

A. Pönicke¹, J. Schilm¹, A. Triebert², K. Sempff², T. Gestrich¹, H.-P. Martin¹, G. Böhm², D. Schnee³

Aktivlöten von Kupfer mit Aluminiumnitrid- und Siliziumnitridkeramik

Gefördert durch:

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

DIE AUTOREN



Dipl.-Ing. Andreas Pönicke studierte von 1999–2005 an der Technischen Universität Ilmenau, er schloss mit dem Dipl.-Ing. für Technische Physik ab. Sein Diplomthema: „Entwicklung einer kohlenstofffaserverstärkten Aluminiumoxidkeramik“ bearbeitete er im Geschäftsbereich Composites der Schunk Kohlenstofftechnik GmbH, Heuchelheim. Seit 09/2005 ist er Wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe Fügetechnik und AVT des Fraunhofer-Instituts für Keramische Technologien und Systeme (IKTS), Dresden. Sein Tätigkeitsfeld umfasst u.a. Aktivlöten von Keramik-Metall-Verbindungen für Sensorik und Hochtemperatur-Anwendungen, Reaktivlöten an Luft, Induktionslöten.

Email: andreas.poenicke@ikts.fraunhofer.de



Dr. Jochen Schilm, studierte 1990–1994 an der Fachhochschule Ostfriesland in Emden (Abschluss: Dipl.-Ing. (FH) für Chemieingenieurwesen) und von 1997–1999 an der Technischen Universität Bergakademie Freiberg (Abschluss: Dipl.-Ing. (TU) für Glas-, Keramik- und Baustofftechnologie). In der Zeit von 01/1995 bis 03/1997 war er Ingenieur für Chemietechnik in der Solvay Pharmaceuticals GmbH, Hannover. Nach dem Studium an der Bergakademie Freiberg war er Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS), Dresden (1999–2004), wo er auch promovierte und nachfolgend an der Technischen Universität Dresden, Lehrstuhl für anorganisch-nichtmetallische Werkstoffe (2004–2006). Seit 07/2006 ist er Leiter der Arbeitsgruppe Fügetechnik und AVT am Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS), Dresden.



Dipl.-Ing. (FH) Gaby Böhm studierte von 1997–2002 Werkstofftechnik (nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe) mit dem Diplomarbeitsthema: „Aufbereitung von ZrO₂-Folien für das Trockenpreßverfahren“ an der Georg-Simon-Ohm Fachhochschule Nürnberg.

Danach war sie 2002 im Zentrum für Werkstoffanalytik Lauf – Rasterelektronenmikroskopie (ZWL). Ab 2003 begann sie Ihre Tätigkeit in der ANCeram GmbH & Co. KG als Entwicklungsingenieur und Leiter Siebdruck und Metallisierung und nachfolgend ab 10/2010 als Leiter der Entwicklung.



Dipl.-Ing. (FH) Daniel Schnee besuchte die Fachhochschule Darmstadt und schloss sein Studium 2001 als Diplom-Ingenieur für Chemie- & Biotechnologie ab. Anschließend begann er seine berufliche Laufbahn bei der damaligen BrazeTec GmbH in der Forschungs- und Entwicklungsabteilung auf dem Gebiet von Flussmitteln und Lotpasten. 2005 wechselte er in die Anwendungstechnik der heutigen Business Line BrazeTec der Umicore AG & Co. KG. Zum 01.01.2011 wurde ihm die Leitung des Brazing Centers übertragen. Er koordiniert interne Entwicklungsthemen und betreut Kundenprojekte weltweit.

KURZFASSUNG

Kupfer-AlN- und Kupfer-Si₃N₄-Verbunde werden als Trägersubstrate für Halbleiterbauelemente in der Leistungselektronik eingesetzt. Zur Herstellung flächig strukturierter Verbunde aus Kupferfolien und Nitridkeramik finden silberbasierte Aktivlöte Verwendung. In dieser Arbeit wurden die Mechanismen beim Aktivlöten von Aluminiumnitrid und Siliziumnitrid im Verbund mit Kupferfolien untersucht. Dabei wurden der Schmelzprozess des Lotwerkstoffes, die chemischen Wechselwirkungen zwischen Lotwerkstoff und Basiswerkstoffen sowie der Einfluss der Prozessparameter in die Untersuchungen einbezogen. Zugang zu den ablaufenden Vorgängen gestatteten vor allem thermoanalytische und mikroskopische Verfahren. Zusätzlich wurden die Prozesse unter produktionsnahen Bedingungen getestet und anwendungsnahe Probekörper hergestellt. Die Verknüpfung von Experimenten im Labormaßstab mit Kleinserien in industriell relevanten Prozessanlagen stellte die Übertragbarkeit der im Labor gefundenen Prozessmodelle mit der Produktion sicher. Die Erhöhung der Zuverlässigkeit des Lötprozesses und eine damit verbundene Qualitätsverbesserung sowie die signifikante Reduktion der Ausschussquote der Produkte konnten durch die Optimierung der Aktivlöte und der Prozessbedingungen beim Aktivlöten erreicht werden.

ABSTRACT

Active Metal Brazing of Copper with Aluminium Nitride and Silicon Nitride Ceramics

Copper-AlN- and copper-Si₃N₄-composites are used as substrates for semiconductor modules in power electronics. Silver-based active brazing alloys are used for the fabrication of composites from copper foils and nitride ceramics. In this study the mechanisms during active metal brazing (AMB) of aluminium nitride and silicon nitride in combination with copper foils were investigated. Therefore the melting process of the braze filler metal, the chemical interactions between the braze filler metal and the raw materials and the influence of the processing parameters were studied in detail using thermo analytic and microscopic methods. Additionally, the fabrication process was tested under close to production conditions and application like samples were fabricated. The combination of lab experiments with low volume productions in industrial relevant processing equipment ensures the transferability of the developed processing models from lab into production. An increase of the AMB process reliability and an associated quality improvement as well as a significant reduction of the rejection rate during fabrication was achieved by optimisation of the active brazing alloys and the processing conditions during the active metal brazing.

STICHWÖRTER

Aktivlot, Keramik-Metall-Verbund, Optimierung Lötprozess, Fügen
Keram. Z. 63 (2011) [5]

¹ Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS), Winterbergstr. 28, D-01277 Dresden

² ANCeram GmbH & Co. KG, Esbachgraben 21, D-95463 Bindlach

³ Umicore AG & Co. KG, Business Line BrazeTec, Rodenbacher Chaussee 4, D-63457 Hanau-Wolfgang

FORSCHUNG UND TECHNIK

1 Einleitung

Kupfer-Keramik-Verbunde dienen hauptsächlich als Trägersubstrate für IGBT [Insulated-Gate Bipolar Transistor (Bipolartransistor mit isolierter Gate-Elektrode)]-Module in der Leistungselektronik beispielsweise für Schaltnetzteile, Wechselrichter, Halbleiter-Relais oder Frequenzumrichter in der Antriebstechnik. An das Trägersubstrat wird dabei eine Vielzahl von Anforderungen gestellt. Die hohe Verlustwärme, die durch die Leistungsdichte der montierten Halbleiter entsteht, erfordert einen Materialverbund mit einer guten Wärmeleitfähigkeit beziehungsweise einem niedrigen Widerstand. Dies kann mit etablierten Keramiken wie z.B. Al_2O_3 nur in Anwendungen mit begrenzten Anforderungen an den Wärmetransport realisiert werden. Aus diesem Grund werden bevorzugt Substrate aus Aluminiumnitrid (AlN) oder Siliziumnitrid (Si_3N_4) eingesetzt.

Durch die hohe Stromtragfähigkeit der Leiterbahnen oder Kontaktierungsbereiche ist die Ausführung der Leiterbahnstrukturen in z.B. Dickschichttechnik auf diesen Keramiken in den erforderlichen Schichtdicken nicht mehr möglich. Als Alternative hat sich die Metallisierung der keramischen Substrate mit Kupferfolien mit Dicken zwischen 200–400 μm und entsprechend niedrigem ohmschen Widerstand bewährt. Durch die hohen anliegenden Spannungen im kV-Bereich ist außerdem ein gutes elektrisches Isolationsverhalten sowohl zwischen den einzelnen Kupferleiterbahnen als über die Keramik (Durchschlagfestigkeit, Leckstromrate) erforderlich. Weitere Anforderungen an den Kupfer-Keramik-Verbund sind eine gute Lötbarkeit der Materialien miteinander, eine große Haftfestigkeit des Kupfers an den keramischen Substraten und eine hohe Temperaturwechselbeständigkeit (TWB) des Keramik-Metall-Verbundes, der vor allem die Lebensdauer des Trägersubstrates bestimmt.

