

【公開版】

」

平成 29 年度
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「次世代シングルナノ銀粒子およびナノ銀ペーストの量産技術化開発」

研究開発成果等報告書

平成 30 年 5 月

担当局 近畿経済産業局
補助事業者 公立大学法人大阪市立大学
間接補助事業者 株式会社応用ナノ粒子研究所
間接補助事業者 株式会社日本スペリア社

【公開版】

目 次

第1章 研究開発の概要

1－1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1－1－1 研究開発の背景

1－1－2 研究目的及び目標

1－1－3 各研究項目の技術的目標値

1－2 研究体制

(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

1－2－1 履行体制図

1－2－2 開発体制、研究員

1－3 成果概要

1－4 当該研究開発の連絡窓口

第2章 本論

2－1 次世代シングルナノ銀粒子径制御・均一粒度分布

2－2 次世代シングルナノ銀粒子の量産化

2－3 シングルナノ銀粒子を最適分散化した高機能・ナノ銀ペースト量産化の確立

2－4 ナノ銀ペースト接合：高強度化、小型軽量化次世代パワー半導体接合実装技術

2－5 高温作動型パワー半導体実装品の長期安定性を保証する加圧接合最適化技術

2－6 大面積 Si パワー半導体実装品対応技術

第3章 全体総括

3－1 研究開発成果のまとめ

3－2 今後の課題、事業化展開

第1章 研究開発の概要

1－1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1－1－1 研究開発の背景

欧州では有害物質の電気・電子機器への使用を制限する RoHS 指令が施行され、鉛の使用が禁止されてきたが、高温鉛はんだは代替品が存在しないため、当面の例外措置として、使用が認められてきた。しかしながら、今後、高温鉛はんだに関する RoHS 指令の例外措置が撤廃されることから、代替品の開発は喫緊の課題となっている。近年、パワーデバイスのエネルギー変換効率を向上させるため、SiC などのワイドギャップ半導体素子を用いた次世代パワーデバイスの開発が進んでいる。次世代パワーデバイスの動作温度は 200°C～300°Cとなるため、今後、高温鉛はんだに代わり得る、良好な耐熱性を有し、長期信頼性の優れた接合材料代替品の開発が切望されている。

そして、高温鉛はんだの代替品の1つとして、ナノ銀粒子からなるナノ銀ペーストは開発が活発に行われており、パワー半導体と電子基板の接合を行った際に良好な接合強度と耐熱性を有し、優れた長期信頼性を示すことができる接合材料として期待されている。特に銀をはじめとする金属ナノ粒子は、粒径が小さいほど表面の割合が大きく、単位体積当たりの表面エネルギーが増大することから、融点降下が起こり、低温での焼成が期待される。

1－1－2 研究目的及び目標

本研究の目的は、高温鉛はんだの代替品の開発であり、次世代パワー半導体の接合材料として優れた耐熱性や接合強度を有するナノ銀ペーストの開発と量産化方法を確立することである。

本研究では、ナノ銀ペーストの接合特性を向上させるため、主材料となる次世代シングルナノ銀粒子の製法を開発し、その量産化方法の確立を図る。また、ナノ粒子の開発と合わせて、川下の工程でも扱いやすいナノ銀ペーストの量産化方法も確立する。

(a) ナノ銀粒子の小径化と均一化

- ・図 1 に示すように、金属粒子は一般的に、その粒径が小さくなると融点が低下する。それに伴い焼結温度が低下して、接合材料としての接合温度も低くできる。

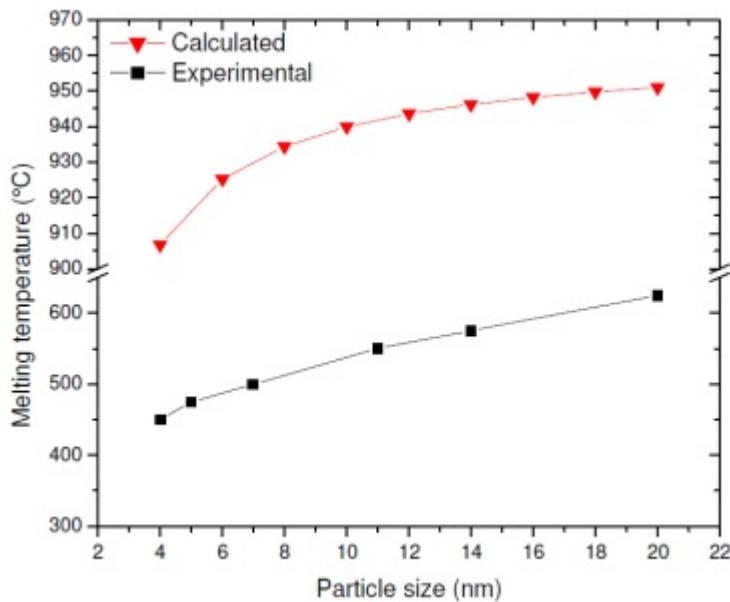


図1. ナノ銀粒子の粒径とその融点

出展：Size Effects on the Melting Temperature of Silver Nanoparticles: In-situ TEM Observations” :

Microsc Microanal 15(Suppl 2), 2009 (Copyright 2009 Microscopy Society of America)

- ・ナノ銀粒子の粒径分布を均一化することにより、接合特性の向上がみられる。
- ・次世代シングルナノ銀粒子は、さらに低い温度を目指して以下の特性を目標とした。
 - 平均粒子径 : 2nm 以下
 - 粒径分布の分布幅 : 0.5nm 以下

(b) 次世代シングルナノ銀粒子及びそれを使用したペーストの量産化

- ・我々が参入目的としているダイボンド材（半導体チップの接合材）の市場は、世界需要が 4000t/年（2015 年現在）と言われている。高温鉛はんだにおける RoHS 規制の例外措置が撤廃され、代替材料とした場合を考慮して、以下を目標とした。
- ・また、下記目標を達成するために、次世代シングルナノ銀粒子を製造するための製造工程の検討と製造装置の開発を行う。
 - 次世代シングルナノ粒子を用いたペースト生産量 1t/月
 - 次世代シングルナノ粒子生産量 10kg/月
 - 次世代シングルナノ粒子生産時収率 80%以上

