

明 細 書

発明の名称：接合体の製造方法及び被接合体の接合方法

技術分野

[0001] 本発明は、接合体の製造方法及び被接合体の接合方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、インバータなど電力変換・制御装置としてＩＧＢＴなどのパワーデバイスと呼ばれる半導体デバイスが盛んに用いられるようになってきている。このような半導体デバイスを製造するために半導体素子と回路基板などと接合する手段として金属ペーストを用いることが種々提案されている。

[0003] 例えば特許文献１には、焼結接合部の信頼性が高く且つ加圧による半導体素子へのダメージが抑制可能な半導体装置の製造方法が開示されている。同文献には、焼結接合部となる焼結性金属粒子を所定のタイミングで加熱及び加圧をすることが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献１：特開２０１８－１１０１４９号公報

発明の概要

[0005] 上述した技術によれば、焼結開始温度到達時に半導体素子に高い圧力が印加されるため、焼結接合部を平面視したときの当該焼結接合部の端部域における前記半導体素子が載置されていない部分（以下「フィレット部」ともいう。）の角部等にクラックが生じるという課題があった。

したがって、本発明の課題は、フィレット部にクラックが発生することを抑制し得る接合体の製造方法を提供することにある。

[0006] 本発明は、接合層を介して第１被接合体と第２被接合体とが接合されてなる接合体の製造方法であって、

銅粒子及び有機溶媒を含むペーストを前記第１被接合体に塗布して塗膜を形成する工程と、

前記塗膜上に前記第2被接合体を載置して積層体を形成する工程と、
前記積層体を加熱及び加圧して、前記塗膜中の前記銅粒子を焼結させ前記接合層を形成する焼成工程とを備え、

前記焼成工程においては、加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでの加熱を漸増的に行うとともに、加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでの加圧を漸増的に行い、且つ、加熱温度が 200°C に達したときの圧力を 15MPa 以下とする、接合体の製造方法を提供するものである。

[0007] 更に本発明は、接合層を介して第1被接合体と第2被接合体とを接合する被接合体の接合方法であって、

銅粒子及び有機溶媒を含むペーストを前記第1被接合体に塗布して塗膜を形成する工程と、

前記塗膜上に前記第2被接合体を載置して積層体を形成する工程と、
前記積層体を加熱及び加圧して、前記塗膜中の前記銅粒子を焼結させ前記接合層を形成する焼成工程とを備え、

前記焼成工程においては、加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでの加熱を漸増的に行うとともに、加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでの加圧を漸増的に行い、且つ、加熱温度が 200°C に達したときの圧力を 15MPa 以下とする、被接合体の接合方法を提供するものである。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]図1は、本発明の接合体の製造方法の最初の工程を示す模式図である。

[図2]図2は、図1に示す工程の次の工程を示す模式図である。

[図3]図3は、接合体のフィレット部に発生したクラックを示す模式図である。

発明を実施するための形態

[0009] 以下、本発明の接合体の製造方法及び被接合体の製造方法を、その好ましい実施形態に基づき説明する。本発明の方法によって製造される接合体は、第1被接合体と第2被接合体とが、接合層を介して接合された構造になっている。接合層は、後述するとおり、銅粒子及び有機溶媒を含むペーストを焼

成してなる焼結体から構成されている。

[0010] 第1被接合体の種類に特に制限はない。一般的には、第1の被接合体は、その接合対象面に金属を含むことが好ましい。例えば第1の被接合体として、金属からなる面を有する部材を用いることができる。なお、本明細書でいう「金属」とは、他の元素と化合物を形成していない金属そのもの、又は2種類以上の金属の合金のことである。このような金属としては、例えば銅、銀、金、アルミニウム、パラジウム、ニッケル又はそれらの2種以上の組み合わせからなる合金が挙げられる。

[0011] 第1の被接合体が、金属からなる面を有する部材である場合、該金属からなる面は1種の金属から構成されていてもよく、あるいは2種以上の金属から構成されていてもよい。2種以上の金属から構成されている場合には、当該面は合金であってもよい。金属からなる面は一般には平面であることが好ましいが、場合によっては曲面であってもよい。

[0012] 第1の被接合体の具体例としては、例えば上述の金属からなるスペーサー、放熱板、半導体素子、及び上述した金属の少なくとも1種を表面に有する基板等が挙げられる。

