4.78	5.45

【0087】

表1の比較例1～3の結果から、ビーズの直径を小さくすることによって、焼結助剤のD50及びD100を小さくできることが確認された。また、比較例3,4及び実施例1の結果から、ロータの周速を大きくすることによって、D50及び/又はD100を小さくできることが確認された。実施例1,2の結果から、粉碎時間を長くするとD50及びD100を小さくできることが確認された。一方、実施例2,3及び比較例5の結果から、粉碎時間を長くし過ぎると、D50及びD100が大きくなることが確認された。これ

は、粉碎粉が凝集することに起因すると考えられる。

【0088】

[窒化ケイ素板の作製]

(実施例4)

市販の窒化ケイ素粉末 ($D_{50} : 0.7 \mu\text{m}$)、実施例2の焼結助剤粉末、及び添加剤 (溶剤系のバインダ) を、ビーズミルに入れて混合し、原料スラリーを調製した。窒化ケイ素粉末と焼結助剤粉末の配合比は、窒化ケイ素粉末 : 焼結助剤粉末 = 91 : 9とした。次に、離型フィルム上にドクターブレード法によって、上述の原料スラリーを塗布してグリーンシートを作製した。作製したセラミックグリーンシートを、縦×横 = 250 mm × 180 mmとなるように切断し、70枚積層して積層体を得た。上記積層体を、カーボンヒータを備える電気炉中に配置し、空气中、500 で20時間加熱して脱脂した。

10

【0089】

脱脂後の成形体を焼成炉内に置いて、焼成炉内を100 Pa以下に減圧し、900 まで昇温した。その後、焼成炉内に窒素ガスを導入し、約0.9 MPaの加圧下で1500 まで昇温し、4時間保持した。保持後、1830 まで昇温し、1830 で5時間保持した。このようにして厚さ3 mmの窒化ケイ素板を得た。

【0090】

(実施例5)

実施例2の焼結助剤粉末に代えて、実施例1の焼結助剤粉末を用いたこと以外は、実施例4と同様にして窒化ケイ素焼結体を得た。

20

【0091】

(実施例6)

実施例2の焼結助剤粉末に代えて、実施例3の焼結助剤粉末を用いたこと以外は、実施例4と同様にして窒化ケイ素焼結体を得た。

【0092】

(比較例6)

市販の酸化イットリウム粉末、酸化マグネシウム粉末及びシリカ粉末を、実施例1と同じ質量比で配合して混合粉末を得た。この混合粉末を、ビーズミル式粉碎機で粉碎することなく焼結助剤粉末として実施例4で用いた窒化ケイ素粉末及び添加剤と配合した。ボールミルを用いてこれらを混合して原料スラリーを調製した。この原料スラリーを用いたこと以外は、実施例4と同様にして窒化ケイ素焼結体を得た。実施例1で用いた粒子径分布測定装置を用いて、ボールミルに入れる前の混合粉末 (焼結助剤粉末) の粒子径分布を測定した。この粒子径分布の測定結果から、 D_{50} (メジアン径)、及び、 D_{100} (最大粒子径) を求めた。その結果、 D_{50} は $3.171 \mu\text{m}$ 、 D_{100} は $497.7 \mu\text{m}$ であった。また、比較例6で用いた焼結助剤粉末の粒子径分布は図12と同様に2つのピークを有していた。このように2つのピークがあるのは、焼結助剤粉末に粒子の凝集体が含まれていることによるものである。

30

【0093】

[窒化ケイ素焼結体の評価]

<密度の測定>

各実施例及び比較例で得られた板状の窒化ケイ素焼結体の密度を測定した。具体的には、各実施例及び比較例で得られた窒化ケイ素焼結体を5つずつ任意に選び、アルキメデス法によって密度を測定した。結果は、表3に示すとおりであった。表3に示すとおり、各実施例及び比較例の窒化ケイ素焼結体の密度は同等であった。このことから、密度に基づいて、粗大気孔及び微小気孔の平均個数を推測することは難しいと考えられる。