Sowohl Aluminiumnitrid wie auch Siliziumnitrid erfüllen einen großen Teil der oben genannten Anforderungen, verfügen aber über unterschiedliche spezifische Stärken. Die Kombination aus Kupfer und AlN bietet eine ausgezeichnete Wärmeleitfähigkeit. Im Gegensatz dazu liegen Verbunde aus Kupfer und Si_3N_4 mit der Wärmeleitfähigkeit zwar unterhalb der von Kupfer-AlN-Verbunden aber deutlich höher als Verbunde mit Al_2O_3 . Aluminiumnitrid wird vor allem wegen der Kombination seiner Eigenschaften als elektrischer Isolator und guter thermischer Leiter genutzt. Für Anwendungen mit hoher mechanischer Belastung oder mit sehr schnellen Temperaturwechseln ist

Siliziumnitrid aufgrund seiner deutlich höheren Biegefestigkeit und Thermoschockbeständigkeit Aluminiumnitrid deutlich überlegen (Tabelle 1). Die niedrigere Wärmeleitfähigkeit kann durch eine reduzierte Substratdicke bei gleicher Festigkeit im Vergleich zu AlN ausgeglichen werden. Mit Sicht auf eine maximierte Stabilität und Lebensdauer der Keramik-Metall-Verbunde ist Siliziumnitrid gegenüber Aluminiumnitrid zu bevorzugen.

Temperaturstabile und gasdichte Keramik-Keramik- und Keramik-Metall-Verbunde können durch Aktivlöten hergestellt werden. Das Aktivlöten wurde als Alternative zum Löten metallisierter Keramik entwickelt und wird erfolgreich vor allem für oxidische Keramik wie Al_2O_3 und ZrO_2 eingesetzt. Aktivlote sind metallische Lote die in geringen Mengen reaktive Elemente wie Ti, Zr oder Hf zur Beförderung der Benetzung und Haftvermittlung auf keramischen Oberflächen enthalten. Ohne eine Aktivierung durch diese Komponenten kann das schmelzflüssige Lot während des Lötprozesses die keramische Oberfläche nicht benetzen und keinen Lotverbund ausbilden. Weit verbreitet und kommerziell verfügbar sind Aktivlote der Zusammensetzung Ag-(Cu)-(In)-Ti mit Titan-Gehalten zwischen 1 und 10 Masse-%, die sowohl in Form von Lotpasten wie auch als Lotfolien zum Einsatz gelangen. Der Aktivlötprozess wird in Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung des Aktivlotes bei Temperaturen zwischen 850 und 1000 °C im Vakuum oder unter Schutzgas (z.B. Argon) in Kammer- oder Durchlauföfen durchgeführt. Für viele Anwendungen bieten Aktivlote auf Basis von Ag-Cu-Legierungen eine ausreichende Temperaturstabilität.

Das Aktivlöten von Kupfer mit Aluminiumnitrid mittels Aktivlotpasten wird industriell seit vielen Jahren eingesetzt. In Zukunft wird aufgrund der zuvor genannten Vorteile

vermehrt Si_3N_4 als Substrat für die Leistungselektronik zum Einsatz kommen. Allerdings ist die Übertragung des Aktivlötprozesses von AlN auf Si_3N_4 nicht unmittelbar möglich. Aktivgelötete Kupfer- Si_3N_4 -Verbunde weisen verschiedene Lötfehler wie beispielsweise Blasenbildung unter den Kupferfolien, Verlaufungen des Lotes zwischen benachbarten metallisierten Strukturen und Ablösungen des Kupfers in Randbereichen auf. Im Rahmen eines Forschungsprojektes der Unternehmen ANCeram GmbH & Co. KG und Umicore AG & Co. KG, Business Line BrazeTec in Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer IKTS wurden die Fehlermechanismen und Möglichkeiten zur Optimierung des Lötprozesses für eine zuverlässige und ausschussminimierte Produktion von Kupfer- Si_3N_4 -Verbunden untersucht.

Die durchgeführten Arbeiten sollen die Basis für ein grundlegendes Verständnis der ablaufenden Mechanismen beim silberbasierten Aktivlöten von Nitridkeramiken mit Kupfer schaffen. Nicholas et al. untersuchten das Benetzungsverhalten von Ag-Cu-Ti-Loten auf AlN und Si_3N_4 und die Zusammensetzung der gebildeten Reaktionsschichten [3]. Die Rolle des Aktivelements Titan wird von verschiedenen Autoren hinsichtlich der chemischen Wechselwirkungen in Verbunden mit Nitridkeramik betrachtet und liefert einen ersten Ansatzpunkt für den Mechanismus beim Fügeprozess [4–5]. Umfangreichere Ergebnisse zu den chemischen Vorgängen während des Aktivlötens sind in [6–7] dargestellt, die allerdings nicht ausreichen, um ein vollständiges Verständnis der ablaufenden Vorgänge zu bekommen. Ergebnisse zum Einfluss der Oberflächenqualität des Kupfers und der aufliegenden Last beim Fügen von Si_3N_4 und Kupfer werden in [8] beschrieben. Weitere Details zu Ergebnissen von Untersuchungen an gelöteten Si_3N_4 -Kupfer-Verbunden und zum Einfluss

Tabelle 1 • Physikalische Eigenschaften von Al_2O_3 , AlN und Si_3N_4 im Vergleich [1–2]

Kennwerte	Al_2O_3	AlN	Si_3N_4
Wärmeleitfähigkeit (λ) / $\text{W/m}\cdot\text{K}$	25 \pm 4	180 \pm 10	85 \pm 10
Elektrischer Isolationswiderstand / $\Omega\cdot\text{cm}$	$>10^{13}$	$>5\cdot 10^{12}$	$>10^{12}$
Durchschlagfestigkeit / $\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$	≥ 20	>20	≥ 15
Dielektrizitätszahl (ϵ_p) (bei 1 MHz)	9,9	8,6	8,4–8,5
Dielektrischer Verlust ($\tan \delta$) (bei 1 MHz)	$0,3\cdot 10^{-3}$	$0,5\cdot 10^{-3}$	$1,0\cdot 10^{-3}$
Biegebruchfestigkeit (σ_b) / MPa	>400	>300	>800
Elastizitätsmodul (E) / GPa	400	310	336
Wärmeausdehnungskoeffizient (α) / $10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$			
RT ... 100 °C	6,9	3,6	
RT ... 1000 °C	8,3	5,6	3,0–3,5
Thermoschockbeständigkeit	+	+++	+++
Metallisierbarkeit	+++	+++	+
Temperaturbeständigkeit	sehr hoch	sehr hoch	hoch

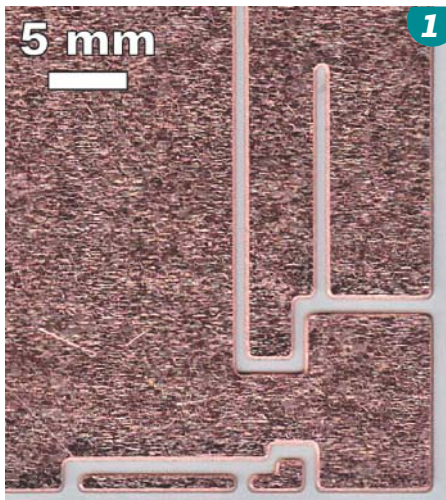


Bild 1 • Ausschnitt aus dem Testlayout (Vorderseite) für die Untersuchung der Lötfehler mit unterschiedlichen Leiterbahnstrukturen

der Titankomponente sind in [9–10] zu finden. Das bedeutet, dass die in der Literatur verfügbaren Ergebnisse nicht ausreichen, um die bekannten Lötfehler zu erklären und zielführende Gegenmaßnahmen abzuleiten.

2 Experimentelles

Ausgangspunkt der Untersuchungen stellen die bei der Firma ANCeram hergestellten und verwendeten foliengegossenen Aluminiumnitrid- und Siliziumnitridkeramiksubstrate dar. Die Keramiken lagen als 1 mm dicke Substrate vor, deren Oberfläche nach dem Sintern zur Einstellung der Rauheit mechanisch bearbeitet wurde. Die Aktivlote wurden als Pasten mittels Siebdruck beidseitig in den gewünschten Strukturen auf diese Substrate appliziert und anschließend getrocknet. Zu Beginn der Arbeiten wurde das Standard-Aktivlot bestehend aus einer Ag-Cu-Legierung mit 10 Masse-% Titanhydrid als Aktivkomponente ausgewählt. Im binären Phasensystem Silber-Kupfer existiert bei 780 °C ein Eutektikum der Zusammensetzung 72 Masse-% Ag und 28 Masse-% Cu. Für das Aktivlöten der Kupfer-Nitridkeramik-Verbunde wurde eine Ag-Cu-Legierung mit Cu-Überschuss und einem Schmelzbereich zwischen 780 und 850 °C eingesetzt.

