

学位論文

Al/Ni 瞬間はんだ接合体の低熱抵抗化に関する研究

**Research on Reducing Thermal Resistance
in Al/Ni Reactively Bonded Solder Joints**

金築 俊介

2019 年 2 月

愛知工業大学大学院工学研究科
生産・建設工学専攻

概要

近年，自動車分野を中心に，パワーエレクトロニクスは高効率で省エネルギーな技術として注目を集めている．車載用パワーデバイスの発熱密度は増加の一途を辿っており，特に次世代 SiC パワーデバイスの性能を最大限に引き出し，高機能かつ高効率なパワーモジュールの実用化を目指す上で，デバイスパッケージの低熱抵抗化やデバイス実装材料の高耐熱化等，デバイスダイボンディング技術の高度化が強く求められている．自己伝播発熱多層膜 Al/Ni を用いたボンディングは，近年注目されている焼結接合と比べて貴金属フリーであり，常温環境下で短時間接合が可能な新たな耐熱実装技術として期待される．本研究は，自己伝播発熱 Al/Ni ナノ多層膜をデバイスダイボンディングの熱源として応用すべく，同技術によって得られる瞬間はんだ接合体の熱抵抗の低減を図り，熱的・機械的信頼性を兼備したダイボンディング技術の実現を目指すものである．

はじめに，Al-Ni 系自己伝播発熱多層膜の基本特性を理解し，瞬間ダイボンディングに有用な多層膜作製条件を見出した上で，瞬間はんだ接合方法を検討した．Al/Ni 多層膜を用いて SnAg はんだを Si 基板に瞬間接合し，得られた接合サンプルの熱物性評価と接合状態評価から，接合部の熱的信頼性を向上させるためには，接合圧力の制御，Al/Ni-はんだ界面の密着性制御，Al/Ni 多層膜の応力制御が重要な影響因子であり，接合部のボイド低減，すなわち熱抵抗の低減に有用である可能性について触れた．

次に，瞬間はんだ接合条件の重要な制御パラメータである接合圧力に着目し，圧力とはんだ接合部の熱抵抗との関係について実験的に検討した．接合圧力を高めることで AlNi-はんだ界面のボイド生成を抑制可能であることを確認し，Al/Ni 自己伝播発熱反応を用いて作製したはんだ接合における熱影響部の特徴をまとめると共に，界面ボイド生成のメカニズムを推察した．

さらに，SnAg はんだと Al/Ni 多層膜の相性に着目し，多層膜の成膜順序や多層膜最外層の厚さを積極的に制御した．接合体のはんだ界面，とりわけ Al/Ni をスパッタ成

膜した界面に多くのボイドが生成されていることを確認し、熱抵抗に強く影響していることを見出した。多層膜の最外層をミクロンオーダーの Ni 層とすることで、Ni はんだ内部へ積極的に拡散し、短時間で AlNi-はんだ界面に NiSn 金属間化合物が形成され、界面ボイドの抑制が可能となった。Ni 最外層の厚膜化により、結果として低い接合圧力でもボイドが減らすことができ、接合部の低熱抵抗化を実現できた。

また、デバイスを模擬した Si 面のはんだ上に成膜された Al/Ni 多層膜を意図的に自立させ、2 枚のはんだ膜付き Si チップ間に挟み込む方法ではんだ接合体を作製し、低熱抵抗化を図った。従来の基板上に成膜した Al/Ni を用いた接合よりも、AlNi 部のクラックおよび界面ボイドが少なくなっていることを確認し、低熱抵抗化が実現した。Al/Ni 多層膜の自立化は、接合時の熱伝導効率よりも多層膜の機械的拘束力を緩和する効果があることを、接合部の応力バランスモデルに基づいて考察し、ボイドのみならずクラック生成を抑制する作用があることを見出した。

最後に、界面ボイド低減のための界面制御が機械的信頼性の向上にも繋がることを期待し、接合部に平行な方向に負荷を印可できる 4 点曲げ試験を実施し、接合部の機械特性を評価した。Al/Ni 多層膜の成膜順序や自立化によって接合強度は上昇し、機械的信頼性の向上を確認した。

今後、ろう材等、はんだ材よりも高融点で耐熱性に優れる接合材に対し、瞬間ボンディング技術が適用可能となれば、さらに信頼性の高い耐熱実装技術へと繋がり、省エネルギーで高効率なパワーエレクトロニクス技術の実現が期待される。

目次

第 1 章 緒言	1
1.1 車載用パワーデバイスの現状	1
1.1.1 パワーエレクトロニクスとパワー半導体デバイス	1
1.1.2 SiC パワーデバイス	4
1.2 パワーデバイスのダイボンディング技術	6
1.2.1 Pb フリー高温はんだ接合	8
1.2.2 焼結接合	10
1.2.3 自己伝播発熱多層膜による瞬間ダイボンディング技術	12
1.3 本研究の目的と本論文の構成	14
1.4 参考文献	17
第 2 章 Al/Ni ナノ多層膜を用いた瞬間はんだ接合体の作製	20
2.1 Al/Ni 自己伝播反応多層膜の発熱特性	20
2.1.1 Al-Ni 二元合金	20
2.1.2 Al/Ni ナノ多層膜の自己伝播発熱反応	22
2.2 Al/Ni 多層膜の作製	25
2.2.1 DC スパッタリング法による Al/Ni 多層膜の作製	25
2.2.2 作製した Al/Ni の多層構造	32
2.2.3 瞬間はんだ接合体の作製	34
2.3 瞬間はんだ接合体の接合性評価	37
2.3.1 瞬間はんだ接合部の熱物性測定	37
2.3.2 瞬間はんだ接合部の接合状態	39
2.4 接合部の熱抵抗影響因子と低熱抵抗化の指針	46

2.5 参考文献	47
第 3 章 瞬間はんだ接合部の熱抵抗に及ぼす接合圧力の影響	48
3.1 序論	48
3.2 実験方法	49
3.2.1 接合サンプル作製	49
3.2.2 接合部の熱抵抗および接合状態評価	53
3.3 実験結果と考察	55
3.3.1 熱抵抗と接合圧力の関係	56
3.3.2 熱抵抗に及ぼすボイドの影響	58
3.3.3 はんだ熱影響部の特徴とボイド生成メカニズムの推察	60
3.4 本章のまとめ	65
3.5 参考文献	65
第 4 章 Al/Ni 多層膜の最外層厚膜化と接合部の熱抵抗への影響	68
4.1 序論	68
4.2 実験方法	69
4.3 実験結果と考察	72
4.3.1 AlNi 多層膜最外層の厚さと熱抵抗の関係	72
4.3.2 接合部の熱抵抗に及ぼすクラックとボイドの影響	73
4.3.3 多層膜最外層の接合界面の特徴とボイド低減メカニズム	84
4.4 本章のまとめ	88
4.5 参考文献	89
第 5 章 Al/Ni 多層膜の自立化と接合部の熱抵抗への影響	91

5.1 Al/Ni 多層膜の自立化と自立膜を用いた瞬間はんだ接合	92
5.2 実験結果と考察.....	95
5.2.1 Al/Ni 多層膜の自立化と熱抵抗	95
5.2.2 接合部の熱抵抗に及ぼすボイドの影響.....	96
5.2.3 自立界面のボイド低減メカニズム	99
5.3 本章のまとめ	105
5.4 参考文献	106
第 6 章 Al/Ni 瞬間はんだ接合部の界面制御と機械信頼性	108
6.1 実験方法	108
6.1.1 サンプル作製と四点曲げ試験.....	108
6.2 実験結果と考察.....	111
6.3 本章のまとめ	117
6.4 参考文献	118
第 7 章 総括	120
業績リスト	122
謝辞.....	129

第1章 緒言

1.1 車載用パワーデバイスの現状

1.1.1 パワーエレクトロニクスとパワー半導体デバイス

CO₂排出量増加に伴う地球温暖化や石油資源の枯渇を見越した代替エネルギーの必要性等、我々は現在、地球規模の環境・エネルギー問題に直面している。これに対し近年の自動車業界では、ハイブリッド自動車（HV）、電気自動車（EV）、燃料電池自動車（FCV）といった環境対応車の開発・市場導入が積極的になされている^{1),2)}。環境対応車では電動駆動、すなわち電気エネルギーの効率的な使用によってCO₂排出量の低減が図られ、石油から電気・水素といったエネルギーの完全転換が将来的には期待されている。車両電動化のためには、エネルギー源としての2次電池（あるいは燃料電池）や駆動用のモーターに加え、これらを制御するためのコア技術、すなわちパワーエレクトロニクスが必要不可欠である。バッテリー電圧の昇圧や電力を直流から交流に変換するインバータ用パワーモジュールは、電力の発生、輸送、消費を効率的かつ高精度に行う基幹部品であり、自動車の省エネルギー化の中心的な役割を果たしている。パワーモジュールを始めとするパワーエレクトロニクス製品は、自動車分野のみならず、新幹線に代表される鉄道分野、エレベータや工作機器等の産業機器分野、太陽光発電や風力発電等の電力機器分野といった多くの分野で普及している（図1-1）³⁾。パワーエレクトロニクスは適用機器の性能向上や省エネルギー化に向けてさらなる高度化が今後いっそう期待され、社会的に極めて重要な技術である。

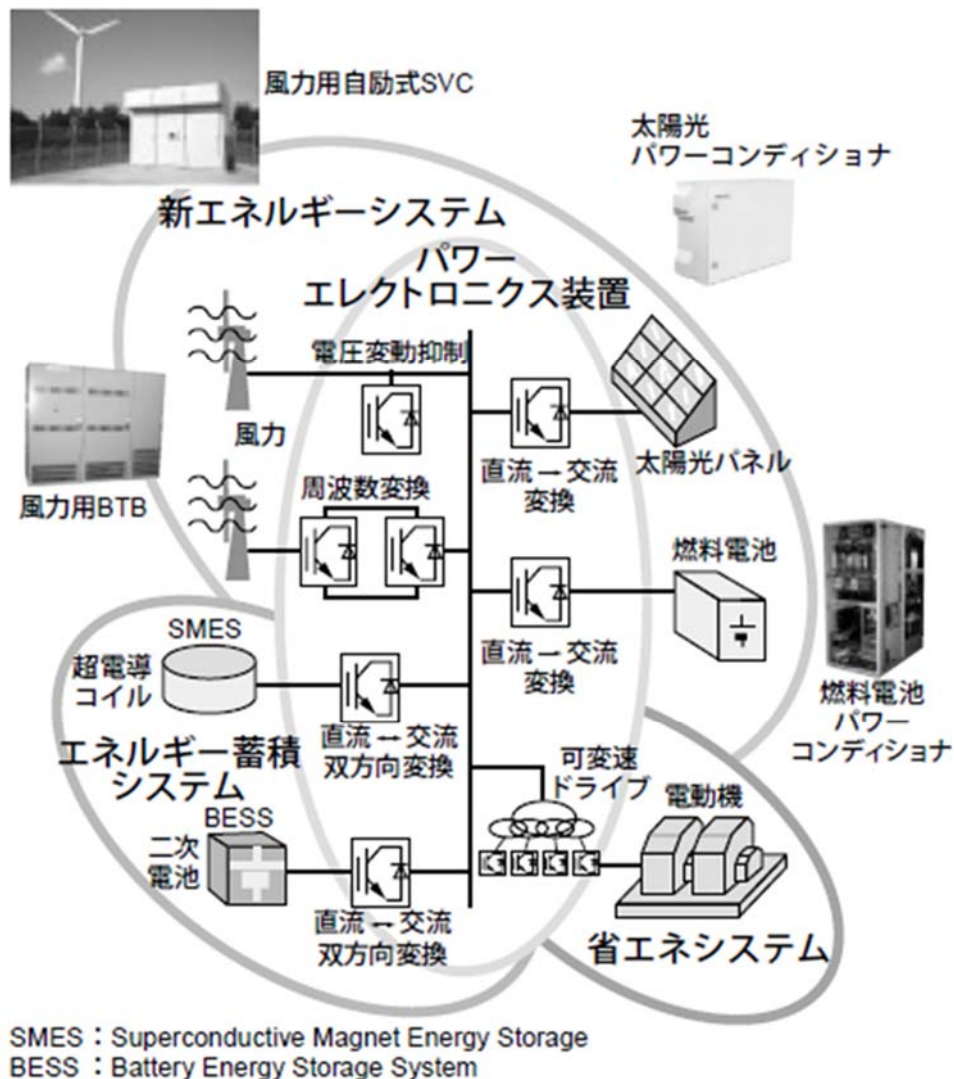


図 1-1 パワーエレクトロニクスが活用される製品群³⁾

以上の背景の中，車載用パワーモジュールの研究開発は精力的に行われており，図 1-2 および図 1-3 に示すようにパワー半導体デバイスは小型化・高機能化のトレンドを一途に辿っている^{4),5)}。これに伴い，パワーデバイスの電流密度や発熱密度は増大する傾向にあり，デバイス熱設計はよりシビアになっている^{6),7),8)}。例えば図 1-4 のようなモジュール両面から放熱させる冷却方式の採用⁷⁾や，絶縁基板の高熱伝導化が図られている⁹⁾。

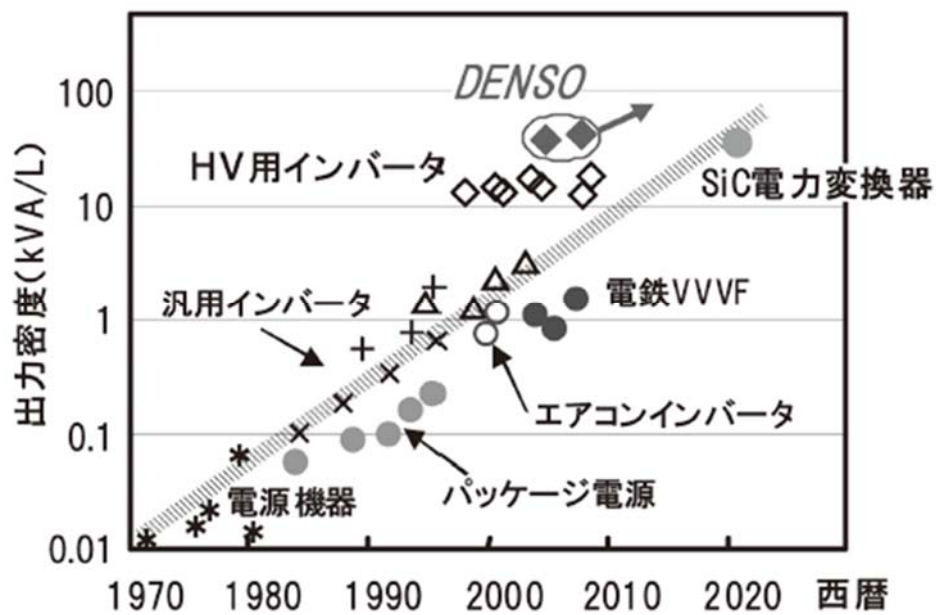


図 1-2 パワーエレクトロニクス製品の出力密度の推移 4)

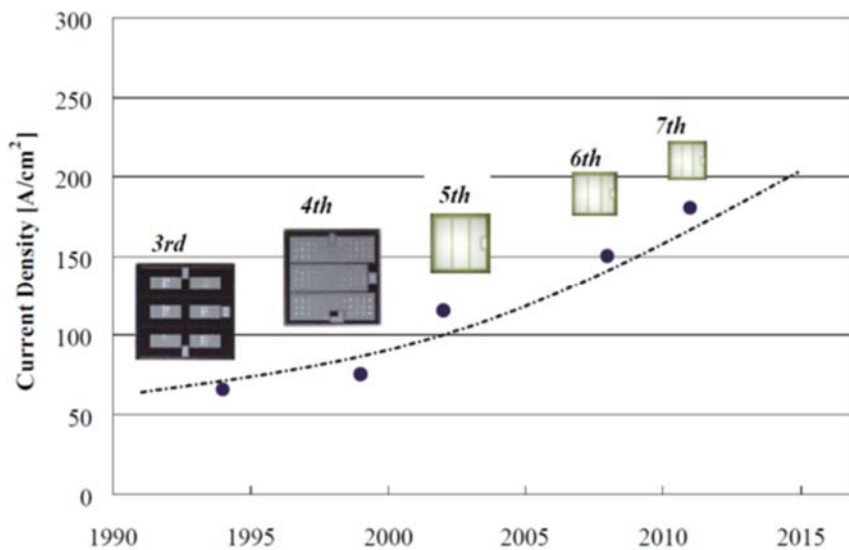


図 1-3 IGBT パワーデバイス電流密度の増大傾向 5)

1.1.2 SiC パワーデバイス

近年，従来の Si 半導体よりも SiC や GaN といった化合物半導体が機能面で注目を集めている．特に SiC については車載実用化の期待度が高く，モジュールのさらなる小型化と高機能化が可能となるため，研究開発が極めて盛んである^{10)・15)}．SiC は Si よりも優れた物性を有し，Si と比べて高耐圧，高熱伝導率，低損失であり，高周波・高温で動作する（図 1-5，表 1-1）^{10)・15)}．とりわけ 200℃以上の高温動作が実現すれば，冷却システムが簡素化され，車両の大幅なサイズダウンが可能となる．

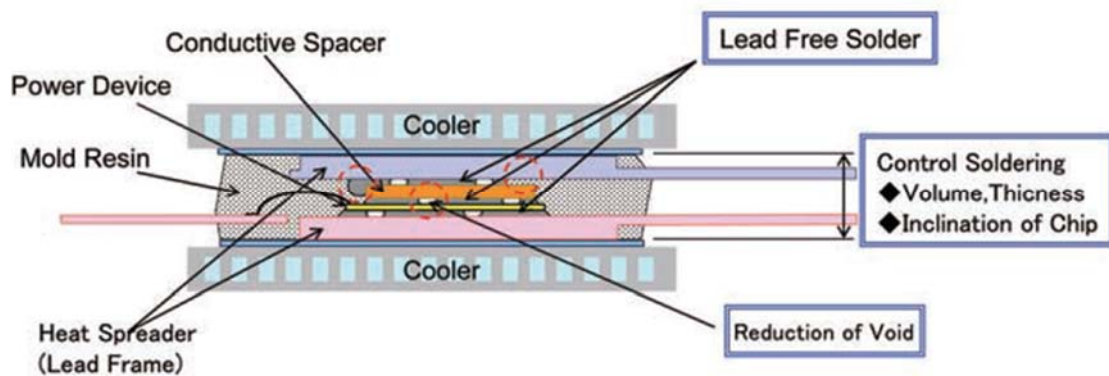


図 1-4 両面冷却型パワーモジュール⁷⁾

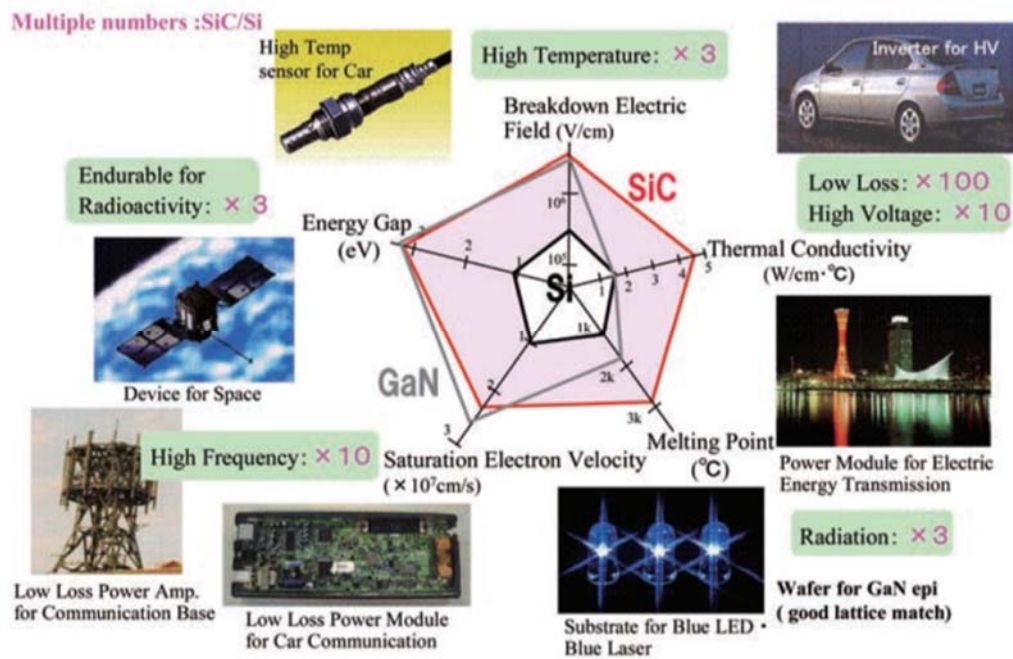


図 1-5 SiC の物性と主なアプリケーション¹⁰⁾

SiC パワーデバイスの本格的な実用期待が高まる一方、技術的な課題がある。一つは、デバイスダイボンディング材であるはんだやモジュール封止材の耐熱限界である^{16),17)}。すなわち、実装上の制約によって SiC デバイスの高温動作を実現できない。また、SiC の抵抗率の温度係数は大きく、単位面積あたりの発熱量が高温でも大きくなるため、放熱性を高める方向に熱設計をしなければ、Si デバイスと同電流量でも電力損失が大きくなってしまうことも懸念される¹⁰⁾。したがって、SiC の優れた物性を活かしたデバイスを実現させるためには、既存と全く異なる新たなデバイス実装技術の開発が求められている。

表 1-1 SiC の物性の特徴（室温）¹⁵⁾

	Si	SiC (対 Si 比)
バンドギャップ E_g (eV)	1.12	3.02 (2.7 倍)
破壊電界 E_c (V/cm)	0.3×10^6	3.5×10^6 (12 倍)
電子移動度 μ ($\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$)	1500	1000 (0.67 倍)
誘電率 ϵ	11.9	10.0 (0.84 倍)
熱伝導率 κ ($\text{W}/\text{cm}^2\cdot\text{K}$)	1.5	4.9 (3.3 倍)
オン抵抗の指標 $\epsilon \cdot \mu \cdot E_c^3$	4.8×10^{20}	4.3×10^{23} (890 倍)

1.2 パワーデバイスのダイボンディング技術

ダイボンディングはパワーデバイス等のダイから熱を逃がし、電極として通電の役割を担う。そのため、ボイドやクラック等の欠陥の発生を極力抑制することが望まれる。従来のパワーデバイスのダイボンディングでは、主にははんだが用いられてきた。しかしながら第1章で触れたように、近年のデバイス発熱密度の増大は著しいものがあり、デバイス接合部には高い熱伝導性と耐熱性が求められている。また、高温はんだの Pb フリー化は 2014 年時点で RoHS 規制の対象外であるため、Pb 入りの高温はんだがダイボンディングに使用される例もあり、環境汚染が懸念される。

次世代 SiC パワーデバイスの性能を最大限に引き出し、高効率で省エネルギーなパワーモジュールを実用化させるには、デバイスパッケージの低熱抵抗化やデバイス実装材料の高耐熱化等、ダイボンディングプロセスを含めた実装技術のさらなる高度化が求められている^{10),16),17)}。表 1-2 に代表的なダイボンディング技術を示す¹⁸⁾。これらの中で Sn-Ag や Sn-Cu 等の Pb フリーはんだは中温はんだとして知られ導電性接着剤と共に、Si や LED のダイボンディング材料として広く普及し、実用化されているが、パワーデバイスの接合・接着材としては耐熱性が不十分である^{19),20)}。本節では、表 1-2 のパワーデバイスのダイボンディング技術のうち、代表的な Pb フリー高温はんだ接合と焼結接合について概説し、これらの課題を整理すると共に、近年新たに提案された自己伝播発熱多層膜を用いた接合技術に触れ、デバイスのダイボンディング技術への応用可能性について言及する。

表 1-2 主なパワーデバイスのダイボンディング技術の特徴と欠点¹⁸⁾

接合方法	代表材料	特徴および欠点
はんだ接合	高 Pb はんだ Au 系はんだ Sn 系はんだ (Pb フリー) Bi 系はんだ Zn 系はんだ	<ul style="list-style-type: none"> ・高 Pb は耐熱性が低く, Pb フリー化の要請 ・Au 系は極めて高価で用途が限定される ・Sn 系は耐熱性がない ・Bi 系は脆さと低熱伝導性に難 ・Zn-Sn 系は延性に富むが耐熱性がやや低く, 接合時に酸化や界面反応を抑制する必要あり ・純 Zn 系は耐熱性および熱伝導性に優れるが, 接合温度が高過ぎる.
導電性樹脂接着	Ag 粒子分散エポキシ樹脂	<ul style="list-style-type: none"> ・耐熱性は樹脂に依存し, 金属系と比べて低い
液相拡散接合	(Cu,Ni,Ag)-Sn 積層 (Au,Ag)-In 積層材	<ul style="list-style-type: none"> ・金属間化合物形成により耐熱化 ・接合層が脆く, ボイド生成 ・接合には長時間が必要 ・残存液相の処理
焼結接合	金属ナノ粒子(Ag,Cu,Ni 等) 金属マイクロ粒子(Ag,Cu 等) 酸化物粒子(Ag,Cu)	<ul style="list-style-type: none"> ・ナノ粒子は高価であり, 接合層の均一化やハンドリングに難があり, 高い加圧力が必要 ・マイクロ粒子は接合温度が比較的 low, 大気中, 低加圧力で接合可能. 熱伝導性も良好であり, 応力緩和性に優れるが, 生成ボイドの許容基準が不明瞭であり, 接合に時間がかかる. ・酸化物はボイド形成
金属膜固相接合	固相接合…Ag 膜, Cu 膜 ストレスマイグレーション(SMB)接合…Ag 膜	<ul style="list-style-type: none"> ・高強度かつ高熱伝導だが, 高い加圧力が必要であり, 未接合部の抑制に課題あり ・SMB は低温, 低加圧, 大気中で接合可能であるが, 長時間処理が必要であり, 各条件の最適化に課題
その他: 表面活性化 常温接合 光常温接合		<ul style="list-style-type: none"> ・表面活性化は, 異種材, 同種材の常温接合が可能であり, 高い接合強度が得られるが, 超高真空中でのイオン照射と接合面の平坦性確保が必要であり, 用途が限定 ・光接合は短時間で大気中での常温接合が可能であるが, 接合強度がやや低い

1.2.1 Pbフリー高温はんだ接合

表 1-3 に従来からダイボンディングに使用されている高温はんだと近年実用化された Pb フリーはんだを示す。Pb フリー高温はんだは、Au 系を除けば多くが開発途上であり、それぞれ一長一短がある。多くの系が金属間化合物(IMC)の多量生成や硬く脆いため、Pb 入り高温はんだを完全に代替できておらず、用途によって使い分けられている。以下、主な Pb フリー高温はんだの特徴と課題についてまとめる。

(1) Au 系はんだ¹⁸⁾

Au-Sn, Au-Si, Au-Ge 等の Au 系はんだは、実用化された数少ない Pb フリー高温はんだとして知られる。Au-Sn 系では Sn=20wt%が共晶組成となり、共晶点：280℃は高温はんだに要求されるリフロー温度 250～260℃に耐え得ること、すなわち融点 260℃以上の要件を満たしている。この共晶合金は δ -AuSn 相と ζ -Au₅Sn 相の共晶組織を有するが、両相とも硬い IMC であるため、材質的に硬い。その熱伝導率 57W/mK は Sn-Ag 系はんだと同程度である。しかしながら、Au を多く含むために極めて高価であり、比較的多量のはんだを消費するパワーデバイスのダイボンディングに対しては、コスト面で現実的な使用が難しい系である。

(2) Bi 系はんだ¹⁸⁾

Bi は融点が 271℃であり、それ自体で高温はんだの代替になり得る。Bi-Ag 系では Ag=2.5wt%が共晶組成であるが、材質的に脆く、電気伝導度や熱伝導率が低い、といった欠点がある。

(3) Zn 系はんだ^{18),21)-23)}

Zn は融点が約 420℃であり、300～400℃で溶融する様々な合金系を形成する。共晶点 380℃を有する Zn-6Al で有名な Zn-Al 系はんだは、熱伝導率が約 100W/mK と高く、延性に富んでいる。しかしながら、溶融時の酸化の影響で濡れ性が悪く、接合性に課題がある。Zn 系ではその他に、Zn-Sn 系が知られる。共晶組成は Zn-9Sn であり、共晶温度は 199℃と低いが、Sn を 30wt%程度まで増やした系ではリフロー温度 250～260℃でも液相率が 30%以下であり、高温はんだとして使用可能とされる。また、Zn-

Sn系は全組成に渡ってIMCを形成しないため、延性に極めて優れる。しかしながら、Zn-Alと類似して酸化や界面反応の進行の抑制が課題となっている。耐熱性、熱伝導性、耐熱衝撃性に着目して純Znをはんだとして使用する報告があるが、接合温度が450℃と高いため、この点の改善策が求められている。

表 1-3 主な Pb 入りおよび Pb フリー高温はんだ

Typical High-Temperature Solders*			
Alloys	Composition (wt.%)	Solidus Temperature (°C)	Liquidus Temperature (°C)
High-Pb Alloy System			
Pb-Sn	Sn-65Pb	183	248
	Sn-70Pb	183	258
	Sn-80Pb	183	279
	Sn-90Pb	268	301
	Sn-95Pb	300	314
	Sn-98Pb	316	322
	Pb-Ag	Pb-2.5Ag	304
Pb-1.5Ag-1Sn		309	309
Sn-Sb Alloy System			
Sn-Sb	Sn-5Sb	235	240
	Sn-25Ag-10Sb (J-alloy)	228	395
Au Alloy System			
Au-Sn	Au-20Sn	280 (eutectic)	
Au-Si	Au-3.15Si	363 (eutectic)	
Au-Ge	Au-12Ge	356 (eutectic)	
Bi Alloy System			
Bi-Ag	Bi-2.5Ag	263 (eutectic)	
	Bi-11Ag	263	360
Cu Alloy System			
Cu-Sn	Sn-(1-4)Cu	227	~400
	Sn-Cu particles composites	~230	
Zn Alloy System			
Zn-Al	Zn-(4-6)Al(-Ga, Ge, Mg, Cu)	300-340	
Zn-Sn	Zn-(10-30)Sn	199	360

*Courtesy of Senju Metals, Co., Ltd.

1.2.2 焼結接合

現在，SiC パワーデバイスのダイボンディングとして注目を集めているのが金属粒子を用いた焼結接合である．導電性樹脂接着技術では，エポキシ樹脂などのポリマーが金属粒子と複合しているのに対し，金属粒子焼結接合では，接合時のバインダーを加熱分解させるプロセスがあり，最終的には金属粒子のみを焼結させる技術である．最大の特徴は，200℃程度の低温焼結接合が可能でありながら，焼結後の接合部がAg等の焼結粒子の高耐熱性と高熱伝導性を有する点である¹⁸⁾．金属粒子をナノサイズに小さくすると，バルク状態に比べて融点が劇的に低下する．また，マイクロサイズの金属粒子においても，融点よりも低い温度域で加熱すると結晶化を伴いながら焼結反応が進行する．すなわち金属粒子の融解および焼結特性は粒径サイズに依存し，粒径が小さいほど自己拡散性は高まる．このような金属微粒子の高い反応性に着目した接合方法が焼結接合であり，代表的なものにAg粒子を用いた焼結接合が挙げられる^{24),25)}．バルク状態では本来900℃以上の高融点であるAgを微粒子化することで，融点よりも大幅に低い温度（200～300℃）で焼結反応が進むため，デバイスダイボンディングへ適用可能となる．

しかし，ナノサイズ粒子を用いた焼結接合では，5MPa以上の高加圧が必要であり，加えて均一な接合層の形成が難しい．また，ハンドリングも容易ではなく，高価である^{26),27)}．これに対し，近年，ミクロンサイズのAg粒子を用いた焼結接合が提案されている^{28),29)}．粒子の耐食性を確保するための保護膜を必要とせず，200℃付近でAg酸化物が自然還元するため，大気中でも焼結反応が活性化される．ミクロンサイズのAgフレークを用いると低加圧でも高強度な接合体が得られ，接合部がポーラスであるため良好な応力緩和能を有する（図1-6）¹⁶⁾．また，熱伝導率は約140W/mKと高く熱伝導性に優れる．しかしながら材料コストが高く，接合時間が長いといった課題があり，パワーデバイスのダイボンディング技術としては完全な実用に至っていない．

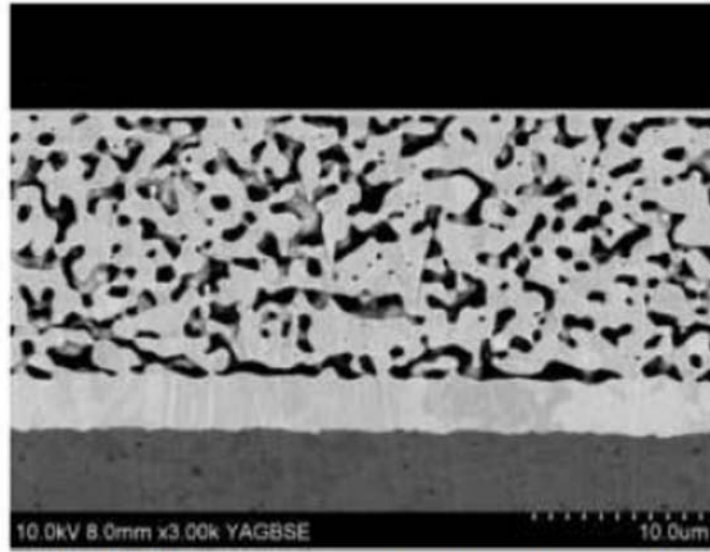


図 1-6 Ag マイクロ粒子焼結による接合部の断面組織¹⁶⁾

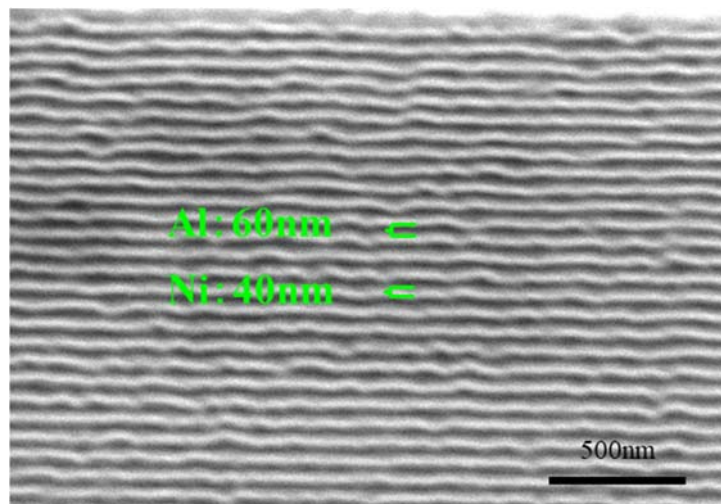


図 1-7 Al/Ni ナノ多層膜の断面構造

1.2.3 自己伝播発熱多層膜による瞬間ダイボンディング技術

図 1-7 のような Al と Ni 等，ある種の軽元素と遷移元素をナノの厚みで交互に積層した多層膜に対し，外部から電気スパークやレーザーといったパルスエネルギーを局所的に付与すると，大きな発熱を伴う“Al+Ni→AlNi”の合金化反応が起こる^{30)~35)}．一旦反応が開始すると，反応生成熱が多層膜面内を伝播し，隣接する未反応部の合金化反応を次々と誘起していく．すなわち，発熱反応が自己伝播する（図 1-8）．このようなナノ多層膜の自己伝播発熱反応は特定の原子間で起こり，Ti や Si 等，様々な組み合わせが報告されている．反応熱量は多層膜の組成，原子比，バイレイヤーの厚さ，総膜厚によって決まるとされる³⁵⁾．反応速度もまた，多層膜の組成やバイレイヤー厚さ等によって変化し，数～十数 m/s と非常に高速である³⁵⁾．さらには，金属原子間での合金化反応であるためアウトガスが排出されず，大気雰囲気のみならず真空中や水中でも自己伝播反応が起こり得る．

近年，ナノ多層膜の高速かつ巨大な発熱特性が局所的な熱源に適用され，Al/Ni 多層膜を用いた MEMS 封止や瞬間はんだ接合等（図 1-9），これまでに類を見ない新たな接合・接着技術が提案されている^{35)~40)}．原子比 1:1 の AlNi 合金が生成され得る Al/Ni ナノ多層膜では，反応後の AlNi の熱伝導率は高く（約 100W/mK），耐熱性（融点 1638℃）に優れる．よって，Al/Ni 多層膜を熱源としたデバイスダイボンディング技術が確立すれば，熱的にも機械的にも信頼性の高い新たな接合体の実現が期待される．また，自己伝播発熱反応が高速であることから，従来のはんだリフロープロセス等の加熱溶融接合と比べ，ごく短時間の瞬間接合技術になり得る．しかしながらこれまでの研究では，デバイスのダイボンディング技術への応用研究が十分になされているとは言い難く，発熱多層膜としての特性が最も盛んに研究されている Al/Ni でさえも，ダイボンディングへの応用視点に立った研究がほとんどなされていない．発熱ナノ多層膜を用いた瞬間ダイボンディングの熱的・機械的な信頼性は未知数である．

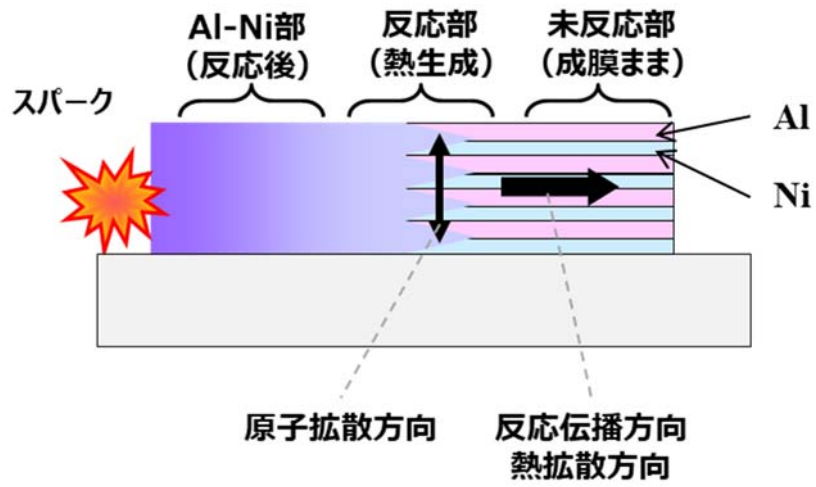


図 1-8 発熱ナノ多層膜 Al/Ni の自己伝播発熱反応の模式図

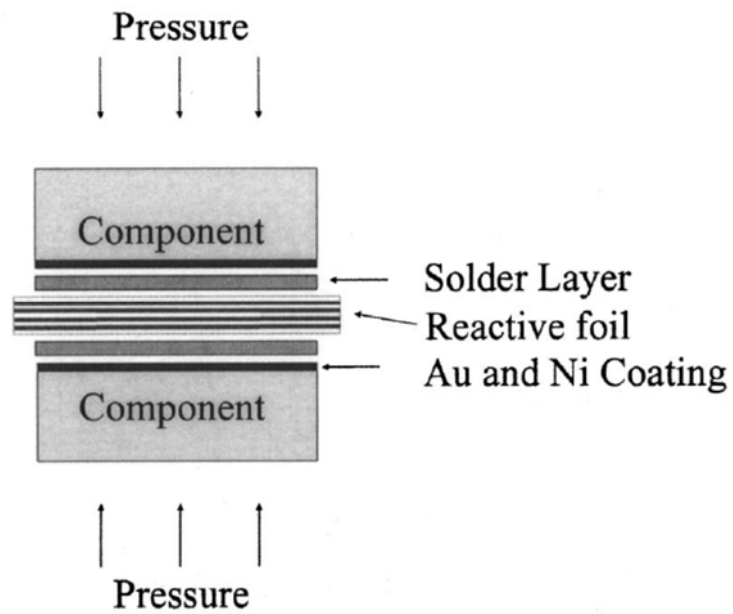


図 1-9 Schematic showing the reactive joining of two components using a reactive multilayer foil, two solder layers, and an applied pressure.³⁵⁾

1.3 本研究の目的と本論文の構成

パワーデバイスの発熱密度の増大傾向は著しく、とりわけ次世代 SiC パワーデバイスの性能を最大限に引き出し、高効率で省エネルギーなパワーモジュールの実用化を目指す上で、デバイスパッケージの低熱抵抗化やデバイス実装材料の高耐熱化等、デバイスダイボンディング技術のさらなる高度化が強く求められている^{10),16),17),41)}。このような背景の中、様々なダイボンディング技術が提案されており^{18),42)}、前節までの議論に基づいて、主なダイボンディング技術とその要求特性に対する優位性と不利性を表 1-4 にまとめる。各技術いずれも一長一短であるが、環境保護の観点から Pb-Sn 系はんだの使用は今後避けるべきである。また、Au 系はんだは高価すぎるため、パワーデバイスへの実用は難しい。将来的には Ag マイクロ粒子を用いた焼結接合が有望ではあるが、Au ほどではないにしろ材料コストが高く、接合時間が長いという欠点がある。これに対して自己伝播発熱多層膜 Al/Ni を用いたボンディングは、貴金属フリーでかつ短時間接合が可能である。しかしながら、その熱的・機械的な接合信頼性は十分に検証されていない。そこで本研究は、Al/Ni 多層膜の自己伝播発熱機能を利用した瞬間ダイボンディング技術に着目し、低熱抵抗・高機械的信頼性を兼備した新たなダイボンディング技術を提案することを目的とする。

本論文は以下のとおりに構成される。

1 章では、車載用パワーデバイスを取り巻く背景を概説し、パワーデバイスのダイボンディング技術の現状と課題を整理することで、Al/Ni 多層膜を用いた瞬間はんだ接合技術の応用可能性について言及する。

2 章では、Al-Ni 系自己伝播発熱多層膜の特性を整理し、瞬間接合に有用な多層膜作製条件を見出す。また、瞬間接合方法を検討し、瞬間接合技術の課題を抽出することで、接合部の熱的・機械的信頼性を向上させるための具体的な指針を得る。

3 章では、瞬間接合条件の重要な制御因子である接合圧力に着目し、はんだ接合部の熱抵抗との関係について実験的検討を行う。これに基づき接合圧力の観点からみた熱抵抗支配因子と接合条件の最適化指針について議論する。

4章では、SnAg はんだと Al/Ni 多層膜の相性に着目し、多層膜の成膜順序や多層膜最外層の厚さを積極的に制御する。これによってはんだ-AlNi の界面ボイドを抑制し、接合部の熱抵抗低減効果を系統的に議論する。

5章では、デバイスを模擬した Si 面のはんだ上に成膜された Al/Ni 多層膜を意図的に自立させ、2枚のはんだ膜付き Si チップ間に挟み込む方法ではんだ接合体を作製し、低熱抵抗化を目指す。

6章では、界面ボイド低減のための界面制御技術が機械的信頼性の向上にも繋がることを期待し、接合部の機械特性を評価する。Al/Ni 瞬間はんだ接合体の界面ボイドと機械信頼性の関係について議論する。

7章では、各章で得られた研究成果と知見を総括し、今後の展望を述べる。

表 1-4 主なダイボンディング技術とその要求特性に対する優位性と不利性

	Pb-Sn 系	Zn 系 Zn-Al, Zn-Sn 等	Au 系 Au-Sn, Au-Ge 等	Ag マイクロ 粒子	自己伝播発 熱多層膜 Al/Ni
耐リフロー性 (融点)	○	○	○	◎	◎
耐酸化性	○	×	○	○	○
無加圧 接合	○	○	○	△	△
貴金属 フリー	○	○	×	×	○
フラックス フリー	○	×	○	○	○
Pb フリー	×	○	○	○	○
熱伝導性	△	○	○	○	○
耐熱性	△	○	○	○	○
接合時間	○	○	○	×	◎
接合信頼性	○	△	○	○	?
懸案事項	Pb 含有	濡れ性	材料コスト	材料コスト と接合時間	接合性不明

1.4 参考文献

- 1) K. Hamada, Mater. Sci. Forum. 600, 889 (2009).
- 2) K. Hamada, M. Nagao, M. Ajioka, and F. Kawai, IEEE Trans. Electron. Devices. 62, 2(2015).
- 3) The Institute of Applied Energy, Power Electronics:<http://www.iae.or.jp/wp/wp-content/uploads/2014/09/2008-2.pdf> (accessed 2018).
- 4) Y. Sakamoto and N. Hirano, Yosetsu Gakkaishi 80, 4 (2011) [in Japanese].
- 5) Y. Ikeda, Y. Nishimura, E. Mochizuki, and Y. Takahashi, J. Smart Processing 4, 1(2015) [in Japanese].
- 6) I. Omura, Calsonic Kansei Technical Review 13, p.7(2017) [in Japanese].
- 7) Y. Sakamoto, Denso Technical Review 16, p.46 (2011) [in Japanese].
- 8) N. Hirano, K. Mamitsu, and T. Okumura, Denso Technical Review 16, p.30 (2011) [in Japanese].
- 9) Y. Kashiba, Yosetsu Gakkaishi 80, 4 (2011) [in Japanese].
- 10) K. Tsuruta, Denso Technical Review 16, p.46 (2011) [in Japanese].
- 11) M. Horio, Y. Iizuka, and Y. Ikeda, Fuji Electric Journal 84, 5(2011) [in Japanese].
- 12) T. Nakamura, Y. Nakano, M. Aketa, and T. Hanada, Proc. 2014 Int. Power Electronics Conf. IPEC-Hiroshima 2014 - ECCE ASIA, 2014, p. 2074.
- 13) 日経エレクトロニクス編, 「パワーデバイス 2017」 (2016).
- 14) 内閣府, 戦略的イノベーション創造プログラム (SIP), 「次世代パワーエレクトロニクス研究開発計画」 (2018).
- 15) 荒井和雄, 吉田貞史, 「SiC 素子の基礎と応用」, オーム社 (2003).
- 16) K. Suganuma, N. Sato, A. Suetake, C. Choe, T. Sugahara, S. Nagao, and C. Chen, ECS Trans. 86, 12(2018).
- 17) K. Suganuma, “Wide Bandgap Power Semiconductor Packaging: Materials,

Components, and Reliability”, Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials (2018).