40

【0094】

50

【表 3】

	密度 [g/cm ³]					平均値
	N=1	N=2	N=3	N=4	N=5	
実施例 4	3.24	3.23	3.24	3.25	3.24	3.24
実施例 5	3.25	3.24	3.24	3.23	3.24	3.24
実施例 6	3.23	3.22	3.25	3.24	3.24	3.24
比較例 6	3.24	3.25	3.24	3.25	3.23	3.24

10

【0095】

<粗大気孔の測定>

各実施例及び比較例で得られた窒化ケイ素焼結体を厚さ方向に沿って切断し、各切断面を研磨した。走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて、切断面を200倍に拡大して観察した。図6及び図13に示すような各切断面において、24視野（1視野あたりの面積：0.74mm²）を観察して、粗大気孔のサイズと合計個数を測定した。上述したとおり、一つの気孔の外縁において間隔が最も大きくなるように選択される2点を結ぶ線分の長さが10μm以上のものを粗大気孔とした。これらの測定結果に基づいて、粗大気孔の平均個数P₁を求めた。結果は表4に示すとおりであった。

【0096】

20

【表 4】

	粗大気孔	
	合計個数 (24視野)	平均個数P ₁ [個/mm ²]
実施例4	0	0.00
実施例5	6	0.34
実施例6	11	0.62
比較例6	30	1.69

30

【0097】

<微小気孔の測定>

上記窒化ケイ素板の各切断面を1000倍に拡大して観察した。図7及び図14に示すようなSEM写真に含まれる微小気孔のサイズと個数を、画像処理ソフトウェア（ImageJ）を用いて測定した。粗大気孔の測定と同様に、各切断面において24視野（1視野あたりの面積：0.02mm²）で行って、微小気孔のサイズと合計個数を測定した。上述したとおり、一つの気孔の外縁において間隔が最も大きくなるように選択される2点を結ぶ線分の長さが0.05μm以上且つ10μm未満ものを微小気孔とした。測定結果に基づいて、微小気孔の平均個数P₂、微小気孔のサイズ（当該線分）の最大値、平均値、最小値及び標準偏差を求めた。結果は、表5に示すとおりであった。

40

【0098】

<窒化ケイ素粒子の測定>

各実施例及び比較例の断面（1視野あたりの面積：0.02mm²）のSEM写真（1000倍）に含まれる窒化ケイ素粒子のうち、その外縁において間隔が最も大きくなるように選択される2点を結ぶ線分（長軸）の長さが20μm以上である窒化ケイ素粒子の個数を計測した。結果は、表5の「粒子の個数」の欄に示すとおりであった。

【0099】

50

【表 5】

	平均個数 P_2 [個/mm ²]	微小気孔のサイズ [μm]				粒子個数 [個]
		平均値	最大値	最小値	標準偏差	
実施例4	230	0.50	1.24	0.05	0.30	25
実施例5	293	0.52	3.44	0.08	0.45	20
実施例6	320	0.48	6.01	0.12	0.71	12
比較例6	502	0.50	9.58	0.04	1.02	6

10

【0100】

表5に示すとおり、微小気孔のサイズの平均値は、各実施例及び比較例6で大きな違いはなかった。一方で、微小気孔のサイズのばらつきは、各実施例の方が比較例6よりも小さかった。また、各実施例の方が比較例よりも窒化ケイ素粒子の粒成長が十分に進んでいることが確認された。各実施例の窒化ケイ素板に含まれる、上記線分の長さが20 μm以上である窒化ケイ素粒子はいずれも4以上のアスペクト比を有していた。表5の「粒子の個数」は、1視野での測定結果であるが、10視野で同様の測定を行ったところ、実施例4～6では、各視野における、長軸の長さが20 μm以上である窒化ケイ素粒子の個数はいずれも15個以上であった。