Auf die AlN- und Si₃N₄-Substrate wurden dünne, strukturierbare Kupferfolien [SE-Kupfer (Sauerstofffreies, desoxidiertes Kupfer mit niedrigem Restphosphorgehalt)] mit 200 bzw. 300 µm Dicke gelötet. Die Strukturierung der vollflächig aufgelöteten Kupferfolien geschah mittels Maskierung und Ätzen, wobei die angelöteten Bereiche erhalten blieben. Dazu wurden vor dem eigentlichen Ätzprozess die aktivgelöteten Substrate auf beiden Seiten (deckungsgleich mit der Lotpaste) mit einem Ätzresist im Siebdruckver-

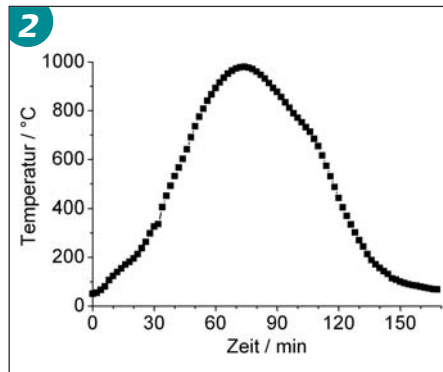


Bild 2 • Schleppthermoelementkurve des Argon-Durchlaufofens

fahren maskiert. Nach Aushärtung des Ätzresists wurde anschließend das überschüssige Kupfer in einem handelsüblichen Ätzbad mit wässrigem Eisen(III)-chlorid entfernt. Basierend auf den bisherigen Erfahrungen mit dem Aktivlöten von Kupfer mit Nitridkeramik wurde ein Testlayout für den Siebdruck der Aktivlotpaste entworfen, um die bekannten Lötfehler nachzustellen. Das Layout der Vorderseite ist strukturiert und besteht aus Leiterbahnen, großflächig verlöteten Bereichen mit schmalen Kanälen dazwischen, in denen das Lot zum Verlaufen neigt wie auch aus kleinen Pads in den Randbereichen, bei denen mangelhaft ausgebildete Lötverbindungen zur Delamination führen. Die Rückseite besteht aus einem einzigen großen, vollflächigen Pad. Bei dieser Padgröße tritt vor allem die Bildung von Blasen auf. Bild 1 verdeutlicht das Testlayout der Vorderseite wie es nach dem Aktivlöten und Ätzen der Kupferfolie erscheint.

Für das Aktivlöten können sowohl Vakuumöfen als auch Schutzgasöfen eingesetzt werden. Bei beiden Varianten ist darauf zu achten, dass der Sauerstoffpartialdruck $p_{O_2} < 10^{-4}$ mbar beträgt um eine vorzeitige Oxidation der Aktivkomponente Titan der Lote zu verhindern. Bei der Fa. ANCeram werden Kupfer-Nitridkeramik-Verbunde im Durchlaufofen unter Argon-Schutzgas beziehungsweise im Kammerofen unter Vakuum ($p < 1 \cdot 10^{-5}$ mbar) gelötet. Für die Herstellung der Modellproben mit Testlayout wurden diese Lötbedingungen am Fraunhofer IKTS auf einen schnellen Kammerofen mit Quarzglasstrahlern und Argonatmosphäre und auf einen Vakuumofen ($p < 5 \cdot 10^{-6}$ mbar) übertragen. Beim Aktivlöten im Argon wurde eine Löttemperatur von 950 °C eingestellt, das Aktivlöten im Vakuum erfolgte bei 900 °C. Die Haltezeit bei Löttemperatur variierte zwischen 8 und 30 min. Während des Lötprozesses wurden die Kupfer-Nitridkeramik-Verbunde mit 20–30 g/cm² belastet. Zwei ausgewählte Temperaturprofile sind in den Bildern 2–3 wiedergegeben.

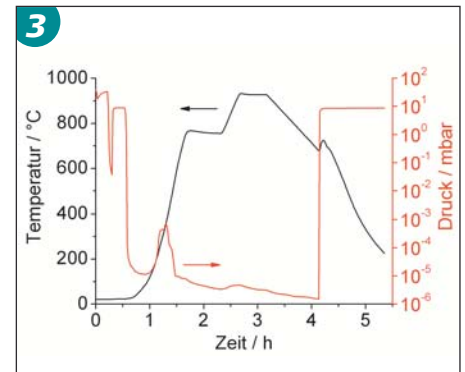


Bild 3 • Verlauf von Temperatur und Druck beim Vakuumlöten

Bild 2 zeigt ein typisches Standardtemperaturprofil beim Aktivlöten im Durchlaufofen. Es wurde mit einem Schleppthermoelement gemessen und spiegelt die Temperatur direkt an der Bauteiloberfläche beim Durchlaufen der Vorwärm-, Heiz- und Abkühlzonen wieder. In Bild 3 wird der Verlauf der Ofentemperatur während des Aktivlöten im Vakuum dargestellt. Am Verlauf der Druckkurve ist erkennbar, dass in-situ die Zersetzung des Binders und des Titanhydrids der Lotpaste erfolgt. Daher ist im Temperaturprofil vor Erreichen der Löttemperatur eine Haltezeit integriert um das Vakuum auf das erforderliche Niveau für einen funktionierenden Aktivlötprozess zu bringen. Nach dem Aktivlöten wurden die Lötfehler an den Verbunden mit Testlayout analysiert. Zur Detektion der Lötfehler kamen zwei Methoden zum Einsatz. Einerseits ist eine zerstörungsfreie Prüfung auf Lötfehler durch Ultraschallmikroskopie möglich. Andererseits können die Lötfehler innerer gelöteter Bereiche durch vollständiges Abätzen der Kupferfolien sichtbar gemacht werden. Für die zerstörungsfreie Fehleranalyse wurden die gelöteten Proben im Wasserbad eines SAM 300 (Ultraschall-Rastermikroskop, PVA TePla Analytical Systems) positioniert. Der Ultraschallwandler (Transducer) erzeugt kurze Pulse hochfrequenter Schallwellen (bis zu 400 MHz) mit 20–100 ns Dauer und strahlt die Probe punktförmig an. Die fokussierten Schallwellen breiten sich ungehindert durch das Koppelmedium Wasser bis zur Probenoberfläche aus. Die Ultraschallwellen werden an der Oberfläche der Probe und an inneren Grenzflächen wie z.B. Korngrenzen, Materialübergängen, Einschlüssen, Blasen oder Lunkern reflektiert, siehe Bild 4. Die rücklaufende Schallwelle wird vom Transducer erfasst und ausgewertet. Durch zeilenweises Abrastern der Probenoberfläche mit einem xy-Scanner entsteht ein Gesamtbild der Probe und ihrer inneren Struktur. Mit Hilfe von horizontalen akustischen Schnittbildern war es möglich

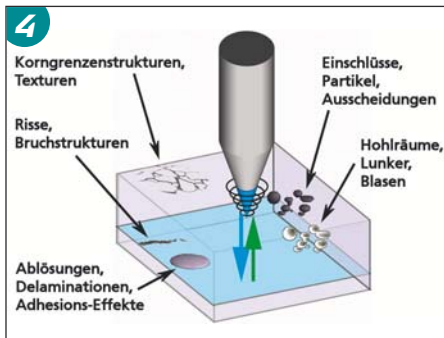


Bild 4 • Verfahrensweise und Möglichkeiten der Ultraschallmikroskopie

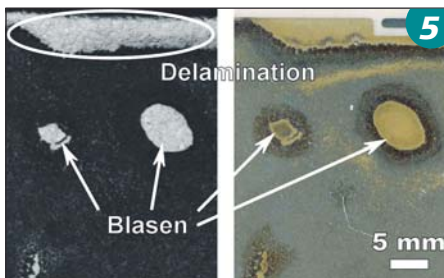


Bild 5 • Lötfehler eines gelöteten Kupfer-AlN-Verbundes; Linke Seite: Akustisches Schnittbild durch einen Verbund mit Blasen und Delamination der Kupfer-Folie im Randbereich, Rechte Seite: Lichtmikroskopische Aufnahme der gleichen Lötfehler nach Abätzen der kompletten Kupferfolie

sowohl Blasen als auch Lotverlaufungen und Randablösungen zu erkennen.

Von ausgewählten Verbunden wurden keramografische Querschnitte fehlerhaft gelöteter und auch fehlerfreier Bereiche angefertigt. Nach Anschliff, Politur und Ätzen wurden die Proben mit einer CrossBeam NVision 40 (Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop (FESEM), Carl Zeiss SMT) mit EDX-Einheit (Oxford Instruments) untersucht. Alternativ dazu wurden die Oberflächen von Verbunden mit abgeätzter Kupferfolie ohne Schlifffärbung visuell lichtmikroskopisch bewertet.