- 18) 菅沼克昭, 「SiC/GaN パワー半導体の実装と信頼性評価技術」, 日刊工業新聞社 (2014)
- 19) 菅沼克昭, 「鉛フリーはんだ付け入門」, 大阪大学出版会 (2013)
- 20) 菅沼克昭, 「導電性接着剤技術入門」, 科学技術出版社 (2014)
- 21) J.E. Lee, K.S. Kim, K. Suganuma, M. Inoue, and G. Izuta, Mater. Trans. 48, 3 (2007).
- 22) S.J. Kim, K.S. Kim, S.S. Kim, and K. Suganuma, J. Electron. Mater. 38, 12 (2009).
- 23) K. Suganuma, S. Kim, IEEE Electron Device Lett. 31, 12 (2010).
- 24) X. Cao, T. Wang, K. D. T. Ngo and G. Lu, IEEE Trans. Compon. Pack. Manuf. Tech. 1, 4(2011).
- 25) E. Ide, S. Angata, A. Hirose, and K. F. Kobayashi, Acta Mater. 53, 8(2005).
- 26) K.S. Siow, J. Alloys Compd. 514, 6 (2012).
- 27) K. Suganuma, S. Sakamoto, N. Kagami, D. Wakuda, K.S. Kim, M. Nogi, Microelectron. Reliab. 52, 2 (2012).
- 28) D. Wakuda, K.S. Kim, and K. Suganuma, IEEE Trans. Compon. Packag. Manuf. Tech. 33, 2 (2010).
- 29) M. Kuramoto, S. Ogawa, M. Niwa, K.S. Kim, and K. Suganuma, IEEE Trans. Compon. Packag. Manuf. Tech. 33, 4 (2010).
- 30) E. Ma, C. V. Thompson, L. A. Clevenger, and K. N. Tu, Appl. Phys. Lett. 57, 1262(1990).
- 31) L. A. Clevenger, C. V. Thompson, and K. N. Tu, J. Appl. Phys. 67, 2894(1990).
- 32) U. Anselmi-Tamburni and Z. A. Munir, J. Appl. Phys. 66, 5039(1989).
- 33) T. S. Dyer, Z. A. Munir, and V. Ruth, Scr. Metall. 30, 1281 (1994).
- 34) A. E. Grigoryan, N. G. Elistratov, D. Y. Kovalev, A. G. Merzhanov, A. N. Nosyrev,

- A. S. Rogachev, V. I. Khvesyuk, and P. A. Tsygankov, Dokl. Phys. Chem. 381, 368(2001).
- 35) J. Wang, E. Besnoin, A. Duckham, O. M. Knio, T. P. Weihs, J. Appl. Phys. 95, 1(2004)
- 36) T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita, Y. Nagai, and S. Inoue, Proc. 19th IEEE Int. Conf. Microelectromechanical Systems (MEMS), 2006, p. 286.
- 37) H. Fujita, T. Namazu, and S. Inoue, Proc. 7th Int. Conf. Advanced Technology in Experimental Mechanics (ATEM), 2007, OS05-3-1.
- 38) T. Namazu, K. Ohtani, S. Inoue, and S. Miyake, J. Eng. Mater. Technol. 137, 031011 (2015).
- 39) T. Namazu, K. Kuwahara, M. Fujii, S. Kanetsuki, S. Miyake, and S. Inoue, Sens. Mater. 28, 141 (2016).
- 40) T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita, Y. Nagai, and S. Inoue, Proc. 19th IEEE Int. Conf. Microelectromechanical Systems (MEMS), 2006, p. 286.
- 41) 門口卓也, 環境対応車用パワーモジュールにおける Cu/Ni めっき/Sn-Cu 系はんだ接合部のエレクトロマイグレーションと高耐熱化の研究, 大阪大学, 2017, 博士論文
- 42) 山口拓人, 多層クラッド材の共晶融解反応を利用したパワー半導体向け Zn-Al 系接合材の開発, 大阪大学, 2016, 博士論文

第2章 Al/Ni ナノ多層膜を用いた瞬間はんだ接合体の作製

本章では、Al-Ni 系自己伝播発熱多層膜の特性を整理し、瞬間ダイボンディングに有用な多層膜作製条件を見出す。また瞬間接合方法をまとめるとともに、接合部の熱物性評価と状態観察から課題を抽出し、接合部の熱的・機械的信頼性を向上させるための具体的な指針を得る。

2.1 Al/Ni 自己伝播反応多層膜の発熱特性

本節では、Al-Ni 合金ならびに Al/Ni 多層膜の基本特性に触れ、発熱特性を概観する。

2.1.1 Al-Ni 二元合金

図 2-1 に Al-Ni 二元平衡状態図を示す¹⁾。常温で安定な合金相は Al_3Ni 、 Al_3Ni_2 、 AlNi 、 Al_3Ni_5 、 AlNi_3 の 5 つである。Al 中の Ni の固溶度は非常に小さく、 500°C で 0.01at.%ほどしかない。逆に Ni 中の Al の固溶度は極めて大きく、最大で 21.2at.%である。

表 2-1 に Al-Ni 二元合金相の結晶構造を示す。B2 型 BCC 構造を有する原子比 1:1 の AlNi 合金は最も高融点 (1638°C) であり、その生成エンタルピーは Al-Ni 合金組成中で最大である²⁾。 AlNi や AlNi_3 は耐熱性の高い金属間化合物として知られ、Ni 超合金や耐熱ステンレス等と比べて軽く、熱伝導率や強度も高い³⁾。また耐食性に優れる⁴⁾。そのため、古くはガスタービン等の高温に晒される耐熱構造部材への応用が試みられてきた。しかしながら金属間化合物であるが故に延性に乏しく、加工性に難があり、

1200°Cクラスの高温に耐え得る構造部材としては実用化に至っていない⁴⁾。したがって、金属間化合物としての脆さを許容しつつ、優れた耐熱性・熱伝導性に見合う実用が期待される系である。

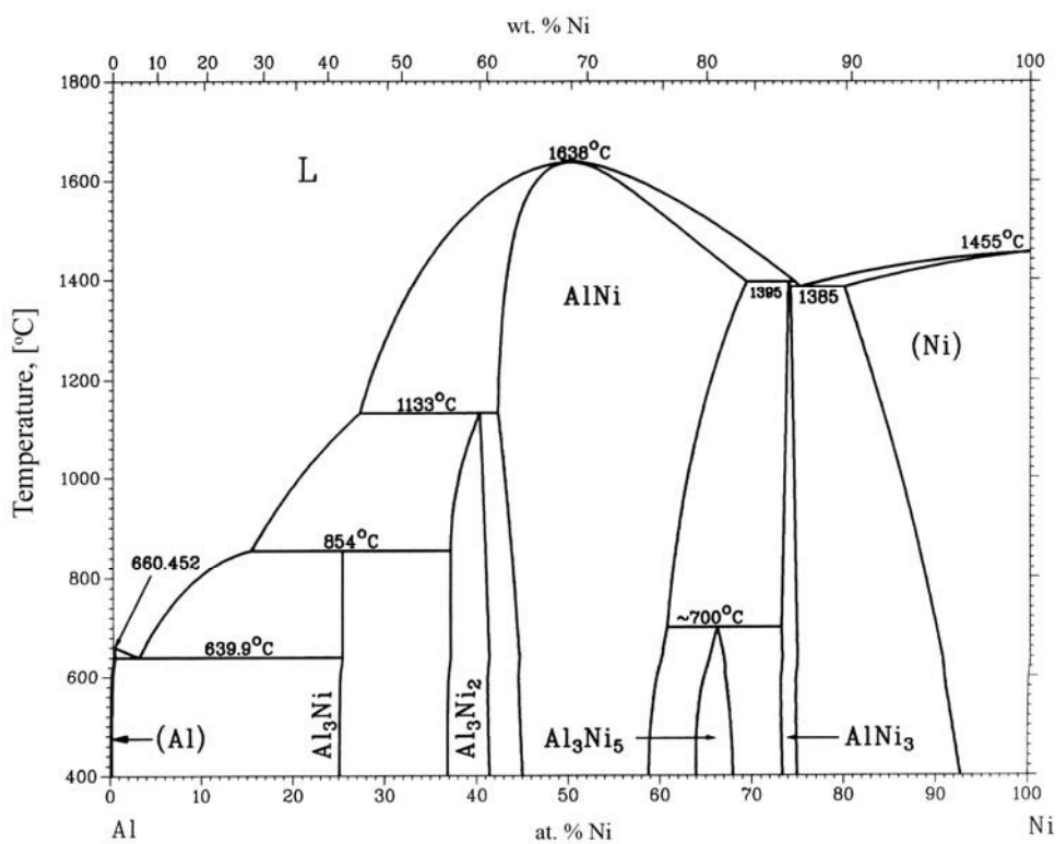


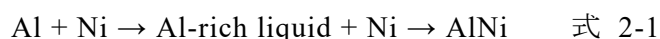
図 2-1 Al-Ni 二元平衡状態図

表 2-1 Al-Ni 二元合金相と結晶構造

合金組成	Al比	Ni比	相	結晶構造	SB記号
Al ₃ Ni	3	1	ε	斜方	D0 ₁₁
Al ₃ Ni ₂	3	2	δ	六方	D5 ₁₃
AlNi	1	1	β	立方(bcc)	B2
Al ₃ Ni ₅	3	5	-	斜方	Pt ₅ Ga ₃ 型
AlNi ₃	1	3	γ'	立方(fcc)	L1 ₂

2.1.2 Al/Ni ナノ多層膜の自己伝播発熱反応

Al と Ni 等, ある種の軽元素と遷移元素をナノレベルの厚さで積層した多層膜は, 第 1 章でも触れたように, 外部からエネルギー刺激を加えると, 合金化による発熱反応が膜面内を自己伝播する (図 1-8). 原子比 1:1 の Al/Ni 多層膜の場合, Al-Ni 系の相は以下のように変化する⁵⁾:



Al/Ni 多層膜が自己伝播発熱反応する際, Al 原子および Ni 原子が膜面外方向に向かって拡散し, 液相の Al 中に Ni が混ざりながら反応が膜面内方向に伝播し, 最終的に AlNi 合金が生成される¹⁾. このときの反応速度は 5~20m/s と極めて速い¹⁾⁻⁵⁾. また, 多層膜の温度は自身の発熱によって瞬間的に 1000°Cを超え, その加熱速度も 10³~10⁵°C/s と非常に速い¹⁾⁻⁵⁾. 一方, Al/Ni ナノ多層膜を外部熱源によって 1~10°C/min 程度の比較的緩やかな速度で加熱すると, 以下のように相が変化する:



ここで明らかに, 準静的な加熱に伴う合金化反応は自己伝播発熱のそれと全く様相

が異なる。前者の場合、加熱によって Al 中に Ni が拡散しながら段階的に相変化している。なお、 Al_9Ni_2 は平衡状態図では見られない相であるが、Al-Ni 界面での原子の混合によって生じる準安定相とされる¹⁾⁻⁷⁾。

自己伝播反応の反応速度や反応熱量はバイレイヤー厚さに依存する。図 2-2 は DSC による熱分析曲線であるが、Al/Ni 多層膜の原子比 1:1 に保ちながらバイレイヤーを 20, 50, 100nm と変化させると、相変化に伴う発熱ピーク数が変化し、発熱量が増加する。図 2-3 に単位重量あたりの発熱量と Al/Ni のバイレイヤー厚さの関係を示す。バイレイヤー厚さが 100nm を超えると発熱量は一定となり、およそ 1200J/g に漸近することがわかる⁸⁾⁻¹⁰⁾。

Al および Ni いずれも反応前は FCC 構造であり、Al:Ni=1:1 の多層膜の自己伝播反応後に生成される AlNi 合金は BCC 構造に変化し、結果として体積が収縮することになる。Al と Ni は反応後に全て AlNi 合金に変化するとして体積収縮率を見積もる。反応前の多層膜には Al-Ni 界面に生成した混合層が含まれており、これは発熱に寄与しない。その厚みは最大でも数 nm と考えられ、ここでは Al と Ni が完全に AlNi になると仮定して混合層を無視することとする。Al/Ni 発熱反応は酸化還元反応ではなく金属間の化合物反応であり、原子数が不変であることから次式が成り立つ。

$$\left\{ \frac{(60 \times 10^{-9})}{V_{\text{Al}}} + \frac{(40 \times 10^{-9})}{V_{\text{Ni}}} \right\} \times 4 = \frac{(t_{\text{NiAl}})}{V_{\text{NiAl}}} \times 2 \quad \text{式 2-3}$$

上式は単位格子当たりの原子数の関係を表しており、 V_{Al} は Al 体積、 V_{Ni} は Ni の体積、 t_{NiAl} は NiAl 合金の厚み、 V_{NiAl} は NiAl 合金の体積を示している。また、反応前の多層膜は Al と Ni の体積比が 3 : 2 のため、バイレイヤー層が 100 の倍数の膜厚の時、Al は 60, Ni は 40 の倍数の膜厚になる。式 2-3 を NiAl 膜厚(t_{NiAl})について解くと、多層膜反応後の NiAl の膜厚は 87.6%となる。すなわち、反応後の体積収縮量は反応前の 12.4%と見積もられる¹⁰⁾⁻¹²⁾。

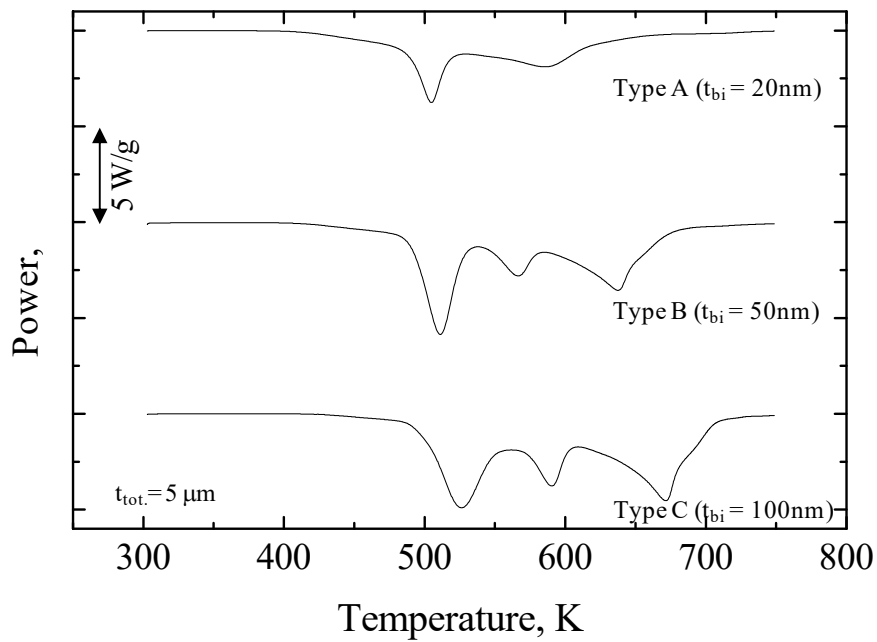


図 2-2 DSC による Al/Ni 多層膜の熱分析曲線

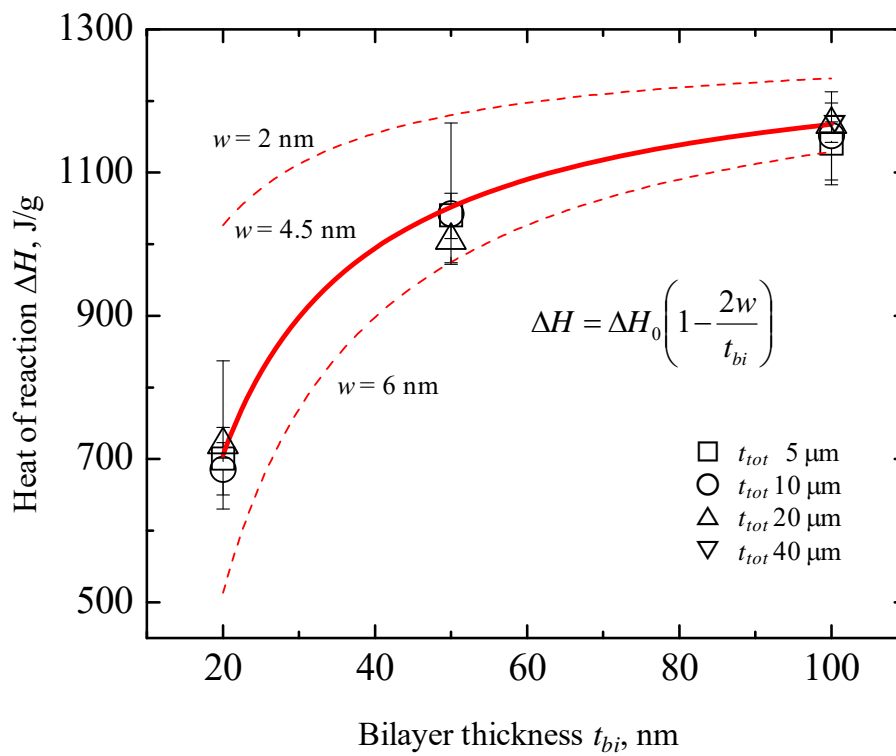


図 2-3 Al/Ni 多層膜のバイレイヤー厚さと発熱量の関係

2.2 Al/Ni 多層膜の作製

Al/Ni 多層膜をダイボンディングの熱源として使用する際、自己伝播発熱反応時に放出される熱エネルギーにより接合部を十分に加熱し、はんだ等の接合材を熔融させる必要がある。すなわち、多層膜の発熱量が十分に大きいことが望まれる。本節ではスパッタリング法による Al/Ni 多層膜の作製方法をまとめ、ダイボンディングへの応用に必要な多層膜の作製条件について言及する。

2.2.1 DC スパッタリング法による Al/Ni 多層膜の作製

本研究では、独自に設計・開発したデポアップ型三源 DC マグネトロンスパッタリング装置とデポダウン型三源 DC マグネトロンスパッタリング装置((株)エイコー製)の 2 種類の成膜装置を用いて Al/Ni 多層膜を作製した。図 2-4 にデポアップスパッタ装置の模式図, 図 2-5 に外観写真, 図 2-6 にデポダウンスパッタ装置の外観写真を示す。デポアップスパッタ装置は、3 基の 2 inch ターゲット用プレーナーマグネロン型スパッタ高圧電極(AJA International 社製 ST20)が基板ホルダーの垂線から 35° 傾斜して距離 96 mm で同心円状に配置されている。各電極は独立した直流電源(ADVANCED ENERGY JAPAN (株) 製 MDX-500)に接続されており、それぞれ任意の投入電力を設定できる。また、以下の動作をコンピュータ制御できる。

- ・ 基板ホルダーの回転速度設定
- ・ 3 基のスパッタガンの電源 ON/OFF を独立設定
- ・ 成膜停止時間の設定(長時間成膜時の基板温度上昇の低減のため)

これらの制御により、Al/Ni 多層膜を任意の全膜厚およびバイレイヤー厚さで自動成膜可能である。膜厚 10 μ m 以上の Al/Ni 多層膜を作製する場合は、成膜が長時間に及ぶため、スパッタ粒子の衝突により基板温度が上昇して真空槽内で多層膜が発熱反応を起こすことがある。これを防ぐために、多層膜の成膜を 3 hour 行う毎に 1 hour 成

膜を中断し，定期的に基板の冷却した。

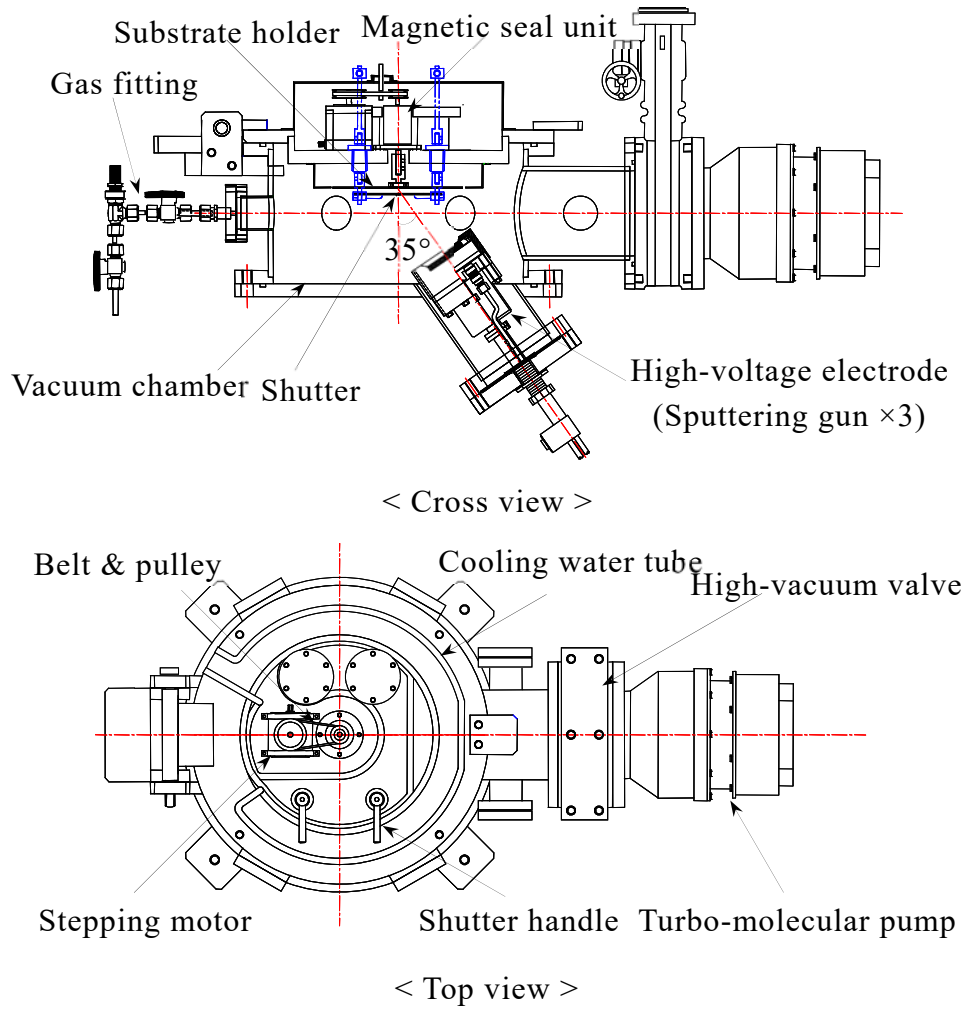


図 2-4 スパッタリング装置の概念図

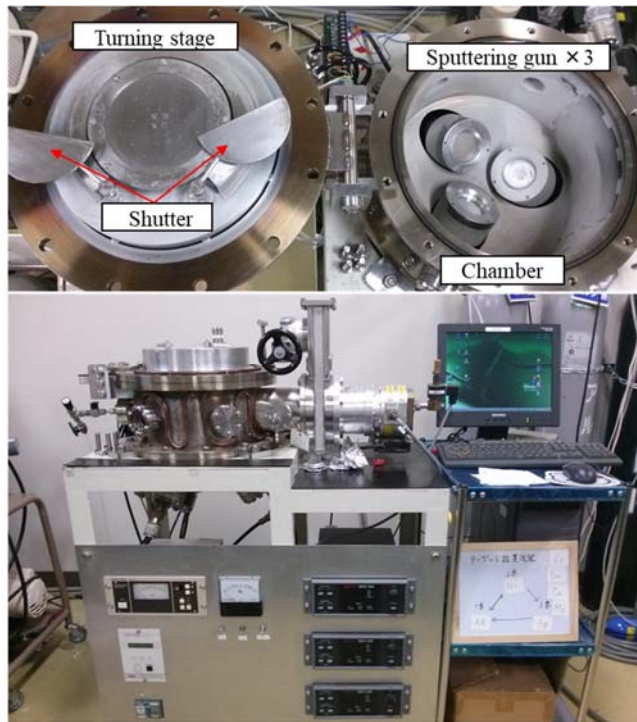


図 2-5 デポアップ式スパッタリング装置

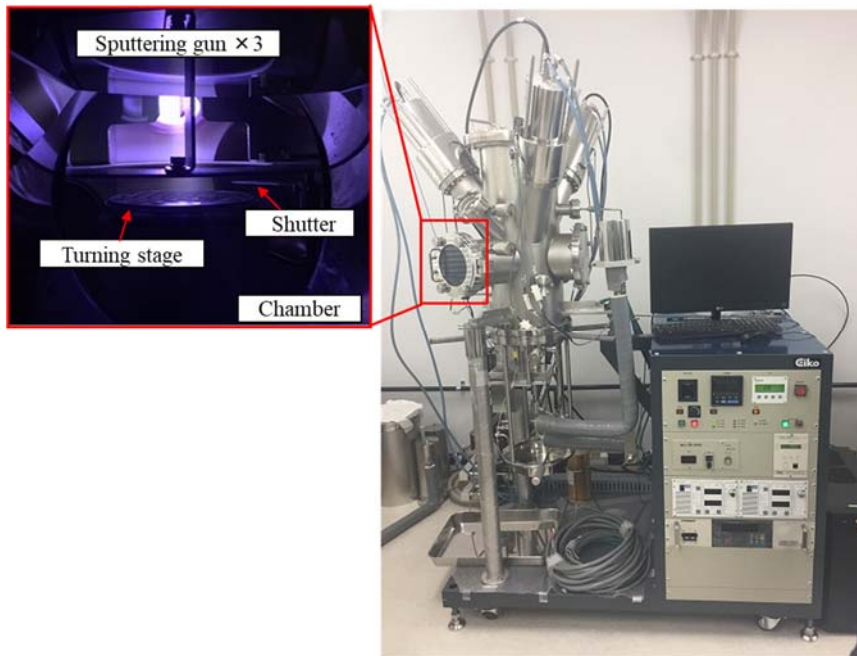


図 2-6 デポダウン式スパッタリング装置

図 2-7 にデポアップ型装置の真空排気系の概略図を示す。真空排気用にターボ分子ポンプとロータリーポンプを備えており，到達真空度は 1×10^{-4} Pa 以下である。チャンバー内の真空度測定には熱陰極電離真空計(ULVAC(株)製 GI-TL3)を用いた。スパッタリングで使用するターゲットは，純 Al 円板と純 Ni 円板(いずれも純度 99 %， $\phi 51 \times 3$ mm, (株)ニラコ製)を用いた。スパッタガスは Ar ガス(純度 99.999 %)を使用した。

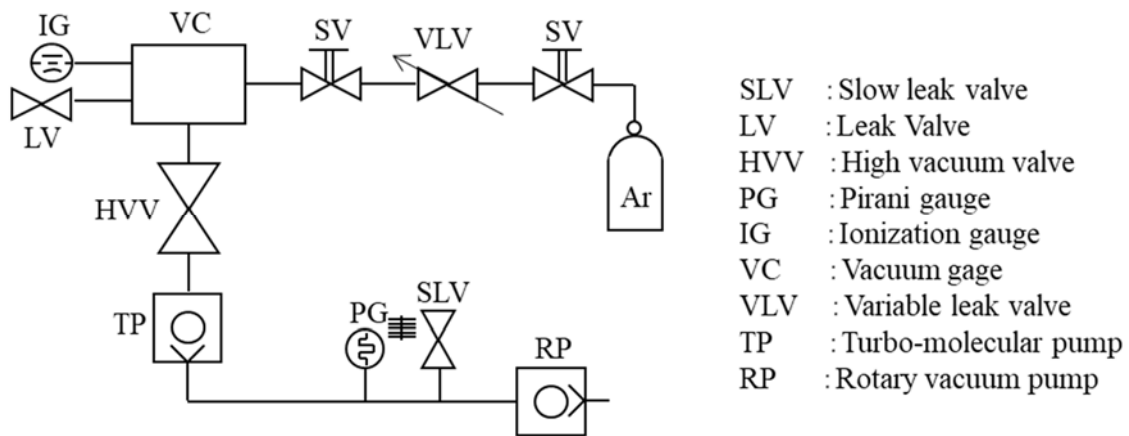


図 2-7 スパッタリング装置の真空排気系の概念図

次に，スパッタリングで多層膜が成膜される基板の作製方法について言及する。本研究では単結晶 Si を成膜基板とし，Al/Ni 多層膜によってボンディングされるデバイスを模擬した。ここでは，Al/Ni を用いて 2 枚の Si チップを直接接合せず，瞬間熱源としての有用性をまずは確認するために，予め下地膜を介してはんだを成膜しておき，一方の Si のはんだ上にもみ Al/Ni を成膜し，2 枚の Si チップを瞬間的にはんだ接合することとした。Si 側から Cr と Ni の順に下地をスパッタ成膜し，Ni 上に Pb フリーの Sn-3.5Ag 中温はんだを成膜した。Al/Ni 多層膜の基板成膜には，デポアップ型スパッタ装置を用いた。一連の Si 基板の作製プロセスを図 2-8 に示す。プロセスは具体的に以下の(1)~(5)の工程に分けられる。

(1). ダイシングカット

厚さ $300\ \mu\text{m}$, (100)面の単結晶 Si をダイサー((株)ディスコ社製 DAD321)を使用してカットする. 2枚の Si 基板は以下の寸法に加工する

- Bottom 側 Si : $10\text{mm}\times 12\text{mm}\times 300\ \mu\text{m}$
- Top 側 Si : $10\text{mm}\times 10\text{mm}\times 300\ \mu\text{m}$

(2). Si 保護膜 : SiO_x の除去

バッファードフッ酸(BHF)を用いて Bottom および Top 側の Si 表面の SiO_x を除去し, その後, 硫酸過水(Sulfuric acid/hydrogen Peroxide Mixture : SPM)洗浄, BHF 洗浄, 流水洗浄と行っていく. 流水後, N_2 ブローで水分を吹き飛ばし, ドライオーブン(アズワン(株)製 DO-300A)で脱水ベークを行う.

(3). 下地膜の成膜

三源マグネトロンスパッタリング装置を用い, Bottom および Top 側の Si 基板表面に, はんだの密着性確保を目的として Cr, Ni からなる下地膜を表 2-2 (a)の条件で成膜する.

(4). Sn-Ag はんだ膜の成膜

Bottom および Top 側の Si 基板に下地膜の上から厚さ $12\ \mu\text{m}$ の Sn-3.5Ag はんだを成膜する. 表 2-2 (b)に成膜条件を示す.

(5). AlNi 多層膜の成膜

スパッタ装置の自動制御成膜プログラムを使用して, Bottom 側の基板にのみ, 全厚 $30\ \mu\text{m}$ の Al/Ni 多層膜を成膜した. Al と Ni の原子比は生成エンタルピーが最大になる 1:1 とした. バイレイヤー厚さは 2.1 の DSC 分析で見出した最大傾向を示す厚さ : $100\text{nm}(\text{Al} : 60\text{nm}, \text{Ni} : 40\text{nm})$ とした. 成膜条件を表 2-2 (c)に示す.