基板としては、例えば、セラミックス又は窒化アルミニウム板の表面に銅等の金属層を有する絶縁基板等が挙げられる。

被接合体として半導体素子を用いる場合、半導体素子は、Si、Ga、Ge、C、N、As等の元素のうち1種以上を含むことができる。

[0013] 図1及び図2は、本発明の接合体の接合方法を説明する工程図である。本製造方法においては、最初に、図1に示すように、第1被接合体11上に銅粒子を含むペーストを塗布して塗膜12Xを形成する。ペーストの塗布方法は特に限定されず、例えば、スクリーン印刷法、グラビア印刷法、ディスペンス印刷法、リバースコート法及びドクターブレード法を挙げることができる。

[0014] 本発明で用いるペーストは、銅粒子及び後述する有機溶媒を含み、更に必要に応じて後述する調整剤を適宜含んでなる。

[0015] ペーストに含まれる前記銅粒子は、純銅の粒子及び銅基合金の粒子の双方を包含する。ペーストに含まれる銅粒子は、純銅の粒子のみでもよく、銅基合金の粒子のみでもよく、あるいは純銅の粒子と銅基合金の粒子との混合物であってもよい。

なお本発明の効果を損なわない範囲において、ペーストに、銅粒子以外の金属粒子が少量含まれていることは許容される。

[0016] ペーストに含まれる銅粒子は、その形状に特に制限はなく、球状及び非球状のいずれのものも用いられる。

ここで、銅粒子が球状であるとは、以下の方法で測定した円形度係数が0.85以上であることをいう。円形度係数は、次の方法で算出される。すなわち、一次粒子の銅粒子の走査型電子顕微鏡像を撮影し、銅粒子の二次元投影像の面積を S とし、周囲長を L としたときに、銅粒子の円形度係数を $4\pi S/L^2$ の式から算出する。

[0017] 一方、銅粒子が非球状であるとは、上述の円形度係数が0.85未満であることをいう。

非球状の具体例としては、扁平状、六面体や八面体等の多面体状、紡錘状、異形状等の形状が挙げられる。本発明においては、2種以上の銅粉のいずれかが扁平状銅粒子であることが好ましく、後述するように扁平状銅粒子及び球状銅粒子を含むことがより好ましい。

なお、本発明において扁平状とは、粒子の主面を形成している一对の板面と、これらの板面に直交する側面とを有する形状を指し、板面及び側面はそれぞれ独立して、平面、曲面又は凹凸面でありうるものとする。

[0018] 銅粒子が球状である場合の粒径は以下の方法により定めるものとする。すなわち、10,000倍以上150,000倍以下の倍率の範囲で撮影した銅粒子の走査型電子顕微鏡像から輪郭がはっきりした一次粒子の銅粒子を50個以上選んだ各粒子のヘイウッド径を測定する。次いで、得られたヘイウッド径から、粒子が真球であると仮定したときの体積を算出し、該体積の累積体積50容量%における体積累積粒径を D_{SEM50} により定めるものとする。

- [0019] 銅粒子の D_{SEM50} は $0.1\ \mu m$ を超えるものであることが好ましく、 $0.1\ \mu m$ 以上であることが更に好ましく、 $0.12\ \mu m$ 以上であることが一層好ましい。一方、 D_{SEM50} が $0.55\ \mu m$ 以下であることが好ましく、 $0.5\ \mu m$ 以下であることが更に好ましい。 D_{SEM50} が $0.1\ \mu m$ を超える設定にすることによって、ペーストを塗布してなる塗膜12Xを焼成して接合層とするときに収縮割れが生じにくくなり、接合層のフィレット部と第1被接合体11との接合強度を十分なものとすることができる。一方、 D_{SEM50} を $0.55\ \mu m$ 以下に設定することによって、塗膜12X中に存在する銅粒子の焼結を十分なものとすることができる。
- [0020] 銅粒子が非球状である場合の粒径は、レーザー回折散乱式粒度分布測定法による累積体積50容量%における体積累積粒径 D_{50} により定めるものとする。例えば以下の方法で行うことができる。すなわち、 $0.1\ g$ の測定試料と分散剤水溶液とを混合し、超音波ホモジナイザ（日本精機製作所製、US-300T）で1分間分散させる。その後、レーザー回折散乱式粒度分布測定装置として、例えばマイクロトラックベル製MT3300 EX IIを用いて粒度分布を測定することで D_{50} が算出される。
- [0021] 銅粒子の D_{50} は $0.3\ \mu m$ 以上 $50\ \mu m$ 以下であることが好ましく、 $0.5\ \mu m$ 以上 $40\ \mu m$ 以下であることがより好ましく、 $1\ \mu m$ 以上 $20\ \mu m$ 以下であることが更に好ましい。 D_{50} がかかる範囲にあることによって、銅ペーストを塗膜化して焼成した際に緻密に焼結した接合層を得やすくなり、被接合体どうしの高い接合強度と、導電信頼性の向上とを実現することができる。
- [0022] 銅粒子は、当該技術分野において知られている様々な方法で製造することができる。例えば湿式還元法、アトマイズ法、電解法などによって銅粉を製造できる。どのような方法を採用するかは、銅粒子の粒径や形状等に応じて適宜選択できる。ペーストは、これらの形状のうちの1種の形状の銅粒子のみから構成されていてもよく、あるいは2種以上の形状の銅粒子の組み合わせから構成されていてもよい。また、所定の平均粒径を有する銅粒子と、こ