Zur Optimierung der Verbundherstellung ist ein umfassendes Verständnis des Lötprozesses unabdingbar. Eine Schlüsselrolle spielt dabei die thermische Analyse. Es wurden Messungen mittels Differenzthermoanalyse (DTA) in Kopplung mit Thermogravimetrie (TG) an modellhaften Pulvermischungen aus den Keramikpulvern (AlN und Si₃N₄), dem Lotpulver (Ag-Cu-Legierung mit TiH₂) oder der Lotpaste (Lotpulver mit organischem Binder) und Cu-Pulver (statt Kupferfolie die normalerweise angelötet wird) durchgeführt. Diese Modellmischungen wiesen einen wesentlich größeren Lotanteil auf als in einem realen Verbund während des Lötprozesses an den oberflächlichen Reaktionen beteiligt ist. Durch dieses Vorgehen war es möglich, auswertbare Messsignale zu Reaktionen

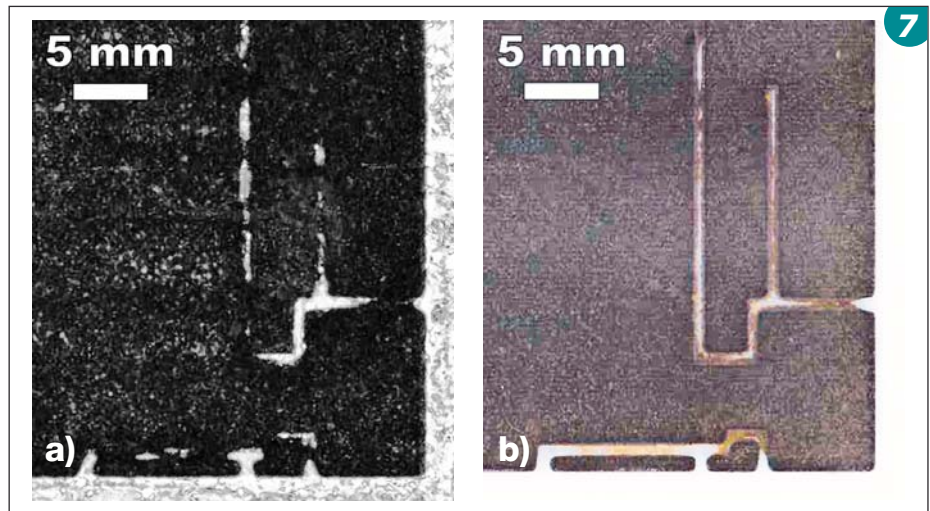


Bild 7 • Lotverlauf zwischen Kupferstrukturen auf AlN; a) akustisches Schnittbild durch einen gelöteten Verbund, b) lichtmikroskopische Aufnahme nach dem Abätzen der Kupferfolie

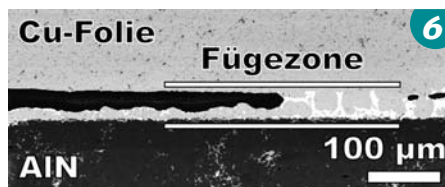


Bild 6 • Querschnitt durch eine Blase zwischen Kupferfolie und AlN-Substrat

zwischen den beteiligten Werkstoffen zu erhalten. Basierend auf diesen Daten konnten wichtige Schlussfolgerungen zum Lötmechanismus und zur Bewertung der verwendeten Lötprofile abgeleitet werden.

Für die thermoanalytischen Untersuchungen wurde eine STA 429 (Simultane Thermoanalyse-Apparatur (TG-DTA), Netzsch Gerätebau) genutzt. Die Heizrate betrug 10 K/min bis zur Endtemperatur von 950 bzw. 1100 °C. Vor der Versuchsdurchführung wurde die Apparatur dreimal 10 min bis auf ca. 10⁻² mbar evakuiert und anschließend mit Argon 5.0 gefüllt. Alle Versuche wurden in Al₂O₃-Tiegeln durchgeführt. Ein Teil der DTA-Proben wurde zusätzlich röntgenografisch auf die Ausbildung von intermetallischen Phasen hin untersucht.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Analyse der Lötfehler

Zu Beginn der Arbeiten wurden die unterschiedlichen Arten der auftretenden Lötfehler und ihre Häufigkeit beim Aktivlöten von Kupfer mit AlN- oder Si₃N₄-Substraten sowohl bei Lötungen in Argon-Schutzgasatmosphäre als auch beim Vakuumlöten untersucht. Zur statistischen Absicherung wurden dazu zahlreiche Verbunde unter Verwendung der Standard-Lotpaste sowohl im Labormaßstab des IKTS wie auch unter Produktionsbedingungen bei der Fa.

ANCeram hergestellt und die Fehlertypen analysiert.

Bild 5 zeigt exemplarisch das Erscheinungsbild gelöteter Modellproben unter Verwendung des Testlayouts nach zerstörungsfreier Prüfung mit dem Ultraschallmikroskop (links) und nach dem Abätzen der kompletten Kupferfolie (rechts). Im akustischen Schnittbild sind mehrere Blasen unter dem Kupfer und im Randbereich zu erkennen. Nach dem Abätzen der Kupferfolie zeigt sich, dass es sich bei den hellen Bereichen in der Bildmitte nicht nur um Blasen sondern auch um Fehlstellen im Lot handelt. Die Delamination im Randbereich ist im Ultraschallbild vor allem deshalb erkennbar, weil sich in der Regel unter der abgelösten Kupferfolie eine Luftblase bildet. Der Vergleich der beiden Abbildungen zeigt, dass mittels Ultraschallmikroskopie eine zerstörungsfreie Detektion von Lötfehlern möglich ist.

Den Querschnitt durch eine Blase in einem Kupfer-AlN-Verbund zeigt Bild 6. In der linken Bildhälfte ist in der Fügezone eine Blase mit 50 µm Höhe und einer lateralen Ausdehnung von einigen Zehntel Millimetern zu sehen. Am rechten Bildrand sind außerdem kleinere Hohlräume (µ-Poren) zu entdecken, die allerdings für die spätere Anwendung keine Einschränkungen hinsichtlich der Verwendbarkeit der Verbunde darstellen.

Neben Blasen und Delaminationen treten bei gelöteten Trägersubstraten auch Lotverlaufungen zwischen benachbarten Kupferleiterbahnen auf. Das akustische Schnittbild durch einen gelöteten Verbund in Bild 7 a zeigt, dass das in Bild 1 dargestellte Testlayout nicht wiedergegeben wurde. Die Lotverlaufungen sind nach dem kompletten Abätzen der Kupferfolie oder wie in der Produktion üblich nach dem Freiätzen der Kup-

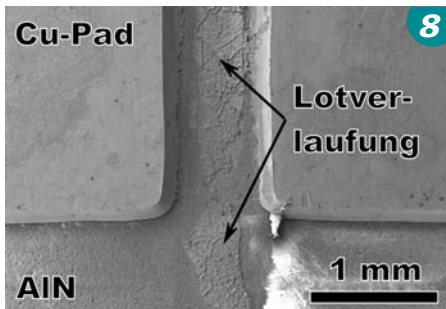


Bild 8 • Kupfer-ALN-Verbund mit Lotverlaufungen zwischen zwei Kupfer-Leiterbahnen

ferleiterbahnen ebenfalls zu erkennen. In ungünstigen Fällen kann der Anteil an Lotverlaufungen zwischen den Kupferleiterbahnen bis zu 80 % betragen.

Ein direkter Nachweis der Anwesenheit von Lotmaterial zwischen den Kupferleiterbahnen konnte im FESEM erfolgen. In Bild 8 ist die Aufsicht auf einen Kupfer-ALN-Verbund mit Lotverlaufungen dargestellt. EDX-Analysen des Bereichs zwischen den beiden Cu-Leiterbahnen auf ALN zeigen, dass es sich bei den Ablagerungen um Reste des eingesetzten Aktivlotestoffes und damit um verlaufenes Lot handelt.

Die Analyse der Lötfehler, ihre Ausbreitung und ihre Wahrscheinlichkeit des Auftretens führen zu dem Schluss, dass die Entstehung der Lötfehler hauptsächlich von der verwendeten Materialkombination (Kupfer, Nitridkeramik) und den verwendeten Lötbedingungen abhängt. So tritt bei Verwendung von ALN-Substraten bei Lötungen in Argon-Atmosphäre überwiegend eine Blasenbildung in vollflächig gelöteten Bereichen auf. Im Vakuum dagegen sind bei ALN-Substraten nur vereinzelt Delaminationen im Randbereich nachzuweisen. Als Hauptursache für die Blasenbildung wird eine unzureichende Entbinderung vermutet. Der Aufwand für die Optimierung der Kupfer-Aluminiumnitrid-Verbunde wird als gering eingeschätzt, da durch eine Anpassung der Lötprofile eine Fehlerreduktion möglich zu sein scheint.

Ein abweichendes Bild ergibt sich bei der Verwendung von Si_3N_4 -Substraten. Hier sind es vor allem Lotverlaufungen, die un-

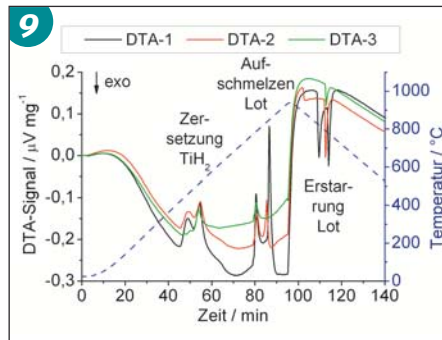


Bild 9 • DTA-Messkurven des Standardlotpulvers, sowie des Standardlotpulvers in Kombination mit ALN-Pulver und in Kombination mit ALN- und Cu-Pulver

abhängig von der Ofenatmosphäre auftreten und eine Verwendung der gelöteten Produkte unmöglich machen. Die Lotverlaufungen führen bei der Produktion von Kupfer-Siliziumnitrid-Verbunden zu hohen Ausschussraten. Daneben kommt es bei Argon-Lötungen ebenfalls wie bei ALN-Substraten zur Blasenbildung in großflächig gelöteten Bereichen. Aufgrund dieses deutlich komplexeren Fehlerbildes und der bekanntermaßen höheren Reaktivität von Si_3N_4 gegenüber ALN im Kontakt mit metallischen Loten wurden umfangreichere Untersuchungen zur Optimierung von Werkstoff- und Prozessparametern geplant. Insbesondere ist es wahrscheinlich, dass die Lotzusammensetzung im Zusammenhang mit den Lotverlaufungen steht. Diese Korrelation sollte durch die Kombination von Thermoanalyse und Lötexperimenten aufgeklärt werden.