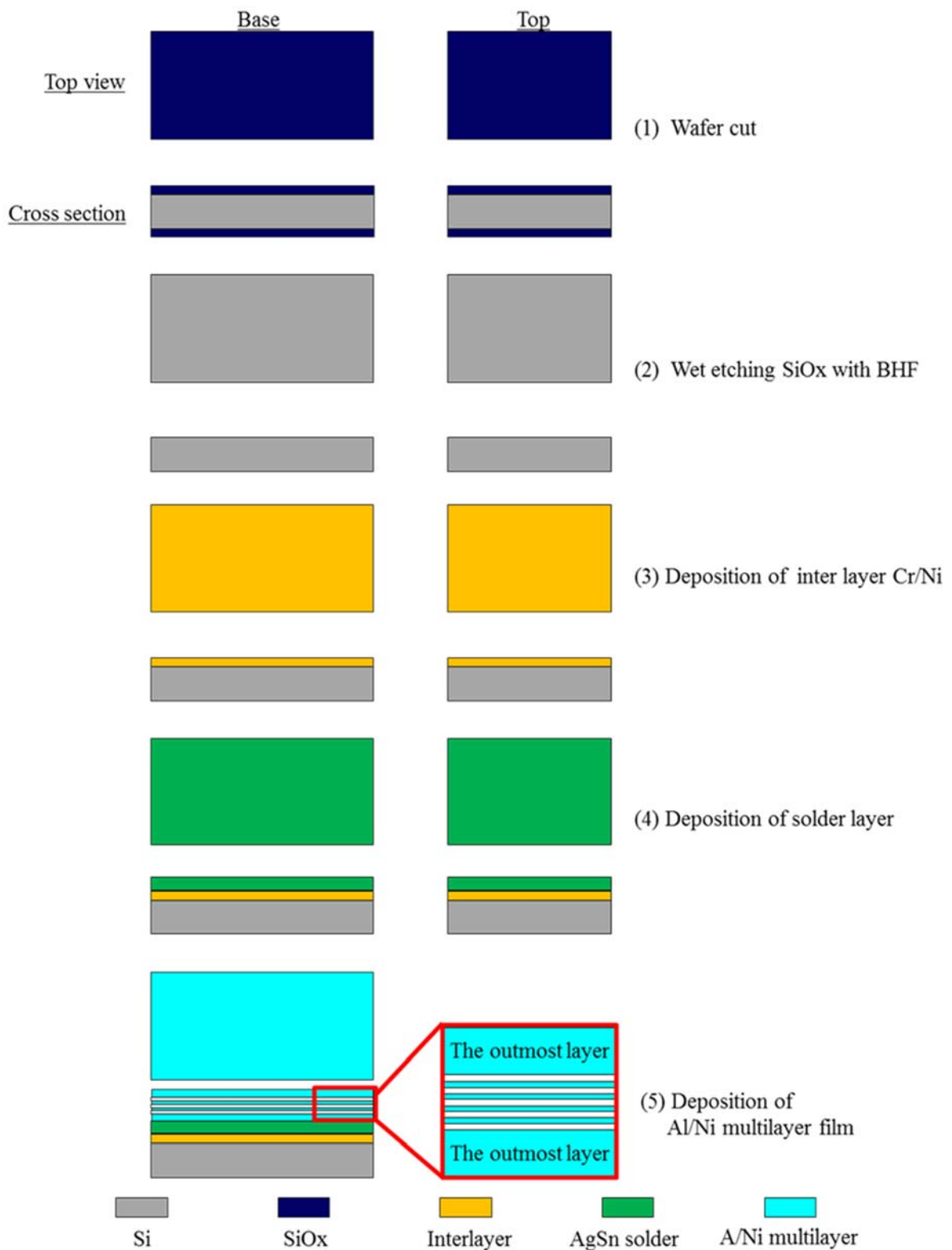


図 2-8 成膜基板の作製プロセス

表 2-2 スパッタリング成膜条件

(a) Inter layer

Target	Cr	Ni
Applied power [W]	150	80
Ar pressure [Pa]	0.2	
Time [min]	2	33

(b) AgSn solder film

Target	Sn	Ag
Applied power [W]	85	3
Ar pressure [Pa]	0.2	
Time [min]	21.3 or 41.6 or 63.8 or 127.6	

(c) Al/Ni multilayer film

Target	Al	Ni
Applied power [W]	100	80
Ar pressure [Pa]	0.2	
Time [sec, number]	247, 300	167, 300

2.2.2 作製した Al/Ni の多層構造

自己伝播発熱反応前後における Al/Ni 多層膜の断面構造を電界放射型走査電子顕微鏡(Field Emission Scanning Electron Microscope: FE-SEM)を用いて観察した。

図 2-9 に、バイレイヤー厚さ 100 nm 狙いで作製した Al/Ni 多層膜の自己伝播発熱反応前後の断面 SEM 写真を示す。as-deposited 状態の多層膜には Al 層および Ni 層の多層構造が観察され、2 種類の金属が交互に堆積していることがわかる。バイレイヤー厚は約 100 nm であり、多層膜がほぼ狙いどおりに作製されているが確認できる。図 2-9 (b)に示す自己発熱反応後の膜では、Al と Ni の多層構造が完全に消滅し、直径 500 nm 程度の結晶粒で構成されていることが確認できる。

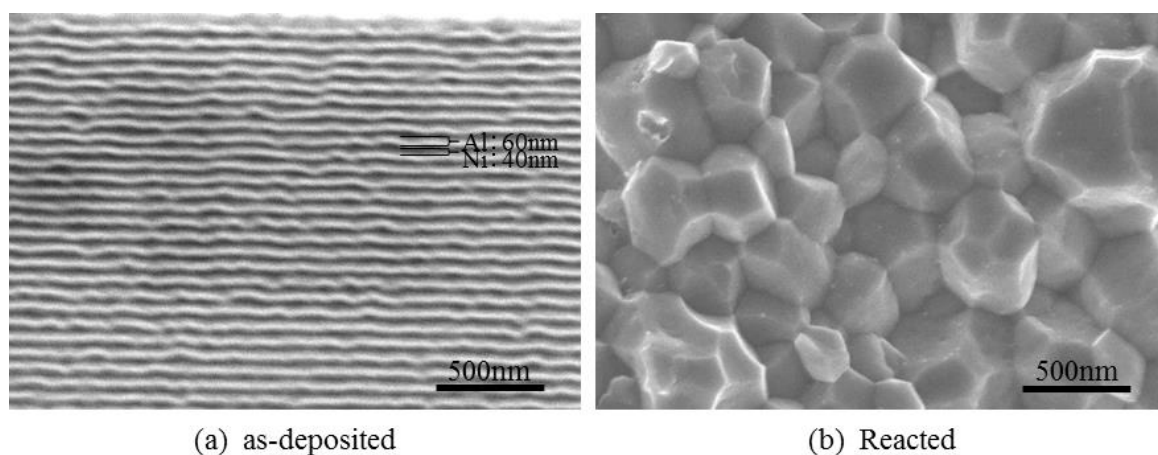


図 2-9 Al/Ni 多層膜の自己伝播発熱反応(a) 前 (b) 後の断面構造

表 2-3 Al/Ni 多層膜 X 線回折条件

X-ray	CuK α ($\lambda=0.154056\text{nm}$)
Tube voltage [kV]	45
Tube current [mA]	40
Scanning range 2θ (deg.)	10~110

Al/Ni 多層膜の結晶構造を確認するために、X 線回折測定装置(X-ray diffractometer: XRD, Philips 製 X'Pert-pro MPD)を用いて、表 2-3 の条件で結晶構造を解析した。30 mm×30 mm の Pyrex ガラス基板上に膜厚 30 μ m の Al/Ni 多層膜を成膜したものを測定試料として用い、反応前の XRD 測定を行った後、ガラス基板上で多層膜を 10V, 1.5A の直流電流による電氣的刺激で反応させて再び XRD 測定を実施した。図 2-10 に XRD による結晶構造解析結果を示す。反応前の多層膜の XRD パターンには、38°, 45°, 52°, 65°, 78°, 82°, 83°, 92°, 98°付近に回折ピークが確認される。これらはそれぞれ Al(111)・Ni(111)・Ni(200)・Al(220), Ni(310)・Al(222)・Ni(311)・Ni(220)面のピークであり、多層膜が Al と Ni の独立層から成ることを意味する。一方、反応後の XRD パターンのピーク位置は反応前と異なり、30°, 45°, 65°, 82°, 99°付近に存在している。これらは AlNi(100)・(110)・(200)・(211)・(220)などの回折ピークであり、Al/Ni 多層膜は FCC 構造の独立した Al と Ni から BCC 構造の AlNi に変化していることがわかる。以上より、Al/Ni 多層膜が狙いの組成どおりに作製されていることを確認した。

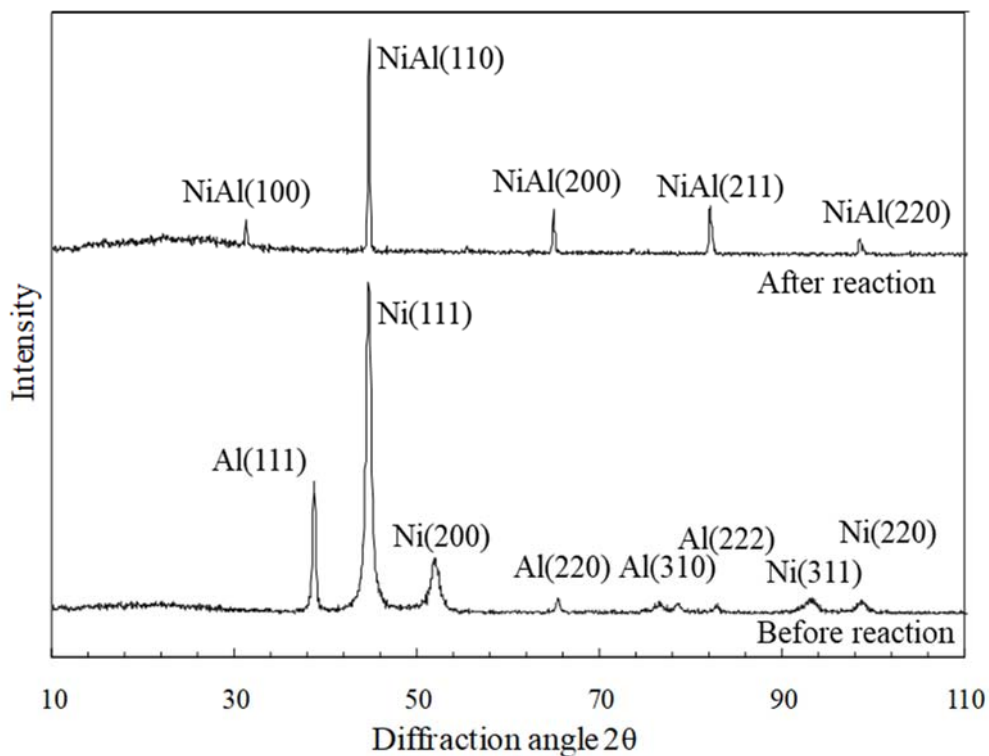
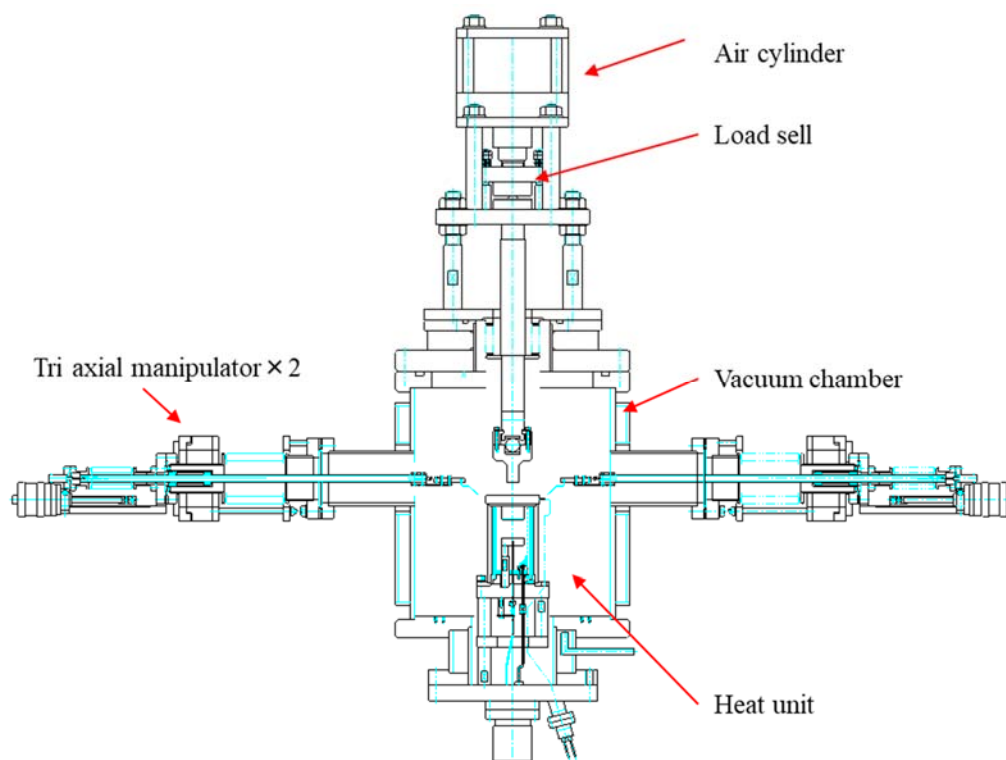


図 2-10 Al/Ni 多層膜の自己伝播発熱反応(a) 前 (b) 後における X 線回折パターン

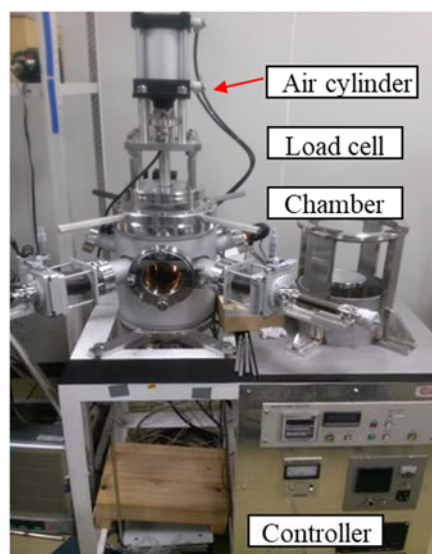
2.2.3 瞬間はんだ接合体の作製

前節で作製したスパッタ成膜基板を用い、本節では Al/Ni 多層膜による瞬間はんだ接合体の作製を試みる。

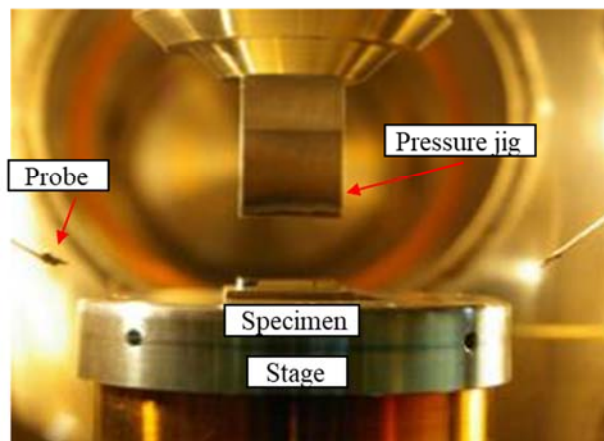
瞬間はんだ接合は、図 2-11 に示す接合装置((株)エイコー製)を用いて行った。(a)は装置模式図 (b)は外観および内部の写真である。本装置は主に、真空チャンバー、加圧機構、加熱機構、2 基の 3 軸マニピュレータ、加圧治具、ステージから構成されており、真空雰囲気中で試料に荷重を加えながら加熱およびスパーク印加が可能である。真空排気ポンプにはロータリーポンプ、ターボ分子ポンプを用い、到達真空度は 10^{-4} Pa 以下である。真空測定器はピラニゲージ、コールドカソードピラニエージから構成されている。加圧機構は、ロードセル、エアーシリンダーおよび制御装置から構成され、最大荷重 500 N まで ± 0.1 N の精度で任意荷重に設定可能である。ここでは内部の加圧治具を用いて 2 枚の成膜 Si チップを重ね合わせた状態で 3MPa の圧力を与える。そして、三軸マニピュレータの先端に付属しているプローブを使用し、AlNi 多層膜部にスパークエネルギーを印加し、多層膜の発熱反応を誘起する(図 2-12)。この時、マニピュレータ間に流れる電流を、直流電流源(Nippon stabilizer industry 製 MSA60-2)を用いて 10V, 0.1A に設定する。図 2-13 に示すように、Al/Ni 多層膜はオレンジ色の閃光を伴って自己伝播発熱反応を開始する。この時に発生する生成熱ではんだ接合がなされ、接合は 1s 未満で完了すること確認した。作製した Al/Ni 瞬間はんだ接合サンプルの代表写真を同図に示す。



(a) Illustration of pressurization chamber



Overall view of joining chamber



Inside of chamber

(b) Photography of pressurization chamber

図 2-11 加圧接合用装置の(a) 模式図 (b) 外観 (c) チャンバー内部

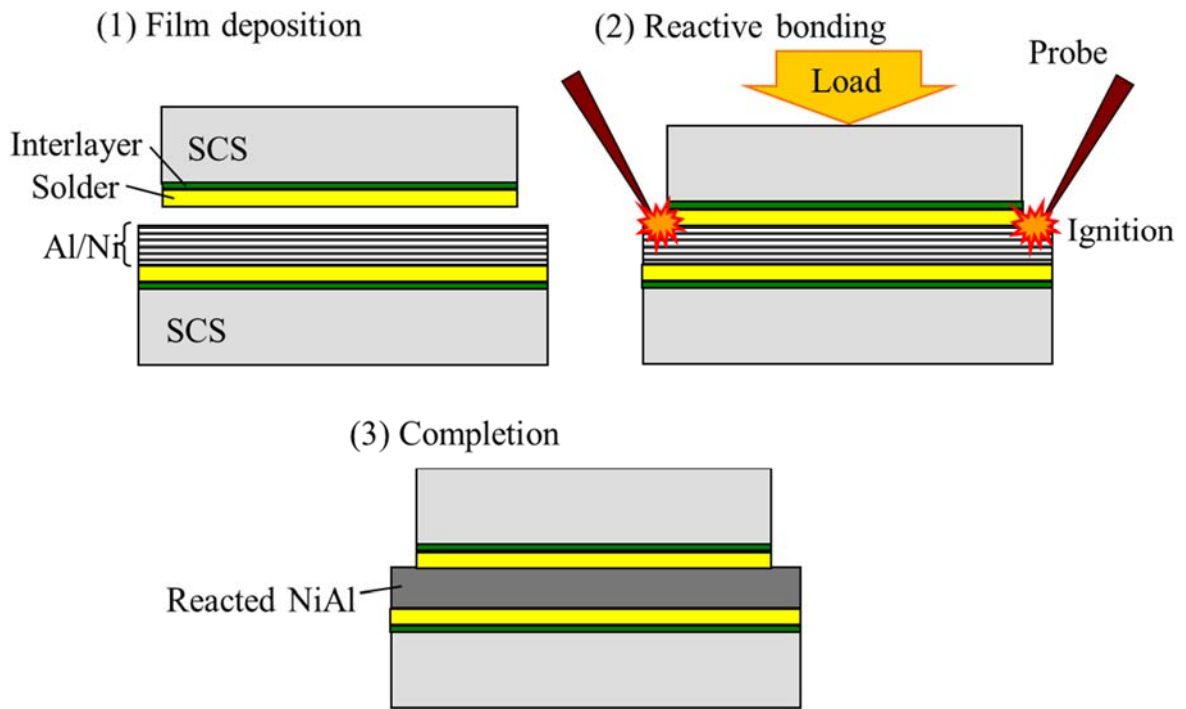


図 2-12 Al/Ni 多層膜を用いた瞬間はんだ接合プロセス

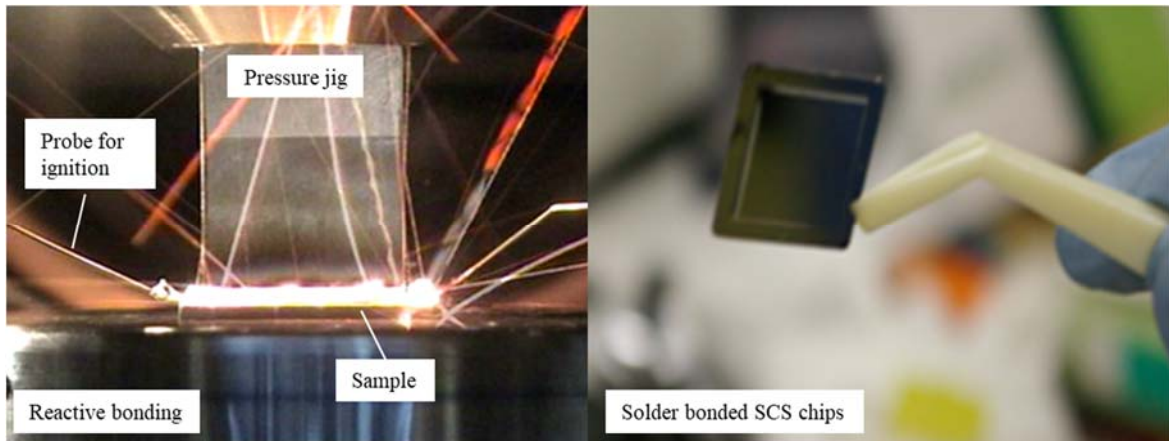


図 2-13 瞬間はんだ接合時の様子と作製された接合試料の外観

2.3 瞬間はんだ接合体の接合性評価

前節で作製した Al/Ni 瞬間はんだ接合サンプルの接合性を確認するために、本節では各種熱物性測定と超音波顕微鏡による非破壊観察を実施し、さらに詳細な接合断面の状態を観察することで接合性を評価した。

2.3.1 瞬間はんだ接合部の熱物性測定

瞬間はんだ接合部の熱物性を評価するために、接合部の熱抵抗をレーザーフラッシュ応答関数法によって測定した。本手法は積層試料間の界面熱抵抗を評価する方法であり、試料表面をレーザーパルスで加熱した際の応答関数理論に基づく¹⁴⁻¹⁶⁾。図 2-14 に示すように裏面の温度上昇曲線から面積熱拡散時間を求め、以下の式 2-4 から接合層の熱抵抗 ΔR が算出される。

$$\Delta R = \left(\frac{1}{b_1 \tau_1^{1/2}} + \frac{1}{b_2 \tau_2^{1/2}} \right) (A - A') \quad \text{式 2-4}$$

ここで、 τ は Si 基板の厚さ d と熱拡散率 α によって定義される熱拡散時間であり、 b は熱浸透率である。インデックス 1 および 2 は、2 枚の積層基板をそれぞれ意味する。また、 A は上述のとおり実測したレーザーフラッシュ曲線から得られる面積熱拡散時間である。 A' は積層試料間の熱抵抗が理論上ゼロと仮定した場合の面積熱拡散時間であり、以下の式 2-5 によって与えられる。

$$\Delta R = \frac{b_1 \tau_1^{3/2} + 3b_2 \tau_1 \tau_2^{1/2} + 3b_1 \tau_1^{1/2} \tau_2 + b_2 \tau_2^{3/2}}{6(b_1 \tau_1^{1/2} + b_2 \tau_2^{1/2})} \quad \text{式 2-5}$$

なお、本実験で用いた単結晶 Si の熱拡散率 α および熱浸透率 b には文献値を用いた ($\alpha = 88.0 \times 10^{-6} \text{m}^2/\text{s}$, $b = 15.6 \text{kJ}/(\text{m}^2 \text{s}^{0.5} \text{K})$)。

熱抵抗測定の結果、Si-Si 間、すなわち AlNi 接合部における熱抵抗は $5 \sim 65 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K}/\text{W}$ 程度であり、大きなバラつきを持って推移した。ここで、接合部各層の厚さと熱伝導率から熱抵抗を見積もる。各層の熱抵抗 R_i は、厚さ d_i と λ_i を用いて以下の式で表される。

$$R_i = \frac{d_i}{\lambda_i} \quad \text{式 2-6}$$

式 2 - 6 から算出した接合部各層の熱抵抗を表 2-4 に示す. 仮に, 接合界面の熱抵抗がないものとし, 各層の熱抵抗の直列和が接合部の熱抵抗に相当すると考えると, 接合部熱抵抗は約 $0.7 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$ であった. すなわち, この理論熱抵抗値よりも実測値は明らかに高い.

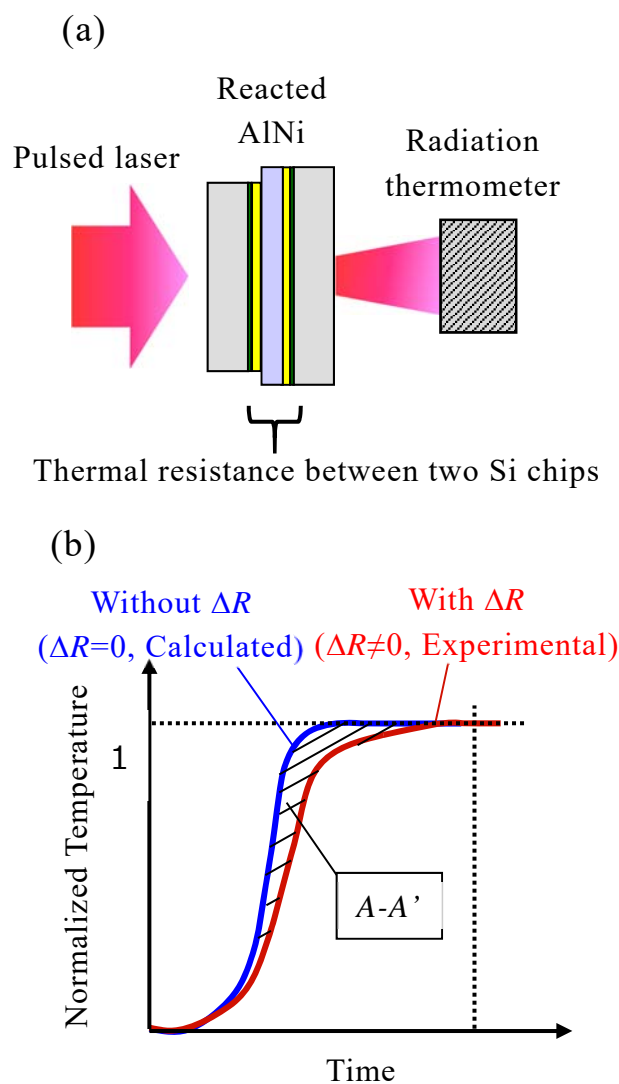


図 2-14 (a) レーザーフラッシュ測定システム (b) 温度応答曲線の概念図

表 2-4 接合部各層の熱抵抗計算結果

接合部各部	厚さ [μm] ※	熱伝導率 [W/(mK)]	熱抵抗 ×10 ⁻⁶ [m ² K/W]
Cr 下地	0.05 (0.1)	94	0.0005 (0.001)
Ni 下地	0.5 (1)	91	0.005 (0.011)
Sn-3.5Ag はんだ	12 (24)	59	0.203 (0.407)
AlNi 層	30	92	0.326

※1 () 内の数値は接合部の 2 層分に相当

2.3.2 瞬間はんだ接合部の接合状態

瞬間はんだ接合部の実測熱抵抗は、接合層各層における熱抵抗の直列和（以降単に理論値と呼ぶ）を大きく超えるものであった。この要因を考察するために、超音波顕微鏡 (SAT) を用いて接合部の非破壊観察を実施した。媒体には純水を用い、周波数 230MHz の反射モードで Si-Si 間の接合部を対象として観察を行った。また、接合状態と熱抵抗分布の対応を調べるために、レーザー周期加熱法による温度波の位相差分布を測定し、“熱的”な非破壊評価も実施した¹⁷⁾。変調周波数 f の加熱レーザーを用いて試料表面を加熱すると、裏面に伝わる温度波の位相は試料の熱拡散率に依存して遅れを伴う。このときの位相差 $\Delta\theta$ は以下の(2-6)によって表される。

$$\Delta\theta = l\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} \quad \text{式 2-7}$$

ここで、 l は試料の厚さ、 α は熱拡散率である。表面の加熱と裏面の温度計測を局所的に行い、位相差をマッピングすると、試料全面の熱の伝わりやすさを可視化できることに

なる．本実験ではベテル社製 TA35 Ultimate の装置¹⁷⁾を用い，加熱光径 200 μm ，変調周波数を 10Hz，測定間隔 250 μm ステップの条件で，試料面内の位相差分布を測定した．

図 2-15 (a)に SAT 画像を示す．画像上段が $\Delta R=5.0 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K}$ (Specimen #1)，中絶が $\Delta R=22.7 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K}$ (Specimen #2)，下段が $\Delta R=64.5 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K}$ (Specimen #3)の試料にそれぞれ相当し，いずれの試料においてもクラックが多数認められた．Al/Ni 多層膜が自己伝播反応する際， $\text{Al}(\text{fcc})+\text{Ni}(\text{fcc})\rightarrow\text{AlNi}(\text{bcc})$ へと体積収縮を伴って結晶構造が変化するが^{1),7)}，このとき外部から拘束条件された状態で体積収縮するため，クラックが生じたと考えられる．また，特に熱抵抗の高い試料#2 および試料#3 については，接合不良領域が広く認められる．これが熱抵抗が突出して高くなった要因と推察される．実際，図 2-15 (b)に示すように，レーザー周期加熱時の温度波の位相差分布を SAT 画像と対比すると，接合不良箇所では位相差が大きく，熱抵抗分布が不均一であることが分かる．一方，非破壊観察を実施した中で最も熱抵抗が低かった試料#1 については，SAT 像からは比較的良好な接合状態が見て取れ，位相差分布からは面内熱抵抗も相応に均一であることが伺える．にもかかわらず，試料#1 の熱抵抗は理論値 $0.7 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$ よりも高い．

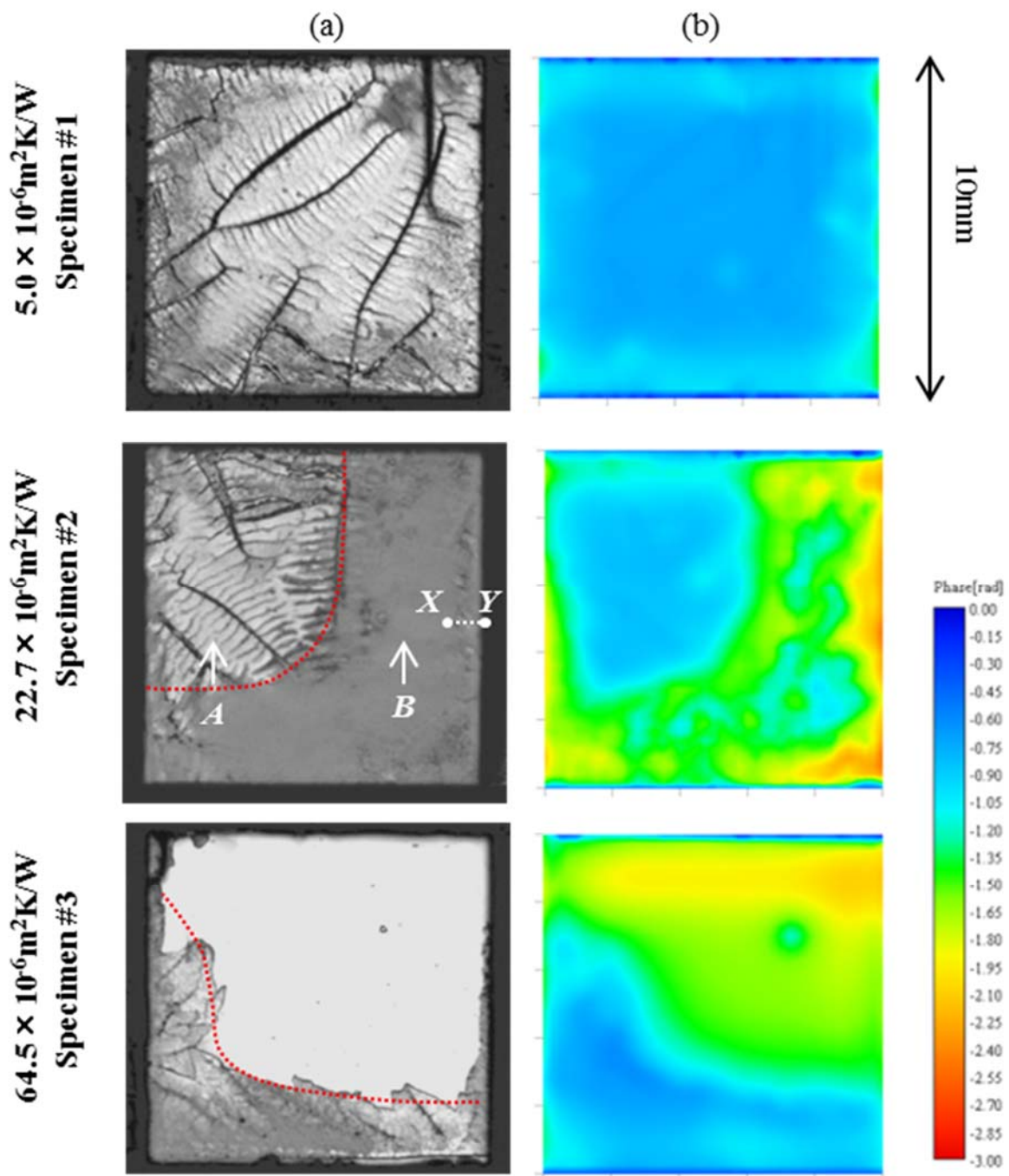
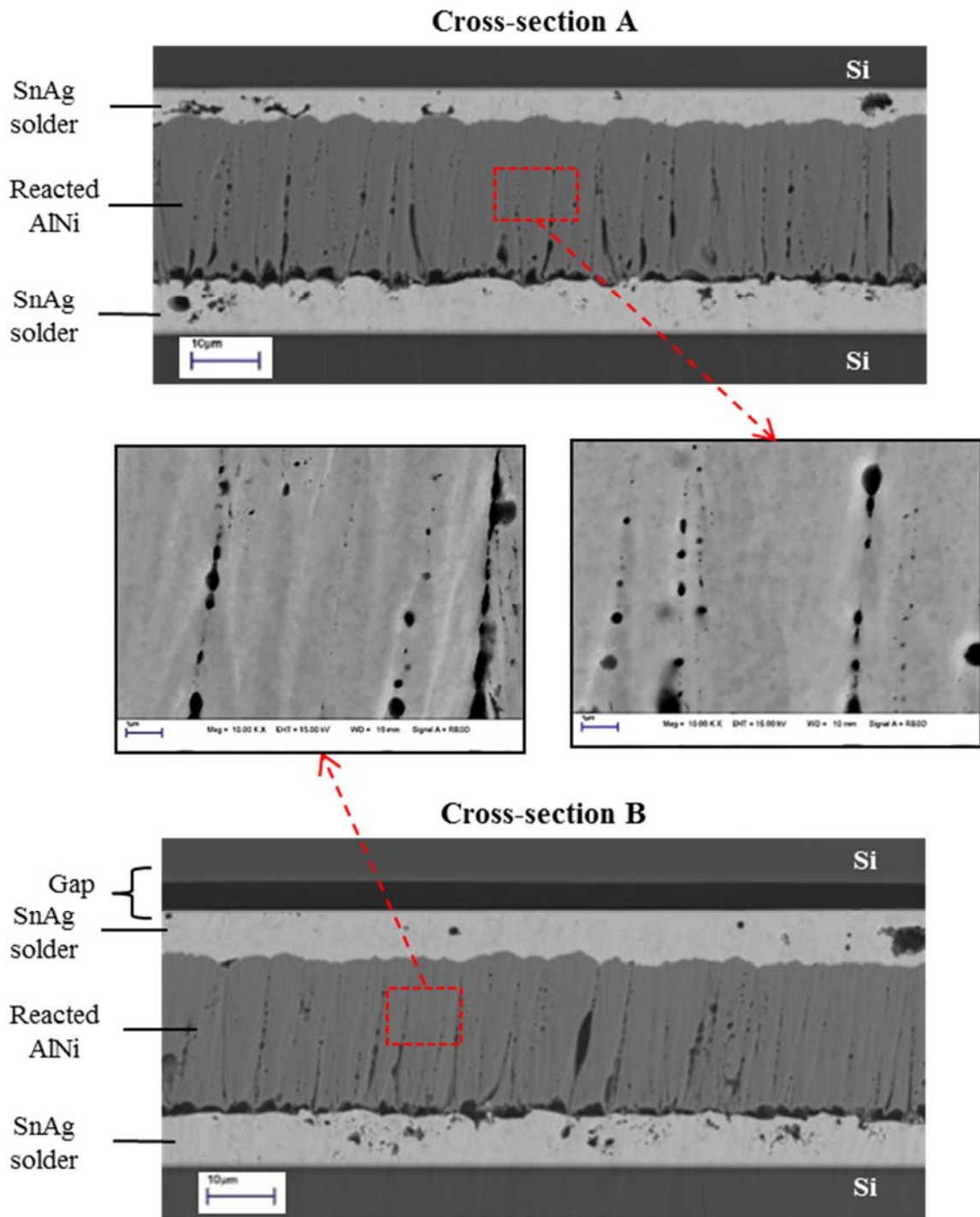


図 2-15 (a)Scanning acoustic tomographs (b) the phase lags distribution using thermowave analyzer based on periodical heating method. Solder thickness was $12\mu\text{m}$.

さらに接合状態の詳細を精査するために、熱抵抗の高い試料#2 に対し、断面 SEM 観察を実施した。図 2-16 に SEM による断面反射電子像を示す。観察部は図 2-15 (a)の SAT 画像に示したとおりであり、部位 A は SAT 画像から接合が良好と思われる箇所、部位 B

は接合不良箇所である。ここで、断面試料は Ar イオンミリングによる CP 加工によって調製した。SEM 観察の結果、不良部 B では上部はんだ層の Si 基板からの剥離が確認され、これが SAT で見られる接合不良に相当すると考えられる。その他の接合異常として、はんだ中にはボイド、AlNi 反応部には上下に無数のクラック、さらに Al/Ni と Bottom 側のはんだ界面には空隙がそれぞれ確認された。これらの異常は不良部 B に限ったものではなく、SAT 画像から比較的良好な接合状態と思われる部位 A についても確認される。図 2-17 に示すように、熱抵抗が比較的低かった試料#1 の断面マイクロスコープ像からも同様に認められた。

試料#2 において、Si-上部はんだ層の剥離、AlNi 反応部-下部はんだ層界面の空隙が生じた原因を考えるために、接合不良断面を広域で観察した。図 2-18 に SAT 画像中の X-Y 断面のマイクロスコープ観察結果を示す。観察の結果、AlNi 反応部が面外方向に大きく変形している様子が確認された。これは先述した反応時の体積収縮に起因するものと考えられ、変形応力が接合を阻害し、剥離や空隙をもたらしたものと考えられる。このことから良好な接合状態の実現、すなわち熱抵抗を下げるためには、接合圧力を高める、変形応力を緩和させる、接合部の密着性を向上させるといった対策が有効であると考えられる。



☒ 2-16 BSE-SEM micrographs in Al/Ni heat-bonded joints of specimen #2 ($R=22.7 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{K/W}$), corresponding to the cross-section A and B in the SAT image.

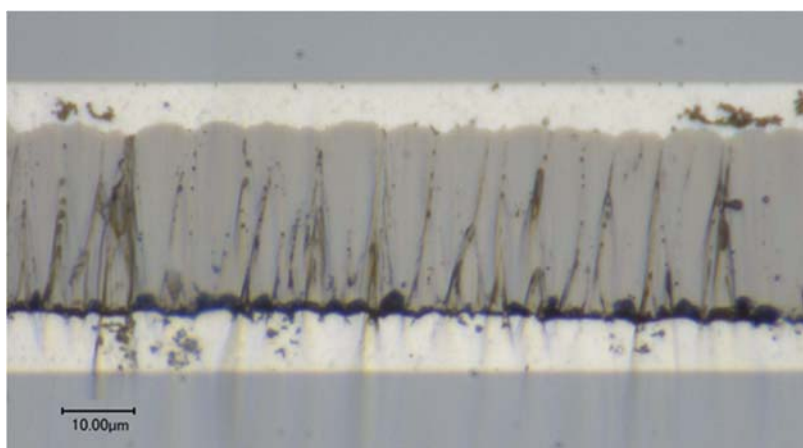
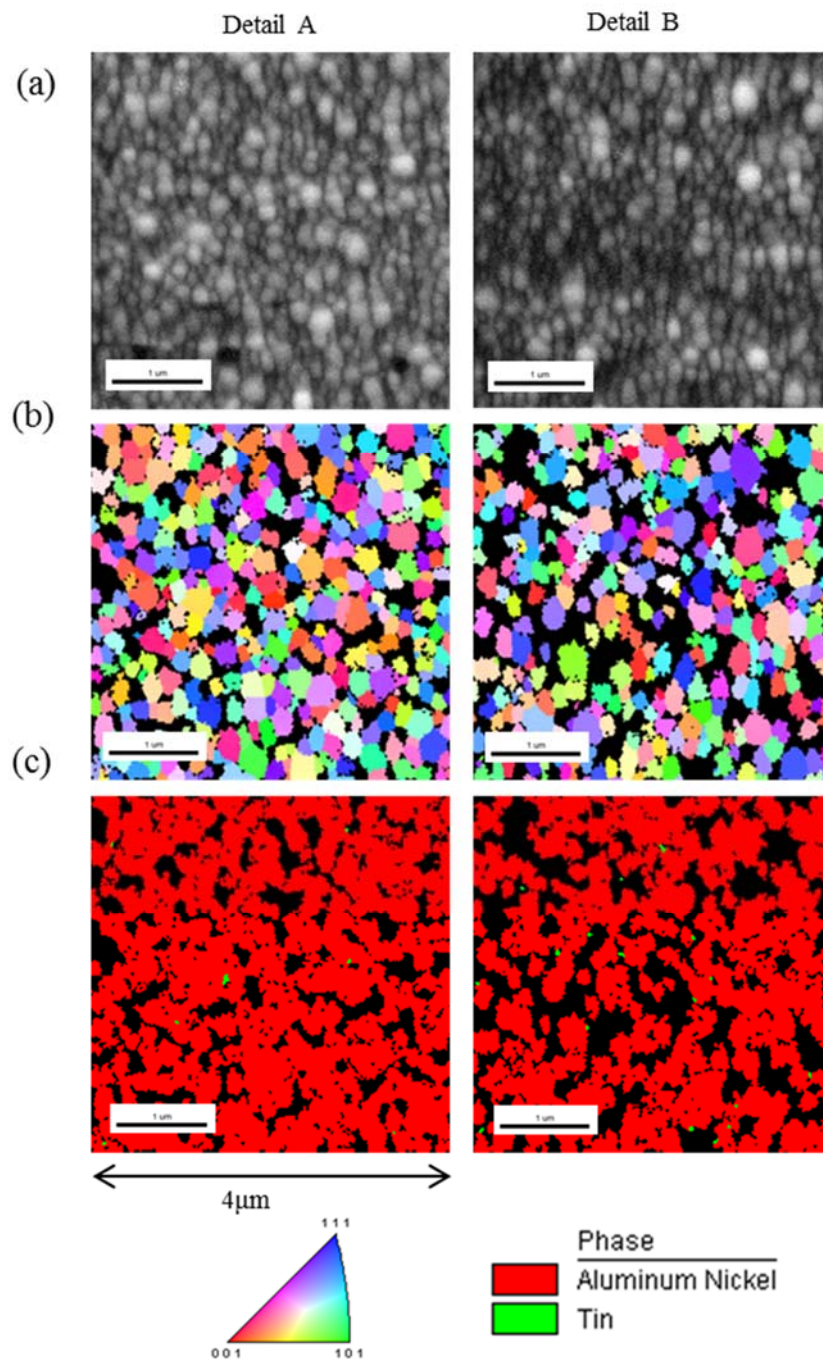


図 2-17 Optical microscope photograph for specimen #1($R=5.0 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{K/W}$).



図 2-18 Optical microscope photograph of the X-Y cross-section in SAT image for specimen #2($R=22.7 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{K/W}$).

これまでの結果から接合界面の不良・異常が熱抵抗と密接な関係にあることがわかったが、AlNi 反応部が接合部の大半を占めており、これが熱抵抗に及ぼす影響を考える必要がある。そこで、AlNi 反応部そのものをさらに精査するために、試料#2 の接合良好部位 A と接合不良部位 B の AlNi 層に対し、断面 EBSD 観察を実施した。観察領域は図 2-16 の SEM 拡大画像内の $4 \mu\text{m} \times 4 \mu\text{m}$ 領域とし、装置分解能レベルの $0.02 \mu\text{m}$ ステップで評価した。EBSD で得られた IQ マップ、結晶方位マップ、相マップを図 2-19 にそれぞれ示す。EBSD の結果、AlNi の結晶粒は $200 \sim 300 \text{nm}$ 程度と微細であり、結晶方位はランダムであった。部位 A および部位 B に大きな違いはなく、AlNi 合金で相は同定された。定量的には定かではないが、金属電子論の観点からは微細な結晶状態や結晶方位のランダムネスは熱伝導を阻害する因子であり、結晶粒の粗大化や結晶配向といった材質制御も AlNi 接合部の低熱抵抗化を図る上で有効な対策であると考えられる。



☒ 2-19 EBSD maps for analysis specimen #2.

(a) Image quality (b) Inverse pole figure (c) Phase map

2.4 接合部の熱抵抗影響因子と低熱抵抗化の指針

本章では Al-Ni 系自己伝播発熱多層膜の基本特性を理解し，瞬間ダイボンディングに有用な多層膜作製条件を見出した上で，瞬間はんだ接合方法を考案した．Al/Ni 多層膜を用いて SnAg はんだを Si 基板に瞬間接合し，得られた接合サンプルの熱抵抗と接合状態を評価した．その結果，接合部の熱抵抗は，接合層各層の直列和によって見積もられる理論値よりも高くなった．この要因として，はんだ中のボイド，AlNi 反応部のクラック，AlNi-はんだ間のボイドが主たるものと考えられる．すなわち，より良好な接合状態を実現して熱抵抗を下げるためには，接合圧力を高める，接合部の密着性を向上させるといった接合部の界面制御が重要となる．また，AlNi の変形応力を緩和させる，AlNi 結晶粒の粗大化や方位を配向させる等，Al/Ni 多層膜そのものの材料設計も重要であると考えられる．

2.5 参考文献

- 1) T. P. Weihs, A. J. Gavens, M. E. Reiss, D. Van Heerden, A. Draffin, and D. Stanfield: Chem. Phys. Nanostruct. Relat. Non-Equilib. Mater., 1997, 75.
- 2) E. Ma, C. V. Thompson, L. A. Clevenger, and K. N. Tu: Appl. Phys. Lett., 57(1990)1262.
- 3) L. Wang, B. He, and X. H. Jiang: Combust Sci. Technol., 182(2010)1000.
- 4) S. Jayaraman, A. B. Mann, T. P. Weihs, and O. M. Knio: Symp. Combust., 27th, 1998, 2459.
- 5) F. Z. Chrifi-Alaoui, M. Nassik, K. Mahdouk, and J. C. Gachon: J. Alloys and Compounds, 364(2004)121.
- 6) A. Makino: Proc. of Combust. Inst., 31(2007)1813.
- 7) T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita, Y. Nagai, and S. Inoue: Tech Dig IEEE Micro Electro Mech Syst. 19(2006)286.
- 8) T. Namazu, K. Ohtani, K. Yoshiki, and S. Inoue: Proc. of Transducers, 2011, 1368.
- 9) K. Ohtani, K. Yamano, T. Namazu, and S. Inoue: Proc. of Transducers, 2009, 172.
- 10) T. Namazu, and S. Inoue: Materials Sci. forum, 638(2010)2142.
- 11) H. Fujita, T. Namazu, and S. Inoue: Zairyo, 56(2007)932[in Japanese].
- 12) T. Namazu, K. Ohtani, K. Yoshiki, and S. Inoue: Materials Sci. forum, 706(2011)1979.
- 13) S. Miyake, S. Kanetsuki, K. Morino, J. Kuroishi and T. Namazu, Jpn. J. Appl. Phys. 54, 06FP15 (2015).
- 14) T. Baba: Progress in Heat Transfer (Yokendo, Tokyo, 2000) New Series, Vol.3,p.163[in Japanese].
- 15) T. Baba, and A. Ono: Meas. Sci. Technol. 12(2001)2046.
- 16) T. Baba: Jpn. J. Appl. Phys. 48(2009)05EB04.
- 17) H. Noguchi, K. Hatori, Y. Iwano, N. Ando, T. Usui, and H. Ohta: The 35th Jpn. Sympo. on Thermophys. Properties, 2014, E207.