(c) ナノ銀ペーストでの接合における加圧焼成条件とその最適化

- ・現在開発しているナノ銀ペースト（接合材料）を含め、焼成タイプのナノ銀ペーストは、開発の歴史が浅く、市場での実績も少ないため、使用される顧客先企業では

【公開版】

接合条件を含め十分に検討されていない。開発したナノ銀ペーストを速やかに川下に位置する顧客先企業に導入できるように、ナノ銀ペーストの開発と併せて接合条件の検討も行う。従来品での接合条件は、焼成温度 300°C、焼成温度保持 180 秒、加圧 10MPa であった。焼成装置や基板の絶縁コート材の耐熱温度等を考慮して、より基板に優しく、高効率で生産を行うために、次世代シングルナノ粒子を用いたペーストは、以下の条件を目標とする。

(焼成条件) (目標値)

- 焼成温度 : 250°C ○ 接合強度 : 60MPa
- 焼成保持 : 60 秒
- 加圧力 : 10MPa

・また、上記の条件で接合を行ったものの信頼性を確認し、ダイボンド材として適性を以下の内容で証明する。

- ① 長期信頼性の確認
- ② 250°Cでの接合強度評価

・更に、顧客先企業に対する提案時には、接合したものの信頼性の評価が必須であるが、現状、その評価には時間がかかる。従って、強度計測用試験片の接合強度、荷重－変位カーブの測定結果から、接合層における歪応力緩和機構を調べると共に、①の長期信頼性の結果との相関性を検証することにより、短時間で信頼性を評価できる方法を検討する。

(d) 大面積Siパワー半導体実装対応技術の検討

・今後、パワーモジュールにおいては、大電流化が進んでいくものと考えられる。そのために、パワー半導体は、現状の□5mm から□15mm 程度まで大面積化するものと考えている。通常、チップの面積が大きくなるほど、チップの変形などで接合は難しくなる。将来を見据えて、□15mm の接合方法の検討を行う。また、チップ面積が大きくなると動作時の発熱量が多くなることも予想される。そこで、放熱特性に関して、次世代シングルナノ銀粒子を用いた接合のはんだに対する優位性を確認するために、接合品の熱伝導率を評価する。

以上 (a) ~ (d) を踏まえ、6 つの研究項目と技術目標値を定めた（次表）。

1-1-3 各研究項目の技術的目標値

研究開発実施内容	技術目標値
(1) 次世代シングルナノ銀粒子径制御・均一粒度分布	<ul style="list-style-type: none">・平均粒子径 2nm 以下・粒径分布の分布幅が 0.5nm 以下

【公開版】

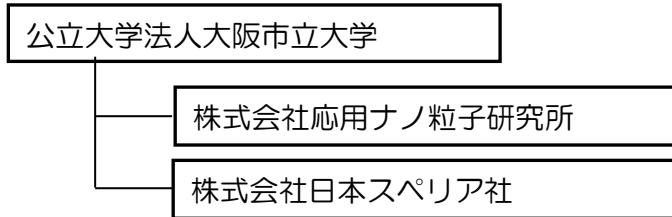
(2) 次世代シングルナノ銀粒子の量産化	<ul style="list-style-type: none">原料の銀換算で収率 80%以上量産規模として、ナノ銀粒子 1kg/日 次世代シングルナノ銀粒子 10kg/月
(3) シングルナノ銀粒子を最適分散化した高機能・ナノ銀ペースト量産化の確立	<ul style="list-style-type: none">月産 1 t のナノ銀ペースト製造能力を準備
(4) ナノ銀ペースト接合：高強度化、小型軽量化次世代パワー半導体接合実装技術	<ul style="list-style-type: none">加圧短時間焼成 (10MPa, 250°C, 60sec) により、接合強度 60MPa 以上
(5) 高温作動型パワー半導体実装品の長期安定性を保証する加圧接合最適化技術	<ul style="list-style-type: none">長期信頼性の確認 (パワーサイクル試験)250°Cでの接合強度評価繰返し荷重試験を実施
(6) 大面積 Si パワー半導体実装品対応技術	<ul style="list-style-type: none">焼結接合層に対する熱伝導度の実測

【公開版】

1-2 研究体制

(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

1-2-1 履行体制図



1-2-2 開発体制、研究員

【補助事業者】 公立大学法人大阪市立大学

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
川上 三郎 (SPL)	複合先端研究機構・特別研究員	(2)、(3)

【間接補助事業者】 株式会社応用ナノ粒子研究所

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
丹治 淳 (PL)	研究員（日本スペリア社より出向）	(1)、(2)、(3)
深江 信邦	研究員（日本スペリア社より出向）・課長	(4)、(5)、(6)
西田 光宏	代表取締役社長	(3)、(4)、(5)、(6)

【間接補助事業者】 株式会社日本スペリア社

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
西村 貴利	取締役	(4)、(5)、(6)
中村 賢次	R&Dセンター・課長	(4)、(5)、(6)
赤岩 徹哉	R&Dセンター・課長代理	(4)、(5)、(6)
高村 賢治	R&Dセンター・係長	(4)、(5)、(6)
三浦 孝之	R&Dセンター・係長	(4)、(5)、(6)
熊谷 圭祐	R&Dセンター	(4)、(5)、(6)
松本 達朗	R&Dセンター	(4)、(5)、(6)
藤井 一勝	東京営業所	(5)、(6)

1-3 成果概要

研究開発実施内容	事業目標	研究成果
(1) 次世代シングルナノ銀粒子径制・均一粒度分布	<ul style="list-style-type: none"> 平均粒子径 2nm 以下 分布幅が 0.5nm 以下 	<ul style="list-style-type: none"> 平均結晶子径：2.5nm 結晶子径分布の半値全幅：0.6nm (ほぼ目標達成)
(2) 次世代シングルナノ銀粒子の量産化	<ul style="list-style-type: none"> 原料の銀換算で 収率 80% 量産規模として、ナノ銀粒子 1kg/日 次世代シングルナノ銀粒子 10kg/月 	<ul style="list-style-type: none"> ナノ銀粒子の収率 80% ナノ銀粒子：1kg/日能力 (装置 4 台稼働) 次世代シングルナノ銀粒子 10kg/月 製造装置のプロセス自動化 (目標達成)
(3) シングルナノ銀粒子を最適分散化した高機能・ナノ銀ペースト量産化の確立	月産 1 t のナノ銀ペースト製造能力	<ul style="list-style-type: none"> 20 日×8H 稼働で月産 200kg、20 日×10H 稼働で月産 250kg。 装置 4 台稼働で月産 1 t 可能。 混練機の月産能力 1 t 可能。 (目標達成)
(4) ナノ銀ペースト接合：高強度化、小型軽量化次世代パワー半導体接合実装技術	加圧短時間焼成(10MPa, 250°C, 60sec)により、接合強度 60MPa 以上	<ul style="list-style-type: none"> 銅試験片による加圧焼成接合試験の結果、接合強度 71MPa を得た。 (目標達成)
(5) 高温作動型パワー半導体実装品の長期安定性を保証する加圧接合最適化技術	<ul style="list-style-type: none"> 長期信頼性試験実施(パワーサイクル) 250°C 環境下(恒温槽内)での接合強度 繰返し荷重試験(加速試験)の案出検討 	<ul style="list-style-type: none"> パワーサイクル試験の結果、予測より長寿命。 実装品試料の接合強度(at 250°C)、60MPa 以上を計測。 繰返し荷重試験と長期信頼性試験との特徴差・相関を見出せず。(継続)
(6) 大面積 Si パワー半導体実装品対応技術	焼結接合層に対する熱伝導度の実測。	<ul style="list-style-type: none"> 15×15 mm の大面積 Si チップを接合 熱伝導率の計測先を検討 (継続)