【0101】

<抗折強度の測定（ヒートサイクル試験前）>

各実施例及び比較例6の窒化ケイ素板の3点曲げ抗折強度を測定した。測定は、JIS R 1601：2008に準拠し、市販の抗折強度計（株式会社島津製作所製、装置名：AG-2000）を用いて行った。各実施例及び比較例6において測定試料を20個ずつ作製して測定を行った（N=20）。測定値の平均値、最大値及び最小値は表6に示すとおりであった。

20

【0102】

【表 6】

	抗折強度 [MPa]		
	平均値	最大値	最小値
実施例4	746	774	690
実施例5	720	754	679
実施例6	700	733	644
比較例6	652	685	629

30

【0103】

表6に示すとおり、比較例6に比べて各実施例の窒化ケイ素焼結体の方が高い抗折強度を有していた。

【0104】

<抗折強度の測定（ヒートサイクル試験後）>

Ag粉末（福田金属箔粉工業株式会社製、商品名：Ag-HWQ、平均粒子径D50：2.5 μm、比表面積0.4 m²/g）89.5質量部、Cu粉末（福田金属箔粉工業株式会社製、商品名：Cu-HWQ、平均粒子径D50：3.0 μm、比表面積：0.4 m²/g、）9.5質量部、Sn粉末（福田金属箔粉工業株式会社製：Sn-HPN、平均粒子径D50：3 μm、比表面積0.1 m²/g）1.0質量部の合計100質量部に対して、水素化チタン粉末（トーホーテック株式会社製、商品名：TCH-100）を3.5質量部含むろう材を調製した。このろう材を、塗布量8 mg/cm²となるように、実施例4, 5, 6及び比較例6の両主面の上にスクリーン印刷法で塗布した。

40

【0105】

50

板状の窒化ケイ素焼結体（窒化ケイ素板）の一方の主面のろう材層の上に回路形成用銅板を、他方の主面のろう材層の上に放熱板形成用銅板（いずれも厚さ0.8mm、純度99.60質量%のC1020無酸素銅板）を重ね合わせて積層体を得た。この積層体を、 1.0×10^{-3} Pa以下の真空中にて830℃且つ30分間の条件で加熱して、接合体を得た。接合した回路形成用銅板にエッチングレジストを印刷し、塩化第二鉄溶液で回路形成用銅板をエッチングして回路パターンを形成した。さらに、フッ化アンモニウム/過酸化水素溶液で、余分なろう材層を除去した。このようにして回路基板を作製した。

【0106】

作製した回路基板を、-55℃にて15分間、25℃にて15分間、175℃にて15分間、25℃にて15分間を1サイクルとして、2500サイクル繰り返すヒートサイクル試験を行った。ヒートサイクル試験後、塩化第二鉄溶液、及びフッ化アンモニウム/過酸化水素溶液を用いたエッチングで回路パターン及び放熱板形成用銅板を除去して、窒化ケイ素板を得た。このようにして得られた窒化ケイ素板の3点曲げ抗折強度を測定した。測定方法及び測定試料の数は、ヒートサイクル試験前の測定と同じとした。測定値の平均値、最大値及び最小値は表7に示すとおりであった。

【0107】

【表7】

	抗折強度 [MPa]		
	平均値	最大値	最小値
実施例4	738	788	678
実施例5	692	734	655
実施例6	680	700	603
比較例6	600	658	558

【0108】

ヒートサイクル試験後も、実施例4～6の窒化ケイ素板の方が比較例6の窒化ケイ素板よりも高い抗折強度を有していた。表6と表7の数値を対比すると、ヒートサイクル試験による抗折強度の低下度合いが実施例4～6の方が比較例6よりも小さかった。このことは、実施例4～6の窒化ケイ素板が耐ヒートサイクル性に優れることを示している。この理由としては、粗大気孔及び微小気孔の個数が実施例4～6の方が比較例6よりも少ないために、熱膨張及び熱収縮に伴って生じる内部応力によるクラックの発生及び進展が抑制されることが考えられる。