第3章 瞬間はんだ接合部の熱抵抗に及ぼす接合圧力の影響

本章では、第1章および第2章で述べた AlNi ナノ多層膜を用いた瞬間はんだ接合技術の実用化に向けた検討として、接合条件の重要なパラメータの一つである接合圧力とはんだ接合部の熱抵抗の関係について実験的検討を行った結果を基に、接合圧力の観点からみた熱抵抗支配因子と接合条件の最適化指針について議論する。

3.1 序論

相変化時に生じる結合エネルギー差が引き起こす自己伝播発熱反応について、Al/Ni系、Al/Ti系、Ni/Si系など様々なタイプのナノ多層膜材料が開発されている¹⁾⁻¹⁰⁾。第1章および第2章で述べたとおり、自己伝播発熱反応は電気スパーク等の外部エネルギーがトリガーとなって誘起される合金化反応中に生じる発熱現象である。ナノ多層膜材料の場合、この発熱反応は膜の面内方向に対して瞬間的に伝播することになる。この瞬間発熱特性により、はんだを用いたボンディングプロセスの熱源、例えば MEMS 封止を始めとする実装プロセスへの応用が期待されてきた¹¹⁾⁻¹⁶⁾。しかしながら、Al/Ni ナノ多層膜を用いたはんだ接合部の接合状態および熱抵抗については系統的に評価されていない。したがって、本法で作製したはんだ接合体の morphology や熱的・機械的信頼性に関する基礎特性を明らかにする必要がある。

ここでは、接合条件の重要なパラメータの一つである接合圧力が熱抵抗におよぼす影響について実験的に計測・解析した結果について述べる。接合部の熱抵抗は2章と共に、レーザーフラッシュ法によって得られる温度曲線に対し、応答関数解析を適用

することで算出した。はんだ接合部に発生するボイド・クラックについては超音波顕微鏡を用いて二次元的に評価した。さらに精査すべき接合部については、走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscopy), 電界放射型電子プローブマイクロアナライザー (FE-EPMA: Field-Emission Electron Probe Micro Analyzer) による断面観察と元素マッピング分析を行った。これらの実験結果から, Al/Ni ナノ多層膜の自己伝播発熱反応を用いて接合した, はんだ接合部のボイド・クラック発生メカニズムについて議論する。

3.2 実験方法

3.2.1 接合サンプル作製

厚さ 300 μm , 抵抗率 0.01 Ωcm の単結晶シリコンウエハ Si(001)を用意し, ダイサーを用いて 10 \times 10mm (Top-side chip) および 10 \times 12mm (Bottom-side chip) の2種類の形状に切り出した後, 以下の手順ではんだ膜と Al/Ni ナノ多層膜を積層した接合用試料を作製した。まず切り出した全てのチップ状試験片を脱脂・純水洗浄した。次に Top-side と Bottom-side の両方の Si 上に, DC マグネトロンスパッタリング法を用いて 50nmCr 層と 500nmNi 層を成膜した。その後, Ni 層表面上に厚さ 2, 4, 6, 8, 12 μm の Sn-3.5Ag 層を成膜した。ここで Cr/Ni 層は Sn-3.5Ag 層の密着性を確保するための下地層である。最後に Bottom-side chip の Sn-3.5Ag 表面側に二元 DC マグネトロンスパッタリング法を用いて Al/Ni ナノ多層膜を成膜した。表 3-1 Sputtering condition for Al/Ni reactive multilayer film Al/Ni 多層膜の成膜条件を示す。前章で述べた通り, Al/Ni 多層膜は原子比が Al:Ni=1:1 の状態で均一に反応した場合, AlNi 合金が生成される。この AlNi は Al-Ni 系金属間化合物の中では最も生成エンタルピーが高く, 発熱量は Al-Ni 系金属間化合物では最大値を示すことから, 本実験では前章と同様, Al:Ni 原子比が 1:1 になるように 60nmAl/40nmNi をバイレイヤーとして, 総厚 30 μm まで成膜した。

表 3-1 Sputtering condition for Al/Ni reactive multilayer film

(a) Al/Ni multilayer film			
Target		Al	Ni
Applied power [W]		100	80
Ar pressure [Pa]		0.2	
Time [sec]		236	167

(b) The outermost layer			
Target		Al	Ni
Applied power [W]		100	80
Ar pressure [Pa]		0.2	
Time [sec]	60nm/40nm	236	167
	0.5 μ m	1967	2088
	1.0 μ m	3933	4175

次に，作製した Top-side chip と Bottom-side chip を一対として，自己伝播発熱反応による瞬間はんだ接合体を作製した．図 3-1 (a)および(b)に示す様に Top-side chip の Sn-3.5Ag 表面と Bottom-side chip の Al/Ni 表面を対向させた状態で，真空チャンバー付き縦型プレス式加圧装置内に水平に静置する． 4×10^{-4} Pa まで減圧後，3MPa もしくは 20MPa の圧力で試料を加圧した状態で，直流安定化電源で 10V-0.1A を印加した電極を Al/Ni 層に接触させて自己伝播発熱反応を誘起させた．反応後の接合試料は図 1(c),(d)に示す様に Al-Ni 化合物を挟む形で一体化している．このように作製した Sn-3.5Ag 層厚さと加圧条件の異なる接合試料を以降の測定に供した．

なお，前章では瞬間接合試料に接合不良が認められ，これが著しい熱抵抗の増加を招いていた．接合前の加圧の際，加圧治具は試料上面を偏りなく，均一に加圧しなければならないが，本実験では均一な加圧ができているかを事前に確認した．具体的には，プレスケール(富士フィルム(株) PSC-LLW)を用いて加圧治具と接合試料の当たりを確認した．図 3-2 にプレスケールの模式図と加圧後のプレスケールを示す．図 3-2 (a)のようにプレスケールは A フィルムと C フィルムの 2 つから構成されており，薬品が塗

布されている面同士を重ね合わせて使用する。A フィルムには発色剤，C フィルムには顕色剤が塗布されており，加圧の際に顕色剤に発色剤が付着し，反応することで赤く発色する。加圧治具が均一に加圧できていない場合，図 3-2 (b)のように赤い部分が偏っていることがわかる。一方，均一に加圧できている場合，図 3-2 (c)のように加圧箇所全体が赤く均一に染まっていることがわかる。以上のように，加圧が適切に行われていることを都度確認しながら，接合実験を進めた。

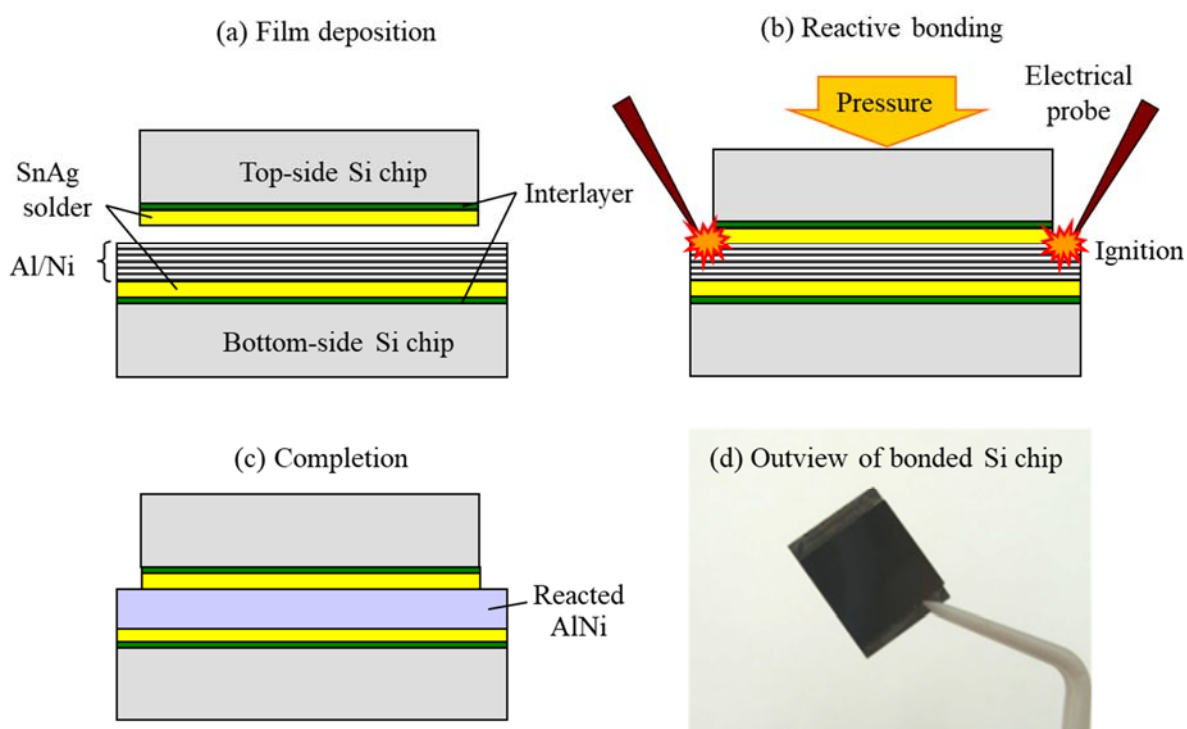
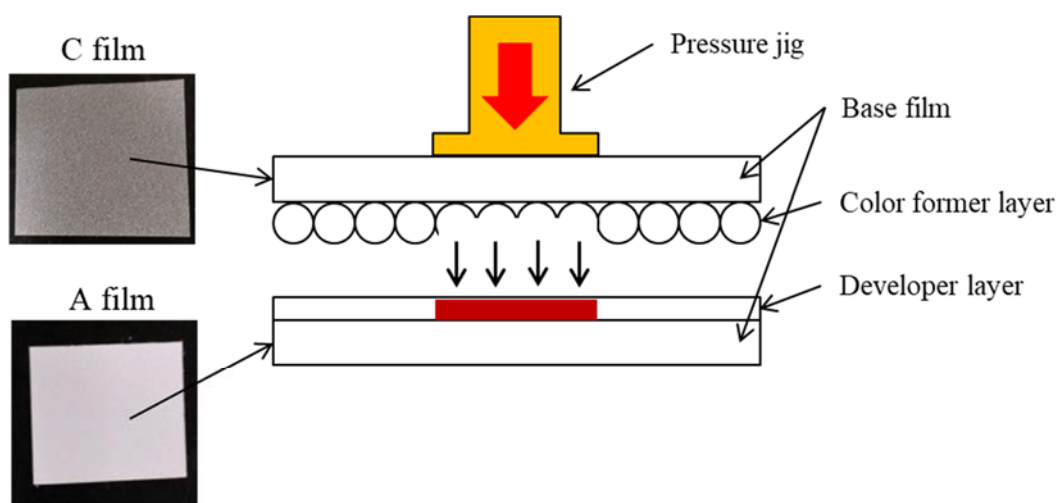
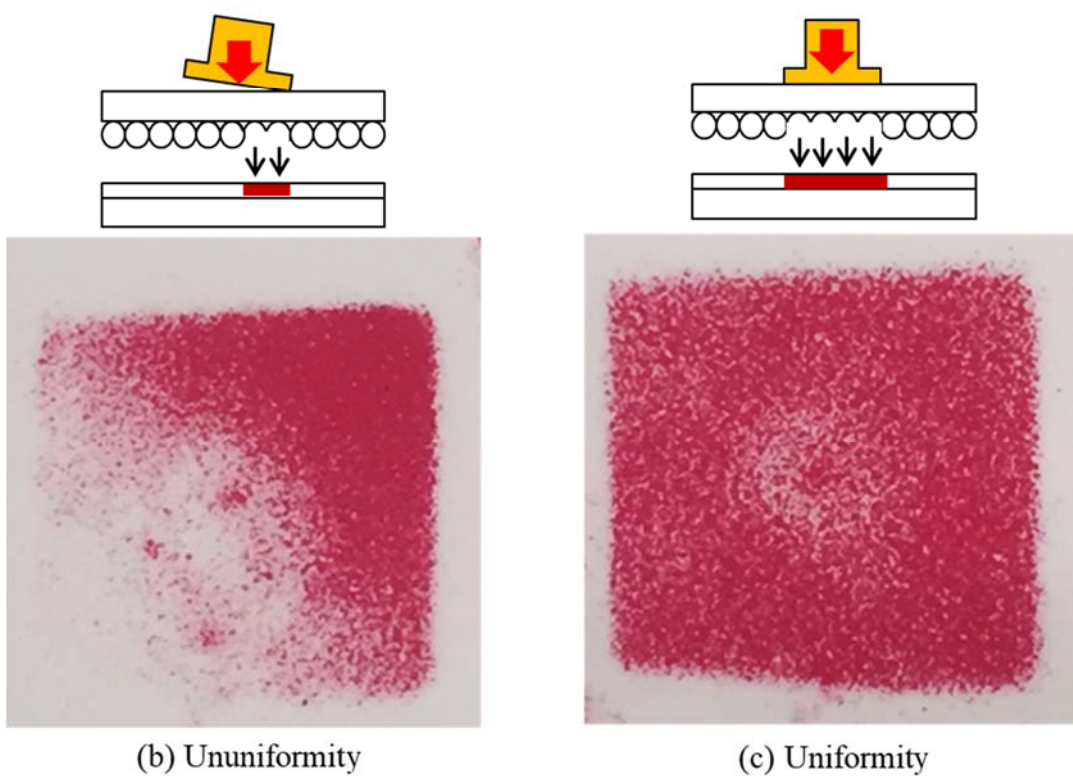


図 3-1 Schematic process flow of Al/Ni reactive soldering for Si chips.



(a) The schematic of pre-scale



(b) Ununiformity

(c) Uniformity

图 3-2 The schematic process for pre-scale.

3.2.2 接合部の熱抵抗および接合状態評価

熱抵抗はレーザーフラッシュ法を用い、接合試料の加熱-温度曲線に対して、応答関数解析を行うことで算出した。図 3-3 にレーザーフラッシュ法と応答関数解析の概要を改めて示す。レーザーフラッシュ法は株式会社 ULVAC 製 TC7000 を用いた。レーザーフラッシュ法とは、図 3-3 (a)に示す様に試料表面側からパルスレーザーを照射した時の、裏面側の温度上昇を観測する方法である^{17),18)}。ここでは温度計測に InSb 型の赤外線検出器を採用しており、数 μs オーダーでの高速温度計測が可能である。約 0.4ms のパルスレーザーにより瞬間的に加熱された試料表面で発生した温度波は、試料内部を通過して裏面側に到達する。レーザーフラッシュ法では、裏面温度が最大になるまでの相対的な温度変化を温度曲線として計測する。その後、試料厚さと温度波の通過時間から熱伝搬特性を解析する。一般に、試料表面に均一な熱量が入力される場合、裏面側中央部に伝播する温度波は、非定常一次元熱伝導状態であると仮定できる。図 3-3 (b)には、2層モデルにおいて、試料内部（接合界面）に熱抵抗 ΔR が存在しない場合と、反応後の Al-Ni 化合物とはんだ層を含む接合試料のように熱抵抗が存在する場合を仮定した温度曲線の模式図を示している。温度波伝播経路内に熱抵抗が存在する場合、熱伝播に遅れが生じる。熱抵抗が存在しない場合は非定常一次元熱伝導モデルを用いて温度曲線を計算することが可能であることから、レーザーフラッシュ法による接合試料の温度曲線の実測データと、計算による熱抵抗ゼロの温度曲線の差分 $A-A'$ 領域（図 3-3 (b)斜線部）が熱抵抗成分であると考えられる¹⁷⁾。2層の試料に挟まれた熱抵抗層を仮定した場合、接合部の熱抵抗は次式で示される。

$$\Delta R = \left(\frac{1}{b_1 \tau_1^{1/2}} + \frac{1}{b_2 \tau_2^{1/2}} \right) (A - A'), \quad \text{式 3-1}$$

$$A' = \frac{b_1 \tau_1^{3/2} + 3b_1 \tau_1^{1/2} \tau_2 + 3b_2 \tau_2^{1/2} \tau_1 + b_2 \tau_2^{3/2}}{6(b_1 \tau_1^{1/2} + b_2 \tau_2^{1/2})}, \quad \text{式 3-2}$$

$$\tau = \frac{d^2}{\alpha}, \quad \text{式 3-3}$$

ここで b は熱浸透率, τ は熱拡散時間, d は層厚, α は熱拡散率, 添字 1, 2 はそれぞれ第 1 層目, 第 2 層目を示す. 図 2(b)の縦軸と最高到達温度と温度曲線で囲まれた領域を温度曲線における面積熱拡散時間とすると, A はレーザーフラッシュ法で測定した面積熱拡散時間, A' は熱抵抗ゼロを仮定して計算された面積熱拡散時間であり, $A-A'$ を求めることで熱抵抗を算出できる.

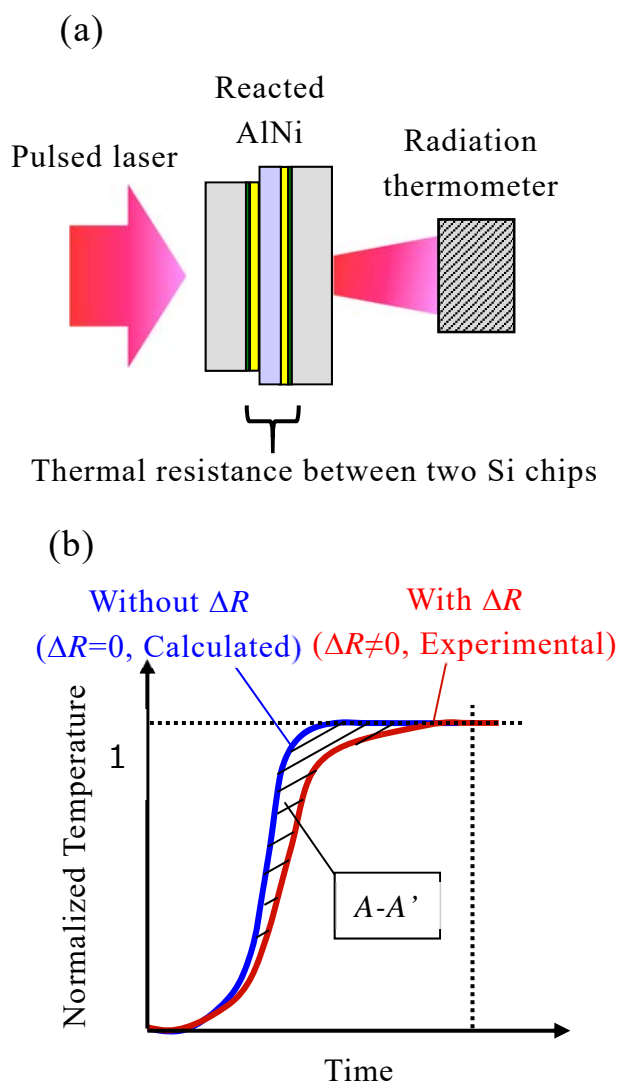


図 3-3 Schematic diagram of laser flash method and (b) schematic model of areal heat diffusion time in temperature history curves obtained by laser flash measurement.

3.3 実験結果と考察

図 3-4 (a)に Sn-3.5Ag 層の厚さと熱抵抗の関係を示す．接合圧力 20MPa の熱抵抗は $1.5\sim 4\times 10^{-6}\text{m}^2\text{K/W}$ ，3MPa の熱抵抗は $4\sim 8\times 10^{-6}\text{m}^2\text{K/W}$ であり，接合圧力の違いにより数倍の熱抵抗の変化が認められた．一方，Sn-3.5Ag 層厚さに対する依存性は顕著には認められなかった．図 3-4 (b)には，Sn-3.5Ag，NiAl，Ni，Cr の初期厚さとこれらの熱伝導率から計算した接合部の理論熱抵抗と実測定から求められた熱抵抗との関係を示す（算出方法は 2.3 節参照）．理論的には破線上に実測定結果が重なるはずであるが，実測定結果の熱抵抗が高い値を示した．

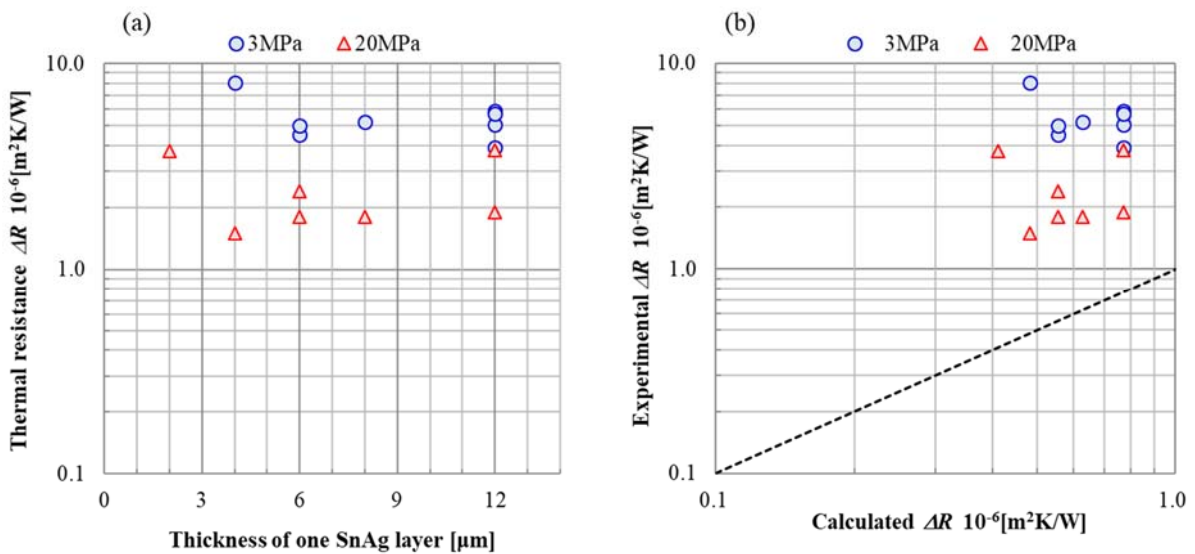


図 3-4 (a) Measured thermal resistance between two Si chips bonded at 3 and 20 MPa (a) as a function of the thickness for one SnAg layer, and (b) compared with calculated thermal resistance.

3.3.1 熱抵抗と接合圧力の関係

ここで接合圧力に伴う熱抵抗の変化について考察するために、接合試料の接合層を超音波顕微鏡 (D9000, Sonoscan) で観察した^{19),20)}。水中に浸漬した試料表面 (Top-side chip) 側から 230MHz の超音波を走査しながら入射し、C-scan モードで反射波を検出する。音響レンズを介して絞られた入射超音波は、試料中を透過しながらはんだ接合部付近の情報を含んだ反射波として検出される。もしも超音波伝播経路にボイドやクラックなどが存在する場合、物質間における音響インピーダンスの違いによって反射強度が変化することから、図 3-5 (a)に示すように試料表面を走査しながら反射波強度をマッピングすると、特定深さにおける接合状態が可視化できる。図 3-5 (b)と(c)に、接合圧力 3MPa と 20MPa で接合した 12 μ m-Sn-3.5Ag 接合試料の SAT 画像を示す。いずれも Al/Ni 層の体積収縮を伴う相変化のためにクラックが発生しているが²¹⁾、20MPa で接合した試料のクラックは 3MPa よりも少なく、クラック間で接合されている面積が広がっている傾向が伺える。この接合面積の広さが熱抵抗を低下させた一つの要因になっていると考えられる。

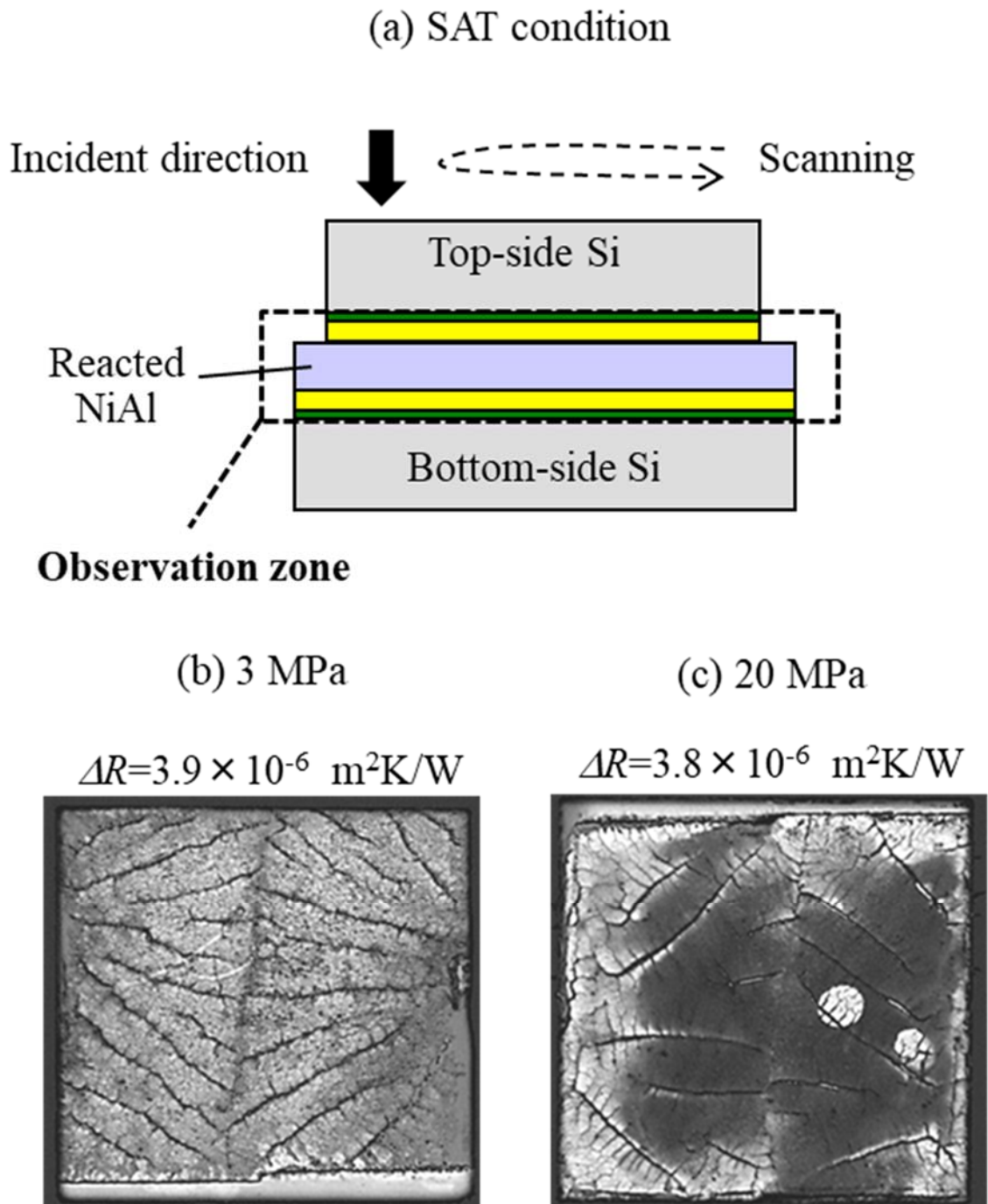
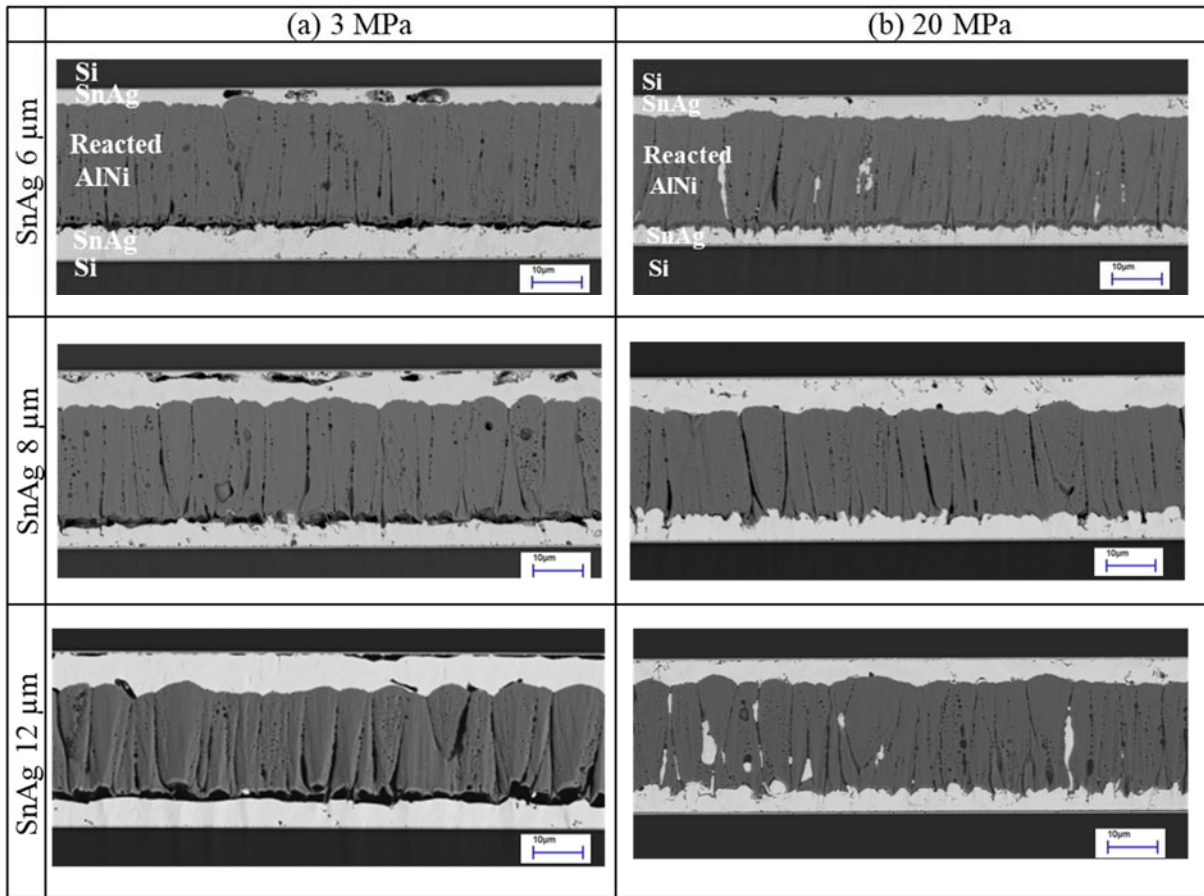


图 3-5 SAT observation (a) condition and SAT images for 12- μm -thick Sn-3.5Ag specimen in (b) 3 MPa bonding and (c) 20 MPa bonding.

3.3.2 熱抵抗に及ぼすボイドの影響

2章では、瞬間はんだ接合試料にボイドが確認されていた。そこで、熱抵抗とボイドの関係を詳細に把握するために、接合部の断面 SEM 観察を実施した。イオンミリング装置を用いて接合部付近の断面試料調製を施した後、SEM 観察を行った。図 3-6 に各圧力で接合した厚さの異なる Sn-3.5Ag 接合部断面の BSE-SEM 像 (BSE: Back-Scattered Electron image) を示す。すべての試料において小さなマイクロクラックが発生している様子が伺える。前項で述べたように、反応後の Al/Ni は全体的に体積収縮するが、接合時、接合部は常に面外方向に圧縮加圧されている。そのため、面内方向の収縮変形は抑制され、結果として図 3-5 の SAT 像で確認されたように面内方向に伝播するクラックが発生したと考えられる。また 図 3-6 (a) の 3MPa 接合試料では、Bottom 側の AlNi/Sn-3.5Ag 界面に大きな空隙状のボイドが形成されている。逆に Top 側の AlNi/Sn-3.5Ag 界面は凹凸を形成しているが、Bottom 側ほどのボイドは確認されないことから、Sn-3.5Ag 層は十分熔融した状態で反応後の Al-Ni 層に密着して凝固したと考えられる。Top 側の Sn-3.5Ag 中に、大きなボイド形成が認められることから同様に、Sn-Ag はんだの熔融および凝固過程が示唆される。一方、図 3-6 (b) に示す接合圧力 20MPa の試料では、Top 側の AlNi/Sn-3.5Ag 界面に 3MPa と同様に良好な濡れ性が認められる。Bottom 側の AlNi/Sn-3.5Ag 界面には若干のボイドが形成されているが 3MPa 接合の試料と比較するとかなり少ないことがわかる。この Bottom 側のボイド形成状態の違いが接合試料の熱抵抗に大きく関係していると考えられ、AlNi/Sn-3.5Ag 界面にボイドの少ない 20MPa で作製した接合試料の熱抵抗が低減したと推察される。また逆に接合圧力が低い場合には Bottom 側の AlNi/Sn-3.5Ag 界面にボイド形成されることで熱抵抗が増加したと考えられる。



☒ 3-6 Cross-sectional BSE-SEM observation images for specimens in (a) 3 MPa bonding and (b) 20 MPa bonding.

3.3.3 はんだ熱影響部の特徴とボイド生成メカニズムの推察

接合後の AlNi/Sn-3.5Ag 界面近傍について金属学的考察を深めるために、ボイドが多く形成された Bottom 側界面に焦点を当て、高倍率で BSE-SEM 観察を行った。BSE-SEM 像では試料に照射された電子線が後方散乱したものを反射電子として観測しており、この反射電子は原子番号の大きさに伴い増加することから、コントラストによって元素種の違いを判別することが可能である。図 3-7 に厚さ 12 μm の Sn-3.5Ag 層接合試料の高倍率断面 BSE-SEM 像を示す。接合圧力によらず Bottom 側の AlNi/Sn-3.5Ag 界面近傍に AlNi と Sn-3.5Ag の中間的なコントラストを示す層が認められる。この層はコントラストの違いから発熱反応中に形成された Ni リッチの AlNi 化合物層であると推察される。

ここで接合部の元素分布を考慮した考察を進めるために FE-EPMA (JXA-8500F, JEOL) による元素マッピングを行った。FE-EPMA では微小に絞った電子線を試料に照射した時に生じる特性 X 線を波長分散型検出器で観測することにより、マイクロメートルスケールの空間分解能を持つ元素分析が可能である²²⁾⁻²⁴⁾。試料調製した接合部断面の 30 \times 30 μm 領域について、電子線加速電圧 15kV、電流 20nA の条件下で Al, Ni, Sn のマッピング分析を行った。

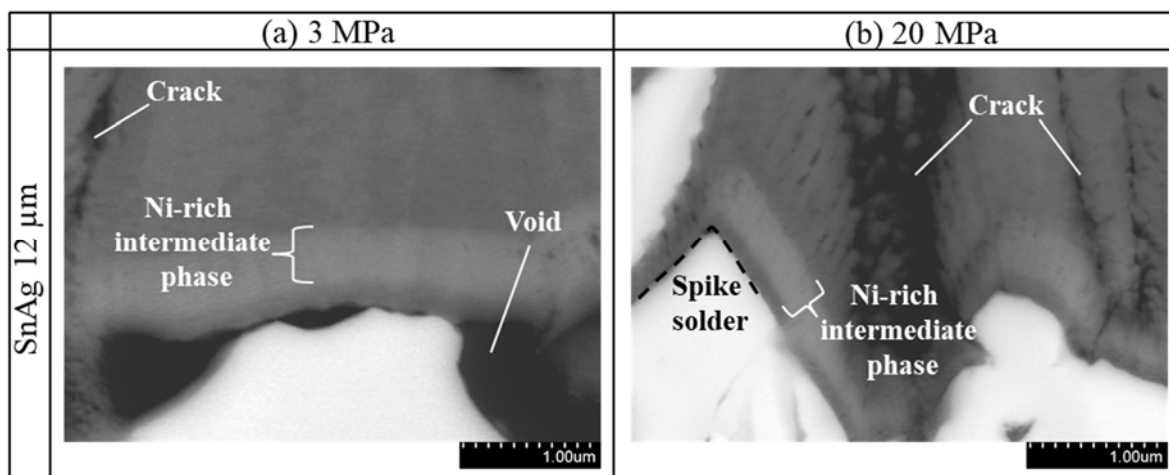


図 3-7 BSE-SEM photographs of the cross-section on the bottom-side interface between AlNi and solder for 12 μm -thick Sn-3.5Ag specimen in (a) 3 MPa bonding and (b) 20 MPa bonding.

図 3-8 に厚さ 8 μm と 12 μm の Sn-3.5Ag 層接合試料における FE-EMPA 元素マッピング結果を示す。厚さ 12 μm -Sn-3.5Ag では Bottom 側 AlNi/Sn-3.5Ag 界面に Ni リッチ層が形成されていることがわかるが、8 μm -Sn-3.5Ag は Al リッチになっている様子が伺える。一方 Top 側 AlNi/Sn-3.5Ag 界面では Sn-3.5Ag 層厚さによらず中間層を示す傾向は認められなかった。しかしながら Top 側と Bottom 側では反応中の熱履歴に大きな違いがあると推察される。AlNi 多層膜を様々な温度で熱処理した場合、2 章で述べたように、 Al_3Ni_2 や Al_3Ni あるいは Al-Ni 系準安定相が形成されることが知られている^{25),26)}。この傾向が Bottom 側に顕著に現れていることから熱履歴の違いが示唆されていると考えられる。ここで Top 側から Bottom 側にかけて Al が緩やかに減少している様子が認められるが、この元素分布については EPMA 特有の影響を受けている事を考慮する必要がある。EPMA で検出される試料からの X 線の強度特性は入射電子線と検出器のなす角度に影響を受けることが知られている²⁷⁾。Al 元素を検出する場合、検出角度は Ni や Sn 元素よりも低角度となり減衰量が大きくなる傾向がある。加えて図 3-6 のように断面試料にボイドやクラックなどによる表面粗さがある場合、特に検出される X 線強度に影響を受けやすくなり、元素マッピングを行うとあたかも Al 元素が分布を持っているような結果を示す可能性がある。なお本実験ではこれらを考慮した考察に基づいた議論を行っている。

Top 側と Bottom 側の熱履歴の違いについては、図 3-8 の Ni 元素分布からも考察される。Top 側の Sn 層付近には Ni 元素の濃化傾向が認められる。この Ni は Si チップ上に下地として成膜した 500nm-Ni 層に由来する可能性が考えられる。しかしながら同じく Ni 膜を成膜した Bottom 側 Sn 層近傍では Ni 元素の濃化は認められない。Sn 中への Ni の拡散係数は非常に高く、温度上昇に伴い増加傾向にあることが知られている^{28),29)}。したがって、Al/Ni 自己伝播発熱反応により Top 側が Bottom 側よりも高温で長時間の熱影響を受けていたことが推察される。反応前、Top-side chip の Sn-3.5Ag 層と Bottom-side chip の Al/Ni 層は分離した状態であり、物理的な接触状態から Al/Ni 多層膜の発熱反応を通じて接合される。すなわち反応直後、向かい合う Top-side chip 表面と Bottom-

side chip 表面との界面には、大きな界面熱抵抗が存在している。そのため、Al/Ni から生じた熱量は Bottom 側よりも Top 側は遅れて伝播すると考えられる。逆に Bottom 側へは Al/Ni 層直下の Sn-3.5Ag 層を伝播して Si chip へ瞬時に放熱することから、Top 側よりも短時間で温度が低い状態になっていると考えられる。すなわち Top-side chip 側の Sn-3.5Ag 層は、Bottom-side chip 側よりも長時間高温に曝されている可能性があり、上述した結果はこの考察に合致している。

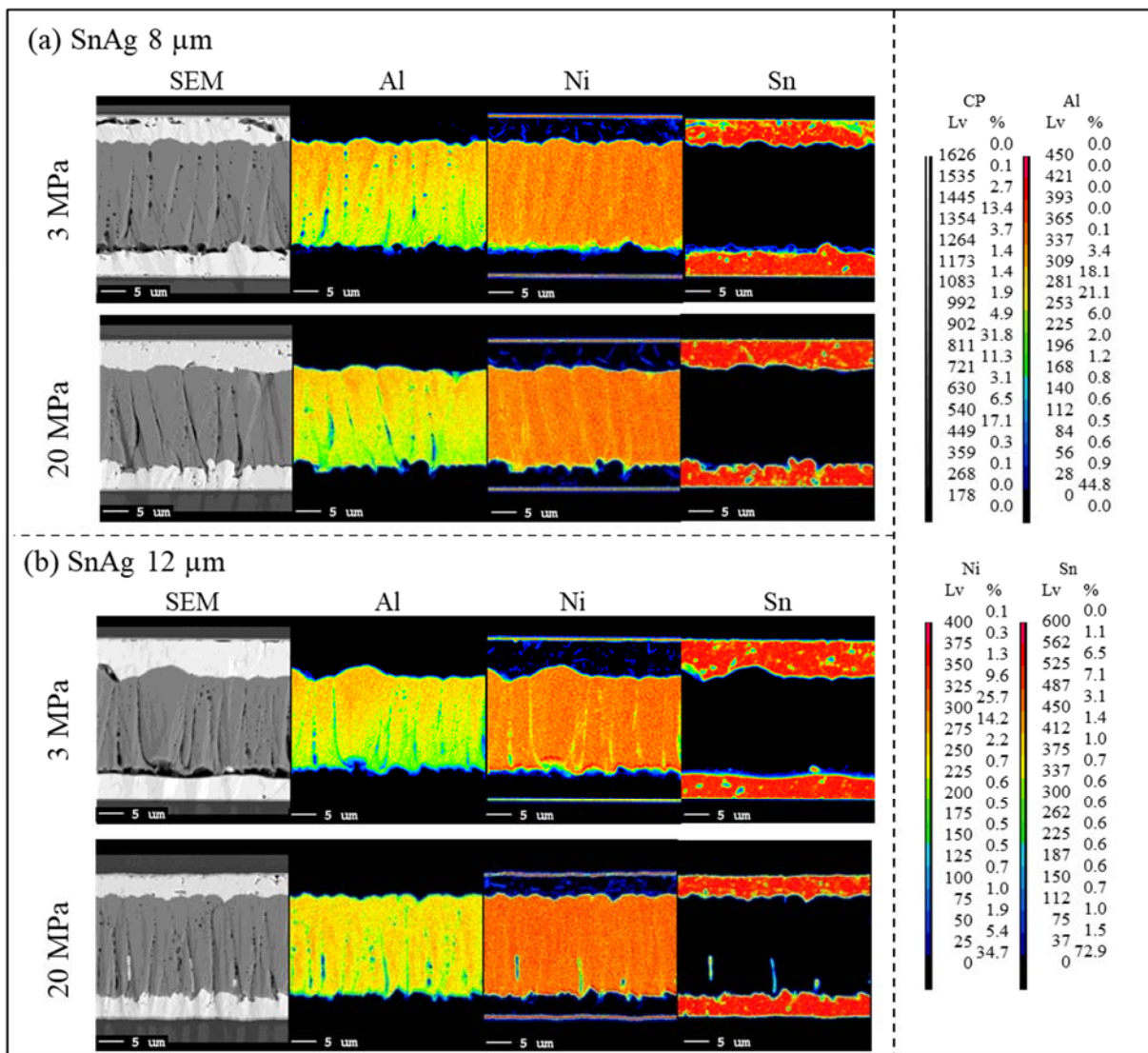


図 3-8 Element mapping images obtained by FE-EPMA for (a) 8- μm -thick and (b) 12- μm -thick Sn-3.5Ag specimens.