3.2 Thermoanalytische Untersuchung des Lötvorgangs

Für eine erfolgreiche Umsetzung der oben genannten Zielstellung ist ein detailliertes Verständnis für die thermochemischen Reaktionen der Lötprozesse unabdingbar. Unter dieser Voraussetzung können die Optimierung der verfahrens- und werkstofftechnischen Prozessparameter sowie die gegebenenfalls notwendige Anpassung der Lotzusammensetzung erfolgen. Dazu wurden unterschiedliche Pulvermischungen aus Lot, Keramik und Kupfer mittels gekoppelter DTA/TG-Analysen, sowie falls notwendig unter zusätzlicher Einbindung eines mas-

spektroskopischen Detektors für die Analyse flüchtiger Spezies, unter Argon untersucht. Ziel der thermischen Analyse ist der Abgleich der für die Lote angewandten Fügeprofile mit den stattfindenden Reaktionen bzw. Wechselwirkungen zwischen Keramik, Kupfer und Lotpasten.

Die Untersuchung der Standardlotpaste und des Standardlotpulvers (ohne organischen Binder) mittels TG zeigte, dass am Anfang des Lötvorgangs in mehreren Stufen eine Zersetzung des organischen Binders und des Titanhydrids (Bestandteil des Lotpulvers) stattfindet. Die Zersetzung dieser Lotbestandteile beginnt bei 150 °C und ist bei ungefähr 600 °C abgeschlossen. Dabei entsteht eine relativ große Menge an gasförmigen Zerfallsprodukten (H_2 , H_2O , N_2 und Kohlenwasserstoffe), die für die Bildung von Blasen in flächig gelöteten Bereichen der Keramik-Metall-Verbunde verantwortlich ist. Tabelle 2 gibt einen Überblick über die untersuchten Pulvermischungen für die DTA.

Die DTA-Kurven der Pulvermischungen DTA-1, DTA-2 und DTA-3 sind in Bild 9 dargestellt. Beim Aufheizen des Standardlotpulvers (DTA-1) ist zwischen 400 und 600 °C ein breiter, endothermer Doppelpack zu erkennen, der mit der Zersetzung des Titanhydrids korreliert. Dieses Verhalten ist bei allen untersuchten Pulvermischungen gleich, allerdings fällt der Doppelpack für die Titanhydrid-Zersetzung bei Untersuchung der Mischung DTA-3 aufgrund des geringeren Anteils an Aktivlotpulver in der Pulvermischung kleiner aus. Bei 780 °C folgt für alle untersuchten Proben ein scharfer endothermer DTA-Peak, der auf das Schmelzen des Ag-Cu-Eutektikums zurückgeführt wird.

Nach dem Aufschmelzen des Ag-Cu-Eutektikums schließt sich bei weiterer Temperaturerhöhung ein zweiter endothermer DTA-Peak an, welcher den Übergang des übereutektischen Cu-Anteils des Aktivlotestoffes in die flüssige Phase repräsentiert. Intensität und Temperatur dieses Peaks werden durch Zugabe von bzw. Reaktion mit ALN leicht verändert. Die Mischung DTA-3 zeigt diesen zweiten DTA-Peak nicht, so dass von einer Legierungsbildung des Lotes mit dem Kupferpulver ausgegangen werden kann. Beim Abkühlen erstarrt bei den DTA-Proben DTA-1 und DTA-2 zuerst das überschüssige Kupfer, gefolgt vom Ag-Cu-Eutektikum bei 780 °C. Unterhalb der eutektischen Temperatur ist das Lot vollständig fest und eine mechanisch stabile, stoffschlüssige Anbindung der Kupferfolien an die Substrate ist erfolgt.

Reaktionen zwischen ALN und dem Lotbestandteil Ti führen oberhalb 810 °C zur

Tabelle 2 • Zusammensetzung der untersuchten DTA-Pulvermischungen

	DTA-1	DTA-2	DTA-3	DTA-4	DTA-5
Standardlotpulver	x	x	x	x	x
ALN-Pulver		x	x		
Si_3N_4 -Pulver				x	x
Cu-Pulver			x		x
Mischungsverhältnis		1 : 1	1 : 1 : 1	1 : 1	1 : 1 : 1

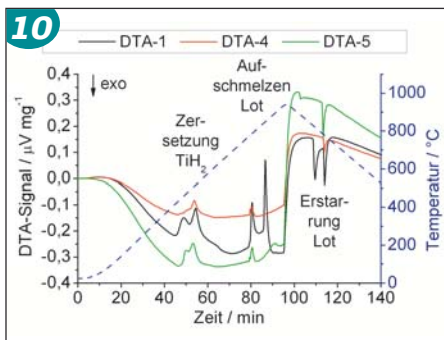


Bild 10 • DTA-Messkurven des Standardlotpulvers, sowie des Standardlotpulvers in Kombination mit Si_3N_4 -Pulver und in Kombination mit Si_3N_4 - und Cu-Pulver

Bildung von TiN . Die Bildung von Titanitrid ermöglicht die Benetzung der Keramikoberfläche während des Aktivlötprozesses. Das Titanitrid kann mittels XRD direkt in den vermessenen Proben DTA-2 und DTA-3 der Thermoanalyse nachgewiesen werden. Bei Verwendung von Proben mit Zusatz von AlN -Pulver lassen sich keine zusätzlichen intermetallischen Verbindungen nachweisen. Eine Erklärung dafür liefert die Benetzungsreaktion des Titans mit der Keramikoberfläche:



Das entstandene Aluminium verbleibt im Gitter und steht für andere Reaktionen nicht zur Verfügung.

Bild 10 stellt die Ergebnisse der Thermoanalyse von Mischungen aus Kupfer, Si_3N_4 -Pulver und Lot (DTA-1, DTA-4 und DTA-5) dar. Zwischen 400 und 600 °C wird ebenfalls ein endothermer Doppelpack für die Titanhydrid-Zersetzung gemessen. Dem schließen sich beim reinen Lotpulver (DTA-1) zwischen 750 und 900 °C zwei endotherme DTA-Peaks für das Aufschmelzen des Ag-Cu-Lotes an. In Kombination mit dem Si_3N_4 -Pulver (DTA-4) gibt es eine Verschiebung des zweiten, endothermen DTA-Peaks zu höheren Temperaturen. Nach Zugabe von Kupferpulver ist dieser Peak dann aufgrund der Legierungsbildung wie zuvor bei AlN verschwunden. Nach Erreichen der Löttemperatur beginnt das Lot während der Abkühlung zu erstarren. Unterhalb der eutektischen Temperatur von 780 °C ist das Lot wieder vollständig fest und die Lötverbindung ausgebildet.

Durch Reaktionen zwischen Siliziumnitrid und dem Lotbestandteil Titan entsteht oberhalb 810 °C Titanitrid. Die Bildung von TiN ist allerdings mittels XRD an den DTA-Proben nicht eindeutig nachweisbar, da die gebildete Menge an TiN im Vergleich zu den DTA-Proben mit AlN -Pulver geringer ist.

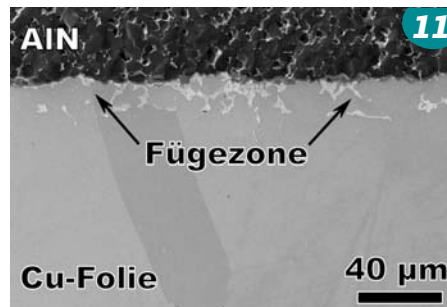
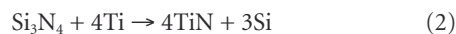


Bild 11 • Schliffbild eines Kupfer-AlN-Verbundes; Standard-Lot, 955 °C, Argon-Atmosphäre

Die Reaktion von Si_3N_4 und Ti zu TiN kann mit folgender Gleichung beschrieben werden:



Zu beachten ist, dass das verbleibende Si sich im Lot löst und in Abhängigkeit von den thermodynamischen Bedingungen zur Bildung von intermetallischen Verbindungen wie z. B. Titansiliziden führen kann:



Die Bildung von Titansiliziden lässt sich ebenfalls mittels XRD an der Probe DTA-5 nicht nachweisen.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass aus dem Vergleich der angewendeten Lötprofile mit den Ergebnissen der thermischen Analyse folgende Schlussfolgerungen gezogen werden können. Die bislang verwendeten Fügeprofile stehen im Einklang mit den dargestellten DTA-Ergebnissen. Die Bildung von TiN konnte sowohl beim Aktivlöten von AlN als auch von Si_3N_4 nachgewiesen werden. Mittels XRD konnte für beide Keramiktypen anhand der als Modellsysteme verwendeten Pulvermischungen der Nachweis intermetallischer Phasen nicht erfolgen. Es ist deshalb davon auszugehen, dass beim Aktivlöten keine die Festigkeit beeinflussenden spröden Silizid-Phasen entstehen. Über die Untersuchung der Mikrostruktur aktivgelöteter Verbunde können nähere Informationen über Bildung und Verteilung von Reaktionsprodukten infolge der stattfindenden Wechselwirkungen zwischen den beteiligten Materialien während des Lötprozesses erhalten werden.