【0109】

<高温絶縁性の評価>

抗折強度を測定するときと同じ手順で、実施例4～6及び比較例6の窒化ケイ素焼結体を用いて回路基板を作製した。図8に示すような検査装置を用いて、JIS C2110-1:2010に準拠して各回路基板の耐電圧検査を行った（N=3）。この検査には、株式会社計測技術研究所製のAC20kV耐電圧試験器（型式：7473）を用いた。絶縁油としては、パーフルオロカーボン（スリーエムジャパン株式会社製、商品名：フロリナート、型番：FC-3283）を用いた。貯留槽77、電極70、導電性支持部72a、72b、及び絶縁性支持部74として、大西電子株式会社製の検査治具を用いた。電極70は無酸素銅製のものを、導電性支持部72a、72bは炭素工具鋼鋼材（SK材）にロジウムめっきが施されたものを、それぞれ用いた。

【0110】

検査装置の絶縁油を120℃に加熱し、当該絶縁油中に回路基板をセットした。0.1kV/秒の速さで9kVに昇圧し、60秒間キープした。その後、0.1kV/秒の速さで昇圧した。このように、1kV毎に60秒間キープ及び0.1kV/秒で昇圧を繰り返しながら、15kVまで昇圧した。15kVに到達するまでに、電流遮断電流量の閾値以上の電流が流れた場合を絶縁破壊と判定した。閾値は9.99mAとした。結果は、表8

に示すとおりであった。

【 0 1 1 1 】

【 表 8 】

	絶縁破壊電圧 [KV]		
	N=1	N=2	N=3
実施例4	>15.0	>15.0	>15.0
実施例5	14.0	14.0	15.0
実施例6	13.9	13.5	14.0
比較例6	10.5	12.0	13.4

10

【 0 1 1 2 】

実施例4では、15kVに到達しても、絶縁破壊しなかった。このことから、実施例4の回路基板は、高温での絶縁信頼性に最も優れることが確認された。実施例5,6の回路基板も、比較例6の回路基板よりも高温での絶縁信頼性に優れることが確認された。

【 産業上の利用可能性 】

【 0 1 1 3 】

本開示によれば、耐ヒートサイクル性に優れるとともに、高温における絶縁信頼性に優れるセラミック焼結体及びその製造方法、並びに接合体が提供される。本開示は、そのようなセラミック焼結体を備えることによって信頼性に優れるパワーモジュールが提供される。

20

【 符号の説明 】

【 0 1 1 4 】

10A, 10B...主面、10C, 110C...断面、10...セラミック板、12, 14, 112...セラミック粒子、20, 22, 122...気孔、32...焼結助剤粉末、32a, 132a...焼結助剤相、41, 41a, 42...金属板、50...耐電圧試験器、51, 52...ろう材層、60...交流電源、70...電極、72a, 72b...導電性支持部、74...絶縁性支持部、76...絶縁油、77...貯留槽、80...半導体素子、81, 82, 85...ハンダ、83...電極、84...金属ワイヤ、86...筐体、90...ベース板、92...冷却フィン、93...ネジ、94...グリース、95...樹脂、100...接合体、132...凝集体、200...パワーモジュール、400...検査装置。