【公開版】

1-4 当該研究開発の連絡窓口

■(株)日本スペリア社

(担当) 取締役 R&D センター長・西村 貴利

TEL : 06-6843-7155 FAX : 06-6843-7733

E-mail : takatoshi.n@nihonsuperior.co.jp

■(株)応用ナノ粒子研究所

(担当) 研究員・丹治 淳

TEL : 06-4866-6129 FAX : 06-4866-6129

E-mail : a.tanji@anpl.jp

■大阪市立大学 学術・研究推進本部 URA センター

(担当) チーフ URA・若林 寿夫

TEL : 06-6605-3550 FAX : 06-6605-2058

E-mail : sangaku@ado.osaka-cu.ac.jp

第2章 本論

2-1 次世代シングルナノ銀粒子径制御・均一粒度分布

2-1-1 次世代シングルナノ銀粒子製造装置の構成

開発した次世代シングルナノ銀粒子製造装置の構成を下記に示す。掲げた技術的目標値を実現するため、この製造装置を用いて実験を行い、以下の工程でナノ銀粒子を製造した。

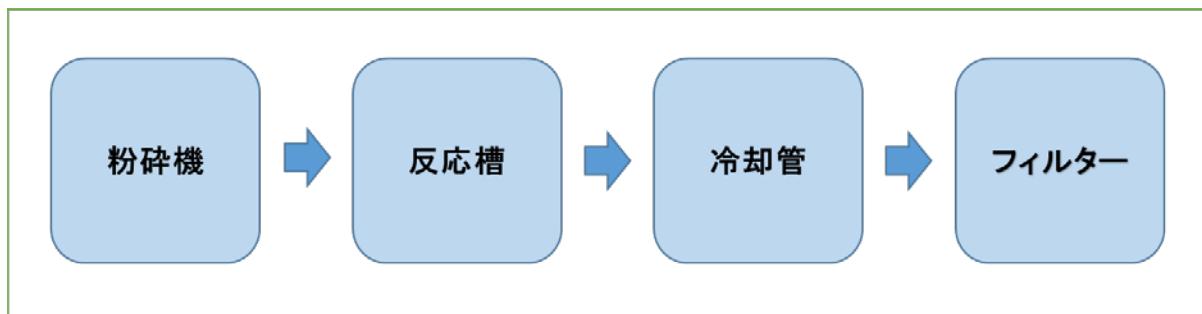


図2. 次世代シングルナノ銀粒子の構成とフロー

①粉碎機

反応効率向上のため、ナノ銀粒子の原料をミクロンサイズの粒子に粉碎し、スラリー液を製造する。

②反応槽（写真1参照）

約 180°C の溶媒中に①のスラリー液を投入して反応を開始し、ナノ銀粒子を製造する。反応槽には、熱媒体（油）循環温度調節機を接続し、所定の温度に管理された油が反応管のジャケットと同調整器とを循環し、反応管の温度を設定温度（約 180°C）近くに維持することを実現し、シングルナノ銀粒子を製造する。

③冷却管（写真1参照）

②の反応管における反応終了後の反応液を急冷する。冷却管内には、-30°Cまで冷却されたステンレスの肉厚管が複数個設置されており冷却管に供給された反応液は、約 180°Cから 80°C 以下に急冷されることにより、反応の進行を停止し、ナノ銀粒子の成長を停止することにより、生成したシングルナノ銀粒子のサイズが維持する。

④フィルター（写真2参照）

③の冷却管で冷却された反応液をフィルター装置に供給し、細孔を有するフィルターによって平均結晶子径 2.5nm、粒径分布の幅 0.6nm の次世代シングルナノ銀粒子の回収を実現した。