れとは平均粒径が異なる銅粒子との混合物を用いてもよい。

[0023] 特にペーストが、 D_{SEM50} が $0.1\mu m$ を超えて $0.55\mu m$ 以下の球状銅粒子（第一銅粒子）と、 D_{50} が $0.3\mu m$ 以上 $50\mu m$ 以下の非球状銅粒子（第二銅粒子）とを含むことによって、塗膜の過度な体積収縮に起因する該塗膜の割れを防止しつつ、塗膜の焼結性に優れたものとなる。この利点を一層顕著なものとする観点から、第一銅粒子と第二銅粒子との合計質量に対する第一銅粒子の割合を20質量%以上95質量%以下とすることが好ましく、25質量%以上90質量%以下とすることが更に好ましく、30質量%以上85質量%以下とすることが一層好ましい。特に第一銅粒子が球状であり、第二銅粒子が扁平状であると、焼結体が一層緻密になるので好ましい。

[0024] 銅粒子は、その表面に有機表面処理剤が施されていてもよい。有機表面処理剤は、銅粒子間での凝集を抑制するための剤である。銅粒子間での凝集を抑制するための剤として本発明において好適に用いられるものは、例えば各種の脂肪酸、脂肪族アミン、及び銅への親和性を有する錯化剤である。特に炭素数6以上18以下、とりわけ炭素数10以上18以下である飽和又は不飽和脂肪酸あるいは脂肪族アミンを用いることが、耐酸化性向上の点から好ましい。そのような脂肪酸あるいは脂肪族アミンの具体例としては、安息香酸、ペンタン酸、ヘキサン酸、オクタン酸、ノナン酸、デカン酸、ラウリン酸、パルミチン酸、オレイン酸、ステアリン酸、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、ラウリルアミン、オレイルアミン、ステアリルアミンなどが挙げられる。また、銅への親和性を有する錯化剤としては、例えばグリシンなどのアミノ酸、及びジメチルグリオキシムなどが挙げられる。これらの脂肪酸、脂肪族アミン、及び錯化剤は、それぞれ1種を単独で、又は2種以上を組み合わせ用いることができる。

[0025] ペースト中に占める銅粒子の含有量は、銅粒子の充填性を高めて接合層としての十分な接合強度を維持する観点から、50質量%以上であることが好ましく、60質量%以上95質量%以下であることがより好ましい。

[0026] 塗膜12Xの厚さは、該塗膜から形成される接合層が十分な接合強度を確

保できるようにするために、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $300\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $250\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。

- [0027] ペーストに含まれる有機溶媒としては、従来知られているものを特に制限なく用いることができる。例えばモノアルコール、多価アルコール、多価アルコールアルキルエーテル、多価アルコールアリールエーテル、脂肪族有機酸、エステル類、含窒素複素環化合物、アミド類、アミン類、飽和炭化水素などが挙げられる。これらの有機溶媒は、一種を単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができる。
- [0028] ペーストに占める有機溶媒の量は、ペーストを塗膜にできる程度の粘度を有する限り特に制限はないが、一般的にはペーストに対して5質量%以上50質量%以下であることが好ましい。
- [0029] ペーストには、各種特性を調整するための調整剤を適宜含有させてもよい。調整剤としては、例えば還元剤、粘度調整剤、表面張力調整剤が挙げられる。
- [0030] 還元剤としては、銅粒子の焼結を促進させるものがよく、例えばモノアルコール、多価アルコール、アミノアルコール、クエン酸、シュウ酸、ギ酸、アスコルビン酸、アルデヒド、ヒドラジン及びその誘導体、ヒドロキシルアミン及びその誘導体、ジチオスレイトール、ホスファイト、ヒドロホスファイト、亜リン酸及びその誘導体等が挙げられる。
- [0031] 粘度調整剤としては、ペーストの粘度の高低を調整して、好ましくは上記粘度範囲内に設定できるものがよく、例えばケトン類、エステル類、アルコール類、グリコール類、炭化水素、ポリマーなどが挙げられる。
- [0032] 表面張力調整剤としては、塗膜12Xの表面張力を調整できるものであればよく、例えばアクリル系界面活性剤、シリコーン系界面活性剤、アルキルポリオキシエチレンエーテル、脂肪酸グリセロールエステルなどのポリマーやアルコール系、炭化水素系、エステル系、グリコール等のモノマーが挙げられる。
- [0033] ペーストの粘度はThermo Scientific社製のレオメータ