以上の議論より，Bottom-side chip 側では十分な高温域を長時間保持されない可能性があることから，Al-Ni 系中間層は Bottom-side 側に優先的に形成されたと考えられる．図 3-9 に 20MPa で接合した 12 μ m-Sn-3.5Ag の BSE-SEM 像を示す．Sn-3.5Ag 層の直上に反応部と未反応 Al/Ni が共存している層が確認できる．Rogachev らは Al/Ni 多層膜の自己伝播発熱反応を部分的に急冷する実験を通じて，反応部と未反応部付近における Al 中の Ni 濃化現象と Al-Ni 中間層の形成を示し，熔融 Al 中への Ni の拡散が発熱反応のメカニズムであるとしている^{30),31)}．図 3-10 に，Al/Ni ナノ多層膜の自己伝播発熱反応による瞬間はんだ接合における，界面ボイド形成と反応伝播のメカニズムの概要を示す．Bottom 側の放熱性が良いことから，Bottom-side chip の Sn-3.5Ag が十分加熱されない状態で Al/Ni 層が反応時に体積収縮を起こすため，Bottom 側 AlNi/Sn-3.5Ag 界面に面内方向の内部応力が発生する．接合圧力が小さい場合，Al/Ni 層の体積収縮が優位となり Bottom 側界面付近に多くボイドが形成されたと推察される．この界面ボイドが接合試料の熱抵抗を増加させた要因であると考えられる．逆に接合圧力が高い場合はボイド形成が抑制されることから熱抵抗を低減させるが可能である．

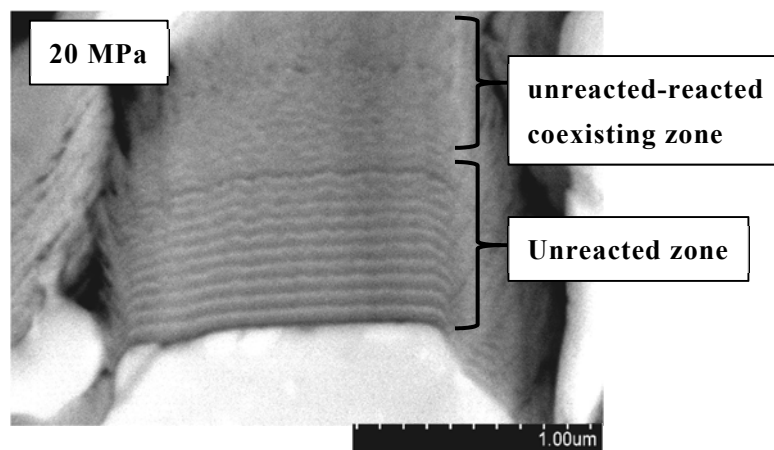
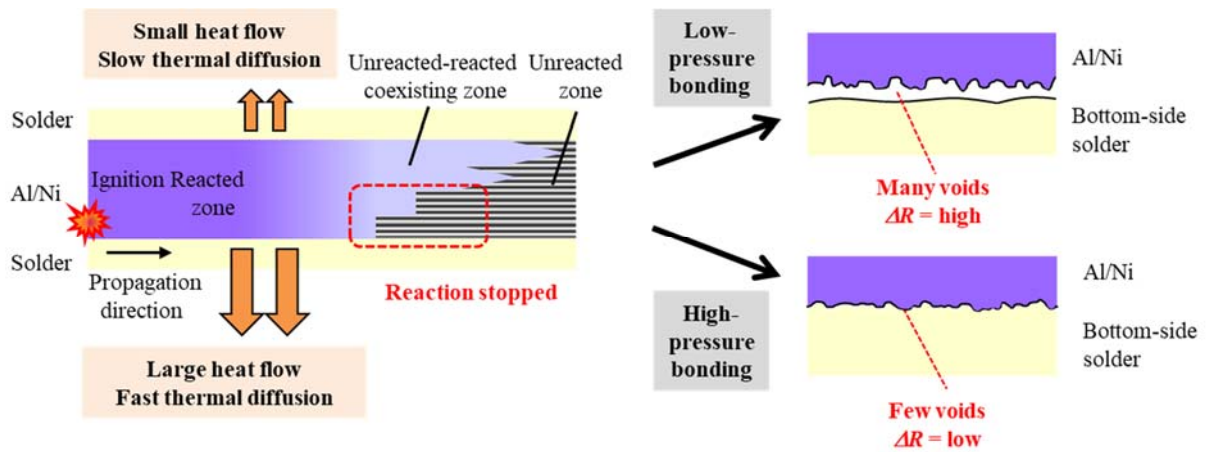


図 3-9 Cross-sectional BSE-SEM image for 12- μ m-thick Sn-3.5Ag specimen at the bottom-side interface.



☒ 3-10 Void generation mechanism related to influence of bonding pressure on thermal resistance.

3.4 本章のまとめ

本章では、Al/Ni ナノ多層膜を用いた瞬間はんだ接合条件において、重要なパラメータの一つである接合圧力と接合部の熱抵抗の関係について実験的に検証した。その結果、ボイド形成状態と熱抵抗に因果関係が認められた。接合圧力を高めることでAlNi/Sn-3.5Ag 界面近傍のボイド形成を抑制可能であることを断面観察および元素分布解析結果から示し、Al/Ni 自己伝播発熱反応を用いて作製したはんだ接合における熱影響部の特徴と界面ボイド生成のメカニズムを推察した。これらの実験結果と考察から、本接合技術における熱抵抗低減の指針を示すのみならず、具体的対策について提言することが可能となった。

3.5 参考文献

- 1) E. Ma, C. V. Thompson, L. A. Clevenger, and K. N. Tu, *Appl. Phys. Lett.* 57, 1262 (1990).
- 2) L. A. Clevenger, C. V. Thompson, and K. N. Tu, *J. Appl. Phys.* 67, 2894 (1990).
- 3) X. Qiu, R. Liu, S. Guo, J. H. Graeter, L. Kecskes, and J. Wang, *Metall. Mater. Trans. A* 40, 1541 (2009).
- 4) J. Wang, E. Besnoin, A. Duckham, S. J. Spey, M. E. Reiss, O. M. Knio, M. Powers, M. Whitener, and T. P. Weihs, *Appl. Phys. Lett.* 83, 3987(2003).
- 5) J. Wang, E. Besnoin, A. Duckham, S. J. Spey, M. E. Reiss, O. M. Knio, and T. P. Weihs, *J. Appl. Phys.* 95, 248(2004)
- 6) G. M. Fritz, S. J. Spey, Jr., M. D. Grapes, and T. P. Weihs, *J. Appl. Phys.* 113, 014901(2013).

- 7) M. H. da Silva Bassani, J. H. Perepezko, A. S. Edelstein, and R. K. Everett, *Mater. Sci. Forum* 225-227, 135(1996).
- 8) A. Varma, A. S. Rogachev, A. S. Mukasyan, and S. Hwang, *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A* 95, 11053 (1998).
- 9) J. C. Trenkle, L. J. Koerner, M. W. Tate, Noël Walker, S. M. Gruner, T. P. Weihs, and T. C. Hufnager, *J. Appl. Phys.* 107, 113511 (2010).
- 10) C. Yang, Y. Hu, R. Shen, Y. Ye, S. Wang, and T. Hua, *Appl. Phys. A* 114, 459 (2014).
- 11) T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita, Y. Nagai, and S. Inoue, *Proc. 19th IEEE Int. Conf. Microelectromechanical Systems (MEMS)*, 2006, p. 286.
- 12) H. Fujita, T. Namazu, and S. Inoue, *Proc. 7th Int. Conf. Advanced Technology in Experimental Mechanics (ATEM)*, 2007, OS05-3-1.
- 13) T. Namazu, K. Ohtani, S. Inoue, and S. Miyake, *J. Eng. Mater.* 137, 031011(2015).
- 14) S. Miyake, S. Kanetsuki, K. Morino, J. Kuroishi and T. Namazu, *Jpn. J. Appl. Phys.* 54, 06FP15 (2015).
- 15) T. Namazu, K. Kuwahara, M. Fujii, S. Kanetsuki, S. Miyake, and S. Inoue, *Sens. Mater.* 28, No2(2016).
- 16) S. Miyake, K. Ohtani, S. Inoue, and T. Namazu, *J. Eng. Mater.* 138, 011006 (2015).
- 17) T. Baba, *Jpn. J. Appl. Phys.* 48, 05EB04 (2009).
- 18) M. Akoshima, T. Tanaka, S. Endo, T. Baba, Y. Harada, Y. Kojima, A. Kawasaki and F. Ono, *Jpn. J. Appl. Phys.* 50, 11RE01(2011).
- 19) J. E. Semmens and L. W. Kessler, *Proc. IEEE Int. Reliability Physics Symp.*, 1997, p. 141.
- 20) G. M. Zhang, D. M. Harvey and D. R. Braden, *IEEE Trans, Adv. Pack.* 29, 271 (2006).
- 21) T. Namazu, K. Ohtani, K. Yoshiki, and S. Inoue, *Proc. Transducers*, 2011, p. 1368.
- 22) T. -C. Liu, Y. -S. Huang and C. Chen, *Electrochem. Solid State. Lett.* 2, P15 (2013).
- 23) C. C. Chang, Y. W. Lin, Y. W. Wang and C. R. Kao, *J. Alloys Compd.* 492, 99 (2010).

- 24) S. C. Yang, Y. W. Wang, C. C. Chang, and C. R. Kao, *J. Electron. Mater.* 37, 1591(2008).
- 25) U. Rothhaar, H. Oechsner, M. Scheib and R. Müller, *Phys. Rev. B* 61, 974 (2000)
- 26) A. S. Edelstein, R. K. Everett, G. R. Richardson, S. B. Qadri, J. C. Foley, and J. H. Perepezko, *Mater. Sci. Eng. A* 195, 13(1995).
- 27) A.A. Shaltout, *Eur. Phys. J. Appl.: Phys.* 37, 291(2007).
- 28) D. C. Yeh and H. B. Huntington, *Phys. Rev. Lett.* 53, 2185(1984).
- 29) S. K. Seo, S. K. Kang, M. G. Cho, D. Y. Shih, and H. M. Lee, *J. Electron. Mater.* 38, 2461(2009).
- 30) A. S. Rogachev, S. G. Vadchenko, and A. S. Mukasyan, *Appl. Phys. Lett.* 101, 063119 (2012).
- 31) A.S. Rogachev, S.G. Vadchenko, F. Baras, O. Politano, S. Rouvimov, N.V. Sachkova and A.S. Mukasyan, *Acta Mater.* 66, 86 (2014).

第4章 Al/Ni 多層膜の最外層厚膜化と接合部の熱抵抗への影響

4.1 序論

第3章では、Al/Ni 瞬間はんだ接合体の熱抵抗低減のため、接合圧力を高めることが有効であることを示した。すなわち、加圧力を大きくすることで、接合後の NiAl とはんだとの界面に形成するボイドを減らすことができ、結果として低熱抵抗な接合部が得られることを確認した。2章および3章の議論を通じ、界面ボイドを減らすためには、SnAg はんだと Al/Ni 多層膜の界面状態を積極的に制御する必要がある。本章ではこれらの界面制御による接合部の熱抵抗低減を主な目的とする。

第2章で述べたように、Al/Ni 多層膜の自己伝播発熱反応で生じるエンタルピーは原子比 1:1 の組成で最大値を示し、また多層膜のバイレイヤー厚さは 100nm で単位質量当たりの発熱量が最大となる。そのため本研究では、60nm の Al 層を成膜した後に 40nm の Ni 層を成膜し、これらを交互に積層することで総膜厚 30 μ m の Al/Ni 多層膜を作製してきた。この場合、前章までに Bottom 側と称した Si 基板上的はんだには Al 層が、Top 側 Si 上のはんだには Ni 層がそれぞれ最外層に配置されることになる。そのため、SnAg はんだと物理的に接触する金属膜は Top と Bottom で異なる。前章ではボイドは Si チップ Bottom 側の境界面、すなわち、Al 層と SnAg はんだの境界に多く形成されていた。本章ではこのことに着目し、Sn と金属間化合物を形成し易く、相性の良い金属である Ni を Al/Ni 多層膜の最外層に配置することで、接合界面のボイド抑制を試みた。そして、最外層金属の厚みを変化させ、低熱抵抗化に向けた効果を調査した。

4.2 実験方法

図 4-1 に、最外層制御を行う Al/Ni 多層膜と接合チップ製造プロセスの模式図を示す。まず、厚み $300\mu\text{m}$ で(001)面が表面の単結晶 Si ウェハを、 $10\times 10\text{mm}^2$ と $10\times 12\text{mm}^2$ の2種類のチップ状にダイシングカットする。前者は下地膜とはんだを成膜するため、後者はこれらに加えて Al/Ni 多層膜を成膜するためのものである。それぞれ Top 側チップ、Bottom 側チップと定義する。ダイシング後、DC マグネトロンスパッタリング装置を用いて厚さ 50nm および 500nm の Cr と Ni を順に成膜する。これらは、次工程で成膜するはんだ膜の Si チップ上への濡れ性を向上させるためである。次に、厚み $12\mu\text{m}$ の Sn-3.5Ag はんだ膜をスパッタリングにより下地膜上に成膜する。このときの Ar ガス圧は 0.2Pa である。その後、下部チップのみに Al/Ni ナノ多層膜を三源 DC マグネトロンスパッタリング装置で成膜する。前述のとおり NiAl 合金化に伴う生成エンタルピーは原子比 1 : 1 が最大となる。また、単位質量当たりの発熱エネルギーには前述のようにバイレイヤー依存性があるが、これはバイレイヤー 100nm 付近で最大値をとる。これらより、Al および Ni をそれぞれ 60nm と 40nm となるように時間制御しながら多層膜化した。

Al/Ni 多層膜の最外層を Al もしくは Ni で統一し、さらにその厚みを従来の 60nm および 40nm から $0.5\mu\text{m}$ 、 $1.0\mu\text{m}$ に増加させ、はんだ接合界面のボイド形成に及ぼす最外層の金属種類と膜厚の影響を調べることにした。Al/Ni 多層膜の総膜厚は前章までと同様、はんだを十分に溶解させることが可能な $30\mu\text{m}$ で統一した。その後、Top および Bottom チップの成膜面を対向させ、チップ上方より 3MPa ならびに 20MPa の加圧を加えた状態で電気刺激により反応誘起させて瞬間はんだ接合を行った。投入電圧は 10V で、2本の電極プローブを Bottom チップ上に成膜した Al/Ni 多層膜に近づけることで生じるスパークで反応誘起させた。すべての接合は $4\times 10^{-4}\text{Pa}$ の高真空中で行った。

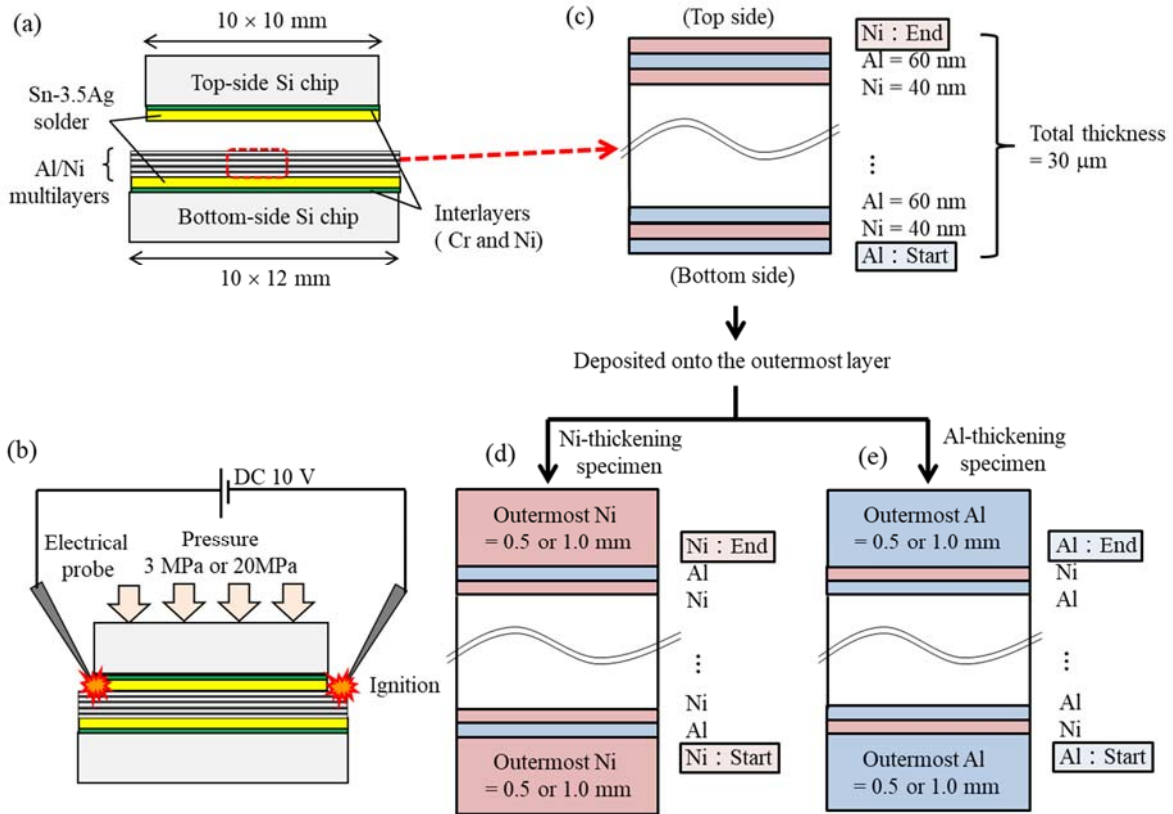


図 4-1 Schematic showing the reactive soldering of two Si chips using reactive Al/Ni multilayers: (a) before bonding and (b) in ignition and bonding. Concept of thickening the outermost layer in the Al/Ni multilayers: (c) non-thickening (d) thickening the outermost Ni layers (e) thickening the outermost Al layers.

接合後，各チップの接合部の熱抵抗を先述したレーザーフラッシュ法で測定した．測定には ULVAC TC7000 を用い，すべての測定を室温雰囲気で行った．図 4-2(a)のように，パルスレーザーを接合体上部チップ側から入射させ，裏面から赤外線放射温度計で温度変化を計測する．典型的な実測データは図 4-2(b)のようになり，温度変化の速度は厚みの二乗に比例し，接合体の熱物性に関係する．この場合，Ni 最外層の Al/Ni 多層膜を用いた接合体における最高温度到達時間が Al 最外層の多層膜を用いた接合体のそれより短いことから，接合部の熱抵抗は Ni 最外層の Al/Ni 多層膜を用いた接合体の方が低いことを表している．

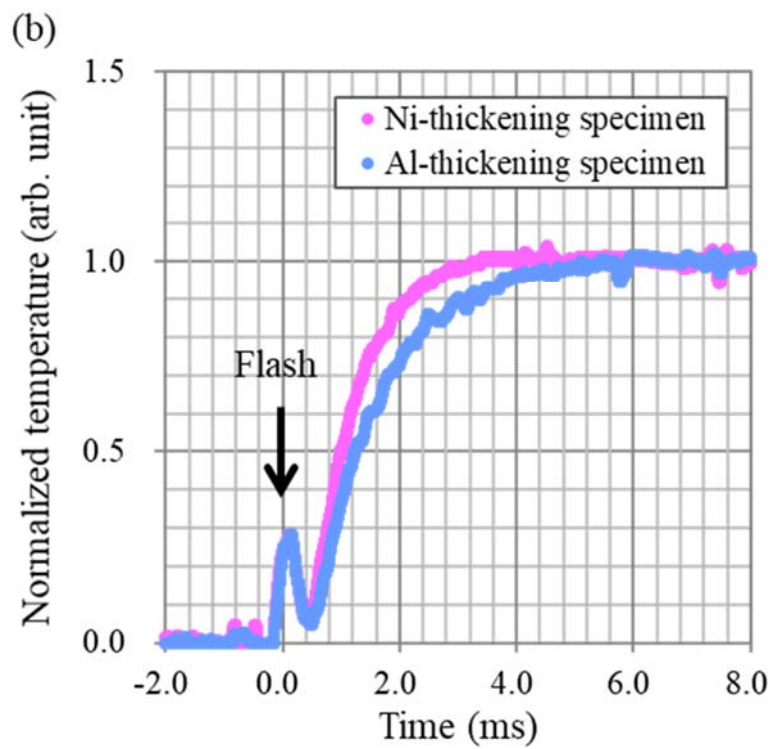
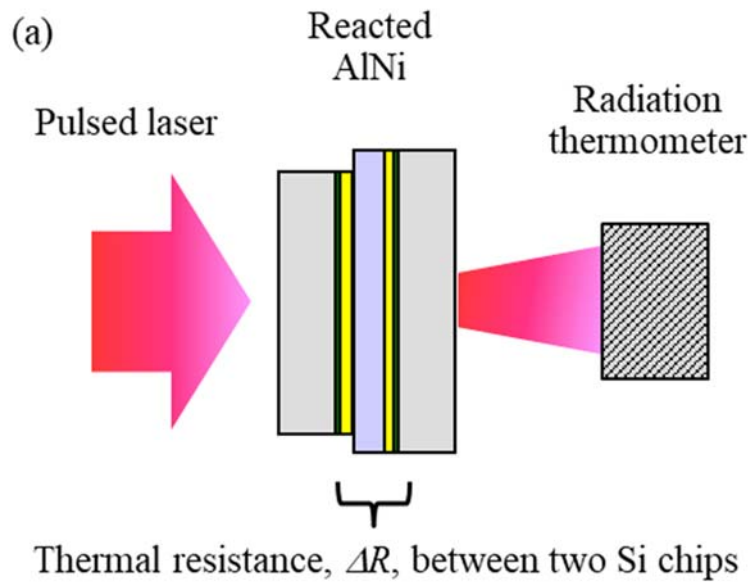


图 4-2 (a) Schematic diagram of laser flash method and (b) typical temperature curves in laser flash measurement of the Ni- and Al-thickening specimens bonded at 3 MPa.

4.3 実験結果と考察

4.3.1 AlNi 多層膜最外層の厚さと熱抵抗の関係

図 4-3 に、各接合体の熱抵抗の平均値 (N=3) を示す。図中の赤および青データは Ni および Al 最外層の Al/Ni 多層膜を使った接合体の結果、グレーデータは最外層制御を行っていない Al/Ni 多層膜 (最下部 Al 層, 最上部 Ni 層) の結果をそれぞれ表している。図より、Al/Ni/Al.../Ni の順で成膜下 Al/Ni 多層膜による接合体の熱抵抗は、接合時の加圧力が 3MPa および 20MPa でそれぞれ $5.1 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$, $2.8 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$ であった。Al/Ni 多層膜の最外層を $1.0 \mu\text{m}$ 厚さの Al にすることで、これらの値が $3.0 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$, $2.0 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$ となり、それぞれ 42%, 29% 低下した。また、最外層 $1.0 \mu\text{m}$ 厚さの Ni の Al/Ni 多層膜を用いた場合、熱抵抗はそれぞれ $2.3 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$, $1.6 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$ であった。なお、最外層の厚みの違いが熱抵抗値に及ぼす影響は小さかった。

以上の結果より、Al/Ni 多層膜の最外層を Ni とすることで、熱抵抗を大幅に低下できることがわかった。しかし、今回の実験で得られた熱抵抗の最低値は $1.4 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{K/W}$ であり、各レイヤーの物性値を用いて求めた理論熱抵抗値より約 50% 高かった (理論値は 2.3 節参照)。これは、接合体に含まれるボイドやクラックなどの空隙が熱抵抗を上昇させている可能性があることを示唆している。

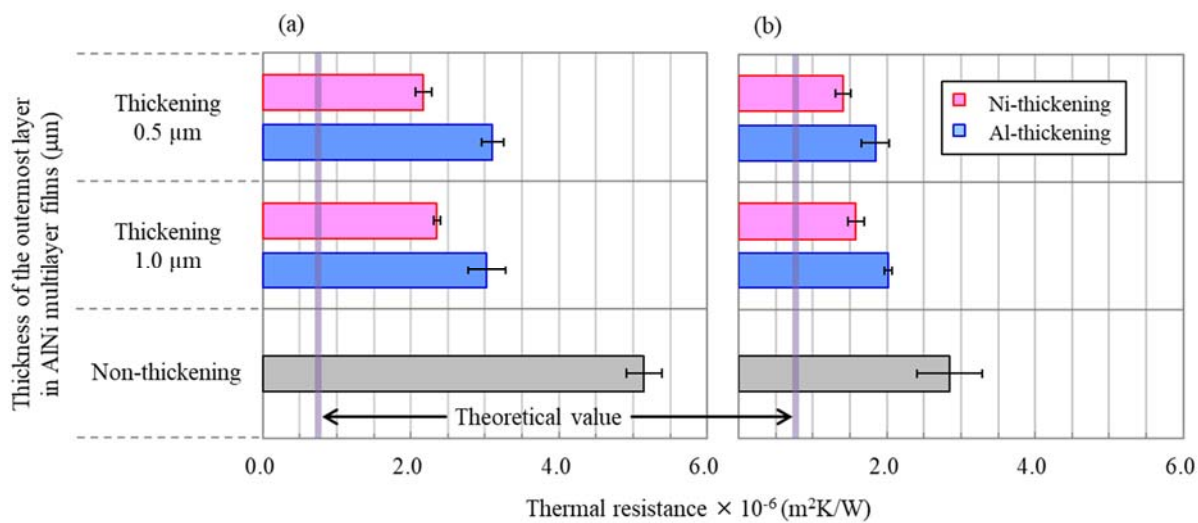


図 4-3 Measured thermal resistance between two Si chips bonded at (a) 3 and (b) 20 MPa.

4.3.2 接合部の熱抵抗に及ぼすクラックとボイドの影響

接合部の状態と熱抵抗との相関を理解するため，超音波顕微鏡装置（SAT：SONOSCAN D9000）で接合部の内部観察を行った．この実験では，図 4-4 に示すように，230MHz の超音波を上部チップ側から入射させ，反射法により 2 枚の Si チップ間の超音波スキャンを実施した．

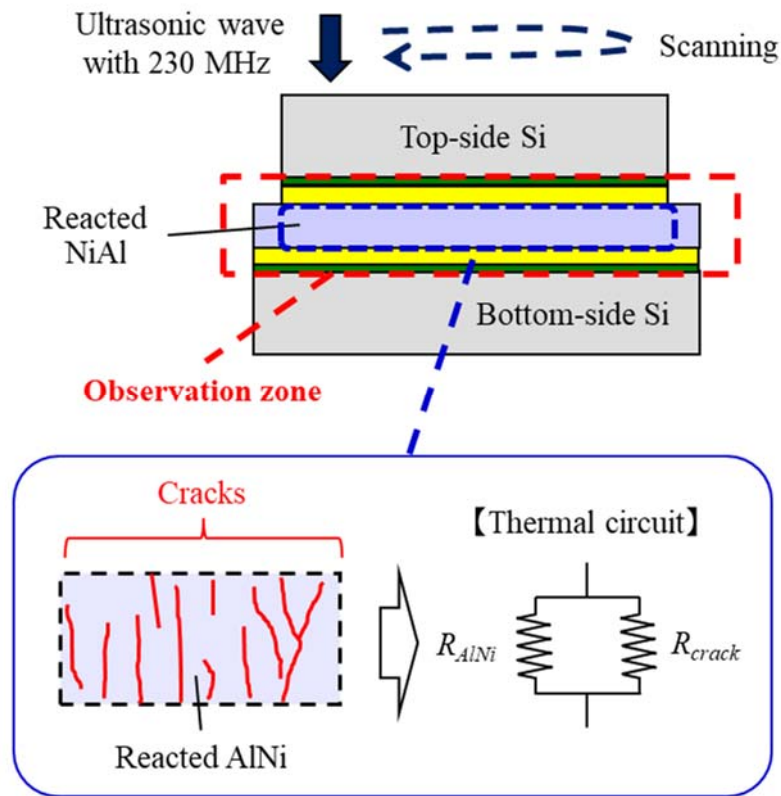


図 4-4 SAT 条件と反応した AlNi 層の熱回路の模式図

図 4-5 は、各接合体の SAT 観察結果の代表例を熱抵抗値とともに記す。SAT 観察像の濃淡は SAT 信号の強弱を表しており、接合状態と直接関係がある。SAT 像の濃い部分は超音波の反射信号が弱いことを意味し、ボイドやクラックが少なく接合状態が良い箇所を表している。ただし、クラックのような大きな空隙は黒色で表現されるため、解釈には注意が必要である。図より、接合体全てにおいて、クラックが形成されていることがわかる。これは反応後の NiAl 合金内部に形成されたものであり、fcc から bcc への結晶構造変化と格子面間隔半減による 12% の体積収縮に基づく。NiAl 化合物生成を伴う発熱反応では体積収縮を生じながら発熱反応が伝播するため、クラック位置ならびに向きと反応伝播方向とは密接に関係がある。今回の 6 サンプルにおいて、接合条件の違いでクラック形成に大きな違いは見られなかった。接合部全体の濃淡を条件ごとに比較すると、最も明度が高い接合体は通常の Al/Ni 多層膜を用いたものであり、次いで Al 最外層の Al/Ni 多層膜の接合体、最も暗いのが Ni 最外層のものであった。こ

れは、接合部全体に含まれるボイドの数が、Ni 最外層接合体では最も少ないことを表している。

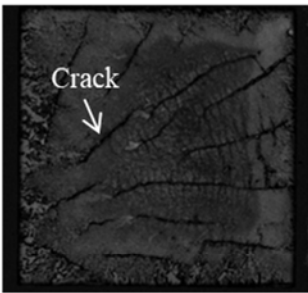

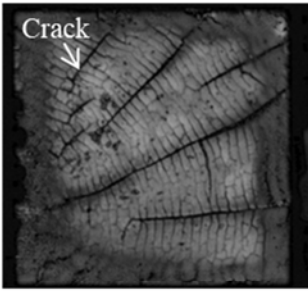
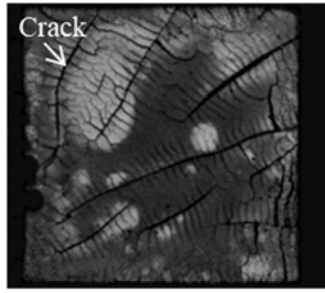

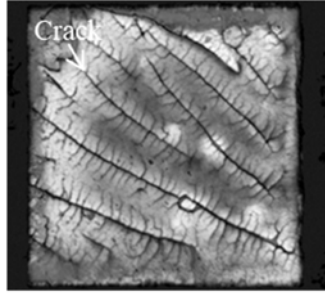
	3 MPa bonding	20 MPa bonding
Ni-thickening specimens	(a) $\Delta R = 2.5 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{K/W}$ 	(d) $\Delta R = 1.5 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{K/W}$ 
Al-thickening specimens	(b) $\Delta R = 3.6 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{K/W}$ 	(e) $\Delta R = 2.0 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{K/W}$ 
Non-thickening specimens	(c) $\Delta R = 5.0 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{K/W}$ 	(f) $\Delta R = 4.5 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{K/W}$ 

図 4-5 SAT images of the Al/Ni-reactively bonded specimens

接合部のクラックが熱抵抗に及ぼす影響を定量的に議論するため、図 4-6(a),(b)に示すように接合体の SAT 像を接合部とクラック部に二値化し、接合面積全体に占めるクラック部分の割合を求めた。その結果、同図(c)に示す加圧力 3MPa 接合体のクラック割合は、一般的な Al/Ni 多層膜を用いた接合体で 11.5%，最外層 Ni ならびに最外層 Al の接合体はそれぞれ 15.7%および 25.6%であった。同図(d)に示す加圧力 20MPa 接合体

のクラック割合もそれぞれ同程度の値を示した。この大小関係は、熱抵抗の大小関係と大きく異なる。この理由として、まず、最外層 Ni ならびに Al の Al/Ni 多層膜を用いた接合体の SAT 像はクラック部とそれ以外の濃淡の差が小さく、接合良好部をクラックと誤認識したことが考えられる。上述のように、クラック以外の箇所では色の濃い部分は接合良好部であるため、これら 2 種類の接合体のクラック割合が相対的に大きくなったと考えられる。接合部に占めるクラックの割合が熱抵抗に及ぼす影響を検討するため、クラックを含む状態での NiAl 層の熱抵抗を推定した。今回の観察結果より、接合体の中の NiAl 層に含まれるクラックは、図 4-4 に模式的に示すように、NiAl 層の厚さ方向に一様に、面内方向に進展するように導入されたことがわかっている。これは、熱伝導の方向 (= 接合体の厚み方向) に平行なクラックであることを意味している。このことから、クラックを含む NiAl の合成熱抵抗は並列和として次式で表される。

$$\frac{1}{R} = \frac{1-\chi}{R_{AlNi}} + \frac{\chi}{R_{crack}} \quad \text{式 4-1}$$

$$R_{AlNi} = \frac{t}{\lambda_{AlNi}} \quad \text{式 4-2}$$

$$R_{crack} = \frac{t}{\lambda_{Air}} \quad \text{式 4-3}$$

ここで、 χ はクラック面積割合、 t は NiAl 層の厚みを表している。 R_{NiAl} ならびに R_{crack} は、それぞれ反応後の NiAl 層ならびにクラックの熱抵抗を示している。 λ_{NiAl} は NiAl 層の熱伝導率 ($\sim 90 \text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)、 λ_{Air} はクラックに空気が充填されていると考えて空気の熱伝導率 ($\sim 0.026 \text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$) を表している。これより、クラック面積割合 χ が 10~30% の範囲で熱抵抗 R を求めると $0.4 \sim 0.5 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{KW}^{-1}$ となり、熱抵抗の変化はクラック面積変化と比べて相対的に小さいことがわかる。つまり、Al/Ni 瞬間接合体に導入されるクラックの配置に基づくと、クラック面積割合が接合体の熱抵抗に及ぼす影響は小さいと言える。

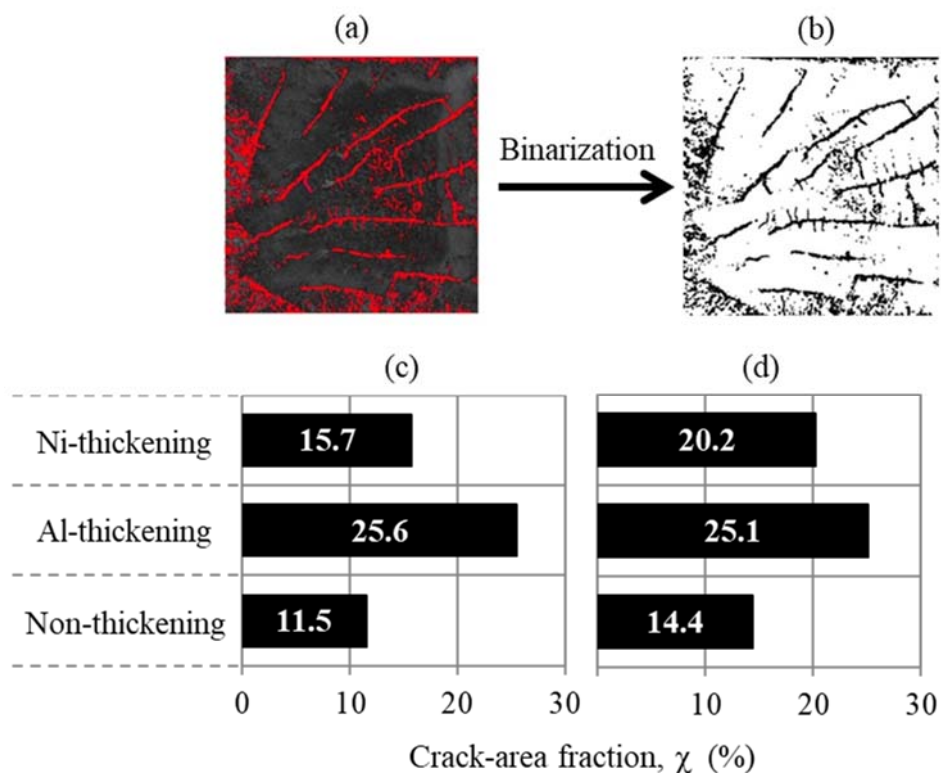


図 4-6 Example of imaging analysis for the SAT image: (a) crack-traced image (b) binarization image. Crack-area fraction, χ for (c) 3 MPa-bonding and (d) 20 MPa-bonding specimens.