【公開版】

〔次世代シングルナノ銀粒子製造装置の写真〕

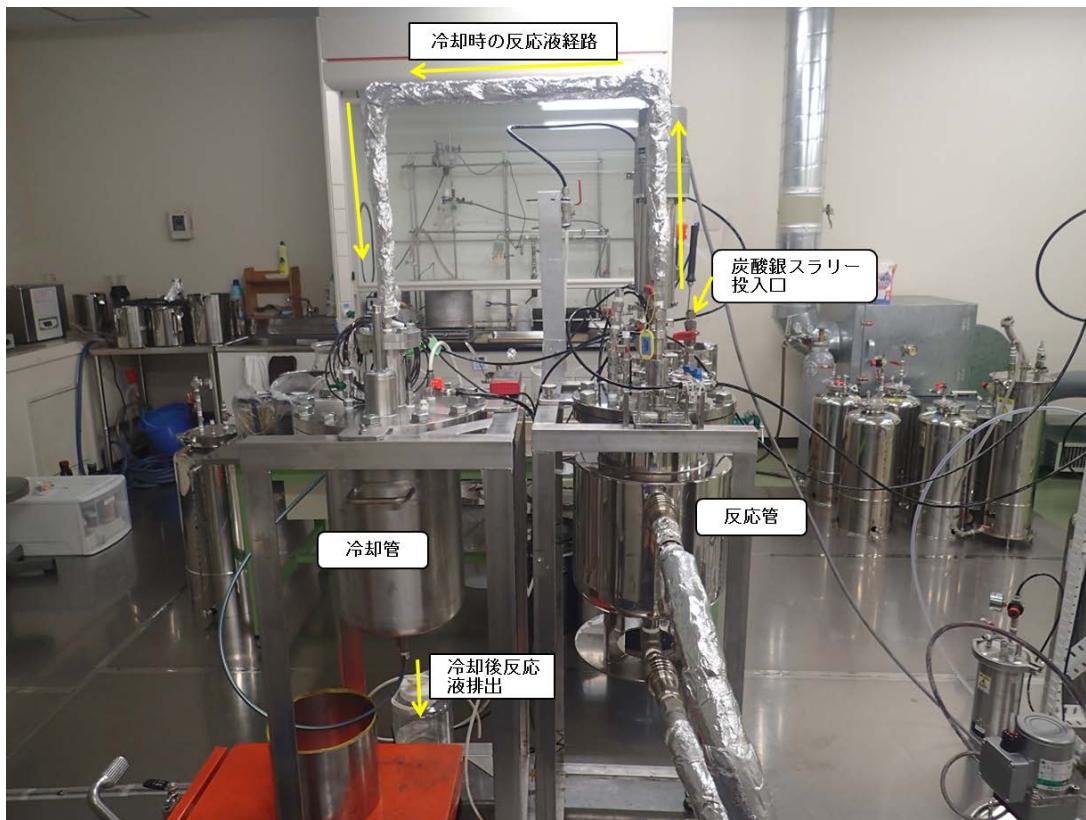


写真1. 反応槽と冷却管。



写真2. フィルター装置

2-1-2 次世代シングルナノ銀粒子の均一粒度分布

図3には、写真2のフィルター装置を用いたfiltrating前後のナノ銀粒子の結晶子径分布を示している。図3に示すように、ナノ銀粒子を分離するフィルター装置を用いることにより、明確に分布幅が狭くなっていることが分かる。filtrating後の分布幅(半値半幅)は0.6nmであり、技術的目標値である0.5nmをほぼ達成した。図3において、filtrating前のD90が4.5nm、filtrating後のD90が3.2nmとなっており、大きな粒子が除去されている。filtrating後は、再現良く、約2.5nm程度の平均結晶子径となっている。従って、結晶子径は技術的目標値である2.0nmをほぼ達成している。

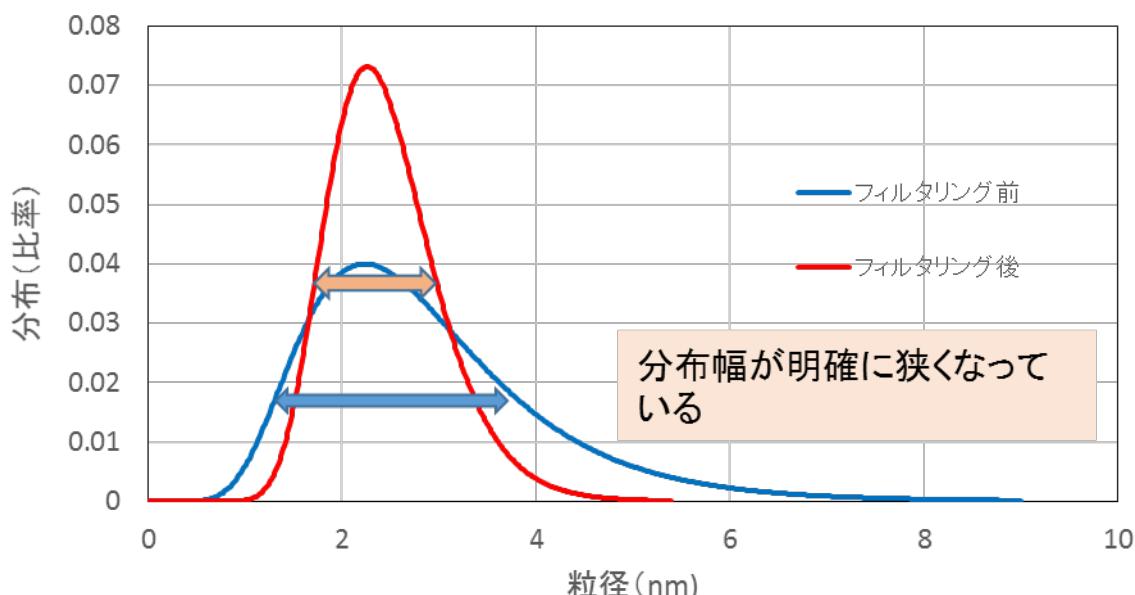


図3. X線回折の測定から得られたナノ銀粒子の粒径分布

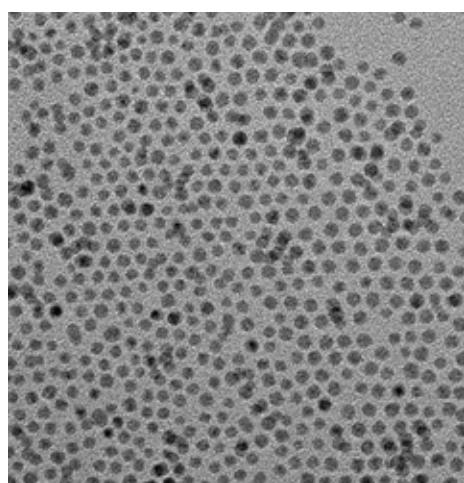


写真3は、filtrating後のシングルナノ銀粒子のTEM観察像であり、透過型電子顕微鏡(TEM)観察像シングルナノ銀粒子が均一化な状態で存在していることがわかる。

写真3. フィルタリング後のシングルナノ銀粒子

2-2 次世代シングルナノ銀粒子の量産化

シングルナノ粒子の粒子径制御並びに均一粒度分布を達成するためには、写真1及び写真2に示した製造装置やフィルターを高い精度でコントローすることが必要である。

そのために、次世代シングルナノ銀粒子製造装置並びにフィルター装置の制御をコンピュータ制御により自動化することにより、シングルナノ銀粒子の品質バラツキを制御し、且つ効率的な操作方法にてシングルナノ銀粒子の製造を可能し、量産化製造方法を確立した。