—MARS IIIを用いて測定することができる。銅ペーストの塗布性又は印刷性を高める観点から、せん断速度 10 s^{-1} のときの粘度値が $10 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以上 $200 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以下であることが好ましく、 $15 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以上 $200 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以下であることがより好ましい。銅ペーストの粘度の測定条件は以下のとおりである。

測定モード : せん断速度依存性測定
センサー : パラレル型 ($\Phi 20 \text{ mm}$)
測定温度 : 25°C
ギャップ : 0.300 mm
せん断速度 : $0.05 \sim 120.01 \text{ s}^{-1}$
測定時間 : 2分

[0034] 第1被接合体11上に形成する塗膜12Xの寸法及び形状は、後述する第2被接合体13の寸法及び形状と同一にすることができる。あるいは、塗膜12X上に第2被接合体13を載置したときに、第2被接合体13の周縁から塗膜12Xが延出する寸法となるようにしてもよい。後者の場合、第1被接合体11と第2被接合体13とが確実に接合層によって接合されることになるので好ましい。この場合には、塗膜12Xのうち、第2被接合体13の周縁から延出した部分、すなわちフィレット部が生じる。

[0035] 第1被接合体11の表面に塗膜12Xが形成されたら、図2に示すように、この塗膜12X上に第2被接合体13を載置して、第1被接合体11、塗膜12X及び第2被接合体13がこの順で積層されてなる積層体15を形成する。第2被接合体13としては、先に述べた第1被接合体11と同様のものを特に制限なく用いることができる。第1被接合体11が例えば基板である場合には、第2被接合体13は、例えばスペーサー、放熱板又は半導体素子のいずれかであることが好ましい。

[0036] 塗膜12X上に第2被接合体13を載置する場合、該塗膜12Xに含まれる有機溶媒の濃度は、ペーストに含まれる有機溶媒の濃度と実質的に同じであってもよく、あるいは低くてもよい。後者の場合、第1被接合体11上に

塗膜 12X を形成した後に、所定時間放置による自然乾燥又は加熱乾燥することで、該塗膜 12X を乾燥させて有機溶媒を除去することができる。

[0037] 次いで、図 2 に示すように、積層体 15 を所定の板状治具 16, 16 で挟持し、積層体 15 を加熱するとともに、治具 16, 16 で、積層体 15 を加圧する焼成工程を行う。加熱が進行するに連れて塗膜 12X から有機溶媒が除去されるとともに、塗膜 12X 中の銅粒子の焼結が開始する。なお、板状治具 16, 16 を用いた加圧装置としては従来知られているものを特に制限なく用いることができる。

[0038] 加熱と加圧とは同時に開始してもよく、あるいは加熱を開始してから所定時間経過した後に加圧を開始してもよく、反対に加圧を開始してから所定時間経過した後に加熱を開始してもよい。

[0039] 焼成工程においては、加熱及び加圧プロファイルを制御することで、銅粒子の焼結体からなる接合層を首尾よく形成することができる。特に、接合層がフィレット部を有する場合、該フィレット部にクラックが発生することを効果的に抑制することができる。具体的には、焼成工程においては、加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでの加熱を漸増的に行う。これに加えて、加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでの加圧を漸増的に行う。

なお、本発明においてフィレット部に発生する「クラック」とは、図 3 に示すとおり、フィレット部 14 の角部だけ発生するクラック 17 でなく、フィレット部 14 の中央部付近に発生するクラック 17 や、図示しないが第 2 被接合体 13 の端部からフィレット部 14 の外周にかけて連なって発生していない、フィレット部に内在するものも含むものとする。

また本明細書において「漸増的に加熱する」とは、焼成工程における加熱の開始から最高温度 T_m に達するまで、時間の経過に連れて降温する期間が生じないように加熱を行うことを意味する。したがって、焼成工程において、加熱温度が一定の期間が生じることは許容される。例えば、焼成工程における加熱は時間の経過とともに温度が直線的に上昇するように行ってもよく、温度が指数関数的に上昇するように行ってもよく、温度が対数関数的に上