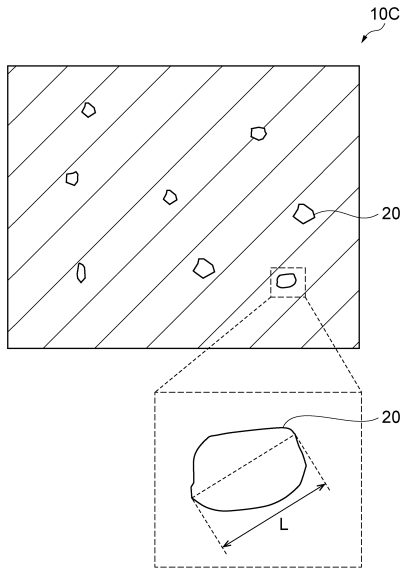
30

40

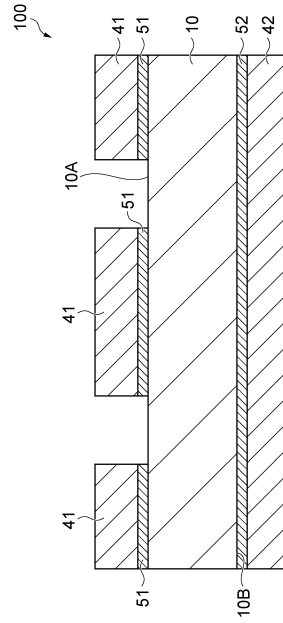
50

【図面】

【図 1】



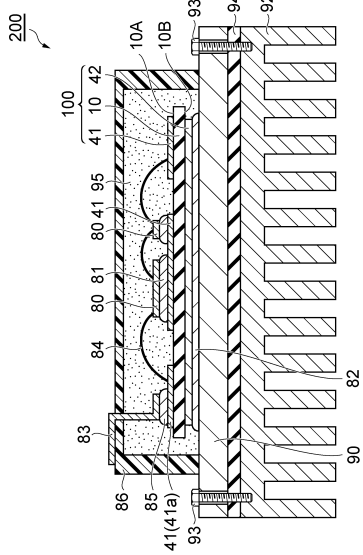
【図 2】



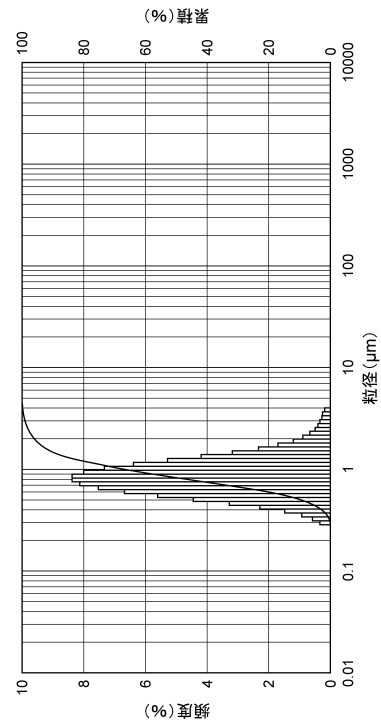
10

20

【図 3】



【図 4】

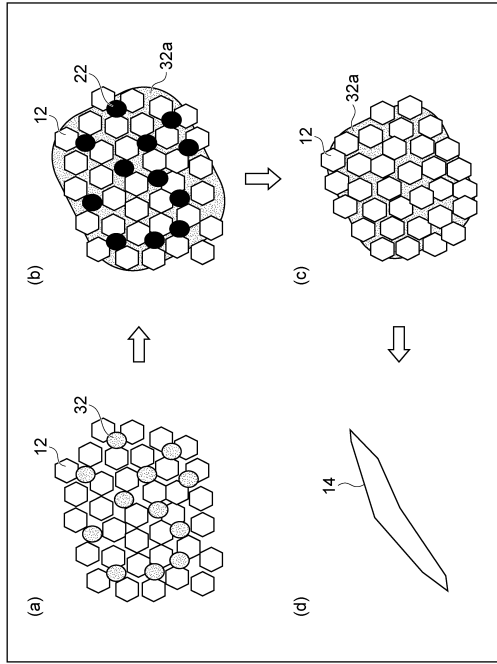


30

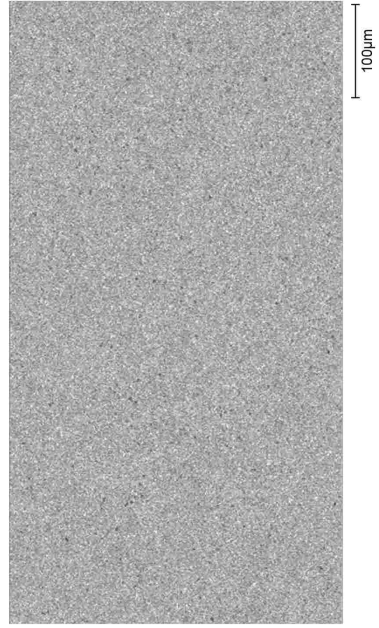
40

50

【 図 5 】



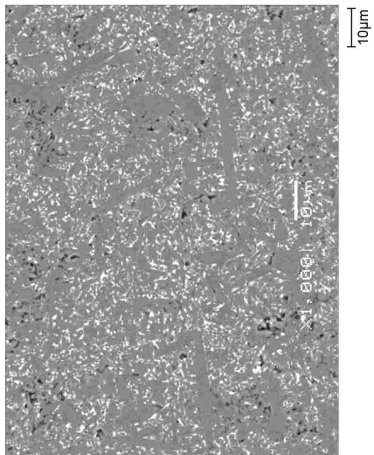
【 図 6 】



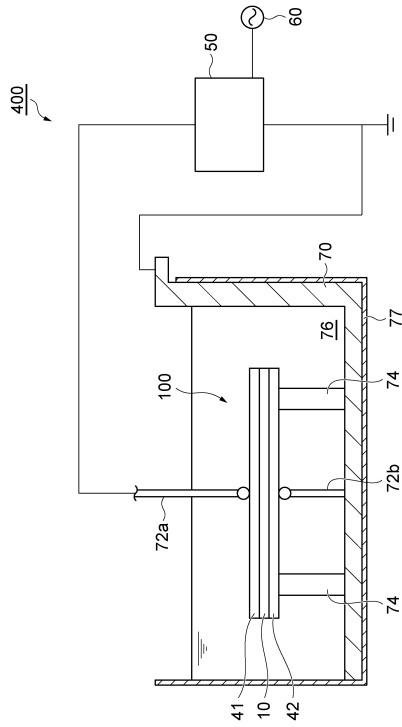
10

20

【 図 7 】



【 図 8 】