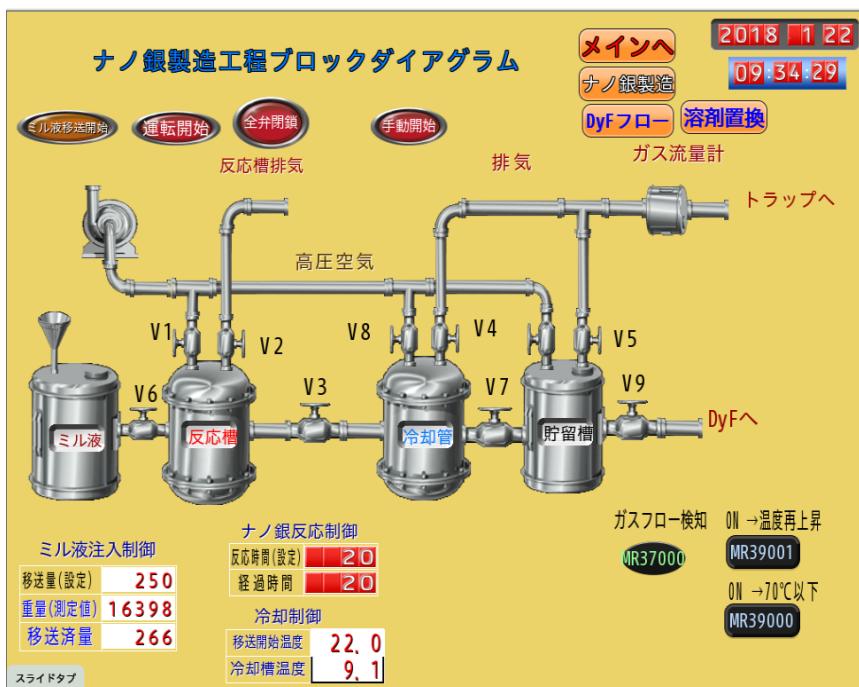


図4. 次世代シングルナノ銀粒子製造装置制御画面

図4は、自動化された次世代シングルナノ銀粒子製造装置の制御画面である。

本システムによって、重量、時間、温度、流量センサーの値に基づき、各バルブを自動制御して、ナノ銀粒子の反応と冷却を自動的に実施する。実際に、図4に示した制御画面で数値を設定し、自動化プログラムによりシングルナノ銀粒子の製造を自動的に行っている。さらに、フィルター装置も、プログラムにより自動でフィルタリングを行い、手動の時と同等の次世代シングルナノ銀粒子が製造されたことを確認した。

なお、開発した本技術については特許出願を行った。

【技術目標に対する達成状況】

■目標：原料の銀換算で収率：80%以上

反応液中の銀量は、サンプリング液をろ過して乾燥させ、TG-DTAの測定結果に基づき含有銀量を算出している。

【公開版】

原料である炭酸銀 116 g には原子量の比率から銀成分を約 90 g 含んでいる。この炭酸銀を投入して反応させた後、回収した反応液量が 2950 g であり、サンプリングした反応液をろ過乾燥し TG-DTA により測定した結果、上記反応液に含まれる銀量が 77 g であった。従って、反応における収率は 86% (=77/90) である。

■ナノ銀粒子の収量：1kg/日

フィルタリング前のナノ銀粒子を目標数値としている。ナノ銀粒子は粒子に安定性を与えるため有機材料によって被覆されている（被覆重量約 15%）。

従って、ナノ銀粒子の重量は被覆も含めると 89 g になる（銀量 77 g の場合）。

1台の装置で1日に3回反応させて 89 g × 3 回 = 267 g が得られ、4台の装置を用いることで 1kg/日が実現可能。（267 g × 4 台 = 1068 g）。

■次世代シングルナノ銀粒子：10kg/月

フィルタリングでは、供給量の 70~80% 程度の精製品が回収可能となり、月 20 日稼働の場合、1 日 × (0.7~0.8) × 20 = 14~16 kg/月。よって、月産 10kg 以上の量産が可能。

2-3 シングルナノ銀粒子を最適分散化した高機能・ナノ銀ペースト量産化の確立

表1は、ナノ銀ペーストの組成である。

前述のフィルター装置を用いたナノ銀粒子のフィルタリングでは、シングルナノ銀粒子が溶剤に分散する分散液が回収される。高粘度溶剤への分散では、先ず、溶剤を蒸発させて分散液を濃縮し、その濃縮液に高粘度溶剤を投入する。更に、攪拌しながら溶剤を蒸発させ、高粘度溶剤にシングルナノ銀粒子を分散させて、シングルナノ銀粒子の最適分散化を確立し、その製法を用いて高粘度材料を製造した。

表1. ナノ銀ペーストの組成

ペースト材料	重量比
結晶子径20nmのナノ銀粒子	60~80wt%
銀フラー(0.3μm)	10~20wt%
粘度調整剤	5~15wt%
高粘度材料 5wt%	シングルナノ銀粒子
	0.1~1.0wt%
	高粘度溶剤
	2~7wt%

【公開版】

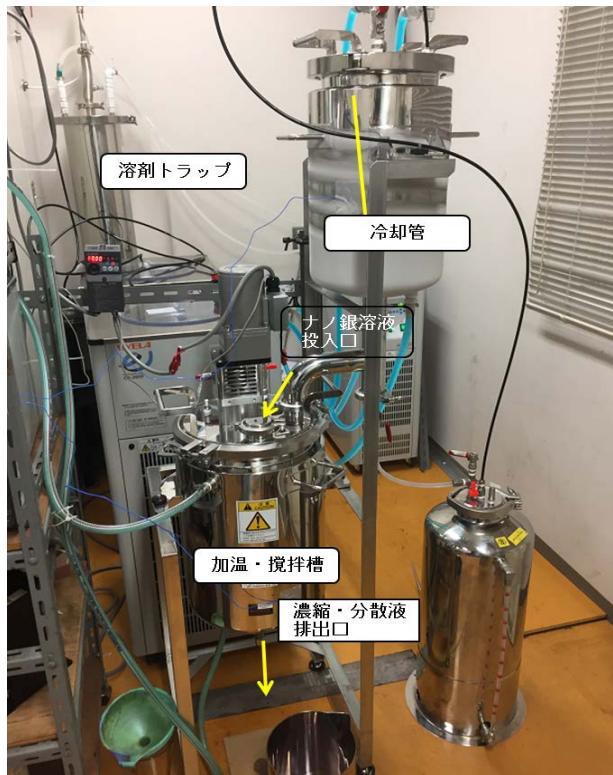


写真4は、本事業で開発したナノ銀粒子分散液濃縮溶剤分散装置である。ナノ銀ペースト量産化のため、写真4のシングルナノ銀粒子分散液濃縮溶剤分散装置を開発した。同装置は、1回の製造で最大約2.5kgの高粘度材料を製造する能力を有している。