昇するように行ってもよく、ステップ状に上昇するように行ってもよく、あるいはそれらを組み合わせた温度上昇線を描くように行ってもよい。

また本明細書において「漸増的に加圧する」とは、焼成工程における加圧の開始から最高圧力 P_m に達するまで、時間の経過に連れて降圧する期間が生じないように加圧を行うことを意味する。したがって、焼成工程において、圧力が一定の期間が生じることは許容される。例えば、焼成工程における加圧は時間の経過とともに圧力が直線的に上昇するように行ってもよく、圧力が指数関数的に上昇するように行ってもよく、圧力が対数関数的に上昇するように行ってもよく、ステップ状に上昇するように行ってもよく、あるいはそれらを組み合わせた圧力上昇線を描くように行ってもよい。

[0040] 焼成工程においては、加熱及び加圧を漸増的に行うことに加え、加熱温度が 200°C に達したときの圧力が 15 MPa 以下であるように、加熱及び加圧の条件を制御する。このように加熱及び加圧プロファイルを制御することで、フィレット部にクラックが発生することを効果的に抑制できる。その理由は以下のとおりである。

[0041] 積層体 15 の加熱及び加圧を漸増的に行うことは、目的とする接合体の製造効率を向上させる点から有利である。このことを条件として、加熱温度が 200°C に達したときの圧力が 15 MPa 以下であるように加熱及び加圧の条件を制御することで、塗膜 12X のうち、第2被接合体 13 の直下に位置する部分（以下「ダイ直下部」ともいう。）と、第2被接合体 13 の周縁から延出した部分、すなわちフィレット部とが、概ね同程度に収縮する。これにより、フィレット部 14 のクラック発生が抑制される。

これに対して、加圧が進行した状態で銅粒子の焼結が始まると、ダイ直下部と、第2被接合体 13 の周縁から延出した部分、すなわちフィレット部 14 との間に収縮差が生じるので、フィレット部 14、特にフィレット部 14 の角部にクラックが発生しやすくなる。

[0042] 以上の利点を一層顕著なものとする観点から、加熱温度が 200°C に達したときの圧力を 15 MPa 以下とすることが好ましく、 13 MPa 以下とす

ることがより好ましく、低ければ低いほど、クラック発生抑制の観点から好ましい。なお、加熱温度が200℃に達してから加圧を開始してもよい。

[0043] なお、温度200℃を基準として圧力の制御を行う理由は、銅粒子の焼結は一般に250℃程度と推測されることから、200℃であれば銅粒子の焼結は開始しておらず、塗膜12Xの収縮を制御できるからである。

[0044] 焼成工程においては、加熱温度が200℃に達したときの圧力が15 MPa以下であれば、加熱が最高温度 T_m に達した後に、加圧が最高圧力 P_m に達するようにしてもよく、逆に、加圧が最高圧力 P_m に達した後に、加熱が最高温度 T_m に達するようにしてもよい。あるいは、最高温度 T_m 及び最高圧力 P_m に同時に到達するように加熱及び加圧をコントロールしてもよい。好ましくは、フィレットにクラックが発生することを抑制する効果をより効果的に発揮させる観点から、加熱が最高温度 T_m に達した後に、加圧が最高圧力 P_m に達するようにする。

[0045] 焼成工程における加熱は漸増的である限りにおいて、時間の経過とともに温度が直線的に上昇するように行ってもよく、温度が指数関数的に上昇するように行ってもよく、温度が対数関数的に上昇するように行ってもよく、ステップ状に上昇するように行ってもよく、あるいはそれらを組み合わせた温度上昇線を描くように行ってもよい。焼成工程における加圧に関しても同様である。

[0046] 上述したいずれの加熱態様であっても、加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでに10秒以上、特に5秒以上の定温過程を有さないことが、効率的な接合体の製造の観点から好ましい。同様の理由によって、加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでに10秒以上、特に5秒以上の定圧過程を有さないことが好ましい。なお焼成工程が、定温過程及び定圧過程の双方を有する場合、定温過程の期間と定圧過程の期間とはそれぞれ独立に設定することができ、両者を同期させることは要しない。