接合部の熱抵抗に影響を及ぼす因子として、クラック以外にボイドがある。接合部に形成されるボイドを詳細に観察するため、SAT測定した接合体の断面 SEM 観察を行った。図 4-7 に接合部の断面 SEM 観察結果の代表例を示す。接合体の断面加工には、Ar イオンミリング装置を用いた。加圧力 3MPa の接合体の断面より、SnAg はんだと NiAl の内部には多くの空隙の存在を確認できる。NiAl 層内部の空隙は縦筋状であり、これは図 4-4 で示したクラックであり、いずれの条件でも同様にクラックが導入されていることがわかる。また、空隙は NiAl 層と下部チップ側の SnAg はんだとの界面にも見られ、一般的な Al/Ni 多層膜を用いた接合体には多くの空隙が存在した。これは Al 最外層の Al/Ni 多層膜を用いた接合体にも確認できたが、一方で、Ni 最外層の接合体にはほとんど存在しなかった。Ni 最外層接合体の NiAl と下部ハンダ層との界面にボイドが見られなかったのは、はんだの主要元素である Sn と Ni との相性の良さが関

係していると予想できる。また、加圧力 20MPa の接合体に含まれる空隙は 3MPa 接合体より少ない印象であったが、基本的な傾向は類似していた。

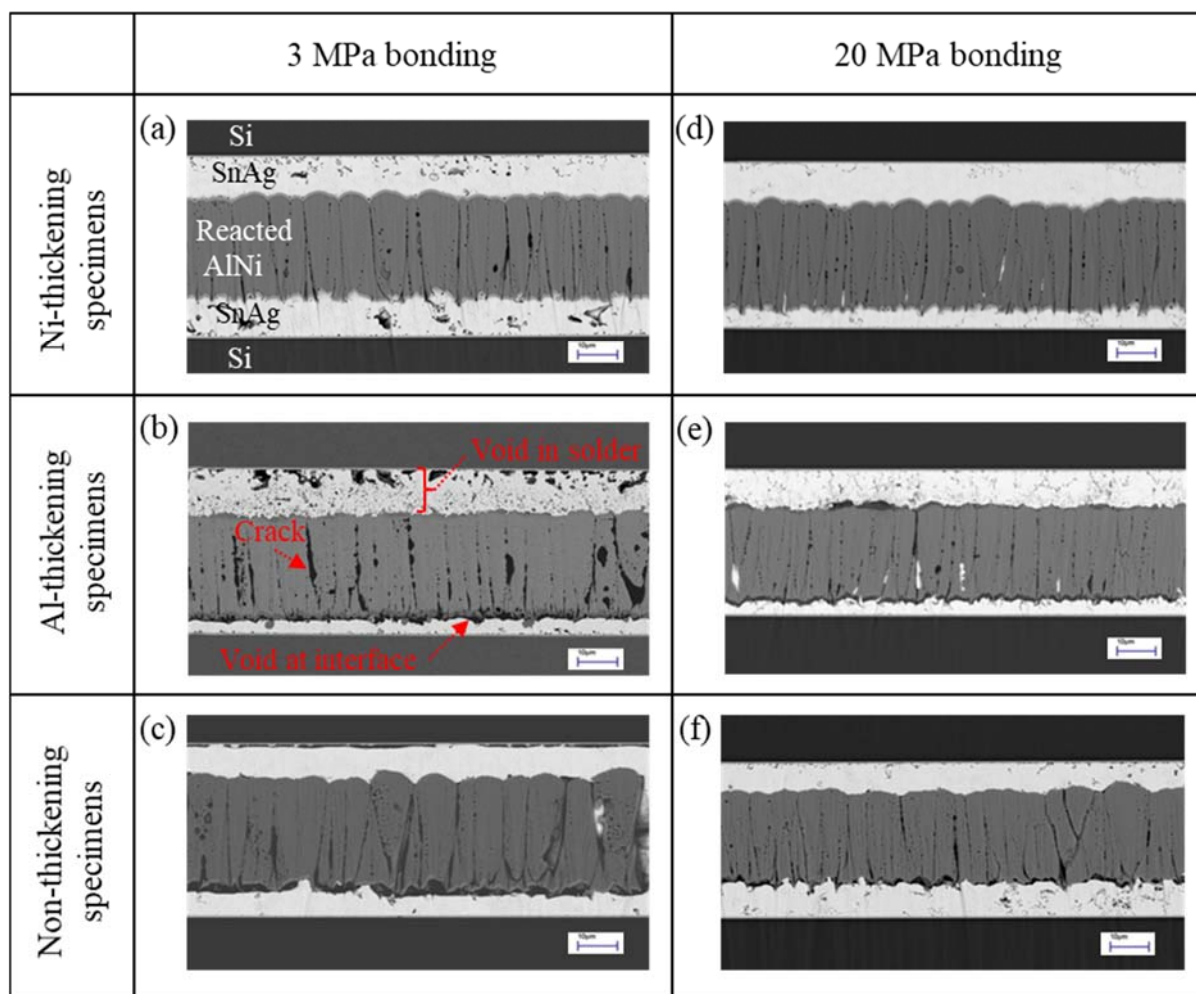


図 4-7 Cross-sectional SEM images of Al/Ni-reactively bonded solder joints.

接合部のボイドが熱抵抗に及ぼす影響を調べるため、図 4-8 のように断面 SEM 像を二値化して接合断面中に含まれるボイドの割合を求めた。ここでは、全体のボイドの割合を求めるだけでなく、はんだ層、NiAl-上部はんだ界面、NiAl-下部はんだ界面の 3 か所のボイド割合を算出した。図 4-9(a),(b)に、各接合体断面のボイド面積割合の算出結果を示す。図中、黒データがはんだ層内のボイド、白データが NiAl-上部はんだ界面のボイド、グレーデータが NiAl-下部はんだ界面のボイドを示している。同図(a)の加圧力 3MPa 接合体の結果より、厚膜化なしのボイド面積割合は 2.8%であり、そのうちの 0.7%がはんだ層、2.0%が NiAl-下部はんだの界面であった。Al 最外層の接合体のボイド割合は 1.6%となり、厚膜化なしの面積割合の約 56%にまで低下した。Ni 最外層の接合体のボイド割合は約 0.5%であり、厚膜化なしの接合体のおよそ 20%であった。これらの接合体のはんだ内部に存在するボイドの割合は 0.5~0.8%であり、最外層厚膜化の効果は大きくはないことを確認した。一方、同図(b)に示す加圧力 20MPa 接合体ではボイド面積割合はさらに低値を示し、Ni 最外層の接合体では 0.1%にまで低下した。このことは、SnAg はんだと接する金属として Sn と好相性の Ni を配置し、接合時の加圧力を高くすることは、接合体内部に含まれるボイド低減に効果があることを示唆している。具体的には、加圧力の増加は主としてはんだ内部のボイド低減に効果があり、最外層厚膜化ならびに Ni 最外層化は NiAl-下部はんだ界面のボイド低減に効果があった。これらのボイド面積割合の大小関係は、同図(c),(d)に示す熱抵抗の大小関係と酷似している。NiAl-上部はんだ界面にはボイドがほとんど存在しないことと、同図(a)に示すようにはんだ内部のボイド割合は最外層金属には依存しないこと、の諸点より、最外層金属の種類が熱抵抗に及ぼす影響は、NiAl-下部はんだ界面に存在するボイドの数が主として関係していると考えられる。

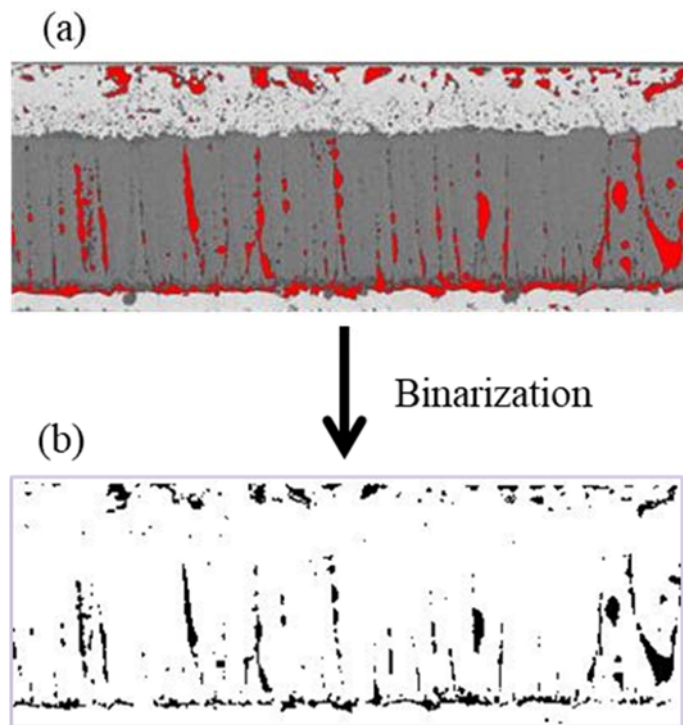


图 4-8 Example of analysis of the cross-sectional SEM images: (a) void-traced image
(b) binarization image.

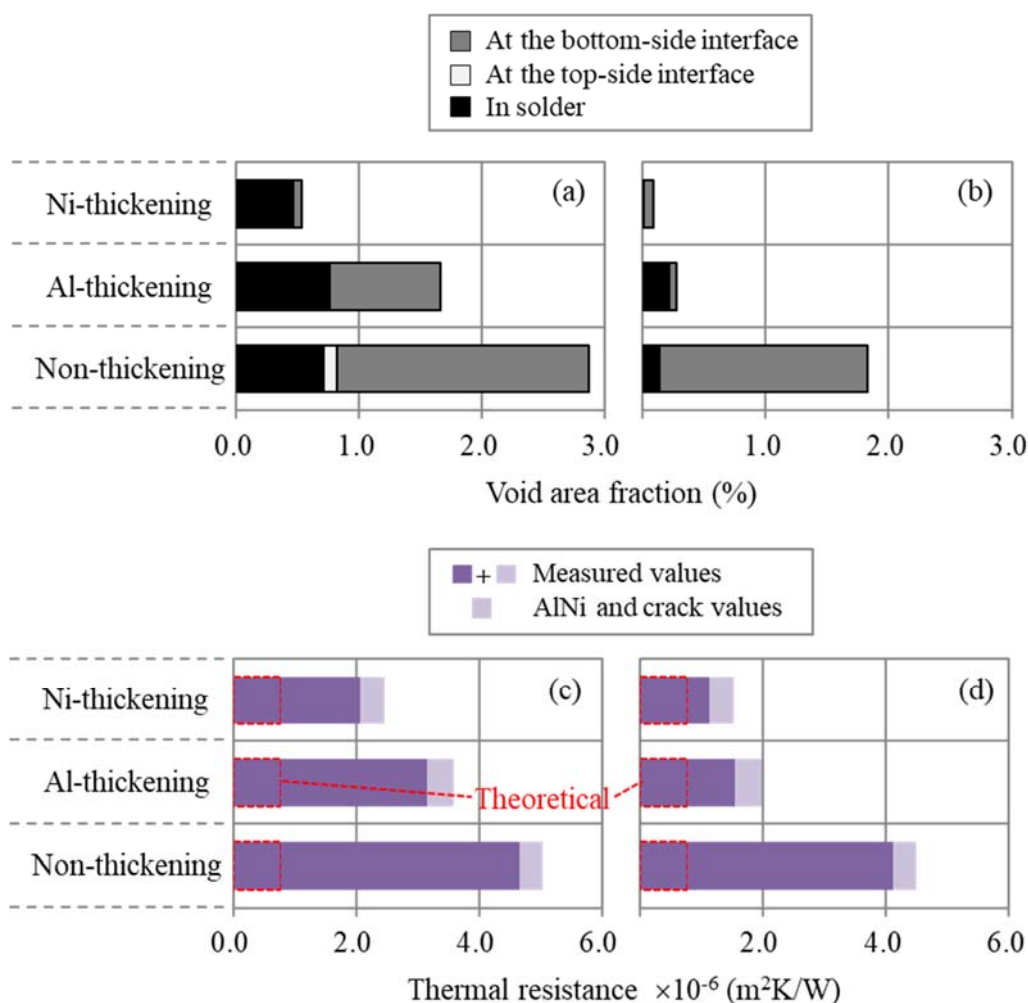
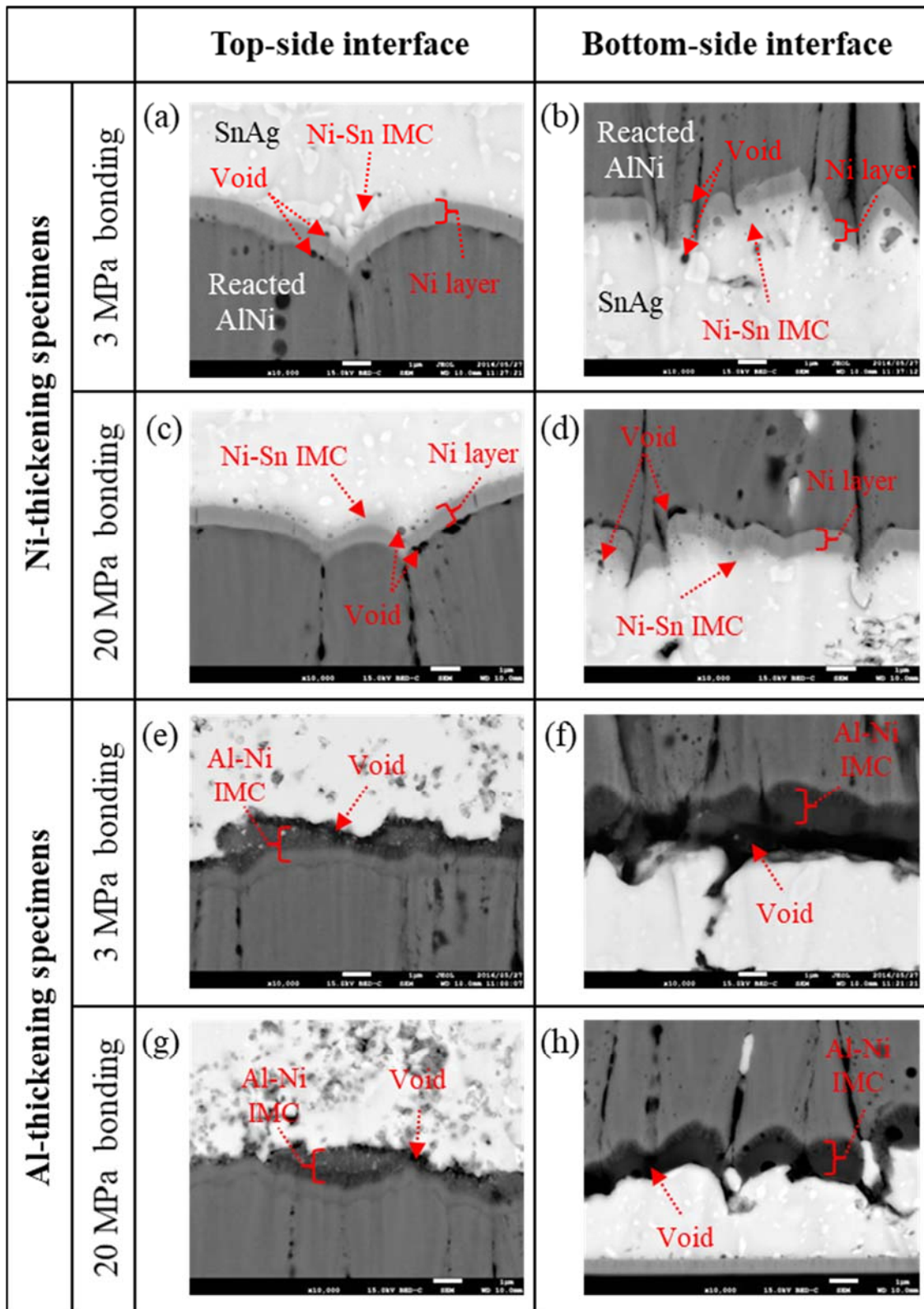


図 4-9 Void-area fraction of (a) 3 MPa-bonding and (b) 20 MPa-bonding specimens. The measured thermal resistance of the same specimens bonded at (c) 3 and (d) 20 MPa, which are identical to SAT observation samples.

断面 SEM 観察より，Ni 最外層ならびに Al 最外層の Al/Ni 多層膜を用いた接合体に含まれるボイドの数は異なっていることがわかった．この理由を考察するため，NiAl 化合物層上下のはんだ境界部分をさらに拡大観察し，両接合体の境界部分の差異を詳細に分析した．図 4-10 は Ni 最外層ならびに Al 最外層の Al/Ni 多層膜に基づく接合体の NiAl 上下のはんだ界面の拡大断面 SEM 像である．これより，Ni 最外層の Al/Ni 多層膜を用いた接合断面において，NiAl-上部はんだ界面は曲率が大きく滑らかな曲線から形成されており，その境界部には Ni 層が存在していることがわかる．その周辺には

極めて小さな円形のボイドが少数ではあるが確認できた。一方、NiAl-下部はんだ界面は曲率の小さい尖った形状であった。こちらにも薄いNi層があり、その周辺に小さなボイドが幾つか見られた。これらに対し、Al最外層Al/Ni多層膜を用いた接合体の断面において、上下のNiAl-はんだ境界部には極めて大きなボイドが存在していた。特にNiAl-下部はんだ境界はほぼボイドで形成されており、この部分が接合体全体の熱抵抗に悪影響を及ぼしていると考えられる。SnAgはんだと濡れ性の良いNiをAl/Ni最外層に配置することで、ボイドの少ないNiAl-はんだ境界の形成が実現できたことを確認できた。



☒ 4-10 Highly magnified cross-sectional SEM images of the top-side and bottom-side interface.

4.3.3 多層膜最外層の接合界面の特徴とボイド低減メカニズム

Al/Ni 多層膜の最外層金属の違いがボイド形成に及ぼす影響を考察するため、接合断面の FE-EPMA 分析を行った。ここでは JEOL JXA-8500F を用い、Ni, Al, Sn 元素に着目して元素マップを取得した。図 4-11 に Ni および Al 最外層の Al/Ni 多層膜で接合した試験片の接合断面 SEM 写真, Al, Ni, Sn 元素マップを示す。図より、Ni 最外層 Al/Ni 接合体では、Ni が上下の SnAg はんだ層に概ね均一に分布していることがわかる。これは Sn と相性の良い Ni が発熱反応時の瞬間的な昇温中に Sn 中に拡散したことを示している。一方、Al 最外層 Al/Ni 接合体では、SnAg はんだ中に拡散した Ni は極わずかであり、その代わりに Al が NiAl との境界に近いはんだ層内部に拡散していた。Al は上部のはんだ層にのみ拡散しており、Ni 最外層 Al/Ni 接合体の Ni とは異なる傾向にあった。これは、元々 Al と Sn が化合物を作らない組み合わせで相性が良くないことに加え、未反応の Al/Ni 多層膜が残存していた NiAl-下部はんだ側は接合前から物理的に接触していたために界面熱抵抗が低く、高温状態にある時間が短かったことが関係していると考えられる。

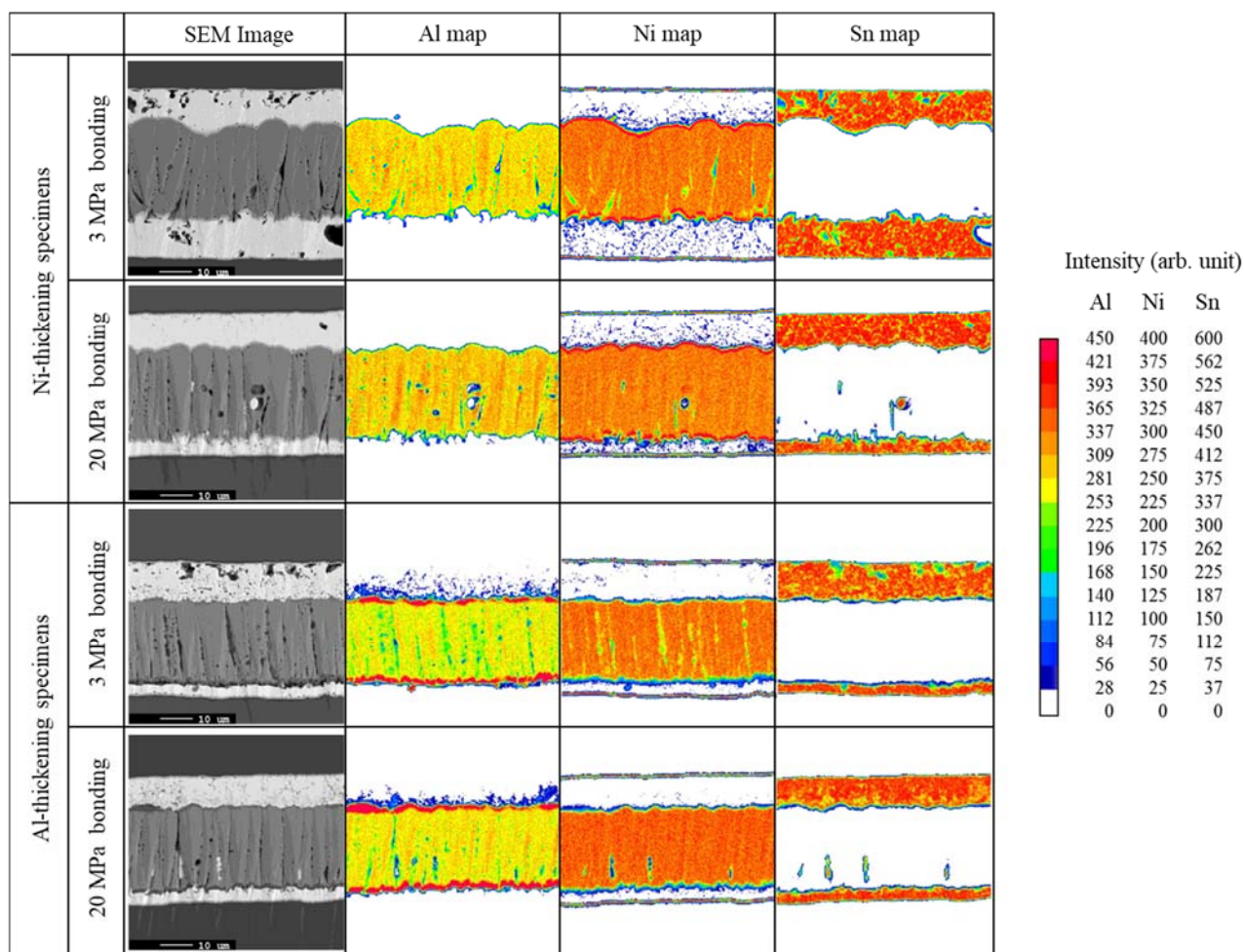


図 4-11 Ni-および Al-厚化試料の FE-EPMA 元素マップ画像。

図 4-12(a)および(b)は、それぞれ Ni および Al 最外層 Al/Ni 多層膜を使った接合体の NiAl-下部はんだ境界の FE-EPMA ライン分析プロファイルの一例である。この接合体の作製時の加圧力は 20MPa である。図より、両方の接合体の NiAl-はんだ界面には周囲と異なる濃淡の層が存在していることがわかる。ライン分析プロファイルより、Ni 最外層 Al/Ni 接合体に見られた境界層は Ni であり、Al 最外層接合体のそれは原子比 1 : 1 以外の NiAl 金属間化合物であることがわかる。さらに注目すべきは Ni 最外層 Al/Ni 接合体のみで見られる SnAg はんだ側のグラデーションであり、この部分は Ni と Sn の双方が存在していることを示している。つまり、この部分は NiSn 金属間化合物層が新たに形成していると考えられる。Sn と相性の良い Ni を SnAg はんだとの接触面

に配置することで、NiAl-はんだ界面に NiSn 金属間化合物を積極的に形成し、このことが結果として境界面のボイド形成を抑制した可能性がある。以上の実験事実を表 4-1 にまとめた。

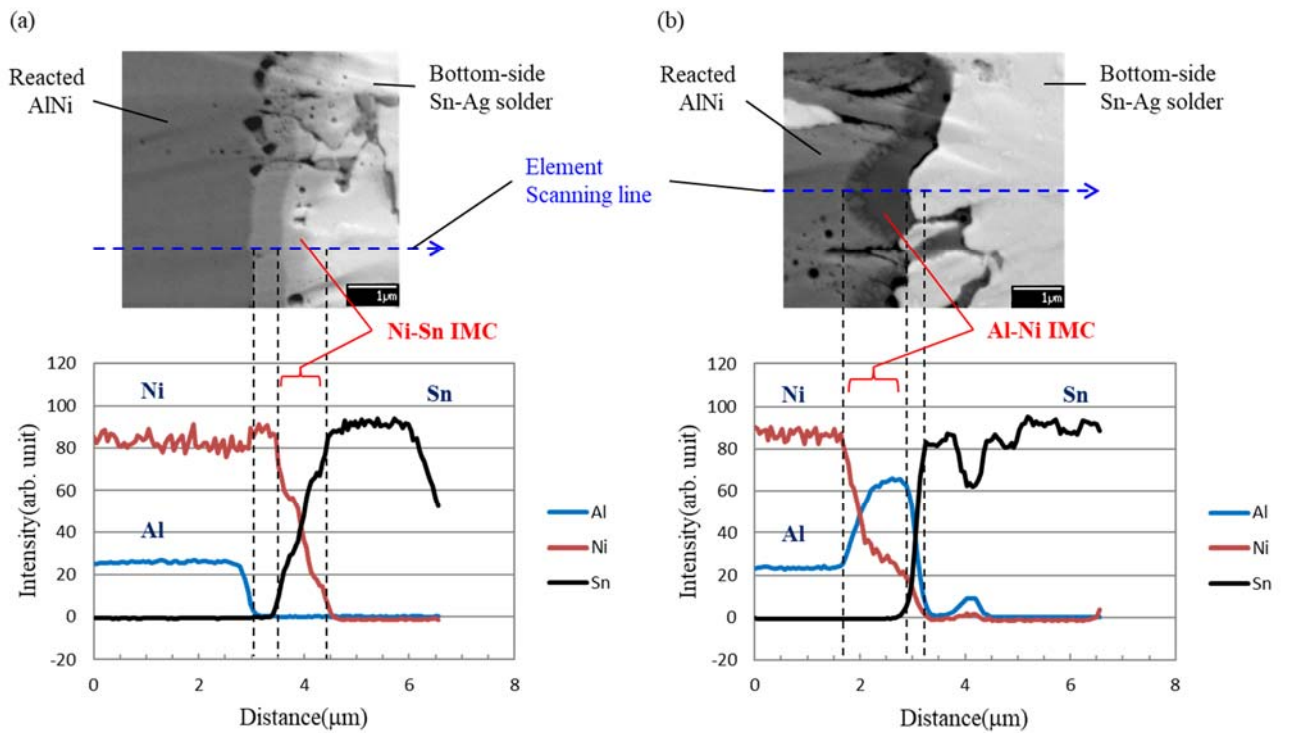


図 4-12 Element line profile obtained by FE-EPMA of the cross section of the bottom-side interface: (a) Ni-thickening and (b) Al-thickening specimens bonded at 20 MPa.

表 4-1 Characteristics of the interface state of AlNi-reactively bonded solder joints in thickening outermost layer

Interfacial state	Case of thickening the outermost Ni	Case of thickening the outermost Al
Layer thickness	Uniform	Not uniform
Diffusion depth from the thickening layer into Sn	Deep	Shallow
IMC layer at the solder interface	Ni-Sn IMC is formed	Al-rich AlNi alloy is formed
Wettability of Sn (Contact angle θ)	Good $\theta \sim 17^\circ$ ^{26,27)}	Poor $\theta \sim 140^\circ$ ²⁸⁾

図 4-13 に、本研究で得られた結果の基づき、NiAl とはんだとの界面のボイド抑制メカニズムを模式的に示す。Ni は Sn と濡れ性が良いために昇温時にはんだ内部に積極的に拡散し、NiSn の金属間化合物を極短時間にもかかわらず形成した。その結果として NiAl とはんだとの境界のボイドを抑制する効果を生み出したと考えられる。一方、Al ははんだとの濡れ性が悪いため、SnAg はんだ層の内部に広範囲に拡散することはできなかった。NiAl 近傍にのみ Al は拡散できたが、これにより NiAl-はんだ境界の Al と Ni の組成比が異なり、Al リッチな NiAl 金属間化合物層が NiAl とはんだとの界面に形成した。これが関連して界面に多くのボイドが作られることとなったと考えられる。

今回の一連の実験で、異種金属の相性を考慮して界面制御することで、NiAl-はんだ境界のボイドを抑制できた。その結果、従来の Al/Ni 接合体と比較して、約 55%の熱抵抗低減に成功した。実験事実に基づくメカニズムを図 4-13 に示したが、完全解明には至っておらず、Al/Ni 化合物反応の体積収縮時の力学状態の考慮やはんだ内部に元々含まれる空隙の影響等、さらなる検討を行い、ボイド抑制メカニズムの解明を行うべきである。

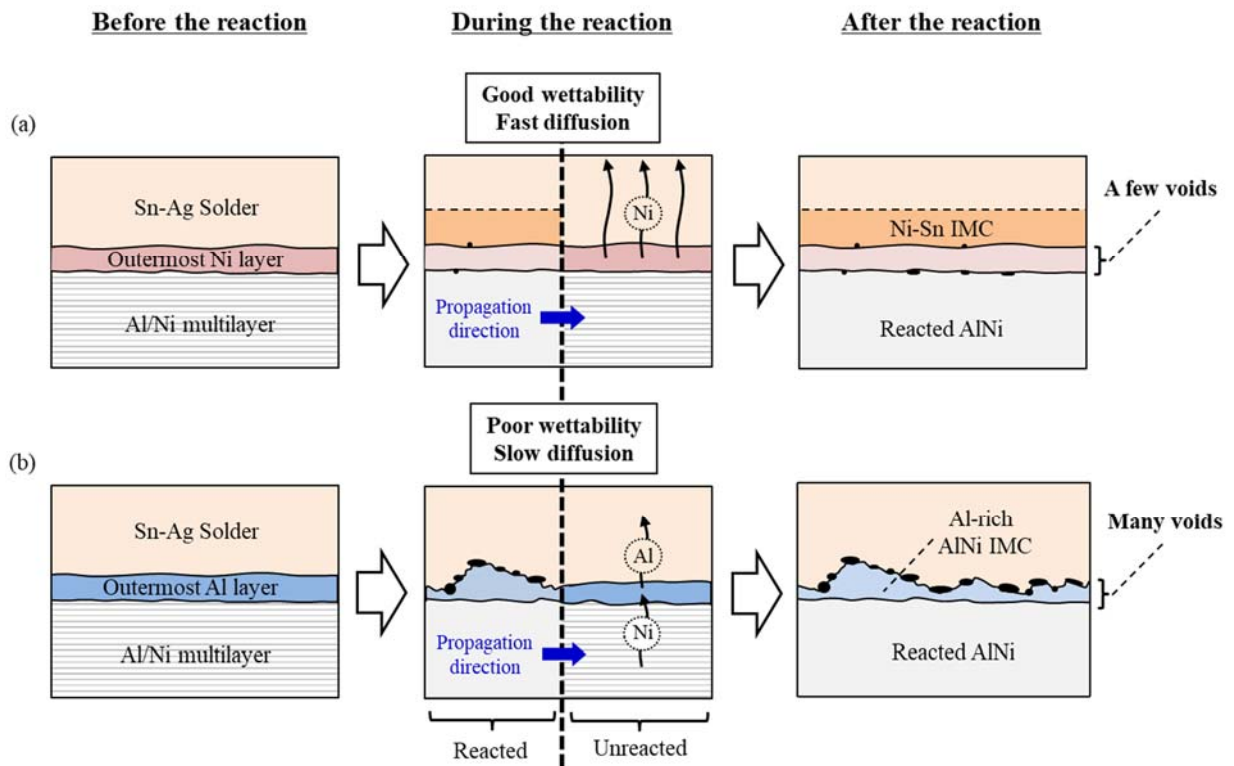


図 4-13 Schematic showing the difference in number of voids generated at the solder-AlNi interface between (a) Ni-thickening and (b) Al-thickening specimen.

4.4 本章のまとめ

本章では、Al/Ni 瞬間はんだ接合体の熱抵抗低減を図るために、Al/Ni 多層膜の最外層の金属を Al と Ni のいずれかに統一してボイド抑制効果を調べた。その結果、Ni 最外層の Al/Ni 多層膜を用いることで、従来の Al/Ni 多層膜と比較して、3MPa ならびに 20MPa 接合加圧時でそれぞれ約 50% の熱抵抗低減に成功した。SAT 観察により反応後の NiAl 層内部にはクラックが導入されていたが、これは接合部の熱抵抗値にほとんど影響を及ぼしていないことを確認した。接合体のはんだ内部ならびに NiAl-下部はんだ境界には多くのボイドが見られ、これが熱抵抗と関係していることを見出した。Ni 最外層の Al/Ni 多層膜を使うと Ni がはんだ内部に積極的に拡散し、NiAl-はんだ界面に NiSn 金属間化合物を形成することがわかった。これらのことが NiAl-はんだ界面のボイド抑制を生み出すことを見出し、結果として熱抵抗の低減を実現できた。

4.5 参考文献

- 1) E. Ma, C. V. Thompson, L. A. Clevenger, and K. N. Tu, *Appl. Phys. Lett.* 57, 1262 (1990).
- 2) U. Rothhaar, H. Oechsner, M. Scheib, and R. Müller, *Phys. Rev. B* 61, 974 (2000).
- 3) S. W. Kuk, H. J. Ryu, and J. Yu, *Metall. Mater. Trans. A* 45, 5691 (2014).
- 4) J.-C. Gachon, A. S. Rogachev, H. E. Grigoryan, E. V. Illarionova, J.-J. Kuntz, D. Yu. Kovalev, A. N. Nosyrev, N. V. Sachkova, and P. A. Tsygankov, *Acta Mater.* 53, 1225 (2005).
- 5) J. C. Trenkle, L. J. Koerner, M. W. Tate, N. Walker, S. M. Gruner, T. P. Weihs, and T. C. Hufnager, *J. Appl. Phys.* 107, 113511 (2010).
- 6) E. Ma, *Mater. Sci. Eng. A* 398, 60 (2005).
- 7) L. A. Clevenger, C. V. Thompson, and K. N. Tu, *J. Appl. Phys.* 67, 2894 (1990).
- 8) J. Wang, E. Besnoin, A. Duckham, S. J. Spey, M. E. Reiss, O. M. Knio, M. Powers, M. Whitener, and T. P. Weihs, *Appl. Phys. Lett.* 83, 3987 (2003).
- 9) P. Swaminathan, M. D. Grapes, K. Woll, S. C. Barron, D. A. LaVan, and T. P. Weihs, *J. Appl. Phys.* 113, 143509 (2013).
- 10) A. S. Rogachev, S. G. Vadchenko, and A. S. Mukasyan, *Appl. Phys. Lett.* 101, 063119 (2012).
- 11) M. D. Grapes, T. LaGrange, K. Woll, B. W. Reed, G. H. Campbell, D. A. LaVan, and T. P. Weihs, *APL Mater.* 2, 116102 (2014).
- 12) K. V. Manukyan, W. Tan, R. J. deBoer, E. J. Stech, A. Aprahamian, M. Wiescher, S. Rouvimov, K. R. Overdeep, C. E. Shuck, T. P. Weihs, and A. S. Mukasyan, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 7, 11272 (2015).
- 13) T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita, Y. Nagai, and S. Inoue, *Proc. 19th IEEE Int. Conf. Microelectromechanical Systems (MEMS)*, 2006, p. 286.

- 14) H. Fujita, T. Namazu, and S. Inoue, Proc. 7th Int. Conf. Advanced Technology in Experimental Mechanics (ATEM), 2007, OS05-3-1.
- 15) T. Namazu, K. Ohtani, S. Inoue, and S. Miyake, J. Eng. Mater. Technol. 137, 031011 (2015).
- 16) S. Miyake, S. Kanetsuki, K. Morino, J. Kuroishi, and T. Namazu, Jpn. J. Appl. Phys. 54, 06FP15 (2015).
- 17) T. Namazu, K. Kuwahara, M. Fujii, S. Kanetsuki, S. Miyake, and S. Inoue, Sens. Mater. 28, 141 (2016).
- 18) S. Miyake, K. Ohtani, S. Inoue, and T. Namazu, J. Eng. Mater. Technol. 138, 011006 (2015).
- 19) S. Kanetsuki, S. Miyake, K. Kuwahara, and T. Namazu, Jpn. J. Appl. Phys. 55, 06GP17 (2016).
- 20) X. Qiu and J. Wang, Sens. Actuators A 141, 476 (2008).
- 21) X. Qiu, J. Zhu, J. Oiler, and H. Yu, Proc. 59th Electronic Components and Technology Conf. (ECTC), 2009, p. 1311.
- 22) T. Baba, Jpn. J. Appl. Phys. 48, 05EB04 (2009).
- 23) G. M. Zhang, D. M. Harvey, and D. R. Braden, IEEE Trans. Adv. Packag. 29, 271 (2006).
- 24) T. Namazu, K. Ohtani, K. Yoshiki, and S. Inoue, Proc. Transducers, 2011, p. 1368.
- 25) Y. Terada, K. Ohkubo, T. Mohri, and T. Suzuki, Mater. Trans., JIM 43, 3167 (2002).
- 26) T. Watanabe, I. Okane, and K. Sasabe, Yosetsu Gakkaishi 48, 7 (1979) [in Japanese].
- 27) T. Watanabe, I. Okane, and K. Sasabe, Yosetsu Gakkaishi 48, 8 (1979) [in Japanese].
- 28) T. Oki, M. Okido, and H. Yokota, Keikinzoku 44, 451 (1994) [in Japanese].
- 29) T.-C. Liu, Y.-S. Huang, and C. Chen, ECS Solid State Lett. 2, P15 (2013).
- 30) C. C. Chang, Y. W. Lin, Y. W. Wang, and C. R. Kao, J. Alloys Compd. 492, 99 (2010).

第5章 Al/Ni 多層膜の自立化と接合部の熱抵抗への影響

Al/Ni 多層膜の瞬間はんだ接合体の低熱抵抗化のため、第3章では接合時の加圧力による効果を検討し、加圧力が高いほど低熱抵抗化することを確認した。第4章では Al/Ni 多層膜最外層の金属の効果を検討し、SnAg はんだの Sn と濡れ性の良い Ni をはんだとの接触金属とすることで NiAl-はんだ境界のボイドを低減でき、これが低熱抵抗化をもたらすことを確認した。本章では、これまで下部チップのはんだ膜上に成膜していた Al/Ni 多層膜を自立化し、2枚のはんだ膜付き Si チップの間に挟み込む方法ではんだ接合体を作製し、低熱抵抗化を目指す。

5.1 Al/Ni 多層膜の自立化と自立膜を用いた瞬間はんだ接合

これまでの研究において、下部チップのはんだ膜上に Al/Ni 多層膜を成膜し、その上にはんだ膜のみを成膜した上部チップを載せて接合してきた(図 3-2, 図 4-1, 図 5-2). Al/Ni 多層膜は原子比 1 : 1 の場合が発熱反応時の生成エンタルピーが最大となり、かつ、単位質量当たりの発熱エネルギーが最大となるバイレイヤーの最小値が 100nm のため、これらの条件を満たす Al/Ni 多層膜を作製してきた。この条件で Al/Ni 多層膜を作るには、まず Al を 60nm 成膜後に Ni を 40nm 成膜し、これらを繰り返すこととなる。この場合、下部チップのはんだ膜上にまず 60nm の Al 層が成膜され、次いで 40nm の Ni 層、これらの繰り返しで下部チップ最表面は 40nm の Ni 層となる(図 5-1(a)). この状態で瞬間はんだ接合した結果、同図(c)のように NiAl-下部はんだ境界にボイドが発生し、その結果として熱抵抗値が 3MPa および 20MPa 接合でそれぞれ $5.2 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{KW}^{-1}$ と $2.8 \times 10^{-6} \text{m}^2 \text{KW}^{-1}$ にであった(同図(b)). この接合体の NiAl-上部はんだ境界にはボイドがほとんど見られなかった。NiAl の上下はんだ境界でのボイド有無の理由の一つは、第 4 章で述べたように、はんだを構成する Sn と Ni の濡れ性の良さであった。これを確認するため、下部チップのはんだ膜上に先に 40nm の Ni を成膜し、原子比 1 : 1 の Al/Ni 多層膜を形成して瞬間接合を行い、ボイド形成と熱抵抗を調べた。その結果、Ni と直接物理接触した NiAl-下部はんだ境界ではボイドが低減したが、Al と物理接触することとなった NiAl-上部はんだ境界にもわずかしかボイドが見られなかった(同図(d)). この実験事実より、NiAl-はんだ界面のボイド抑制にははんだとの濡れ性に加え、成膜接合界面よりも新規接合面が有効な可能性を見出した。

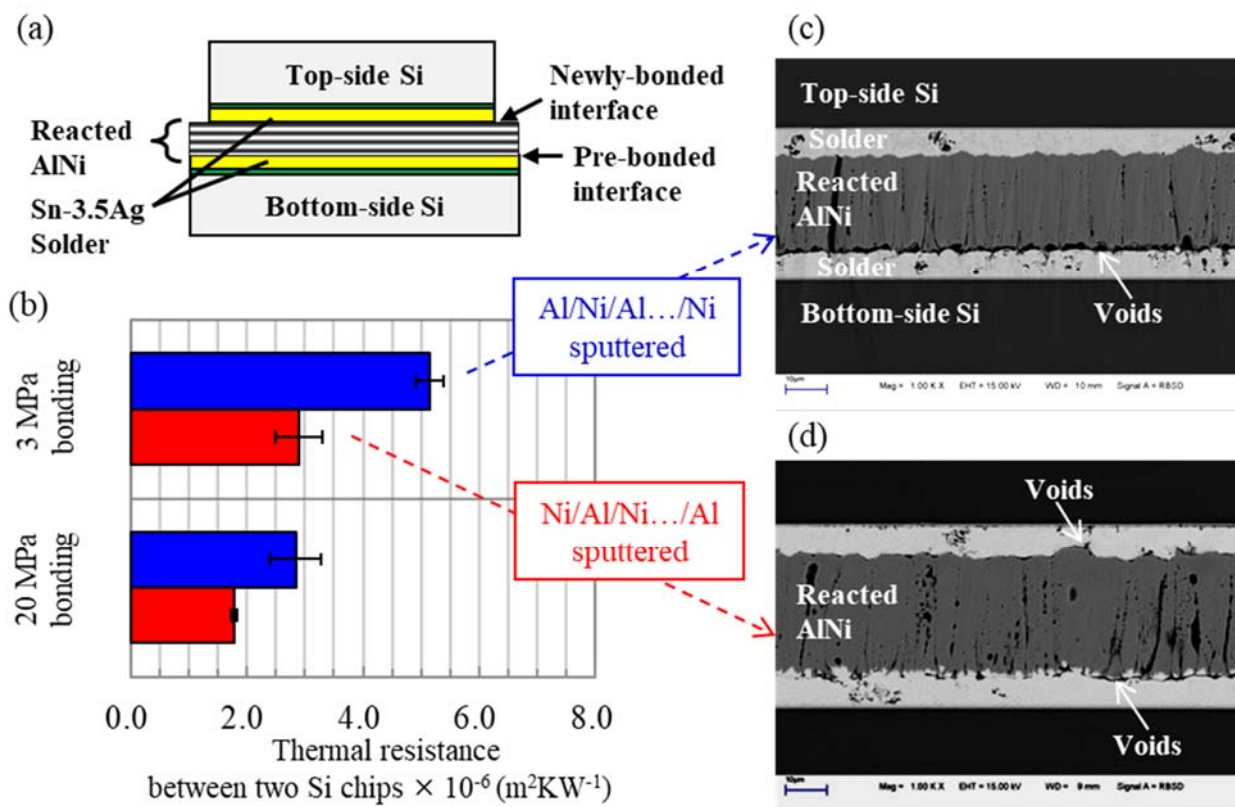


図 5-1 Summary of our previous work. (a) Schematic showing the reactive soldering of two chips. (b) Thermal resistance between two Si chips bonded at 3 and 20 MPa. Blue bars show that Al/Ni/Al.../Ni multilayers are sputtered on the bottom-side Si, and red ones show Ni/Al/Ni.../Al multilayers. Cross-sectional SEM images of the bonded solder joints: (c) Al/Ni/Al.../Ni (d) Ni/Al/Ni.../Al sputtering cases.