3.3 Mikrostruktur aktivgelöteter Kupfer-AlN-Verbunde

Die FESEM-Bilder des Gefüges der Fügezone von aktivgelötetem Kupfer mit Nitridkeramik lassen die charakteristischen Struk-

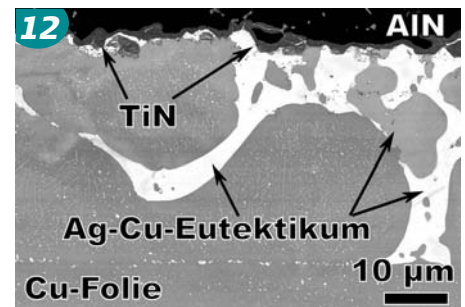


Bild 12 • Schliffbild des Bereichs Lot-AlN eines Kupfer-AlN-Verbundes; Standard-Lot, 955 °C, Argon-Atmosphäre

turmerkmale im Verbund erkennen. Zusätzlich werden neu gebildete Phasen sichtbar, die im Zusammenhang mit den Ergebnissen der Thermoanalyse zu diskutieren sind. Das Gefüge des Lotes mit den Hauptbestandteilen Ag und Cu lässt Rückschlüsse auf das Aufschmelz- und Erstarrungsverhalten zu. Die wichtigsten Aussagen dieser Untersuchungen sind bereits aus der Literatur bekannt [11–12].

Bild 11 zeigt eine mikroskopische Übersicht der Fügezone von Aluminiumnitrid und Kupfer mit einer dazwischen liegenden, mehrphasigen Lotschicht mit einer Stärke von ca. 20 µm. Die Benetzung des Lotes auf der Keramik und auf der Kupferfolie ist durchgehend und ohne Poren. Das Kupfer neigt bei den angewendeten Löttemperaturen zur Kornvergrößerung, so dass in der Kupferfolie nach dem Lötten große Kristallite erkennbar sind. Diese Kristallite ragen in den Bereich des Lotes hinein, was auf eine Legierungsbildung der Kupferoberfläche mit dem Lot hinweist und zu einem unscharfen Übergang zwischen Lot und Kupferfolie führt. Das Ag-Cu-Eutektikum ist als heller Bereich in der Fügezone zu erkennen und umgibt die Kupferkristallite. Es kann davon ausgegangen werden, dass es sich dabei um den eutektischen Anteil des Aktivlotes handelt, der als feinverteilte Ag-Cu-Mischung vorliegt. Überschüssiges Kupfer erstarrt während des Abkühlprozesses bei höheren Temperaturen und bildet vergleichsweise große Körner.

Bild 12 bestätigt mittels einer höheren Vergrößerung die bereits aus Bild 11 erhaltenen Eindrücke. Das Ag-Cu-Eutektikum erstarrt um zuvor auskristallisierte Kupferkörner und bildet dabei um diese Körner eine geschlossene Struktur. Beim Erstarren separiert sich das Eutektikum in eine Ag-Cu-Phase (α -Phase, Ag-reich) und eine Cu-Ag-Phase (β -Phase, Cu-reich). Fein verteiltes Silber lagert sich auch in den Kupferkörnern ein, so dass man von einer Ausscheidung

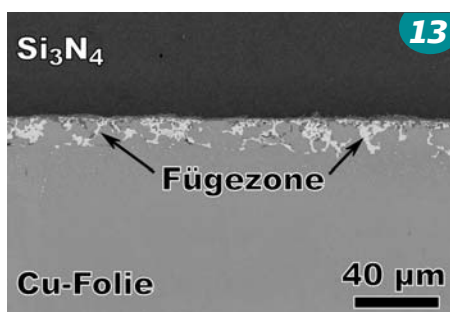


Bild 13 • Schliffbild eines Kupfer-Si₃N₄-Verbundes; Standard-Lot, modifizierte Substratbearbeitung, 900 °C, Vakuum

von gelöstem Silber und von einem signifikanten Kornwachstum beim Kupfer während des Erstarrungsprozesses ausgehen kann. Zusätzlich ist in Bild 12 erkennbar, dass sich in unmittelbarer Nachbarschaft zur AlN-Oberfläche eine kontinuierliche Reaktionsschicht zwischen Lot und Keramik gebildet hat. Diese 1–2 µm dicke Schicht besteht aus Titanitrid wie durch EDX-Analyse und zuvor mit XRD nachgewiesen werden konnte. Das Titanitrid entsteht in-situ während des Lötprozesses und ermöglicht die Benetzung des Aktivlotes auf der Keramik [13–14]. Die Bildung einer intermetallischen Verbindung wie z.B. Ti-Al konnte nicht nachgewiesen werden.

3.4 Mikrostruktur aktivgelöteter Kupfer-Si₃N₄-Verbunde

Das Gefüge eines Kupfer-Siliziumnitrid-Verbundes ähnelt der Kupfer-Aluminiumnitrid-Probe. Auch hier kann eine sehr gute Benetzung des Silber-Kupfer-Lots an Keramik und Kupfer beobachtet werden (Bild 13). Kupferkristallite aus der Folie erstrecken sich weit in den Lotbereich so dass die Fügezone eine Stärke von ca. 15 µm erreicht. Das Lotgefüge besteht primär aus dem Ag-Cu-Eutektikum und den Kupferkristalliten. Die höhere Vergrößerung in Bild 14 zeigt, dass im Gegensatz zur Fügezone mit Aluminiumnitrid die Erstarrung des Ag-Cu-Eutektikums zur erwarteten lamellaren Struktur mit feiner Verteilung der Cu-reichen β-Phase in der Ag-reichen α-Phase führte. Neben einer 1–2 µm dicken, durchgehenden Titanitridschicht an der Keramik kann auch Titansilizid (TiSi_x) als neu gebildete Phase nachgewiesen werden. Eine Voraussetzung für die Bildung von Titanitrid ist die Freisetzung von Silizium, welches ebenfalls mit dem Titan des Aktivlotes reagieren und zur Benetzung der Keramik beitragen kann. Im Gegensatz zur XRD-Untersuchung der DTA-Proben können die Titansilizide mittels EDX nicht nur an der Grenzfläche Lot-Keramik neben der TiN-Schicht

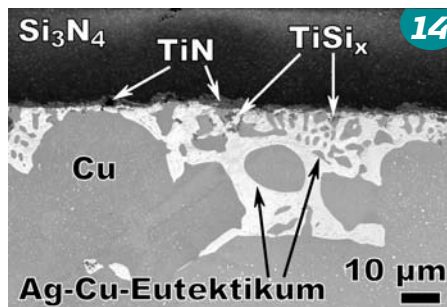


Bild 14 • Schliffbild des Bereichs Lot-Si₃N₄ eines Kupfer-Si₃N₄-Verbundes; Standard-Lot, modifizierte Substratbearbeitung, 900 °C, Vakuum

sondern auch im Volumen des Lots nachgewiesen werden. Silizium ist also in der Lage, sich in der Schmelze zu lösen und tiefer liegende Titananteile an sich zu binden. Da Titansilizide einen deutlich höheren Schmelzpunkt als das Aktivlot haben, werden diese nach ihrer Bildung in der Schmelze als feste Kristallite ausgeschieden. Die Entstehung der Reaktionsschicht aus Titanitrid und die Bildung von Titansiliziden beim Aktivlöten von Siliziumnitrid sind bereits aus früheren Arbeiten anderer Autoren bekannt [15–17].

Zur Vermeidung der Lotverlaufungen wurden Kupfer-Si₃N₄-Verbunde mit Loten mit reduziertem Titangehalt gelötet. Ziel der Versuche war es, die Reaktivität des Aktivlotes zu reduzieren und die Auswirkungen auf Mikrostruktur und Lötfehler zu untersuchen. Bild 15 zeigt den Querschliff durch einen Verbund mit einem Lot, das einen reduzierten Titangehalt aufweist. Die Ausbildung der Fügezone ist ähnlich wie bei den vorher beschriebenen Proben. Im Lotgefüge können keine signifikanten Unterschiede nachgewiesen werden. Die Titanitridschicht hat keine Unterbrechungen und trotz der Reduktion des Titangehalts, die zuvor gemessene Dicke von 1–2 µm erreicht. Titansilizide werden wieder in unmittelbarer Nähe der Titanitridschicht und im Lotvolumen mittels EDX nachgewiesen. Der Anteil an Titan im Lot stellt damit nicht den limitierenden Faktor für die Ausbildung der stoffschlüssigen Verbindung zwischen Kupfer und Siliziumnitrid und für das Erscheinungsbild der Fügezone dar. Bei der Übertragung der Laborergebnisse auf die Produktion zeigte sich dann allerdings deutlich, dass für die Benetzung der Keramikoberfläche und die Lotverlaufungen der Titan-Gehalt eine entscheidende Rolle spielt.