[0047] 焼成工程における積層体の加熱は、接合体を効率よく製造する観点から、加熱開始から温度が最高温度 T_m に達するまでに要する時間が1秒以上30

分以内、好ましくは1秒以上10分以内、より好ましくは1秒以上1分以内であることが好ましい。

[0048] 焼成工程における積層体の加圧においては、塗膜12Xの収縮をダイ直下部とフィレット部とで概ね同じにできる観点から、昇圧速度が 0.2 MPa/s 以上であることが好ましく、 1 MPa/s 以上としてもよい。

また、昇圧速度は 20 MPa/s 以下が好ましく、より好ましくは 10 MPa/s 以下、更に好ましくは 5 MPa/s 以下となるように行われる。

フィレット部に浮きを生じさせないようにする観点からは、加圧の昇圧速度は 0.2 MPa/s 以上 10 MPa/s 以下であることが好ましく、 0.2 MPa/s 以上 5 MPa/s 以下であることが更に好ましい。

昇圧速度の算出には定圧過程は含まれない。

最高圧力 P_m に到達するまでの昇圧速度が一定でない場合には、該昇圧速度が前記の範囲内に収まっていればよい。

[0049] 焼成工程における加熱の最高温度 T_m は 200°C 以上 350°C 以下に設定することが、銅粒子を十分に焼結させるだけでなく、被接合体が熱によるダメージを受けるのを防止する観点から好ましい。この観点から、最高温度 T_m は 210°C 以上 330°C 以下であることが好ましく、 220°C 以上 310°C 以下であることが更に好ましい。

前記と同様の観点から、焼成工程における加圧の最高圧力 P_m は 1 MPa 以上 40 MPa 以下に設定することが好ましく、特に 5 MPa 以上 40 MPa 以下、とりわけ 5 MPa 以上 30 MPa 以下に設定することが好ましい。

[0050] 加熱が最高温度 T_m に達したら、その後はその温度 T_m を維持してもよく、あるいは T_m よりも低下させてもよい。いずれの場合であっても、最高温度 T_m に達したら、 $(T_m - 30)^\circ\text{C}$ 以上 $T_m^\circ\text{C}$ 以下の温度範囲で加熱温度を一定に保つことが、銅粒子を十分に焼結させる観点から好ましい。

加圧に関しては、加圧が最高圧力 P_m に達したら、その後はその圧力 P_m を維持してもよく、あるいは P_m よりも低下させてもよい。いずれの場合であっても、最高圧力 P_m に達したら、 $(P_m - 5)\text{ MPa}$ 以上 $P_m\text{ MPa}$ 以

下の温度範囲で加熱温度を一定に保つことが、銅粒子を十分に焼結させる観点から好ましい。

[0051] 焼成工程は例えば不活性雰囲気や含酸素雰囲気を用いることができる。不活性雰囲気としては、例えば窒素ガス雰囲気、アルゴンやネオン等の希ガス雰囲気などが挙げられる。経済性の観点からは窒素ガス雰囲気を用いることが好ましい。含酸素雰囲気としては例えば大気雰囲気を用いることができる。

[0052] 積層体 15 を焼成工程に付すことによって、該積層体 15 中の塗膜 12 X から接合層である焼結体が生成し、第 1 被接合体 11 と第 2 被接合体 13 とが高い接合強度で接合する。また、接合層にフィレット部が存在するとしても、該フィレット部にクラックが発生することが効果的に抑制されているので、接合体はその信頼性が高いものとなる。したがって、本製造方法によって得られた接合体は、大電流を扱うデバイス、例えば車載用電子回路やパワーデバイスが実装された電子回路などに好適に用いられる。

[0053] 以上、本発明をその好ましい実施形態に基づき説明したが、本発明は前記実施形態に制限されない。

[0054] 上述した実施形態に関し、本発明は更に以下の接合体の製造方法及び被接合体の接合方法を開示する。

〔1〕 接合層を介して第 1 被接合体と第 2 被接合体とが接合されてなる接合体の製造方法であって、

銅粒子及び有機溶媒を含むペーストを前記第 1 被接合体に塗布して塗膜を形成する工程と、

前記塗膜上に前記第 2 被接合体を載置して積層体を形成する工程と、

前記積層体を加熱及び加圧して、前記塗膜中の前記銅粒子を焼結させ前記接合層を形成する焼成工程とを備え、

前記焼成工程においては、加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでの加熱を漸増的に行うとともに、加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでの加圧を漸増的に行い、且つ、加熱温度が 200°C に達したときの圧力を 1