以上の予備実験結果より，Al/Ni 多層膜を自立化させることで，上下 2 枚の Si チップとのはんだ接合をともに新規接合面で行うことができ，ボイドの低減が期待できる。図 5-2 に示すように，まず，鏡面研磨した Cu シート上に厚さ $30\mu\text{m}$ の Al/Ni 多層膜を自作の三源 DC マグネトロンスパッタリング装置で成膜する。この際，第 4 章での成果を反映させ，まず 40nm の Ni 層から成膜し， 60nm の Al 層， 40nm の Ni 層，と繰り返し，最表面を 40nm の Ni 層とした。これにより，SnAg はんだとの接触面は必ず Ni 層となる。この場合，Al/Ni 多層膜の上下面共に Ni 層となるため，厳密には，反応後には原子比 1 : 1 から極わずかにずれた組成比を持つ NiAl 化合物ができる。成膜後，

市販の Cu エッチング液 (CuE-3000M made by Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) を用いて Cu シートのみを選択エッチングし, Al/Ni 多層膜を自立化させることとした。

以上の議論に基づき, 本章では Al/Ni 自立膜を用いた瞬間はんだ接合を“自立膜接合”, 従来の下部チップ上に成膜した Al/Ni 多層膜を用いた接合を“成膜接合”と定義する。

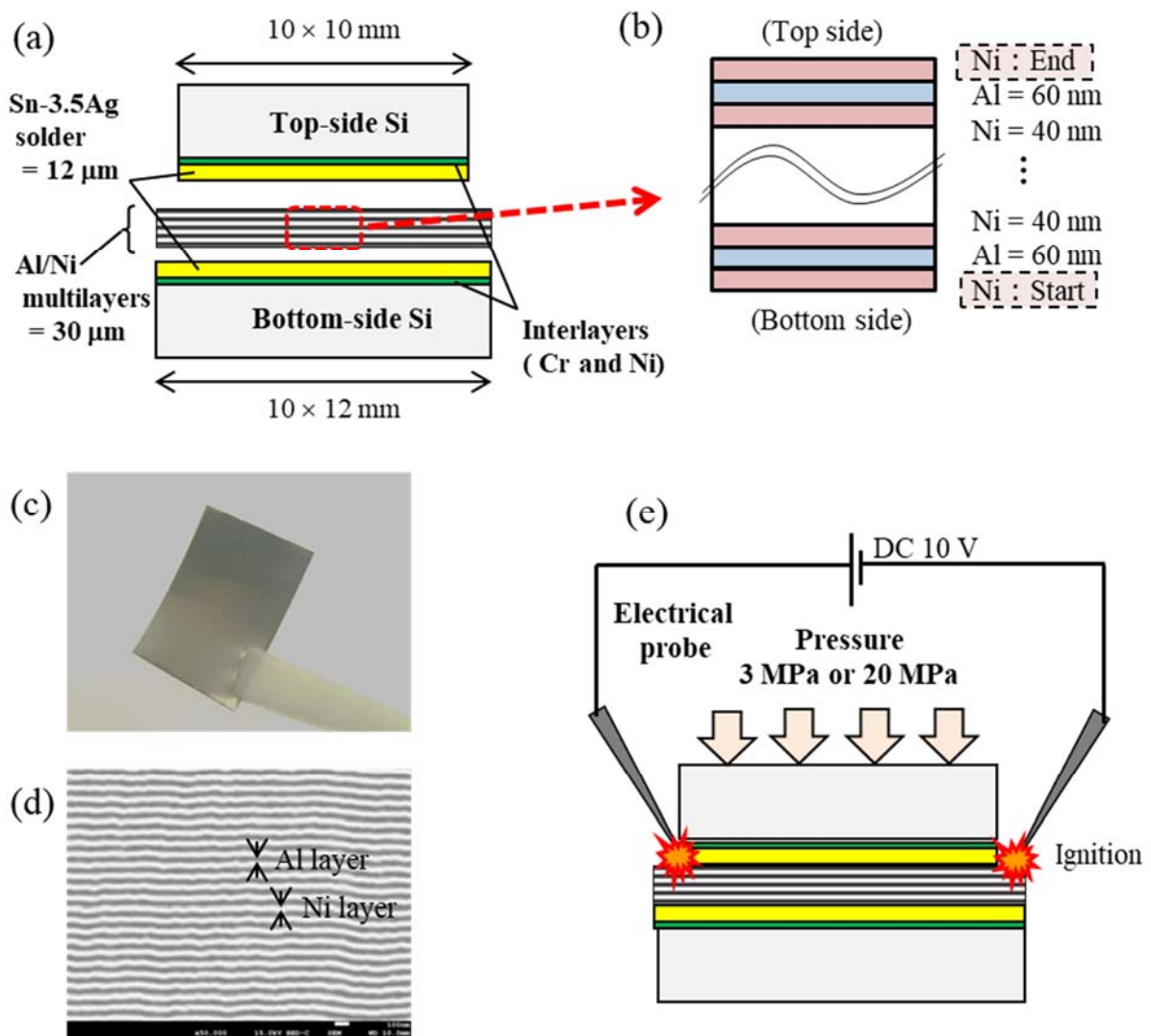


図 5-2 Fabrication of reactively-bonded solder joint. (a) Schematic showing the reactive soldering of two chips using reactive Al/Ni multilayers before bonding. (b) Al/Ni multilayer composition. Free-standing Al/Ni multilayer: (c) exterior photo and (d) cross-sectional image. (e) Schematic of reactive soldering.

5.2 実験結果と考察

5.2.1 Al/Ni 多層膜の自立化と熱抵抗

図 5-3 に、成膜接合と自立膜接合で作製した接合体の熱抵抗測定結果を示す。図中の黒データが成膜接合、ベージュデータが自立膜接合の熱抵抗値であり、同一条件で 3 サンプルずつ測定を行った結果である。加圧力 3MPa の接合において、成膜接合体の熱抵抗の平均値は $2.8 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ であった。これは、2.3 節で見積もった接合部各層の物性値とサイズをもとに算出した理論熱抵抗値 ($0.7 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$) の約 4 倍に相当し、接合部に形成されるボイドやクラックが高熱抵抗化の主要因である。一方、自立膜接合体の熱抵抗の平均値は $2.0 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ であり、これは成膜接合体の熱抵抗値より 29% 低い値である。加圧力 20MPa の接合では成膜接合、自立膜接合ともに概ね $1.5 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ 付近の近い熱抵抗値を示した。これは、3MPa 加圧下での成膜接合体のおよそ半分である。これらの実験結果より、Al/Ni 自立膜を用いた接合は低加圧下での瞬間はんだ接合により効果があることを確認した。

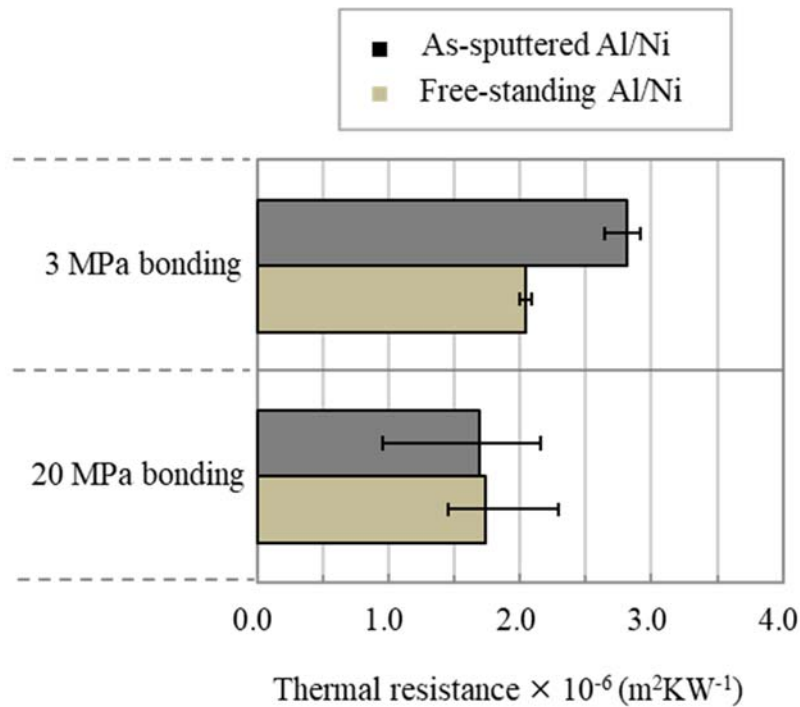


図 5-3 Measured thermal resistance between two Si chips. The measured values are averaged for three specimens. The error bars indicate the difference between the maximum and minimum value.

5.2.2 接合部の熱抵抗に及ぼすボイドの影響

Al/Ni 多層膜の自立化効果を検討するため、まず接合体断面の SEM 観察を行った。図 5-4 に接合体断面 SEM 観察結果の代表例を各接合体の熱抵抗値とともに示す。3MPa 加圧下における成膜接合体の断面には多くの空隙を確認できる。とくに、NiAl 内部や NiAl-下部はんだ界面に多くの空隙が見られる。NiAl 内部の縦筋は、Al/Ni 多層膜の発熱反応後の体積収縮に起因するクラックである。接合時の加圧力を 20MPa に増加させると、これらの空隙やクラックは減少したことがわかる。結果として、高加圧下での接合体の熱抵抗値は低加圧下でのそれより約 24%低下した。一方、自立膜接合体においては、成膜接合体と主として 2つの異なる点が存在した。一つは接合後の NiAl 内部のマイクロクラックが見られないことである。自立膜接合における NiAl 層の断面は極めて平坦であり、成膜接合体で見られた体積収縮に基づく縦筋クラックがほとんど見ら

れなかった. もう一つは NiAl-はんだ境界が平坦なことである. 成膜接合体断面の NiAl-はんだ境界線は大小の凹凸を伴う曲線であったが, 成膜接合体断面の同境界線は概ね直線であった. これと関係して, 成膜接合体の NiAl-はんだ境界近傍に多く見られたボイドは, 自立膜接合体ではほとんど見られなかった.

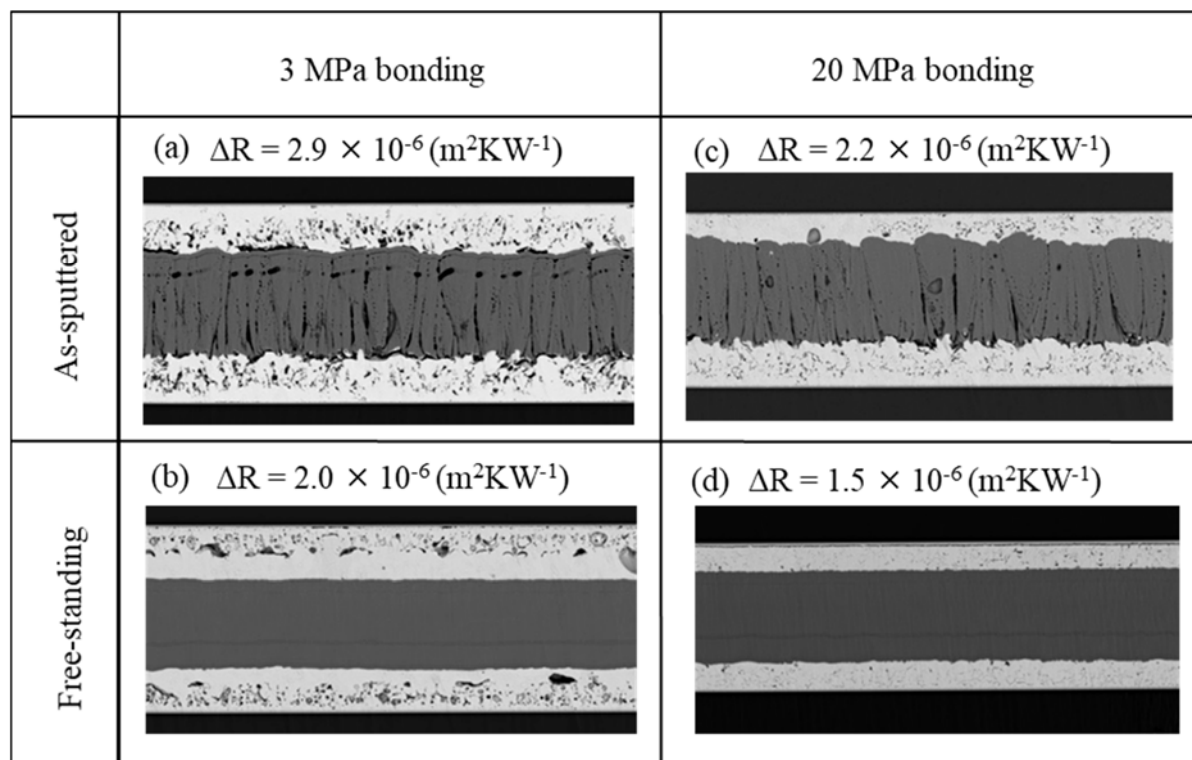


図 5-4 Cross-sectional SEM images of the Al/Ni-reactively bonded solder joints.

Measured thermal resistance for each specimen is also described.

図 5-5 に, 接合体断面のボイド面積割合を整理した結果を示す. 図中の薄グレーがはんだ内部, 赤が NiAl-下部はんだ境界, 青が NiAl-上部はんだ境界でのボイド面積割合である. この測定結果は, 図 5-4 の断面 SEM 写真に基づいており, 画像処理で二値化を行って求めている. 加圧力 3MPa において, 成膜接合体のボイド割合は約 6%であり, その内訳ははんだ内部が 4.0%, NiAl-下部はんだ境界が 1.7%, NiAl-上部はんだ境界が 0.3%であった. 加圧力が 20MPa に増加すると, はんだ内部と NiAl-下部はんだ境界のボイド面積割合が概ね半分に低下した. ボイド面積割合の低下率は, 加圧力が 3MPa か

ら 20MPa に増加することによる熱抵抗の低下率とほぼ等しかった。一方、3MPa 加圧下での自立膜接合体において、断面全体のボイド面積割合は 5.2%であり、これは同条件で作製した成膜接合体よりわずか 14%低い値であった。今回の測定結果より、自立膜接合体のはんだ内部のボイド割合は成膜接合体のそれより多かった。しかしながら、熱抵抗値は、図 5-4 に示したように、自立膜の利用により約 30%も低下する結果が得られている。これらの事実は、はんだ内部のボイドは接合体全体の熱抵抗にそれほど影響を及ぼさないことを示唆している。4 章では、NiAl 部の縦筋状クラックが並列的に熱抵抗に影響し、クラック率が 10%程度変動しても熱抵抗の変化は極わずかであった。これと同様に、はんだ内部のボイドは、並列熱抵抗和と考えられ、接合体全体の熱抵抗に及ぼす影響は小さいと考察できる。なお、スパッタリングによるはんだ成膜において、スパッタガス圧や基板温度などの最適化を行っていないため、多くのボイドが成膜直後のはんだ膜内部に含まれることとなり、接合体のはんだ内部にボイドが残存したと考えられる。しかし、Al/Ni 自立膜を用いることで、NiAl-はんだ境界のボイド割合はおよそ 0.1%と大幅に低下した。加圧力が 20MPa でも NiAl-はんだ境界のボイド割合は極めて低い値を示した。Al/Ni 多層膜を自立化してはんだ接合の熱源として用いることで、接合後の NiAl と上下はんだ層の界面のボイドは大幅に低減し、結果として、低加圧条件であっても低熱抵抗化を実現できた。以上より、Al/Ni 多層膜を用いた瞬間はんだ接合体の低熱抵抗化には、NiAl とはんだとの界面近傍のボイドをいかに抑制するかが重要であり、自立界面を積極的に設定することが重要であると言える。

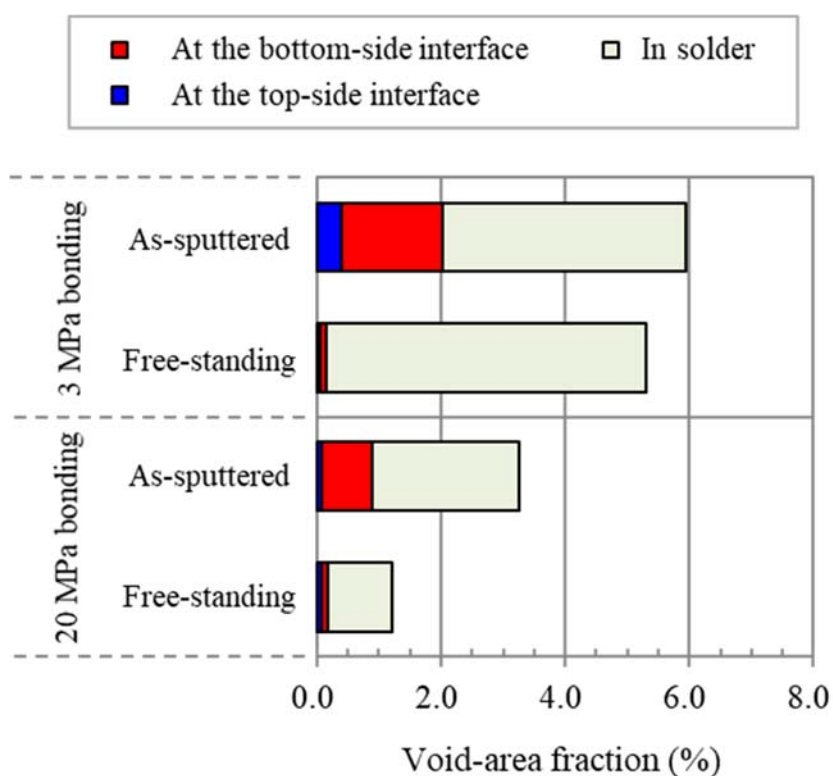
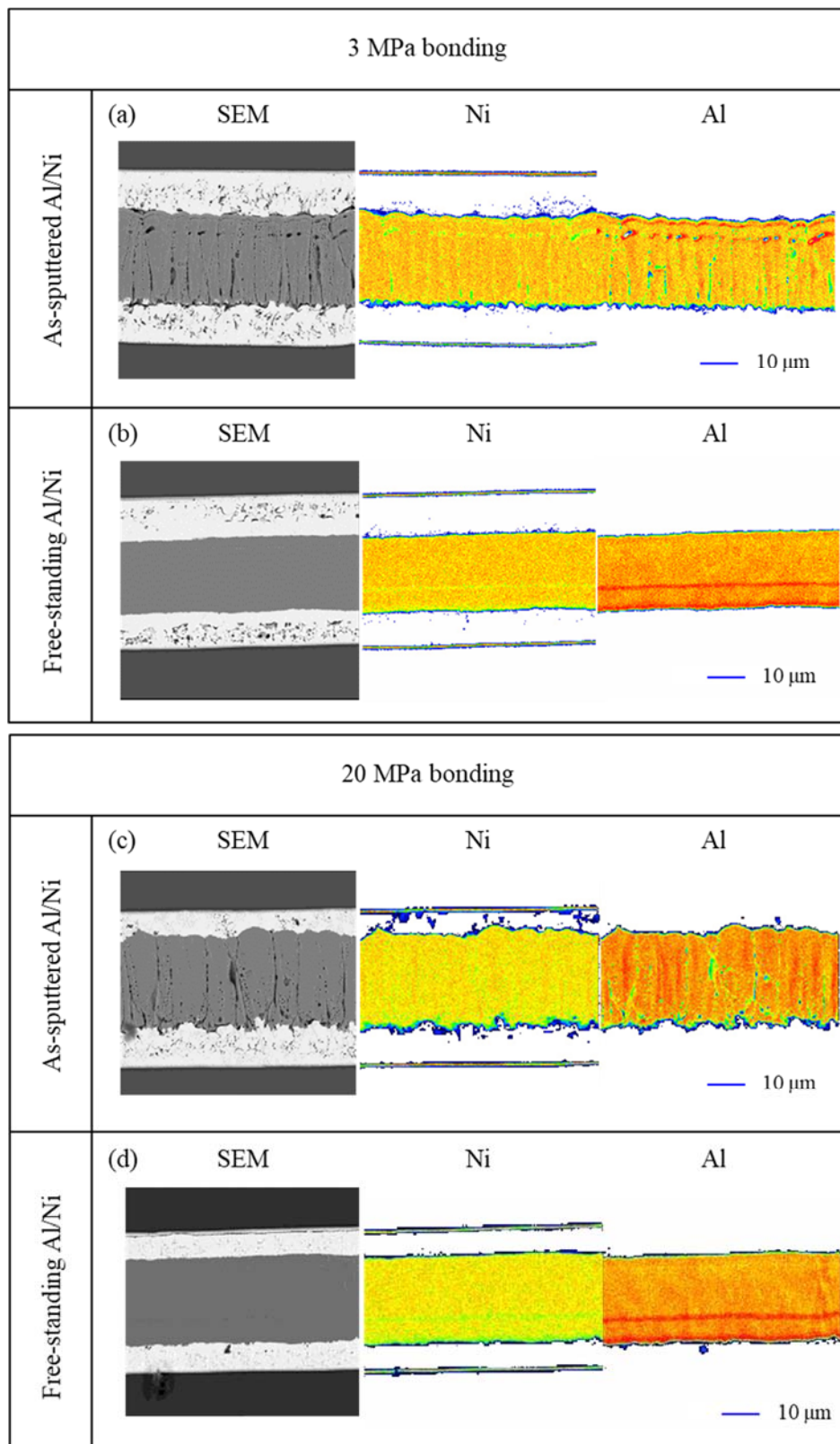


図 5-5 Results of void area fraction analysis for solder parts. The specimens are identical to those used for SEM observation.

5.2.3 自立界面のボイド低減メカニズム

ここで、Al/Ni 多層膜の自立化により、NiAl-はんだ界面のボイド低減を実現できた理由を考察する。そこで、FE-EPMA を用いて接合断面の元素分析を行った。図 5-6 に、各接合体断面の Ni と Al 原子の EMPA マップを示す。すべての接合体において、Ni と Al は概ね NiAl 化合物の部分に分布していることがわかる。図 5-4 に示したように、成膜接合の NiAl-はんだ界面は起伏が大きいことを確認した。はんだ内部には Al はほとんど存在しないが、Ni は若干分布していることが確認できる。これは、Ni が SnAg はんだの中に容易に拡散しやすいことを示しており、5 章の実験事実と一致する。20MPa 加圧下での成膜接合では、Ni がはんだ中により多く拡散していたが、これは接合時の加圧力が大きい方が Al/Ni からのはんだ層への熱伝導効率が優れることを示唆している。また、Ni は下部はんだ層より上部はんだ層の方に多く拡散していた。NiAl-上部はんだ

界面は新規接合面であるため、界面熱抵抗が NiAl-下部はんだ界面より高いと考えられ、このことが、Al/Ni 多層膜の瞬間発熱時に Ni が上部はんだに多く拡散したことと関係していると想像できる。一般的に、界面熱抵抗は温度変化をゆっくりさせるとともに、高温では金属中に原子拡散がより進行する。このことから、上部はんだはゆっくりと加熱され、下部はんだと比較してより長時間融点よりも高い温度で保持されていた可能性がある。その結果、Ni は上部はんだにより多く拡散されたと考えられる。一方、自立膜接合体における Ni 拡散量は、成膜接合体のそれより少ないことがわかる。自立膜接合体では、上下の NiAl-はんだ界面ともに新規接合となるため、上述の説明に基づく2つの完全に分離した熱界面が存在するために Ni ははんだ中により多く拡散できるはずであるが、分析結果は完全に真逆の傾向を示した。加えて、自立膜接合体の NiAl-はんだ界面近傍のボイドは、成膜接合体のそれよりはるかに少なかった。このことは、高温で Ni 拡散が促進し、界面のボイドが少なくなったというこれまでの説明とは矛盾がある。これらの実験事実より、NiAl-はんだ界面に形成するボイドは単に Al/Ni からはんだへの熱伝導効率だけでは説明できず、別の要因が含まれる可能性があると考えられる。



☒ 5-6 Element mapping images obtained by EPMA. Using (a), (c) as-sputtered and (b), (d) free-standing Al/Ni films

はんだ層の熱影響を詳細に調べるため、成膜接合体と自立膜接合体の上下のはんだ層の EBSD 分析を行った。図 5-7 に示す結果より、色の違いは結晶方位の違いを表しており、隣り合う結晶粒と 5°以上の方位差が生じると別の結晶と判断している。図より、成膜接合体に含まれるはんだ層の結晶粒サイズは、自立膜接合体に含まれるそれより大きいことがわかる。今回分析した断面の範囲において、直径 7 μm 以上の結晶粒を含む割合は、成膜接合と自立膜接合で下部はんだ層においてそれぞれ 25.2%と 8.5%であった。自立膜接合において、NiAl 層に近い部分のはんだの結晶粒は Si に近い部分のそれより若干大きいように思われる。一般的に、結晶粒径はアニール温度と時間に大いに影響することが知られている。この知見に基づくと、成膜接合体のはんだ層は自立膜接合体のはんだ層より多くの Al/Ni 発熱にさらされたことを示唆している。言い換えると、自立膜接合体に含まれる熱的影響を多く受けたはんだの体積は小さいと考えられる。これらの FE-EPMA と EBSD 結果より、反応接合時の熱伝導効率は NiAl-はんだ界面近傍のボイド形成に大きな影響を及ぼさなかった可能性があると言える。

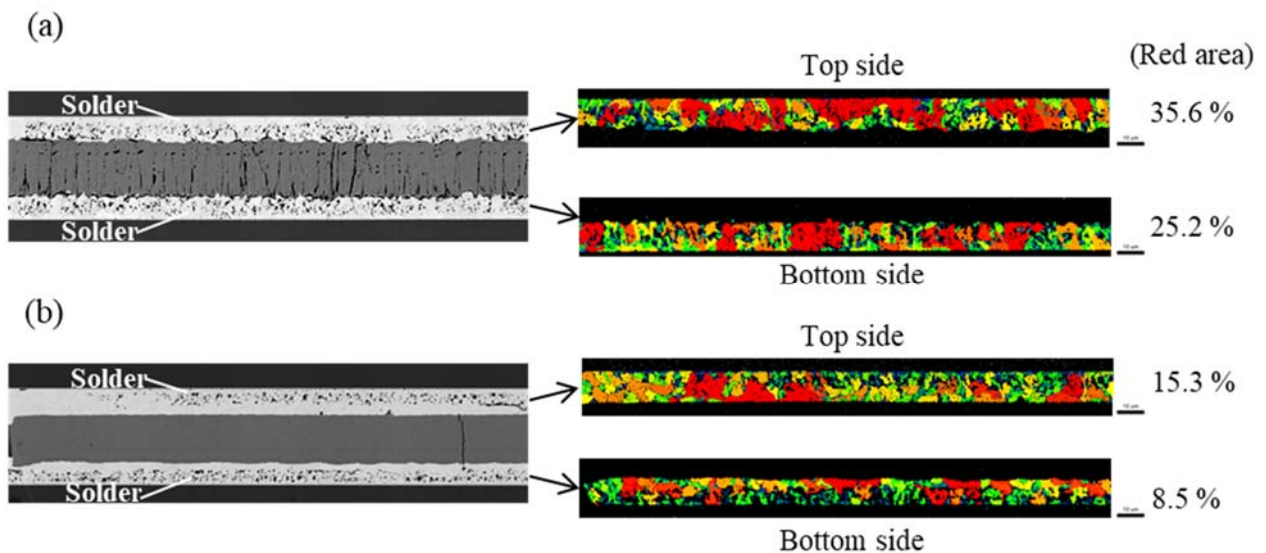


図 5-7 Grain size maps of solder layers analyzed by EBSD: the cases of using (a) as-sputtered and (b) free-standing Al/Ni films. The specimens for the analysis were bonded at 3 MPa.

原子比 1 : 1 の Al/Ni 多層膜による発熱反応の場合、反応後の NiAl 化合物は体積が 12% 減少する。この体積収縮はクラックとして形を変えて接合部に残ることが多く、接合部の機械信頼性に影響を及ぼす。本研究では、自立膜接合における NiAl 層は大きなクラックや欠陥がなく、フラットな断面形状を示したが、成膜接合における NiAl 層は縦筋模様の大きなクラックが存在した。この違いは、体積収縮時の機械的拘束力の違いと推測できる。つまり、成膜接合の Al/Ni 多層膜は下部チップに拘束されていたため、反応時の体積収縮がしづらい状況にあり、結果として多くのクラックを発生させたと考えられる。また、NiAl-下部はんだ界面に多く見られたボイドは、体積収縮に基づく機械的拘束と関係があると考えられる。これらの実験事実に基づくと、熱伝導効率だけでなく機械的拘束力が Al/Ni 瞬間はんだ接合体の熱抵抗の上昇の原因と予想できる。

図 5-8 に、ボイドならびにクラックの生成メカニズム説明のための応力モデルを示す。Si 基板上にスパッタリングしたはんだ層には、室温において小さな引張内部応力が付与されていると考えられる。これは主に、SnAg の熱膨張係数が Si のそれより確実に大きいことによる。応力バランスを考慮すると、はんだ層周辺の Si ならびに Al/Ni 層には小さな圧縮内部応力が生じていると考えられる。接合前、Al/Ni 自立膜はストレスフリーであるが、成膜接合の Al/Ni 多層膜にははんだ層の引張応力に基づく内部応力勾配が存在していると考えられる。接合最中において、Al/Ni 多層膜は NiAl 化合物に変化し、体積が 12% 減少する。自立膜の NiAl 層には均一な圧縮応力が生じると考えられるが、成膜接合の NiAl 層は大きな応力勾配を持つ複雑な応力状態にあると予想できる。この理由は、下部チップに拘束された成膜接合の Al/Ni 多層膜の上面は応力フリーであり、上面ならびに下面での機械的拘束力のアンバランスが生じるためである。その結果として、接合後には、NiAl-下部はんだ界面ならびに NiAl 内部の双方に、それぞれボイドとクラックが多く発生したのである。Al/Ni 自立膜を用いることで Al/Ni 多層膜上面と下面の応力バランスが保たれ、これがクラックレス並びにボイドレスの接合体を実現し、低熱抵抗化と高機械信頼性の双方をもたらすと期待できる。

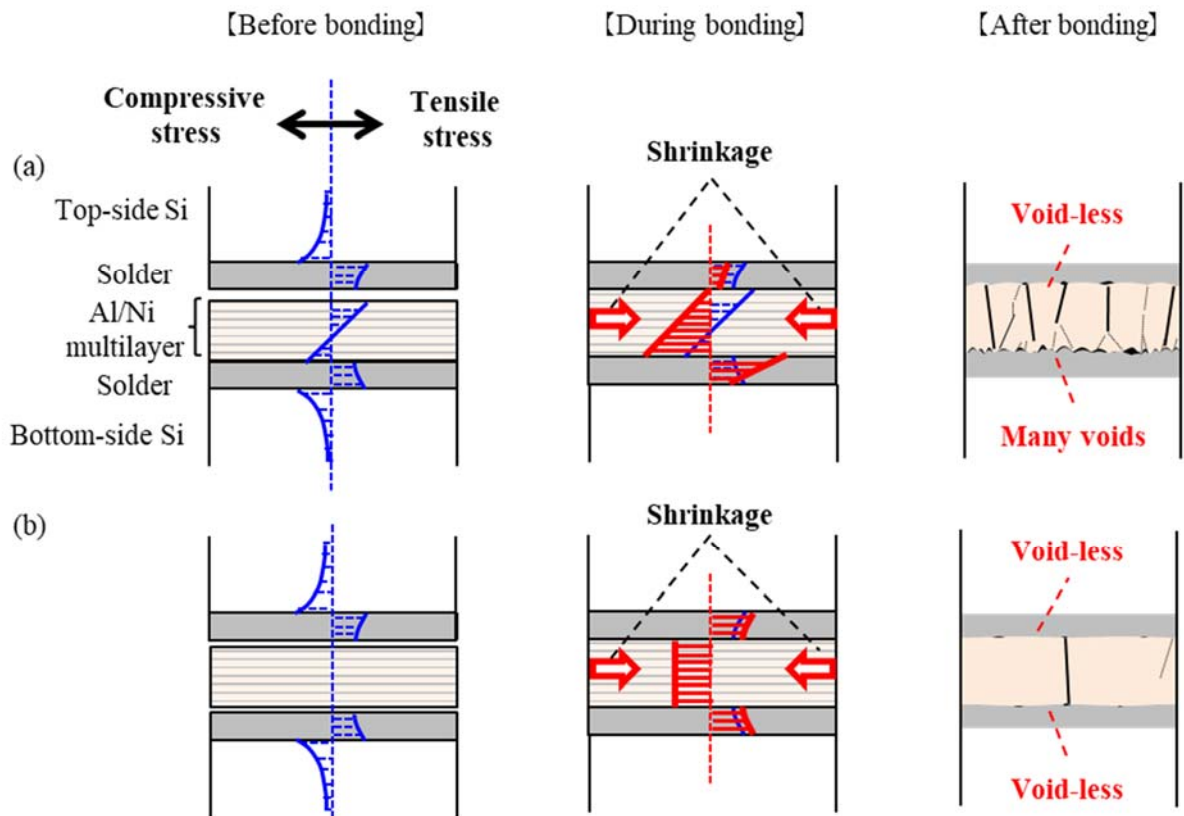


图 5-8 应力平衡模型用于空腔生成：使用 (a) 溅射 Al/Ni (b) 自由-standing Al/Ni 薄膜的情况。

5.3 本章のまとめ

本章では、更なる熱抵抗低減のため、自立化した Al/Ni 多層膜を用いて瞬間はんだ接合を行い、熱抵抗の計測ならびに接合部の評価を実施した。Al/Ni 自立膜を使うことで、従来の成膜接合よりクラックならびにボイドが少なく、約 29%の低熱抵抗化が実現した。低加圧状態では自立化の効果が大きいことは、実用に向けて良好な結果と考えられる。EPMA および EBSD 分析結果より、この自立膜の効果は接合時の熱伝導効率よりも、接合界面の機械的拘束力の影響が大きいことがわかった。これに基づき応力モデルを提案し、Al/Ni 自立膜では膜表裏の応力差が小さいために膜内部にクラックができにくく、はんだとの界面にボイドが形成しにくいと説明づけた。今後更なる低熱抵抗化には NiAl 内部のマイクロクラックの抑制が重要となる。

5.4 参考文献

- 1) J. S. Kim, T. Lagrange, B. W. Reed, M. L. Taheri, M. R. Armstrong, W. E. King, N. D. Browning, and G. H. Campbell, *Science* 321 (2008) pp.1468-1472.
- 2) J. C. Trenkle, L. J. Koerner, M. W. Tate, Noël Walker, S. M. Gruner, T. P. Weihs, and T. C. Hufnager, *J. Appl. Phys.* 107 (2010) 113511.
- 3) O. Politano, F. Baras, A.S. Mukasyan, S.G. Vadchenko, and A.S. Rogachev, *Surface and Coatings Technology*, 215 (2013).
- 4) S. Simões, F. Viana, and M.F. Vieira, *J. Mater. Eng. Perform.* 23 (2014) 5.
- 5) P. Swaminathan¹, M. D. Grapes, K. Woll¹, S. C. Barron, D. A. LaVan, and T. P. Weihs, *J. Appl. Phys.* 113 (2013) 143509.
- 6) A. S. Rogachev, S. G. Vadchenko, and A. S. Mukasyan, *Appl. Phys. Lett.* 101 (2012) 063119.
- 7) M. D. Grapes, T. LaGrange, K. Woll, B. W. Reed, G. H. Campbell, D. A. LaVan, and T. P. Weihs, *APL Mater.* 2 (2014) 116102.
- 8) J. Wang, E. Besnoin, A. Duckham, S. J. Spey, M. E. Reiss, O. M. Knio, M. Powers, M. Whitener, and T. P. Weihs, *Appl. Phys. Lett.* 83 (2003) 3987.
- 9) T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita, Y. Nagai, and S. Inoue, *Proc. 19th IEEE Int. Conf. Microelectromechanical Systems* (2006) pp. 286.
- 10) I. NAKITA, *Materiali in tehnologije* 43 (2009) 3.
- 11) T. Namazu, K. Ohtani, K. Yoshiki, and S. Inoue, *Proc. Transducers* (2011) pp. 1368.
- 12) Y. P. Zhang, Y. Q. Yang, J. L. Yi, and H. C. Hu, *Materials Transactions* 54 (2013) 931.
- 13) T. Namazu, K. Ohtani, S. Inoue, and S. Miyake, *J. Eng. Mater.* 137 (2015) 031011.
- 14) S. Miyake, K. Ohtani, S. Inoue, and T. Namazu, *J. Eng. Mater.* 138 (2015) 011006.
- 15) S. Miyake, S. Kanetsuki, K. Morino, J. Kuroishi, and T. Namazu, *Jpn. J. Appl. Phys.* 54 (2015) 06FP15.

- 16) S. Kanetsuki, S. Miyake, K. Kuwahara, and T. Namazu, *Jpn. J. Appl. Phys.* 55 (2016) 06GP17.
- 17) J. Shen, Y. C. Chan, and S. Y. Liu, *Acta Materialia* 57 (2009) 5196.
- 18) S. Kanetsuki, K. Kuwahara, S. Egawa, S. Miyake, and T. Namazu, *Jpn. J. Appl. Phys.* 56 (2017) 06GN16
- 19) T. Baba, *Jpn. J. Appl. Phys.* 48 (2009) 05EB04
- 20) X. Qiu and J. Wang, *Sensors and Actuators A: Physical* 141 (2008) 476.
- 21) J Wang, E Besnoin, A Duckham, SJ Spey, ME Reiss, OM Knio, and TP Weihs, *Journal of applied physics* 95 (2004) 248.
- 22) T. Watanabe, I. Okane, and K. Sasabe, *Yosetsu Gakkaishi* 48 (1979) 7 [in Japanese].
- 23) T. Watanabe, I. Okane, and K. Sasabe, *Yosetsu Gakkaishi* 48 (1979) 8 [in Japanese].
- 24) D. C. Yh and H. B. Huntington, *Phys. Rev. Lett.* 53 (1984) 2185.
- 25) S. K. Seo, S. K. Kang, M. G. Cho, D. Y. Shih, and H. M. Lee, *J. Electron. Mater.* 38 (2009) 2461.
- 26) C. Cai, R. An, C. Wang, Y. Tian, and X. Ji, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 29 (2018) 8287.
- 27) X. Long, W. Tang, S. Wang, X. He, and Y. Yao, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 29 (2018) 7177
- 28) O.O.Ogbomo, E. H. Amalu, N.N. Ekere, and P.O. Olagbegi, *Solar Energy* 170 (2018) 682.

第6章 Al/Ni 瞬間はんだ接合部の界面制御と機械信頼性

前章までに、デバイスを模擬した 2 枚の Si チップ瞬間接合サンプルにおいて、接合加圧力、Al/Ni 多層膜の成膜順序や多層膜最外層の Ni 配置、多層膜の自立化といった界面制御を試みた。その結果、AlNi-はんだ界面のボイドは低減され、接合部の低熱抵抗化を確認した。これら一連の界面制御は、熱抵抗のみならず、接合部の機械信頼性にも有効であると期待される。本章では、瞬間接合部を含む棒状の Si チップ接合サンプルを準備し、四点曲げ試験によって接合強度を評価することで、瞬間はんだ接合部の界面制御が機械特性に及ぼす影響を調査した。

6.1 実験方法

6.1.1 サンプル作製と四点曲げ試験

図 6-1 に四点曲げ試験用に作製したサンプルの概念図を示す。同図 (a)および(b)は多層膜を Si 基板上に成膜したケース、(c)は多層膜を自立化させたケースである。成膜順序については、(a)は成膜側(Bottom 側)から Al/Ni/Al/.../Ni の順、(b)と(c)は成膜側から Ni/Al/Ni/.../Ni の順とした。図 6-2 に四点曲げ試験片の作製方法を示す。成膜基板は厚さ 1500 μm 、面方位(001)の単結晶 Si ウエハとした。接合体を 0.5 \times 0.5 \times 3mm³にダイシングカットし、負荷方向の識別のためにマーキング(Top 側:黒, Bottom 側:赤)を付して、試験片を得た¹⁻⁵⁾。

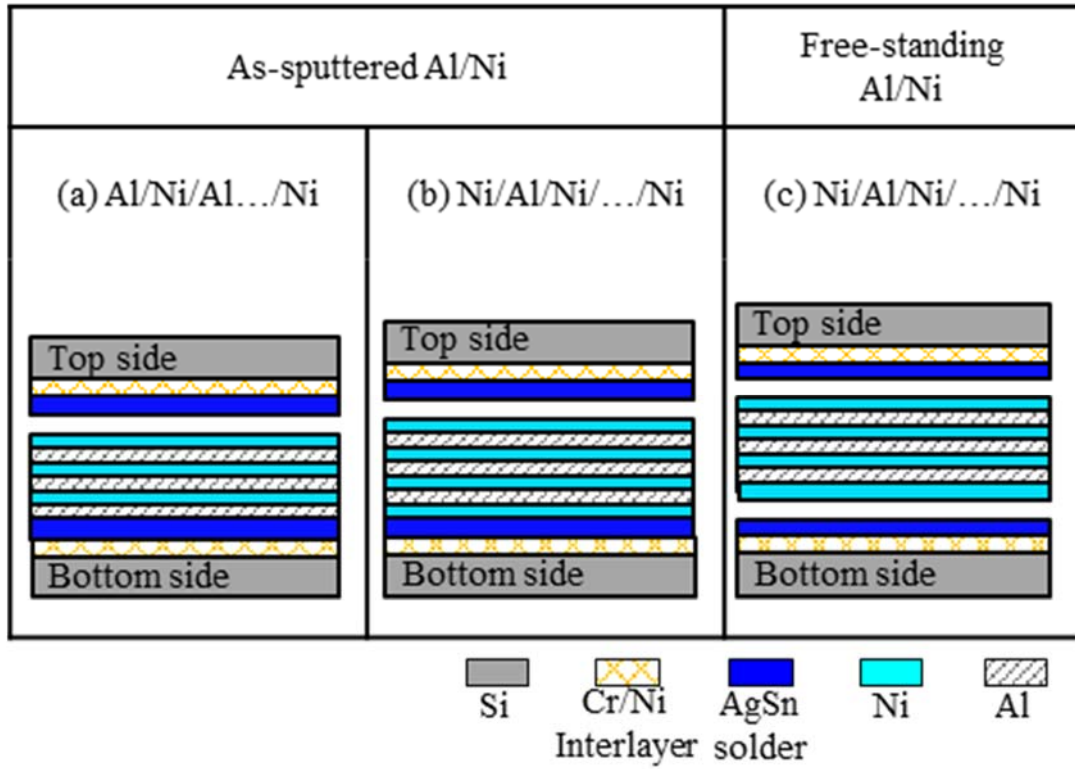


图 6-1 Schematic images of Al/Ni reactive specimens for the four-point bending test.