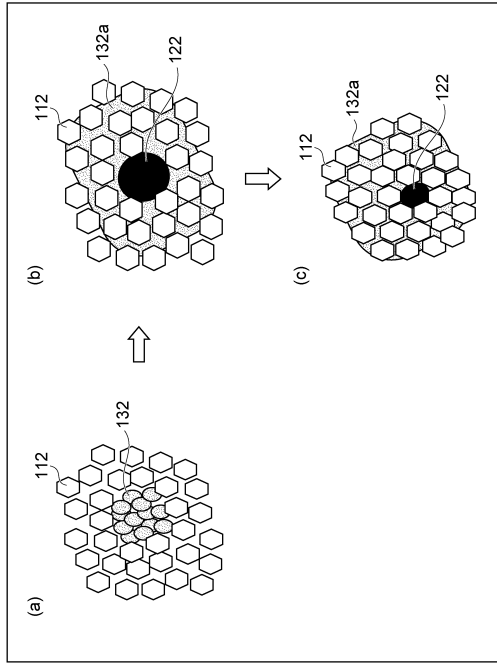


30

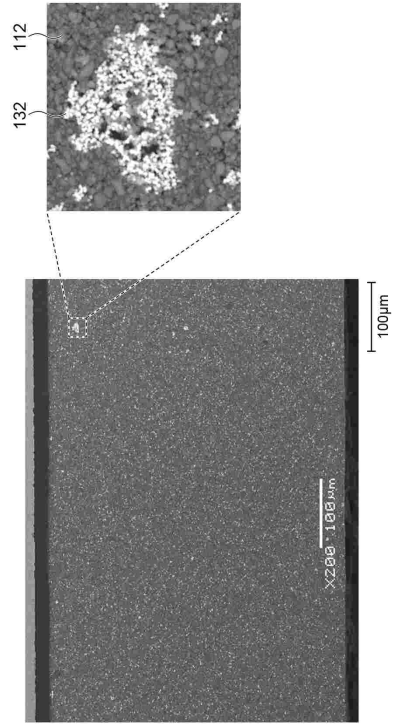
40

50

【図 9】



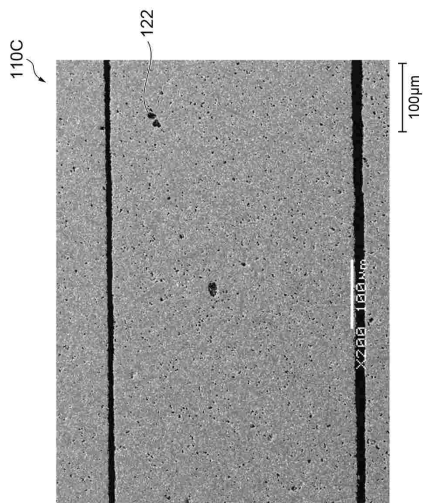
【図 10】



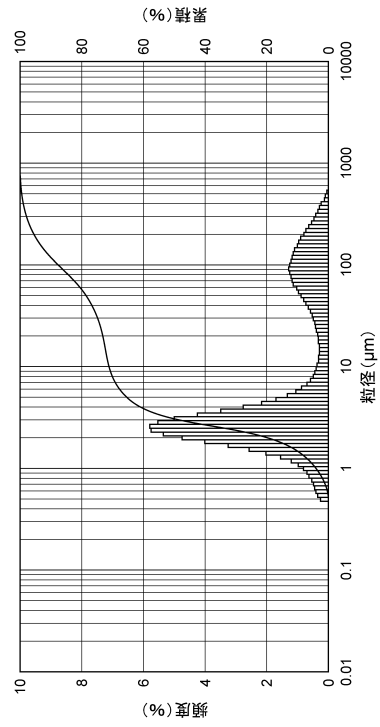
10

20

【図 11】



【図 12】

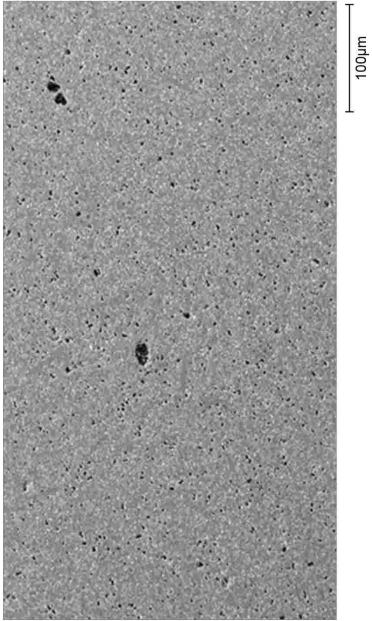


30

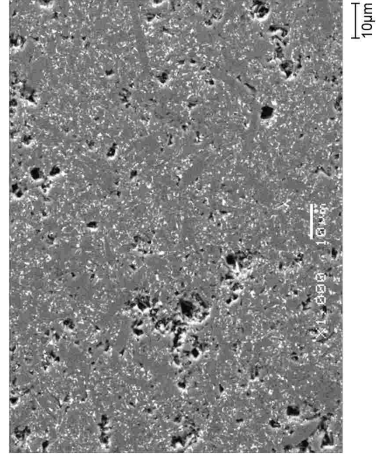
40

50

【 1 3 】



【 1 4 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I		
H 0 1 L 23/15 (2006.01)	H 0 1 L	23/14	C
H 0 1 L 23/36 (2006.01)	H 0 1 L	23/36	C
H 0 1 L 23/373 (2006.01)	H 0 1 L	23/36	M
H 0 1 L 25/07 (2006.01)	H 0 1 L	25/04	C
H 0 1 L 25/18 (2023.01)			

東京都中央区日本橋室町二丁目1番1号 デンカ株式会社内

審査官 浅野 昭

(56)参考文献	国際公開第2014/069268 (WO, A1)
	国際公開第2016/163263 (WO, A1)
	特開2008-285349 (JP, A)
	特開2006-036554 (JP, A)
	国際公開第2019/022133 (WO, A1)
	国際公開第2011/034075 (WO, A1)
	特開2004-314161 (JP, A)
	特開2002-201075 (JP, A)
	特開2003-192445 (JP, A)
(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)	
	C 0 4 B 3 5 / 5 8 4 - 3 5 / 5 9 6
	C 0 4 B 3 5 / 6 2 2