5 MPa 以下とする、接合体の製造方法。

〔2〕 前記塗膜上に前記第2被接合体を載置したときに、前記第2被接合体の周縁から前記塗膜が延出する寸法となるように、前記塗膜を塗布する、〔1〕に記載の製造方法。

〔3〕 前記焼成工程においては、加熱が最高温度 T_m に達した後に、加圧が最高圧力 P_m に達するようにする、〔1〕又は〔2〕に記載の製造方法。

〔4〕 加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでに10秒以上の定温過程を有さない、〔1〕ないし〔3〕のいずれかに記載の製造方法。

〔5〕 加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでに10秒以上の定圧過程を有さない、〔1〕ないし〔4〕のいずれかに記載の製造方法。

〔6〕 前記最高温度 T_m を200℃以上350℃以下とする、〔1〕ないし〔5〕のいずれかに記載の製造方法。

〔7〕 前記最高温度 T_m に達したら、加熱温度を $(T_m - 30)$ ℃以上 T_m ℃以下の範囲で一定に保つ、〔6〕に記載の製造方法。

〔8〕 前記最高圧力 P_m を1 MPa 以上40 MPa 以下とする、〔1〕ないし〔7〕のいずれかに記載の製造方法。

〔9〕 前記最高圧力 P_m に達したら、圧力を $(P_m - 5)$ MPa 以上 P_m MPa の範囲で一定に保つ、〔8〕に記載の製造方法。

〔10〕 接合層を介して第1被接合体と第2被接合体とを接合する被接合体の接合方法であって、

銅粒子及び有機溶媒を含むペーストを前記第1被接合体に塗布して塗膜を形成する工程と、

前記塗膜上に前記第2被接合体を載置して積層体を形成する工程と、

前記積層体を加熱及び加圧して、前記塗膜中の前記銅粒子を焼結させ前記接合層を形成する焼成工程とを備え、

前記焼成工程においては、加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでの加熱を漸増的に行うとともに、加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでの加圧を漸増的に行い、且つ、加熱温度が200℃に達したときの圧力を1

5 MPa 以下とする、被接合体の接合方法。

実施例

[0055] 以下、実施例により本発明を更に詳細に説明する。しかしながら本発明の範囲は、かかる実施例に制限されない。特に断らない限り、「%」は「質量%」を意味する。

[0056] 〔実施例 1〕

(1) ペーストの調製

第 1 銅粒子（球状、 $D_{SEM50} = 0.16 \mu m$ ）と、第 2 銅粒子（扁平状、 $D_{50} = 4.2 \mu m$ ）と、ヘキシレングリコール（有機溶媒）と、ポリエチレングリコール（分子量 300、有機溶媒）と、ビス（2-ヒドロキシエチル）イミノトリス（ヒドロキシメチル）メタン（還元剤）とを混合してペーストを調製した。

ペーストにおける第 1 銅粒子及び第 2 銅粒子の合計の含有割合は 82% であり、有機溶媒の含有割合は 17.9% であり、還元剤の含有割合は 0.1% であった。第 1 銅粒子と第 2 銅粒子との質量比は、第 1 銅粒子：第 2 銅粒子 = 7：3 とした。

[0057] (2) 塗膜の形成

銅からなる基板上にペーストを縦 6.0 mm、横 6.0 mm、厚み 200 μm のメタルマスクを用いて印刷し、矩形の塗膜を形成した。前記塗膜を大気雰囲気中で 110℃、20 分で乾燥させた。

[0058] (3) 積層体の形成

半導体パワーデバイスのモデル部材を想定して、Ag めっきしたアルミナチップを用意した（縦 5 mm、横 5 mm、厚み 0.5 mm）。このアルミナチップの Ag めっき面を乾燥後の塗膜上に載置し、0.8 MPa の荷重を 2 秒間加え、第 1 被接合体、塗膜及び第 2 被接合体の順に積層された積層体を形成した。

[0059] (4) 積層体の加熱及び加圧

積層体の初期温度 40℃ 及び無加重状態（ただし自重を除く）から加熱及

び加圧を同時に開始した。40℃から300℃までに要した時間は15秒であり、昇温速度は平均値で17.3℃/s、昇圧速度は1.3MPa/sとした。昇温及び昇圧は、時間の経過に対して直線的に行った。雰囲気は窒素ガス雰囲気とした。温度が200℃に達したときの圧力は8.7MPaであった。温度が最高温度 T_m である300℃に達した時点で昇温を停止し、その後は300℃を維持した。温度が300℃に達した時点で圧力も最高圧力 P_m である20MPaに達し、その後は20MPaを維持した。最高温度 T_m 及び最高圧力 P_m に達してから10分後に加熱及び加圧を停止し、自然冷却して目的とする接合体を得た。