Bild 16 zeigt den Querschliff eines Kupfer-Si₃N₄-Verbundes nach dem Löten bei 955 °C in Argon-Atmosphäre. Eine Erhöhung der Löttemperatur von 900 °C auf 955 °C führt hier zu signifikanten Gefügeänderungen im

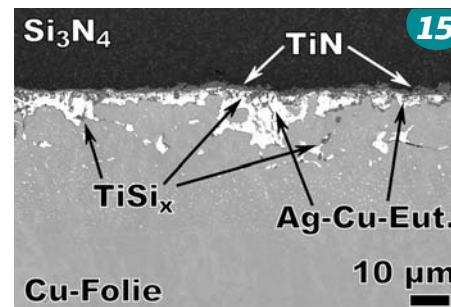


Bild 15 • Schliffbild des Bereichs Lot-Si₃N₄ eines Kupfer-Si₃N₄-Verbundes; Lot mit reduziertem Titan-Gehalt, modifizierte Substratbearbeitung, 900 °C, Vakuum

Lot und an den Grenzflächen. Beim Aktivlöten mit dem Standardlot steigt die Dicke der Titanitridschicht auf bis zu 3 µm an. Die TiN-Reaktionsschicht erscheint porös, so dass auch metallische Lotbestandteile in sie eindringen konnten. Die Kupferkörner im Lot sind größer und die Bereiche der eutektischen Erstarrung des Ag-Cu-Eutektikums sind homogener als bei niedriger Löttemperatur verteilt. Es haben sich in höherem Maße Titansilizide gebildet, die allerdings keine geschlossenen Bereiche darstellen, sondern im submikrometer-Maßstab mit der silberreichen Phase des Eutektikums oder der Titanitridschicht verwachsen sind.

In dieser Arbeit sollte auch untersucht werden, inwieweit unterschiedliche Bearbeitungsprozesse der Keramikoberflächen Einfluss auf die Ausbildung des Gefüges in der Lotzone haben. Bild 17 zeigt exemplarisch einen gelöteten Verbund aus Kupfer und Siliziumnitrid, bei dem die Effekte der Rauigkeit auf die Wechselwirkungen zwischen Lot und Keramik erkennbar sind. Die gebildete Titanitridschicht ist deutlich dünner, hat eine Dicke von 1 µm erreicht und sich als dichte, zusammenhängende Schicht ausgebildet. Auffällig ist die Größe der entstandenen Titansilizide, die allein durch die höhere Löttemperatur nicht erklärt werden kann. Eine mögliche Erklärung wäre die Ausbildung der dünnen aber dichten TiN-Schicht, die hier den Gesamtverbrauch an Titan im Bereich unmittelbar an der Grenzfläche zur Keramik begrenzt. Im Fall der in Bild 16 dargestellten Bedingungen ist die gebildete Titanitridschicht dicker und poröser, wodurch sich die in geringerem Maße stattfindende Bildung von Titansilizid gegenüber den großen Titansilizidkristalliten in Bild 17 erklären lässt. Die Bildung der großen Titansilizide kann aber auch im Zusammenhang mit den Cu-Ausscheidungen stehen, die zusätzlich zwischen der Titanitridschicht und dem Ag-Cu-Eutektikum des Lotes zu finden sind. Fragen hinsichtlich der

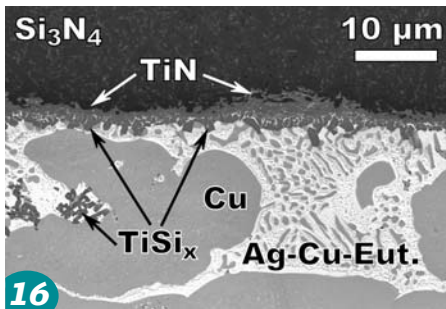


Bild 16 • Schliffbild des Bereichs Lot-Si₃N₄ eines Kupfer-Si₃N₄-Verbundes; Standard-Lot, modifizierte Substratbearbeitung, 955 °C, Argon-Atmosphäre

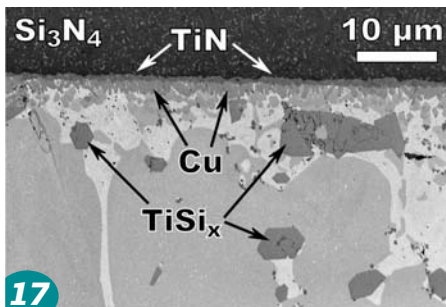


Bild 17 • Schliffbild des Bereichs Lot-Si₃N₄ eines Kupfer-Si₃N₄-Verbundes; Standard-Lot, Standard-Substratbearbeitung, 955 °C, Argon-Atmosphäre

jeweiligen Stöchiometrie bzw. Kristallstruktur der gebildeten Titansilizide wurden im Rahmen dieser Studie nicht untersucht.

Die vorgestellte Standardvariante der mechanischen Substratbearbeitung hat einen entscheidenden Einfluss auf das Benetzungsverhalten der Aktivlote und die Ausbildung von Lotverlaufungen. Durch die Ausbildung einer dünnen, aber durchgehend dichten Titanitridschicht kann das Benetzungsverhalten der Aktivlote entscheidend beeinflusst werden. Zur Vollständigkeit ist noch einmal festzuhalten, dass die anderen oben gezeigten Ergebnisse für Kupfer-Si₃N₄-Verbunde nach Optimierung der Rauheit der Nitridkeramiksubstrate erzielt wurden.

3.5 Übertragung der Ergebnisse auf die Produktion

Die Optimierung der Verbundherstellung sollte sowohl durch Prozessoptimierung im Labormaßstab als auch unter Produktionsbedingungen erfolgen. Dazu wurden am Anfang die industriellen Lötprozesse auf Laboranlagen übertragen und die Fehlerbilder nachgestellt. Um hier eine Vergleichbarkeit zwischen Produktionsbedingungen und Labortechnologien zu schaffen, wurde ein möglichst realitätsnah strukturiertes Modelllayout ausgewählt und analoge Bedingungen für die Applikation der Lote mittels Siebdruck und das Löten im Vakuum und unter Schutzgas verwendet. Unter Beach-

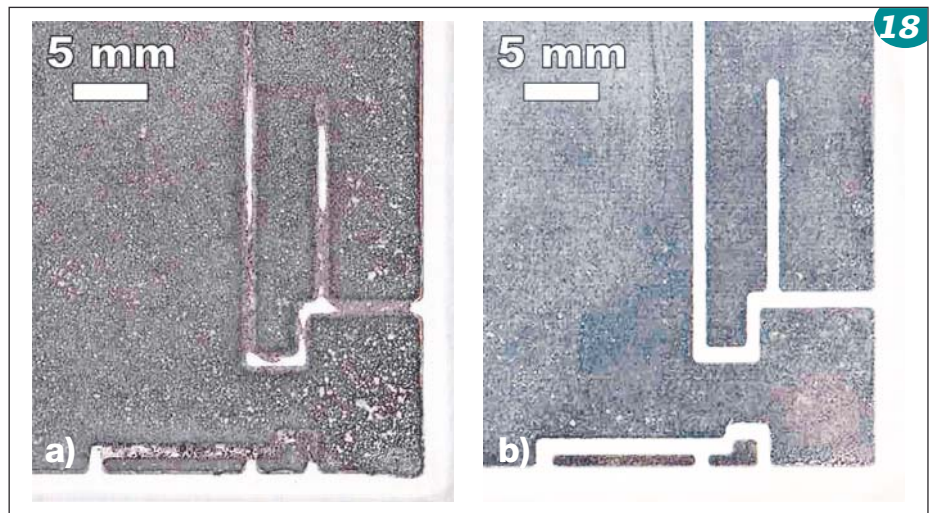


Bild 18 • a) Lichtmikroskopische Aufnahme von Lotverlaufungen zwischen Leiterbahnstrukturen auf Si₃N₄ zu Projektbeginn, b) die gleiche Leiterbahnstruktur auf Si₃N₄ ohne Lotverlaufungen nach Optimierung

tung dieser Randbedingungen wurden unter Laborbedingungen zunächst eine statistisch relevante Anzahl an Kupfer-Nitridkeramik-Verbunden hergestellt und mittels Ultraschallmikroskopie und FESEM hinsichtlich der auftretenden Fehler analysiert und mit Verbunden aus Produktionsprozessen verglichen.

Basierend auf diesen Ergebnissen wurden im Labormaßstab systematisch verschiedene Parameter der Lötprozesse variiert:

- Ofenprofile (Argon, Vakuum)
- Vorbehandlung der verwendeten Kupferfolien
- Oberflächenqualität der Keramik-Substrate
- Gehalt der Aktivkomponente Titan im Lot.

Die unter diesen Bedingungen gelöteten Verbunde wurden in analoger Weise charakterisiert und mit den Ergebnissen von unter Standardbedingungen hergestellten Verbunden abgeglichen. Parallel hierzu erfolgten thermische Analysen an Modellmischungen der beteiligten Materialklassen, um einerseits ein Verständnis der Reaktionsabläufe vor dem Hintergrund der verwendeten Lötprofile zu erarbeiten und andererseits den Nachweis zu erbringen, dass die gewählten Lötbedingungen eine grundsätzlich gute Eignung aufwiesen.