写真4. ナノ銀粒子分散液濃縮溶剤分散装置

【技術目標に対する達成状況】

■ナノ銀ペーストの月産1tの為の分散液濃縮能力：月産50kg

表1の組成より、シングルナノ銀粒子の配合量が0.5wt%の場合、最適分散化させるために、高粘度溶材50kgが用意できれば、ナノ銀ペースト1tの製造が可能となる。

<高粘度材料製造工程能力>

- 2kg/日の生産能力を有することを確認。
- ペースト1t/月の生産に必要なペースト材料は50kgなので、25日稼働で対応可能。

【公開版】

2-4 ナノ銀ペースト接合：高強度化、小型軽量化次世代パワー半導体接合実装技術

新規ペースト+新規焼成パターンは、従来よりも焼成温度が低く、保持時間が短い
焼成条件においても従来と同等レベルの強度が得られた。

この焼成方法に関する特許を出願した。

表2. 新規焼成パターンにより接合した Cu 試験片の接合強度測定結果

ペースト	焼成温度 (°C)	温度保持時間(秒)	加圧力(MPa)	接合強度(MPa)
新規ペースト+新規焼成パターン	250	60	10	71.2
従来ペースト+従来組成パターン	300	180	10	91.9

2-5 高温作動型パワー半導体実装品の長期安定性を保証する加圧接合最適化技術

2-5-1 SiCなど小型・軽量実装品での発熱対策

小型・軽量実装品の発熱対策として、パワー半導体の予測される動作温度 250°Cにおいても十分な接合強度を有することを確認した。

- 新規のシングルナノ銀粒子を用いて作製したナノ銀ペーストを用いて Cu 試験片にて、目標である短時間焼成パターンと従来のペーストで従来の焼成パターンにて接合を行い 250°Cでの強度の比較を行った。

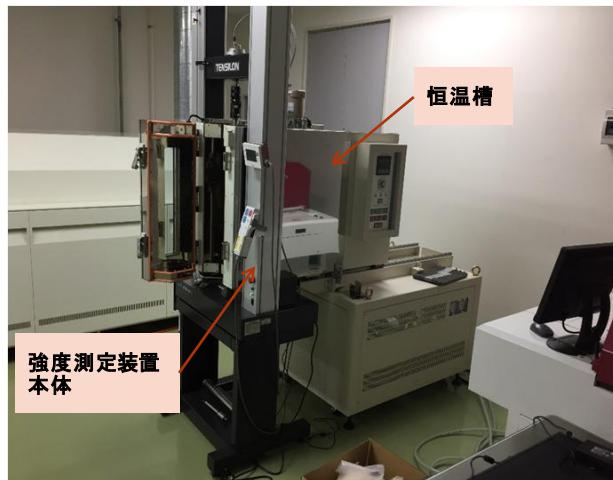


写真5. 恒温槽付き接合強度験機

- 上記の設備を用いて 250°Cでの Cu 試験片の接合強度を評価。
- 表 3 に示す通り、新規ペースト+新規焼成パターンで接合したものは 250°Cの高温下でも十分な接合強度を維持している。

表3. 250°CでのCu試験片の接合強度測定結果

ペースト	焼成温度(°C)	温度保持時間(秒)	加圧力(MPa)	測定温度(°C)	強度(MPa)
新規ペースト+新規焼成パターン at250°C	250	60	10	250	56.3
新規ペースト+新規焼成パターン 室温	250	60	10	20	71.2

2-5-2 実装品の長期安定性評価：パワーサイクル試験

- Fraunhofer社にパワーサイクル試験を委託し、従来ナノ銀ペーストとの比較を実施。

<接合試験片の例>



写真6. パワーサイクル試験用試料、そのSAT画像、ポンディング後の試料

<パワーサイクルの試験条件>

Load current: 96A

Cycling time : 9s (heating 3s+cooling 6s)

Cooling temperature: 40°C

Temperature rise: 120K

Gate-Voltage: 15V

<寿命の判定条件>

Increase of R_{th} thermal resistance or U_v heating voltage or
 ΔT temperature rise by 20%

- 表4に示す通り、新規ペースト+新規焼成パターンは、従来よりも焼成温度が低く、保持時間が短い接合条件に於いて、従来と同レベルの信頼性を得ることを確認した。

表4. パワーサイクル試験結果における平均サイクル数

ペースト	焼成条件			信頼性 (cycle)
	焼成温度 (°C)	温度保持時間 (秒)	加圧圧力 (MPa)	
新規ペースト+ 新規焼成パターン	250	60	10	57167
従来ペースト+ 従来組成パターン	300	180	10	61900

2-5-3 「実装品の長期安定性評価」に関する新規評価方法の検討

- Cu 試験片を新規ペースト及び新規焼成パターンにて接合を行い、試験片の接合強度、及び荷重-変位カーブの評価を行った。図5にその結果を示す。

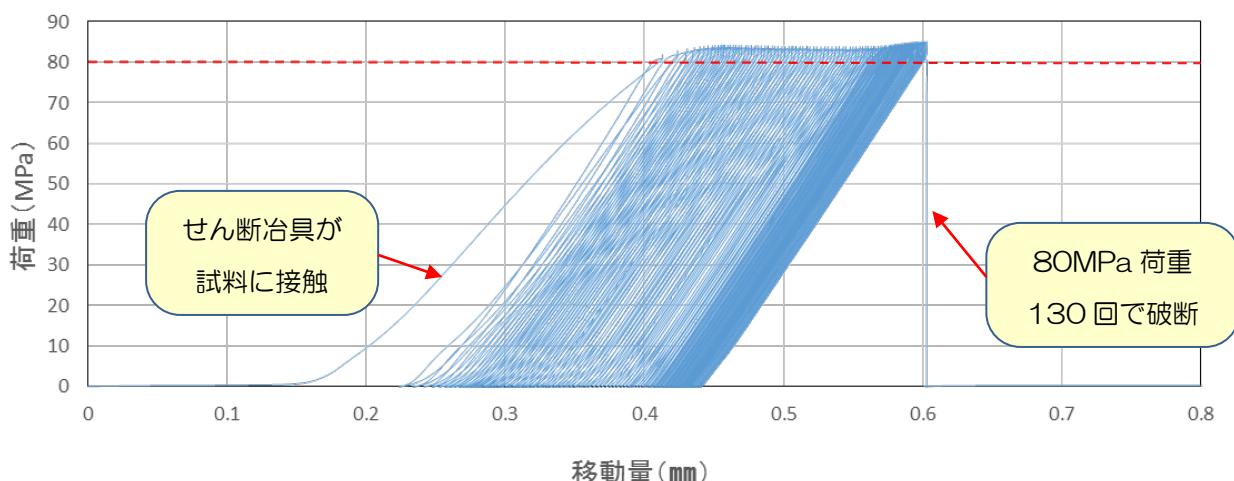


図5. 荷重 80MPa の繰り返し荷重試験結果

- データ解析に於いて、試料せん断に対する要因が複雑であることが判明し、現時点では、本データと実装品の信頼性との相関関係を見いだすことができず、今後の検討課題とする。