[0060] 〔比較例1〕

実施例1の「(4)積層体の加熱及び加圧」において、40℃から300℃までに要した時間を30秒とし、昇温速度を平均値で8.7℃/s、昇圧速度を1.3MPa/sとした。圧力が最高圧力 P_m である20MPaに達した時点で昇圧を停止し、その後は最高圧力 P_m を維持した。この時点で昇温は継続していた。温度が200℃に達したときの圧力は20MPaであった。温度が最高温度 T_m である300℃に達した時点で昇温を停止し、その後は300℃を維持した。最高温度 T_m に達してから10分後に加熱及び加圧を停止し、自然冷却して目的とする接合体を得た。

[0061] 〔比較例2〕

実施例1の「(4)積層体の加熱及び加圧」において、40℃から300℃までに要した時間を40秒とし、昇温速度を平均値で6.5℃/s、昇圧速度を1.3MPa/sとした。圧力が最高圧力 P_m である20MPaに達した時点で昇圧を停止し、その後は最高圧力 P_m を維持した。この時点で昇温は継続していた。温度が200℃に達したときの圧力は20MPaであった。温度が最高温度 T_m である300℃に達した時点で昇温を停止し、その後は300℃を維持した。最高温度 T_m に達してから10分後に加熱及び加圧を停止し、自然冷却して目的とする接合体を得た。

[0062] 〔評価〕

実施例及び比較例で得られた接合体の外観を目視観察し、フィレット部における欠陥の発生の有無を評価した。その結果、実施例1で得られた接合体のフィレット部にはクラックをはじめとする欠陥は観察されなかった。これに対して、比較例1及び比較例2で得られた接合体のフィレット部の角部にクラックが観察された。

産業上の利用可能性

[0063] 本発明によれば、フィレット部にクラックが発生することが抑制された接合体を製造する方法が提供される。

請求の範囲

- [請求項1] 接合層を介して第1被接合体と第2被接合体とが接合されてなる接合体の製造方法であって、
- 銅粒子及び有機溶媒を含むペーストを前記第1被接合体に塗布して塗膜を形成する工程と、
- 前記塗膜上に前記第2被接合体を載置して積層体を形成する工程と、
- 、
- 前記積層体を加熱及び加圧して、前記塗膜中の前記銅粒子を焼結させ前記接合層を形成する焼成工程とを備え、
- 前記焼成工程においては、加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでの加熱を漸増的に行うとともに、加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでの加圧を漸増的に行い、且つ、加熱温度が 200°C に達したときの圧力を 15 MPa 以下とする、接合体の製造方法。
- [請求項2] 前記塗膜上に前記第2被接合体を載置したときに、前記第2被接合体の周縁から前記塗膜が延出する寸法となるように、前記塗膜を塗布する、請求項1に記載の製造方法。
- [請求項3] 前記焼成工程においては、加熱が最高温度 T_m に達した後に、加圧が最高圧力 P_m に達するようにする、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項4] 加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでに 10 秒以上の定温過程を有さない、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項5] 加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでに 10 秒以上の定圧過程を有さない、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項6] 前記最高温度 T_m を 200°C 以上 350°C 以下とする、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項7] 前記最高温度 T_m に達したら、加熱温度を $(T_m - 30)^{\circ}\text{C}$ 以上 $T_m^{\circ}\text{C}$ 以下の範囲で一定に保つ、請求項6に記載の製造方法。
- [請求項8] 前記最高圧力 P_m を 1 MPa 以上 40 MPa 以下とする、請求項1

又は2に記載の製造方法。

[請求項9] 前記最高圧力 P_m に達したら、圧力を $(P_m - 5)$ MPa 以上 P_m MPa の範囲で一定に保つ、請求項8に記載の製造方法。

[請求項10] 接合層を介して第1被接合体と第2被接合体とを接合する被接合体の接合方法であって、

銅粒子及び有機溶媒を含むペーストを前記第1被接合体に塗布して塗膜を形成する工程と、

前記塗膜上に前記第2被接合体を載置して積層体を形成する工程と、

前記積層体を加熱及び加圧して、前記塗膜中の前記銅粒子を焼結させ前記接合層を形成する焼成工程とを備え、

前記焼成工程においては、加熱開始温度から最高温度 T_m に達するまでの加熱を漸増的に行うとともに、加圧開始圧力から最高圧力 P_m に達するまでの加圧を漸増的に行い、且つ、加熱温度が 200°C に達したときの圧力を 15 MPa 以下とする、被接合体の接合方法。