Über diese Vorgehensweise konnten die fehlerverursachenden Einflussgrößen identifiziert und in geeigneter Weise angepasst werden. Hinsichtlich der Kupfer-ALN-Verbunde konnten im Wesentlichen über angepasste Ofenprofile unter Argon-Atmosphäre vollflächig gelötete Verbunde ohne Blasen und Delaminationen realisiert werden. Hier wurde insbesondere der Entbinderungsprozess der organischen Pastenkomponenten als kritischer Parameter identifiziert. Im

Vakuum hingegen stellt nicht der Entbinderungsprozess die relevante Stellgröße dar, sondern die Qualität des Vakuums ist für eine gute Anbindung des Lotes an die Keramik entscheidend. Die Verwendung von Loten mit reduziertem Titan-Gehalt in Kombination mit den optimierten Lötprofilen führte zusätzlich zu einer Verbesserung der Verbundqualität. Ebenso konnte keine Korrelation zwischen der Oberflächenqualität der ALN-Substrate und Kupferfolien zur Qualität des Lötresultates hergestellt werden.

Im Fall der Siliziumnitridkeramik wurden Lotverlaufungen als die hauptsächliche Fehlerursache für Lötungen in Argon-Atmosphäre wie auch im Vakuum festgestellt. Hier konnten mit einem reduzierten Anteil an aktiver Phase im Lot sowie einer optimierten Rauheit der Si₃N₄-Substrate substantielle Verbesserungen in der Qualität der Kupfer-Siliziumnitrid-Verbunde erzielt werden. Exemplarisch zeigt Bild 18 hierzu die Lotstruktur auf der Oberfläche zweier Kupfer-Si₃N₄-Verbunde deren Kupferfolie nach dem Löten vollständig freigeätzt wurde. Bild 18 a repräsentiert den Zustand unter Verwendung der für ALN entwickelten Lötbedingungen zu Projektbeginn und Bild 18 b nach Anwendung der optimierten Prozessparameter.

Zur Validierung der unter Laborbedingungen erarbeiteten optimierten Prozessparameter wurden Kleinserien entsprechend Tabelle 3 bei der Fa. ANCeram hergestellt. Um eine eindeutige Beurteilung der Verbundqualität zu ermöglichen, wurden alle Proben vollständig freigeätzt. Dadurch konnten jeweils der gesamte Lotbereich auf beiden Seiten der Keramiksubstrate einer visuellen Kontrolle unterzogen werden. Im Ergebnis der vier Kleinserien mit insgesamt

Tabelle 3 • Untersuchung der Verbundherstellung unter optimierten Produktionsbedingungen bei ANCeram im Rahmen einer Kleinserie

	Cu + AlN, Argonlötung im Durchlaufofen	Cu + AlN, Vakuumlötung	Cu + Si ₃ N ₄ , Argonlötung im Durchlaufofen	Cu + Si ₃ N ₄ , Vakuumlötung
Anzahl	34 Stück	30 Stück	50 Stück	30 Stück
Veränderungen gegenüber Projektbeginn	Optimiertes Lötprofil	Optimiertes Lötprofil	Optimiertes Lötprofil	Optimiertes Lötprofil
	Lotpaste mit reduziertem Ti-Gehalt			
			Modifizierte Substratbearbeitung	
Ausschuss	1 von 34	0 von 30	0 von 50	1 von 30

184 Proben wurden lediglich zwei Lotverbunde als fehlerhaft beurteilt, was einer Ausschussquote von weniger als 2% entspricht. Zudem kann angemerkt werden, dass die optimierten Prozessparameter mit keiner nennenswerten Erhöhung der Produktionskosten verbunden sind.

4 Zusammenfassung und Ausblick

Unvertretbar hohe Ausschüsse bei der Produktion aktivgelöteter flächiger und strukturierter Kupfer-Aluminiumnitrid- und Kupfer-Siliziumnitrid-Verbunde hervorgerufen durch unterschiedliche Lötfehler stellten die Motivation für die Durchführung dieser Studie dar. Insbesondere die mangelnde Übertragbarkeit des für Kupfer-AlN-Verbunde entwickelten Verfahrens auf Si₃N₄-Substrate führte zu einer nicht kontrollierbaren Prozessführung. Durch die detaillierte, vor allem thermoanalytische Untersuchung des Lötvorgangs wurden die Wechselwirkungen zwischen den Materialien sowie die relevanten Einflussgrößen auf den Aktivlötprozess identifiziert und bewertet. Anhand von Modellproben mit produktnahen Abmessungen wurde das Auftreten der Lötfehler mit variierenden Prozessbedingungen und unterschiedlichen Zusammensetzungen der Aktivlote korreliert. Als Resultat dieser Untersuchungen wurde der Lötprozess hinsichtlich Ofenprofil, Hilfsmiteileinsatz und Oberflächenqualität der Substrate optimiert und eine modifizierte Lotzusammensetzung für die Ver-

bundherstellung qualifiziert. Die Verknüpfung von Experimenten in Laboranlagen mit industriell relevanten Prozessanlagen stellte die Übertragbarkeit der im Labor gefundenen Prozessmodelle mit der Produktion sicher. Durch die durchgeführten Arbeiten konnte die Zuverlässigkeit des Lötprozesses verbessert und eine damit verbundene Qualitätsverbesserung sowie signifikante Reduktion der Ausschussquote bei der industriellen Herstellung von Verbunden aus Kupfer und Nitridkeramik erreicht werden.

Literatur

- [1] Kollenberg, W. (Hrsg.): Technische Keramik. 2. Auflage, Vulkan-Verlag, Essen (2009)
- [2] ANCeram GmbH & Co. KG, Bindlach: Werkstoffdaten
- [3] Nicholas, M.G., Mortimer, D.A., Jones, L.M., Crispin, R.M.: Some observations on the wetting and bonding of nitride ceramics. *J. Mater. Sci.* **25** (1990) [6] 2679-2689
- [4] Chu, J., Wang, Y., He, C., Lin, C., Shi, Y., Wen, X.: Effect of titanium in joining silicon nitride (Si₃N₄) to metal with silver-copper-titanium active brazing alloy. *Rare Metals* **10** (1991) [1] 43-47
- [5] Tamai, T., Naka, M.: Ti effect on microstructure and strength of Si₃N₄/Si₃N₄ and SiC/SiC joints brazed with Cu-Ag-Ti filler metals. *J. Mater. Sci. Lett.* **15** (1996) [15] 1203-1204
- [6] Loehman, R.E., Tomsia, A.P., Pask, J.A., Johnson, S.M.: Bonding Mechanisms in Silicon Nitride Brazing. *J. Amer. Ceram. Soc.* **73** (1990) [3] 552-558
- [7] Paulasto, M., Kivilahti, J.K.: Formation of interfacial microstructure in brazing of Si₃N₄ with Ti-activated Ag-Cu filler alloys. *Scr. Metall. Mater* **32** (1995) [8] 1209-1214

- [8] ElSawy, A.H., Fahmy, M.F.: Brazing of Si₃N₄ ceramic to copper. *J. Mater. Process. Technol.* **77** (1998) [1-3] 266-272
- [9] Heim, M., Tessarotto, L.A.B., Greenhut, V.A.: Active metal brazing of Si₃N₄ to metals. *Ceram. Eng. Sci. Proc.* **19** (1998) [4] 347-354
- [10] Heim, M., Ulmer, D.G., Greenhut, V.A.: Active metal brazing of various types of Si₃N₄ to Cu and Cu-alloy. *Ceram. Eng. Sci. Proc.* **20** (1999) [3] 381-389
- [11] Carim, A.H., Loehman, R.E.: Microstructure at the interface between AlN and a Ag-Cu-Ti braze alloy. *J. Mater. Res.* **5** (1990) [7] 1520-1529
- [12] Palit, D., Meier, A.M.: Reaction kinetics and mechanical properties in the reactive brazing of copper to aluminum nitride. *J. Mater. Sci.* **41** (2006) [21] 7197-7209
- [13] Loehman, R.E., Tomsia, A.P.: Reactions of Ti and Zr with AlN and Al₂O₃. *Acta Metall. Mater.* **40** (1992) 575-583
- [14] Taranets, N.Y., Jones, H.: Wettability of aluminium nitride based ceramics of different porosity by two active silver based brazing alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **379** (2004) [1-2] 251-257
- [15] Lugscheider, E., Boretius, M., Tillmann, W.: Entwicklung von hochfesten, aktivgelöteten Siliciumnitrid- und Siliziumcarbid-Verbindungen. *Ceram. Forum Internat./Ber. DKG.* **68** (1991) [1/2] 14-22
- [16] Tillmann, W., Lugscheider, E., Xu, R., Indacochea, J.E.: Kinetic and microstructural aspects of the reaction layer at ceramic/metal braze joints. *J. Mater. Sci.* **31** (1996) [2] 445-452
- [17] Tamai, F., Naka, M.: Role of Ag and Ti in brazing of Si₃N₄ with Cu-Ag-Ti filler metals. *DVS-Berichte* **192** (1998) 317-319

Eingegangen: 22.09.2011

(Bildnachweis: 1, 5 b, 7 b, 18 a, 18 b: ANCeram GmbH & Co.KG, Bindlach; 4: PVA TePla Analytical Systems GmbH, Westhausen)