2-6 大面積 Si パワー半導体実装品対応技術

□15 mm Si チップを良好に接合（全面で均一に接合）する条件を検討。

下記条件で評価試料を作成し、その後、超音波映像装置（SAT）観察し、評価した。

（基本接合条件）

塗布厚：100 μm

焼成温度：250°C

焼成時間：60sec

加圧圧力：10MPa

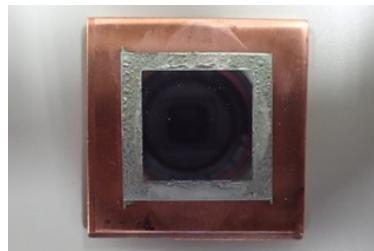


写真7. □15 mm Siチップ接合試料

写真7は、□15 mm Siチップを銅板に接合したものである。

写真8は、上記接合条件において、接合の予備工程で溶剤を揮発させる“プレヒート”の時間を変化させ、接合状態をSAT観察したものである。

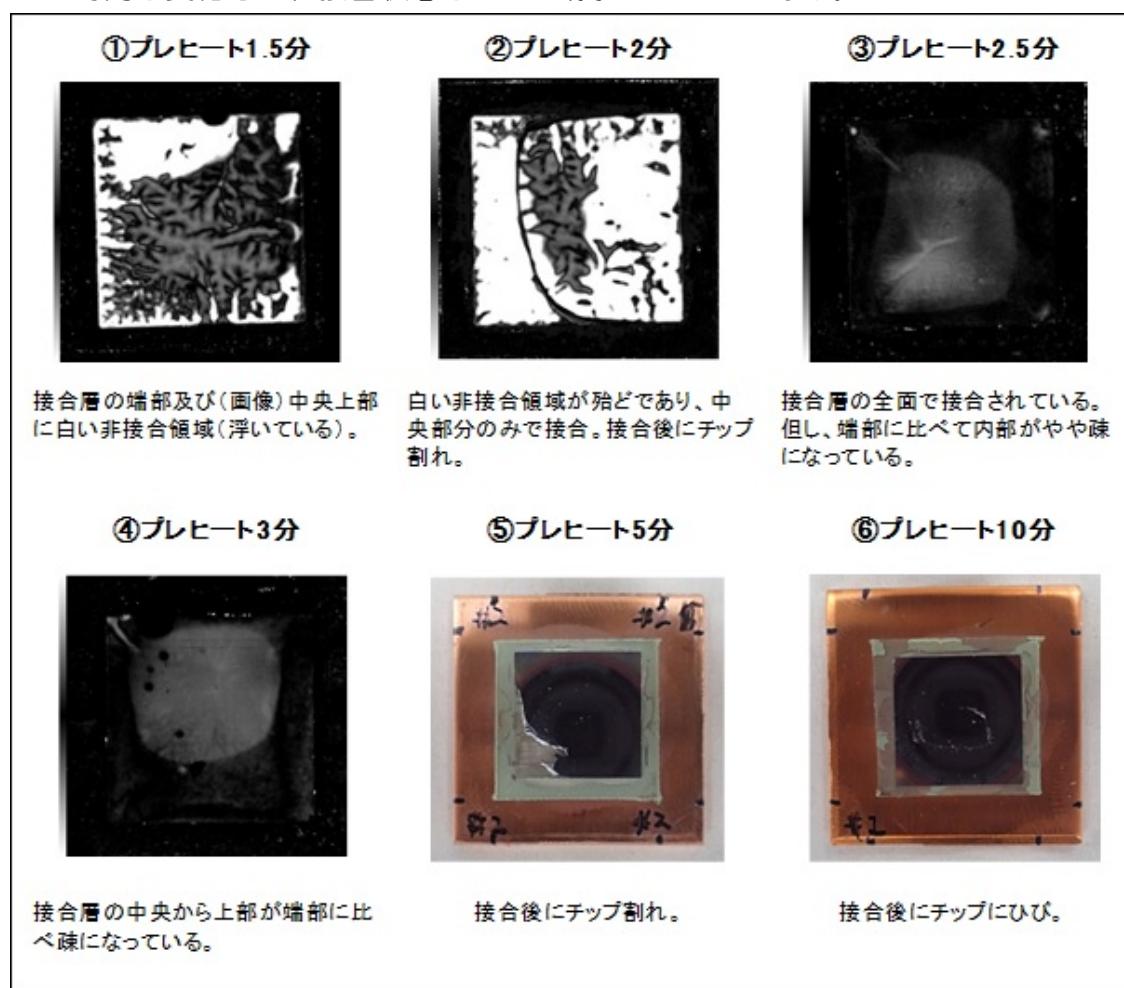


写真8. プレヒート時間を変化させたときの□15 mm Siチップ接合試料のSAT画像
及び接合状態写真

【公開版】

- ・プレヒート時間が短い①、②のSAT画像では、完全に接合していない白い部分が見えている。
- ・プレヒート時間が2.5分の③と3分の④の場合では、中央に疎の領域が存在するが、全面でチップと接合されている。
- ・プレヒートが3分を越えると、ナノ銀ペースト層の乾燥が進み過ぎて、平坦さが失われるためか、接合後の写真⑤、⑥に示すように、チップに亀裂が生じ、破損している。
- ・上記の結果から、□15 mm Siチップを接合する場合、プレヒートは2.5分から3分程度が好ましい。

＜加圧圧力の増強＞

最も接合状態の良かったプレヒート時間3分の条件で加圧圧力を増加させ、接合状態がさらに均一で良好な接合状態となる検証した。

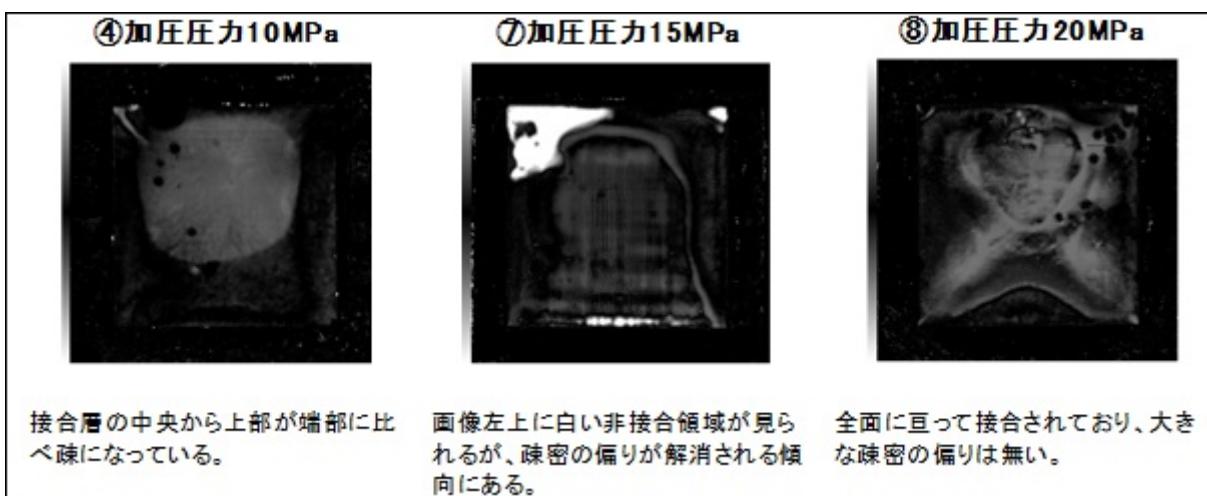


写真9. 加圧圧力を変化させたときの□15 mm Siチップ接合試料のSAT画像及び接合状態写真

- ・加圧圧力を増加させた⑦、⑧のSAT画像と、④を比較すると、⑦、⑧では、全面で均一に接合する傾向にある。
- ・さらに、大面積Siチップの接合状態向上させるため、今後も検証が必要である。

第3章 全体総括

3-1 研究開発成果のまとめ

本研究開発の目的は、RoHS規制の例外措置撤廃が予定されている高温鉛はんだの代替品として、次世代パワー半導体実装に用いることができる低熱抵抗、高接合強度、高温耐性と高信頼性を併せ持つ接合剤（鉛レス）を開発し、量産化技術を確立することである。

接合剤材料としてシングルナノ銀粒子を用い、高い表面活性と融点降下現象を発現させるために、平均粒子径2nm以下および粒度均一化（粒子径分布）を実現することが鍵になる。

1年目は、目標とするシングルナノ銀粒子を生成実現するための装置の開発、2年目はシングルナノ銀粒子及びそれを用いたナノ銀ペーストの装置の反応プロセス自動化に取り組み、最終年度の3年目には、ナノ銀ペーストの接合強度を確保する加圧接合条件やその最適化検討、及びこれを用いたパワー半導体実装品に対し、パワーサイクル試験を行った。以上の取り組みにより、目標とする次世代シングルナノ銀粒子およびナノ銀ペーストに関する量産技術を開発するとともに、製造装置を完成させることができた。具体的な成果内容を以下に示す。

- ①技術目標に掲げたシングルナノ銀粒子を生成・実現する製造装置を製作し、温度・圧力・液面レベルなどのセンサー類を備えて反応プロセスの自動化も行い、一連の製造装置システムを完成した（装置・システムとも自作）。原料となる銀換算で収率80%を確認するとともに、4台を稼働させることで月産10kgが可能となった。
- ②ナノ銀ペーストの製造装置については、シングルナノ銀粒子を最適状態で分散させるための濃縮溶剤分散装置を開発し、その後の工程の混練には混練機3台を用いることにより、ナノ銀ペーストを完成、月産1tの製造能力が可能となった。
- ③銅試験片を用いたナノ銀ペーストの接合試験において、従来焼成法より低い温度（250°C）と短い保持時間（60秒）にて加圧接合を行い、目標の接合強度60MPaを超える71MPaを得た。
- ④ナノ銀ペーストを同上条件で接合したパワー半導体実装品に対し、パワーサイクル試験を行い（負荷電流のもと、温度差120°Cの温度サイクル）、某ユーザー規格をクリアすると共に従来焼成法と同レベルの（長期）信頼性を得ることができた。
- ⑤シングルナノ銀粒子の製造法とナノ銀ペーストの焼成に関し、特許2件を出願。

3-2 今後の課題、事業化展開

焼結タイプのナノ銀を使用する接合は、残念ながら、川下メーカーでの認知度が低い。そのために、接合方法についても、認識が少ないメーカーも多いため、認知度を

【公開版】

上げつつ、販売を拡大していくことが重要であり、次の様なことが課題となってくる。

①各種展示会や学会等への積極的な参加。

展示会を通して、ナノ銀ペーストによる接合の認知度を上げていく。

学会での発表、論文投稿により、認知度を上げていく。

②接合試作の提案及び接合試験の受託

接合材メーカーの多くは、自社の接合材についてその特徴を研究、開示している。

また、ユーザーである川下メーカーは半導体素子やパワーモジュールの評価に関する知見は深い。しかし、ナノ銀ペーストを用いた接合方法についての知見や技術は少ないケースがみられる。

そこで、ナノ銀ペーストの接合技術が豊富な(株)応用ナノ粒子研究所に於いて、川下メーカーへの接合試作の提案や接合試験を請け負い、ナノ銀ペーストによる接合の優位性をアピールして、販路を広げていく一助とする。

そして、川下メーカーへのアプローチは(株)日本スペリア社の営業のネットワークを活用して、幅広く接合試作の提案や接合試験の受託をPRしていく。

③新規接合の開拓

今回開発したペーストでは、焼成温度250°Cでの接合が確認できたので、その低温焼結を生かして、パワー半導体のダイアッタチ以外の用途向けに、本事業のシングルナノ銀粒子や同ナノ銀粒子を用いたペーストによる接合の模索や開発を行い、販路の拡大を図る。

(株)応用ナノ粒子研究所と(株)日本スペリア社による連携で、高温鉛はんだの代替品としての目的だけではなく、シングルナノ銀粒子や同粒子を用いたナノ銀ペーストによる接合特性に着目した用途の開発や提案を行い、積極的に事業の拡大を行っていく。

以上