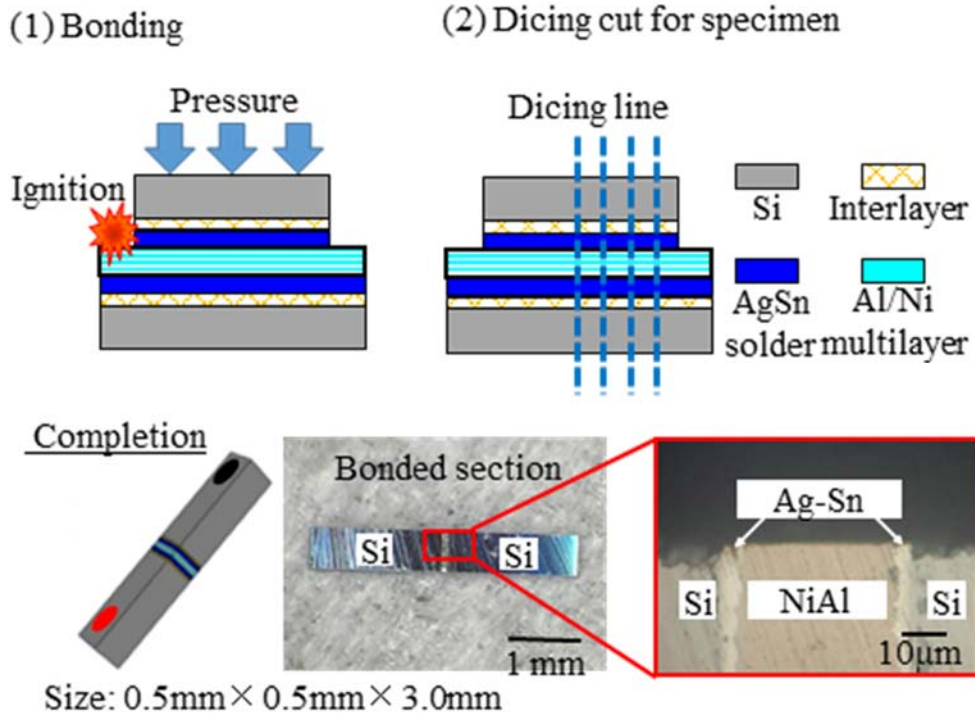


图 6-2 Fabrication process of four-point bending test piece

図 6-3 に Al/Ni はんだ接合体の強度を実験的に求めるために設計開発したマイクロサンプル用四点曲げ試験装置を示す。この装置は主に、微動負荷用の piezo アクチュエータ (PI-ポリテック製 P-843.60) と粗動負荷用のエンコーダー付きオプトマイク ((株) シグマ光機製 SOM-B15E) からなる負荷機構部、荷重計測用ロードセル (テック技販製 TGRV07-100N) からなる荷重測定部、たわみ量計測用レーザー変位計 (KEYENCE 製 LC2420) からなる変位測定部、xyz ステージを備えた試験片位置調整部及び負荷・支持治具から構成されている。不要な弾性変形を防ぐため、負荷・支持治具は超硬合金で作製し、応力集中を低減させるために先端の曲率を 0.3mm と相対的に大きくした。負荷治具間距離ならびに支持治具間距離は、それぞれ 1.0mm, 2.4mm である。

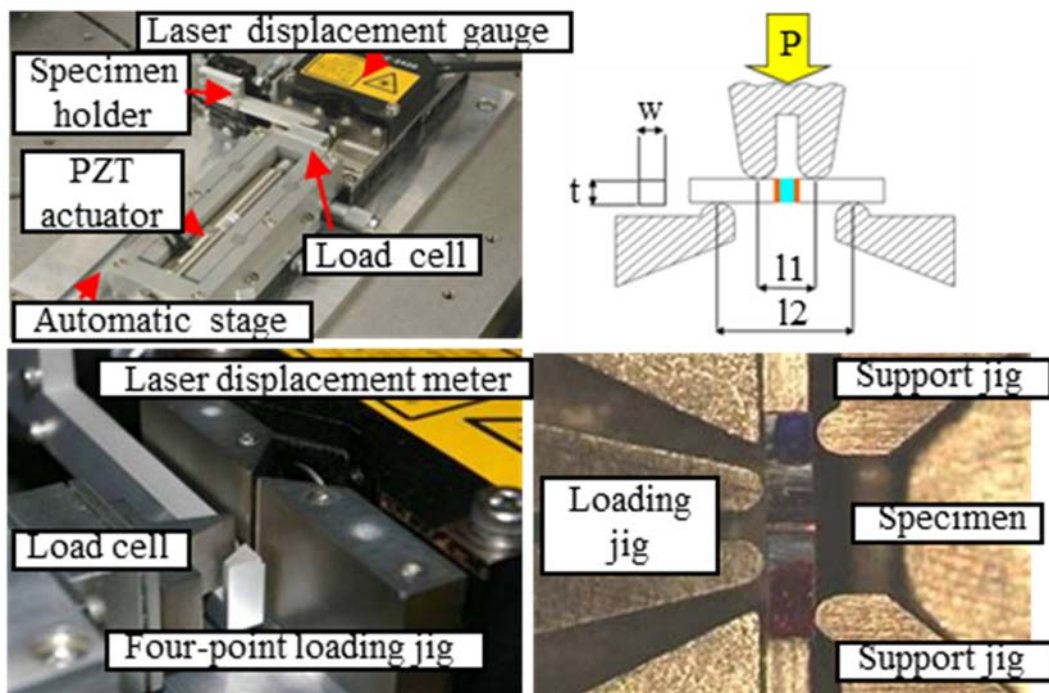


図 6-3 four-point bending machine

本研究における四点曲げ試験では、接合部の平行な方向に負荷をかけることで、接合部の強度的に低い箇所が優先的に破壊（あるいは剥離）することになるため、接合強度を評価できる。

最大引張応力が生じる箇所の曲げ応力 σ は、材料力学的に次式で導出できる。

$$\sigma = \frac{3P(l_2 - l_1)}{2wt^2} \quad \text{式 6-1}$$

ここで P は最大荷重、 l_1 は負荷治具間距離、 l_2 は支持治具間距離、 w は試験片幅、 t は試験片の厚みを示している。全ての試験は負荷速度 $10 \mu \text{ m/min}$ 、室温大気中で実施した。

6.2 実験結果と考察

図 6-4 に四点曲げ試験結果として、(a)Al→Ni 成膜接合ケース、(b)Ni→Ni 成膜接合ケース、(c)Ni→Ni 自立接合ケースの荷重－変位線図の一例をそれぞれ示す。(a)Al→Ni 成膜接合ケースの試験片の荷重－変位線図は負荷開始点から破断に至るまでほとんど線形に変化し、塑性変形することなく脆性的に破壊した様子が伺える。(c)Ni→Ni 自立接合ケースの試験片は負荷開始点から破断まで概ね線形であるが破断後すぐに荷重が 0 にならず、徐々に降下した。(b)Ni→Ni 成膜接合ケースの試験片は試験片によって両方の挙動を示した。各試験片において、レーザー変位計による測定面の起伏に起因するデータのばらつきが若干見られたが、荷重－変位関係に影響を及ぼすほどではないことが確認できる。破断荷重は、(a)Al→Ni 成膜接合ケースよりも(b)Ni→Ni 成膜接合ケース、(b)Ni→Ni 成膜接合ケースよりも(c)Ni→Ni 自立接合ケースのほうが高くなった。

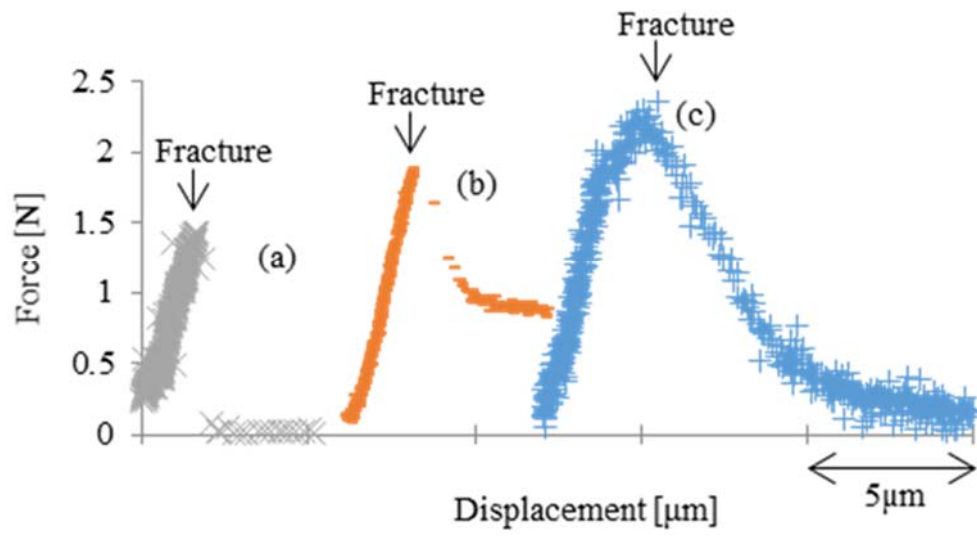


图 6-4 四点弯曲测试结果

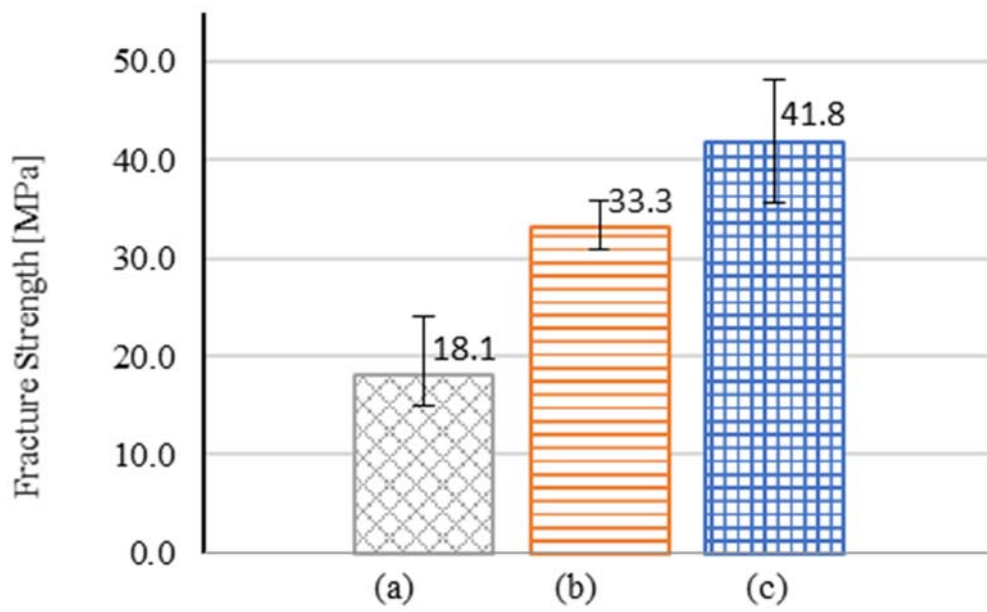


图 6-5 断裂强度与结合界面的关系

図 6-5 に破壊強度と接合条件との関係を示す。破壊強度は、全ての試験片で最大引張応力が加わる部分で破壊したと仮定し、破断直前の曲げ荷重を式 6-1 に代入して求めた。(a)Al→Ni 成膜接合ケースでは平均破壊強度が 18.1MPa、(b)Ni→Ni 成膜接合ケースでは平均破壊強度が 33.3MPa となり、(b)は(a)の約 1.8 倍の強度を示した。(c)Ni→Ni 自立接合ケースでは平均破壊強度が 41.8MPa であり、(b)の約 1.3 倍となり、3つのケースの中で最高強度を示した。これらの理由を考察するため、試験片側面の外観観察を行った。図 6-6 に試験片側面における接合部の拡大写真の一例を示す。観察結果より、(a)Al→Ni 成膜接合では Bottom 側の NiAl とはんだとの界面で破壊し、(b)Ni→Ni 成膜接合では Top 側の NiAl とはんだとの界面で破壊した。(c)Ni→Ni 自立接合ケースでは Top 側の Si と下地膜との界面破壊が確認された。

図 6-7 に(a), (b), (c)試験後断面の EDX 組成分析を行った結果を示す。EDX 結果より、(a)Al→Ni 成膜接合については、Top 側で NiAl 最外層の Al、Bottom 側のはんだに由来する Sn が検出された。このことから、Bottom 側の NiAl とはんだとの界面で破壊したことがわかる。Bottom 側にわずかに検出された Ni は下地膜のものだと考えられる。(b)Ni→Ni 成膜接合では Top 側に Ni と Sn、Bottom 側に Sn、Ni および Si がそれぞれ検出された。Bottom 側の Sn が Top 側の Sn の存在しない領域と同じ形状をしていることから、Top 側で検出された Ni は下地膜、Bottom 側で検出された Ni はそれぞれ NiAl 最外層のものだと考えられる。また、Top 側ではほとんどが NiAl-はんだ界面で破壊しているが、一部の領域で NiAl-はんだ界面で破壊せずに、はんだ中で破壊したことがわかる。(c)Ni→Ni 自立接合ケースでは Top 側に Ni と Sn、Bottom 側に Sn、Si がそれぞれ検出された。Bottom 側の Si は Top 側の Ni と同じ形をしていることから、その周辺では Si と下地膜との界面で破壊し、中央部ははんだ層内部で破壊したことがわかる。

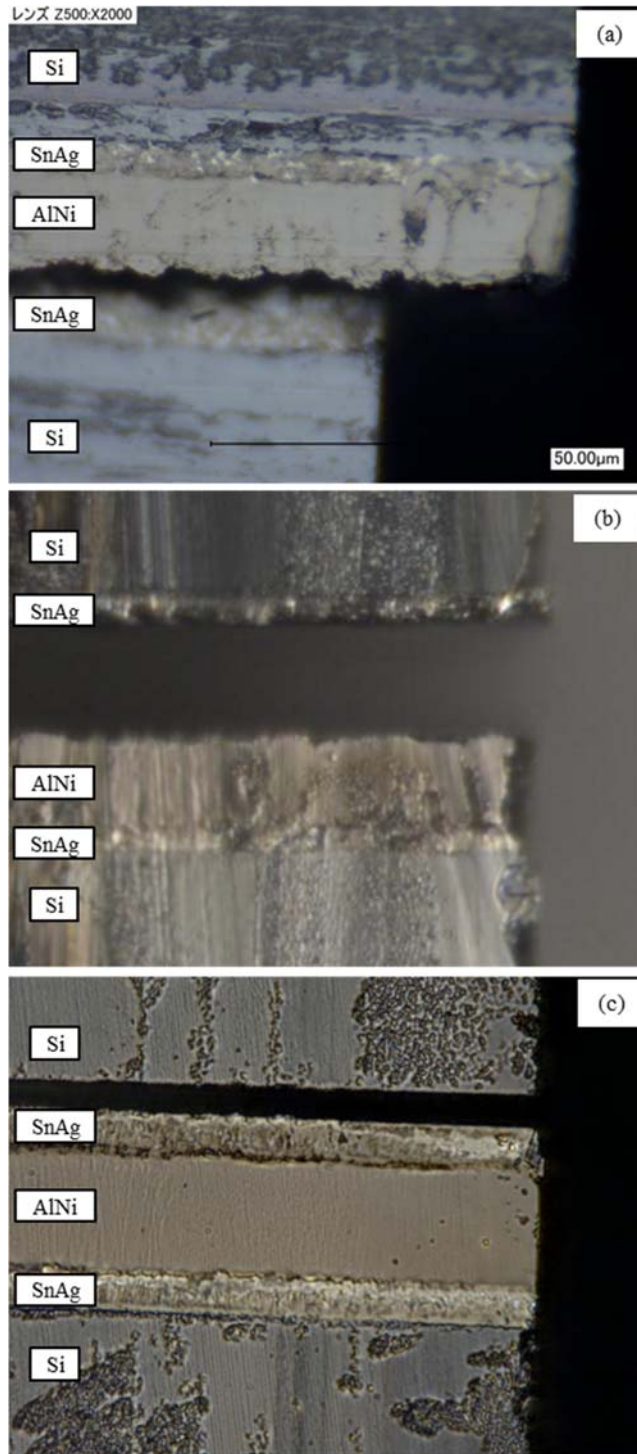


図 6-6 Observation results of fractured lateral of Al/Ni reactive bonded solder specimen

	As-sputtered AlNi		Free-standing AlNi
	The outermost layer Al-Ni	The outermost layer Ni-Ni	The outermost layer Ni-Ni
Top			
Bottom			

图 6-7 EDX results of fractured surface of Al/Ni reactive bonded solder specimen

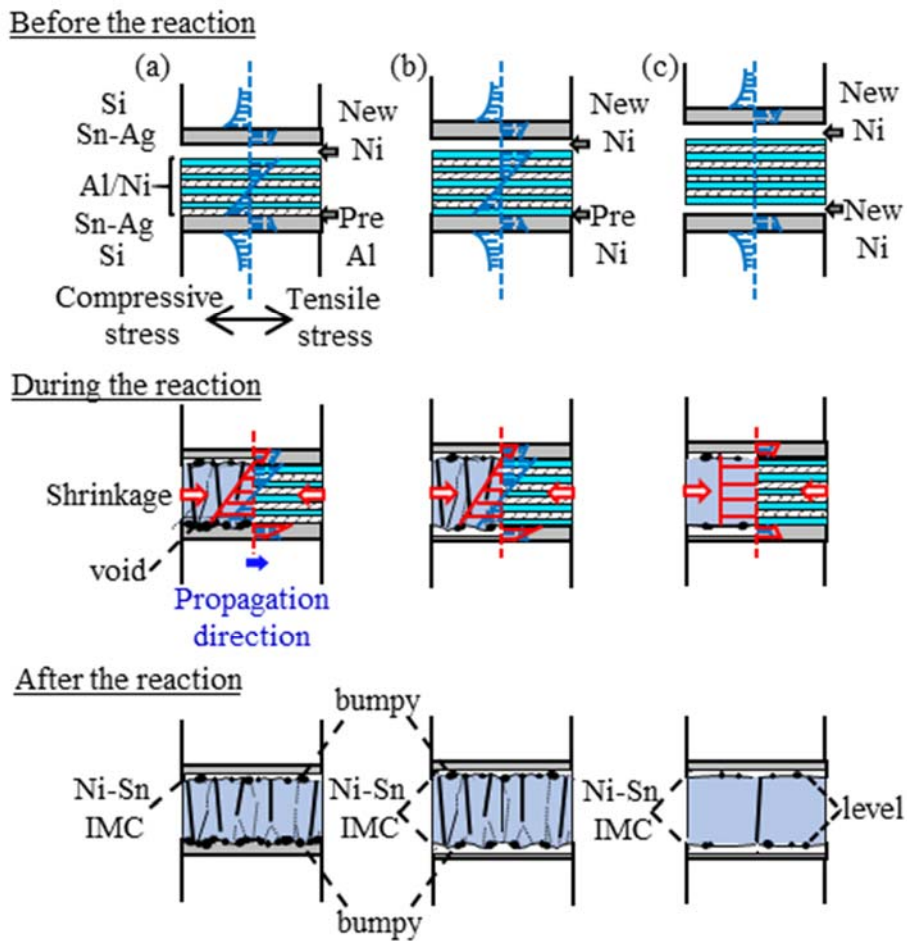


图 6-8 Schematic showing the difference in solder-AlNi interface

図 6-8 に(a), (b), (c)の NiAl-はんだ界面の模式図をそれぞれ示す. (a)Al→Ni 成膜接合で Bottom 側の NiAl-はんだ界面で破壊した理由として, 第 4 章で議論したように, 破壊した界面において, 最外層の Al と Sn 濡れの悪さによるボイド生成が考えられる. Top 側最外層の Ni は Sn との濡れ性が良く, 反応時に短時間で Sn 内部に拡散して NiSn 合金を形成するため, NiAl-はんだ界面のボイド生成が抑制される. 一方 Bottom 側最外層の Al は Sn との濡れ性が良くないため, Sn 内部に拡散しにくい. さらに Al と Sn は金属間化合物を形成せず, NiAl はんだ界面のボイドが増加したと考えられる⁸⁾. そのため, (a)Al→Ni 成膜接合においては, ボイドの多い Bottom 側の NiAl-はんだ界面で破壊したと考えられる. 一方, 最外層を Ni-Ni に変更した(b)では, Bottom 側のボイドが Top 側と同程度まで減少し, Bottom 側からではなく Cap 側の NiAl-はんだ界面で破壊したと考えられる. また, (b)で負荷開始点から破断まで概ね線形である荷重-変位線図を得られた試験片では, Top 側の NiAl とはんだ界面で脆性的に破壊し, 線形であるが, 破断後すぐに荷重が 0 にならない荷重-変位線図を得られた試験片では, Top 側の NiAl-はんだ界面で脆性的に破壊しはじめ, 界面ボイドが少なく接合強度の強い部分では界面破壊せず, はんだ部で塑性変形したものと考えられる. (c)Ni→Ni 自立接合では, NiAl-はんだ界面で破壊しなかった. この理由として, 界面性状の違いが考えられる. Al/Ni 多層膜は反応時, NiAl 化合物への発熱反応に伴い fcc から bcc への結晶構造変化と格子面間隔半減とが生じて体積が約 12%減少し, 収縮応力が生じる⁹⁾. 基板上成膜して接合した(a)や(b)の場合, 第 5 章で界面の応力バランスを議論したように, 界面応力が Top 側よりも Bottom 側で高い状態と考えられる. 一方, 自立膜を用いた接合(c)の場合, 界面応力は Top 側と Bottom 側の双方でバランスが取れていると考えられる. 実際, 接合後の NiAl-はんだ界面では, 基板上成膜接合ケースでは凹凸が激しく, 自立接合ケースでは上下対象な平滑形状であった (図 5-1, 図 5-4). これにより自立接合の NiAl-はんだ界面ではボイドが抑制されたと考えられる¹⁰⁾.

6.3 本章のまとめ

本章では Al/Ni 瞬間はんだ接合部の界面状態が接合強度に及ぼす影響を調査した。Al/Ni 多層膜を Al→Ni と成膜してはんだ接合した場合、Ni→Ni と成膜して接合した場合、Ni→Ni の多層構造を持つ自立膜を用いて接合した場合の3つのケースにおいて、はんだ接合部を含む棒状の微小試験片を作製し、それぞれ四点曲げ試験を行った。多層膜の最外層を Al-Ni の組み合わせから Ni-Ni に変えることで、NiAl-はんだ界面のボイドが減少し、接合強度が向上することがわかった。また、成膜接合から自立膜接合にすることで NiAl-はんだ界面の応力バランスが取れ、界面ボイドがさらに抑制されることで接合強度が上昇することが確認できた。Al/Ni 多層膜の瞬間発熱を用いたはんだ接合体はいずれも、NiAl 化合物層とはんだ層の界面、または下地膜と Si の界面、はんだ層内部から破壊しており、NiAl 化合物内での破壊は見られなかった。このことから、接合部の中心に位置する NiAl 化合物が接合体全体の機械強度に及ぼす影響は小さいと言える。

6.4 参考文献

- 1) S. A. Kim, Y. H. Seo, Y. H. Cho, G. H. Kim and J. U. Bu.: Fabrication and characterization of a low-temperature hermetic MEMS package bonded by a closed loop AuSn solder-line, Proc. of MEMS (2003), 614-617.
- 2) T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita, Y. Nagai and S. Inoue.: Self-propagating explosive reactions in nanostructured Al/Ni multilayer films as a localized heat process technique for MEMS, Proc. of MEMS (2006), 286-299.
- 3) M. Saruta, H. Wada, M. Tomita, K. Matsumaru, T. Suemasu and H. Hashimoto.: Wafer Level MEMS Packaging, Fujikura Technical Review, 110 (2006), 46-50.
- 4) T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita, Y. Nagai, and S. Inoue.: Self-propagating explosive reactions in nanostructured Al/Ni multilayer films asalocalized heat process technique formems, Proc. of the 19th IEEE Int. Conf. on Microelectromech. Syst. (2006), pp. 286–289.
- 5) T. Namazu, K. Ohtani, S. Inoue, and S. Miyake.: Influences of Exothermic Reactive Layer and Metal Interlayer on Fracture Behavior of Reactively Bonded Solder Joints, J. Eng. Mater. Technol. 137 (2015), 031011.
- 6) J. Wang, E. Besnoin, O. M. Knio, M. Powers, M. Whitener and T. P. Weihs.: Room-temperature soldering with nanostructured foils, Applied Physics Letters, 83 (2003), 3987-3989.
- 7) H. Fujita, T. Namazu and S. Inoue.: Development of Novel MEMS Soldering Technique Using Self-Propagating Exothermic Reaction in Al/Ni Multilayer Films, Journal of the Society of Materials Science, 56 (2007), 932-937.
- 8) S. Kanetsuki, K. kuwahara, S.Egawa, S. Miyake, and T. Namazu.:Effect of Thickening

Outermost Layers in Al/Ni Multilayer Film on Thermal Resistance of Reactively-bonded Solder Joints, Japanese Journal of Applied Physics, 56(6S1), 06GN16(2017)

- 9) T. Namazu, K. Ohtani, K. Yoshiki, and S. Inoue.: Crack propagation direction control for crack-less solder bonding using Al/Ni flash heating technique, Proc. Transducers, (2011), 1368

第7章 総括

パワーデバイスの発熱密度の増大傾向は著しく，とりわけ次世代 SiC パワーデバイスの性能を最大限に引き出し，高効率で省エネルギーなパワーモジュールの実用化を目指す上で，デバイスパッケージの低熱抵抗化やデバイス実装材料の高耐熱化等，デバイスダイボンディング技術のさらなる高度化が強く求められている．自己伝播発熱多層膜 Al/Ni を用いたボンディングは，常温環境下で短時間接合が可能な新たな接合技術である．本論文では，Al/Ni ナノ多層膜の自己伝播発熱反応をデバイスのボンディング技術に応用すべく，同技術によって瞬間はんだ接合体を作製し，未知数であった熱的特性を中心に，接合信頼性の検証を通じて新たなダイボンディング技術を提案することを目的とした．

2 章では，Al-Ni 系自己伝播発熱多層膜の基本特性を理解し，瞬間ダイボンディングに有用な多層膜の作製条件を見出した上で，瞬間はんだ接合方法を考案した．Al/Ni 多層膜を用いて SnAg はんだを Si 基板に瞬間接合し，得られた接合サンプルの熱物性評価と接合状態評価した．接合部の熱的信頼性を向上させるためには，接合圧力，Al/Ni-はんだ界面の密着性制御や Al/Ni 多層膜の応力制御が重要な指針であると考え，これらがボイド低減，すなわち接合部の低熱抵抗化に有効である可能性について触れた．

3 章では，瞬間はんだ接合条件の重要な制御パラメータである接合圧力に着目し，圧力とはんだ接合部の熱抵抗との関係について実験的に検討した．接合圧力を高めることで AlNi-はんだ界面のボイド生成を抑制可能であることを確認し，Al/Ni 自己伝播発熱反応を用いて作製したはんだ接合における熱影響部の特徴と界面ボイド生成のメカニズムを推察した．

4 章では，SnAg はんだと Al/Ni 多層膜の相性に着目し，多層膜の成膜順序や多層膜最外層の厚さを積極的に制御した．接合体のはんだ界面，とりわけ Al/Ni をスパッタ

成膜した界面に多くのボイドが生成されていることを確認し、熱抵抗に強く影響していることを見出した。多層膜の最外層をミクロンオーダーの Ni 層とすることで、Ni がはんだ内部へ積極的に拡散し、短時間で AlNi-はんだ界面に NiSn 金属間化合物が形成され、界面ボイドの抑制が可能となった。Ni 最外層の厚膜化により、結果として低い接合圧力でもボイドが減らすことができ、接合部の低熱抵抗化を実現できた。

5 章では、デバイスを模擬した Si 面のはんだ上に成膜された Al/Ni 多層膜を意図的に自立させ、2 枚のはんだ膜付き Si チップ間に挟み込む方法ではんだ接合体を作製し、低熱抵抗化を図った。従来の基板上に成膜した Al/Ni を用いた接合よりも、AlNi 部のクラックおよび界面ボイドが少なくなっていることを確認でき、低熱抵抗化が実現した。Al/Ni 多層膜の自立化は、接合時の熱伝導効率よりも多層膜の機械的拘束力を緩和する効果があることを、接合部の応力バランスモデルに基づいて考察し、ボイドのみならずクラック生成を抑制する作用があることを見出した。

6 章では、界面ボイド低減のための界面制御が機械的信頼性の向上にも繋がることを期待し、接合部に平行な方向に負荷を印可できる 4 点曲げ試験を実施し、接合部の機械特性を評価した。Al/Ni 多層膜の成膜順序や自立化によって接合強度は上昇し、機械的信頼性の向上を確認した。

今後ははんだよりも高融点で耐熱性のある接合材を用いた瞬間ボンディング技術の開発が期待される。発熱多層膜を用いたボンディング技術のさらなる信頼性向上のためには、接合アプリケーションに応じた膜種の選定とデザインの高度化が強く望まれる。

業績リスト

I . 学会誌

- (1) Thermal Property Measurement of Solder Joints Fabricated by Self-propagating Exothermic Reaction in Al/Ni Multilayer Film,
S. Miyake, S. Kanetsuki, K. Morino, J. Kuroishi, and T. Namazu,
Japanese Journal of Applied Physics, 54 (S61), 06FP15 (5 pages), (2015).
- (2) Mechanical Reliability of Reactively Alloyed NiAl as a Structural Material
T. Namazu, K. Kuwahara, M. Fujii, S. Kanetsuki, S. Miyake, and S. Inoue
Sensors and Materials, 28 (2), 141-152, (2016).
- (3) Influence of Bonding Pressure on Thermal Resistance in Reactively-bonded Solder Joints
S. Kanetsuki, S. Miyake, K. Kuwahara, and T. Namazu
Japanese Journal of Applied Physics, 55 (6S1), 06GP17 (6 pages), (2016).
- (4) Size Effect in Self-propagating Exothermic Reaction of Al/Ni Multilayer Block on a Si wafer, T. Namazu, S. Ito, S. Kanetsuki, and S. Miyake
Japanese Journal of Applied Physics, 56 (6S1), 06GN11 (5 pages), (2017).
- (5) Effect of Thickening Outermost Layers in Al/Ni Multilayer Film on Thermal Resistance of Reactively-bonded Solder Joints
S. Kanetsuki, K. Kuwahara, S. Egawa, S. Miyake, and T. Namazu
Japanese Journal of Applied Physics, 56 (6S1), 06GN16 (8 pages), (2017).
- (6) Temperature Behavior of Exothermic Reaction of Al/Ni Multilayer Powder Based on Cold-rolling and Pulverizing Method
N. Kametani, T. Izumi, S. Miyake, S. Kanetsuki, and T. Namazu
Japanese Journal of Applied Physics, 56 (6S1), 06GN07 (4 pages), (2017).
- (7) New local joining technique for metal materials using exothermic heat of Al/Ni

multilayer powder

T. Izumi, N. Kametani, S. Miyake, S. Kanetsuki, and T. Namazu

Japanese Journal of Applied Physics, Volume 57, Number 6S1, DOI:

10.7567/JJAP.57.06HJ10, (2018).

- (8) Effect of free-standing Al/Ni exothermic film on thermal resistance of reactively-bonded solder joint

S. Kanetsuki, S. Miyake, and T. Namazu

Sensors and Materials, (Planned: First half of 2019). (in press)

- (9) Instantaneous Solder Joining Technique Using Exothermic Reaction of Al/ Ni Multilayer Powder

T. Izumi, S. Miyake, S. Kanetsuki, and T. Namazu

Advanced Experimental Mechanics, (Planned: August 2019). (Writing)

- (10) Al/Ni 瞬間発熱接合体の機械信頼性に及ぼす接合界面の影響
前川夏菜, 金築俊介, 後藤大輝, 訓谷保広, 生津資大
日本実験力学会誌, 19 巻, 1 号, (2019 年 3 月, 投稿中)

II. 国際会議 Proceedings

- (1) Thermal Resistance Analysis of Solder Joints Fabricated by Self-propagating Exothermic Reaction

S. Miyake, S. Kanetsuki, K. Morino, J. Kuroishi, and T. Namazu

Proc. of 27th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, MNC2014, (Fukuoka, 2014), 6P-7-93.

- (2) Study on Reducing Thermal Resistance in Reactively-bonded Solder Joints

S. Kanetsuki, S. Miyake, J. Kuroishi, and T. Namazu

Proc. of 28th International Microprocesses and Nanotechnology Conference,

MNC2015, (Toyama, 2015), 13P-11-95.

- (4) Influence of Solder Thickness on Fracture Behavior of Al/Ni Reactively-Bonded Solder Joints for Reliability of MEMS

K. Kuwahara, S. Kanetsuki, S. Miyake, S. Inoue, and T. Namazu

Proc. of the Eighth Asia-Pacific Conference on Transducers and Micro/Nano Technologies, APCOT 2016, (Kanazawa, 2016).

- (5) Investigation of Aluminum/Nickel Multilayered Block Size for Self-Propagating Exothermic Reaction on a Silicon Wafer

T. Namazu, S. Ito, S. Kanetsuki, and S. Miyake

Proc. of 29th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, MNC2016, (Kyoto, 2016), 11P-11-90.

- (6) Possibility of Practical Application of Al/Ni Exothermic Reactive Bonding Technique for Hermetic Packaging

K. Kuwahara, S. Ito, S. Kanetsuki, S. Miyake, S. Inoue, and T. Namazu

Proc. of 29th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, MNC2016, (Kyoto, 2016), 11P-11-89.

- (7) Reduction of Thermal Resistance in Al/Ni-Reactively-Bonded Solder Joints by Thickening the Outermost Layers

S. Kanetsuki, K. Kuwahara, S. Egawa, S. Miyake, and T. Namazu

Proc. of 29th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, MNC2016, (Kyoto, 2016), 10D-5-4.

- (8) Dependency of Microstructure on Exothermic Characteristics for Al/Ni Multilayer Materials Based on Cold-Rolled Method

N. Kometani, T. Izumi, S. Miyake, S. Kanetsuki, and T. Namazu

Proc. of 29th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, MNC2016, (Kyoto, 2016), 10P-7-90.

- (9) Time-resolved X-ray diffraction study of formation of intermetallic compounds in Al/Ni multilayer materials
R. Yamamoto, T. Izumi, S. Nagata, R. Wakatsuki, K. Uozaki, S. Miyake, T. Namazu, S. Kanetsuki, D. Goto, Y. Kuntani, T. Nomura, and T. Koganezawa
Abst. of International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics, ISEM'18, (Yamanashi, 2018)
- (10) Time-Resolved X-ray Diffraction Measurement during Exothermic Reaction of Al/Ni Multilayer Powder by synchrotron radiation with high-speed two-dimensional detector
S. Miyake, R. Yamamoto, S. Kanetsuki, T. Namazu, and T. Koganezawa
Proc. of 31th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, MNC2018, (Sapporo, 2018), 15P-7-89.

Ⅲ. 国内学会発表

- (1) レーザーフラッシュ法による瞬間発熱素材接合部の熱抵抗評価
三宅修吾, 金築俊介, 黒石隼輝, 生津資大
日本実験力学会 2014 年度年次講演会, pp. 251-253, (2014).
- (2) 自己伝搬発熱素材 Al/Ni を用いたはんだ接合における熱影響部評価
金築俊介, 三宅修吾, 生津資大
日本機械学会第 6 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム講演論文集, 20pm3-PM006, (2014).
- (3) Au ボンディングワイヤの機械物性に及ぼすアニールの影響
高木秋生, 金築俊介, 三宅修吾, 井上尚三, 生津資大
2015 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2210101, (2015).
- (4) Ti/SiO₂ および Ti/Si スパッタ多層膜の発熱性能比較
井上敬太, 金築俊介, 三宅修吾, 井上尚三, 生津資大

- 2015 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2210206, (2015).
- (5) 薄層はんだ接合に向けた自己伝播発熱反応接合技術における熱的考察
三宅修吾, 金築俊介, 黒石隼輝, 生津資大
2015 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2210203, (2015).
- (6) Al/Ni 瞬間はんだ接合部の耐環境性評価
金築俊介, 三宅修吾, 黒石隼輝, 生津資大
2015 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2210205, (2015).
- (7) Al/Ni 瞬間はんだ接合部の熱抵抗影響因子に関する研究
金築俊介, 三宅修吾, 栞原晃一, 生津資大
日本実験力学会 2015 年度年次講演会, pp. 151-154, (2015).
- (8) 圧延法で作製した Al/Ni 多層材の発熱特性と接合技術への可能性検討
三宅修吾, 金築俊介, 生津資大
2016 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2210204, (2016).
- (9) Al/Ni 自立多層膜による瞬間はんだ体の接合状態評価
金築俊介, 栞原晃一, 江川相一, 山本健登, 生津資大
2016 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2210203, (2016).
- (10) Al/Ni 瞬間接合体の低熱抵抗化の検討
栞原晃一, 金築俊介, 江川相一, 井上尚三, 生津資大
2016 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2210202, (2016).
- (11) Al/Ni 多層粉末材の発熱反応を用いたバルク金属接合技術の開発
和泉大晟, 亀谷長諒, 永田將, 山田海斗, 三宅修吾, 金築俊介, 生津資大
第 23 回エレクトロニクスにおけるマイクロ接合・実装技術シンポジウム, 85,
(2017).
- (12) 発熱粉末を用いて局所加熱したアルミ箔接合部の諸特性
三宅修吾, 和泉大晟, 永田將, 金築俊介, 生津資大
2017 年度日本機械学会年次大会講演論文集, (J2210304), (2017).

- (13) 瞬間はんだ接合部に及ぼす AlNi 多層薄膜の自立化の効果
金築俊介, 神谷亮太, 栗原晃一, 訓谷保広, 後藤大輝, 野村拓未, 三宅修吾, 生津資大
2017 年度日本機械学会年次大会講演論文集, (J2210303), (2017).
- (14) Al/Ni 瞬間ハンダ接合における発熱反応の自己伝播性に及ぼす膜厚の影響, 神谷亮太, 金築俊介, 栗原晃一, 三宅修吾, 生津資大
2017 年度日本機械学会年次大会講演論文集, (J2210302), (2017).
- (15) 圧延粉碎法で作製した Al/Ni 多層材の発熱特性に関する研究
三宅修吾, 山田海斗, 和泉大晟, 金築俊介, 生津資大
日本金属学会 2017 年秋期大会, P165, (2017).
- (16) 自己伝播発熱多層膜の瞬間接合応用
生津資大, 金築俊介, 神谷亮太, 松尾彰大
日本機械学会東海支部第 67 期総会・講演会, OS6-5-226, (2018).
- (17) Al/Ni 多層粉末材料における圧延率が化合物形成と発熱特性に及ぼす影響
山本梨乃, 三宅修吾, 金築俊介, 生津資大
日本金属学会 2018 年春期講演大会, P123, (2018).
- (18) Al/Ni 瞬間接合体の界面制御と機械信頼性
金築俊介, 神谷亮太, 三宅修吾, 生津資大
2018 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2230202, (2018).
- (19) 機械刺激で発熱反応誘起できる Ti/Si 多層膜
訓谷保広, 金築俊介, 三宅修吾, 生津資大
2018 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2230205, (2018).
- (20) 圧延率をパラメータとして制御した Al/Ni 多層構造と発熱特性の関係
山本 梨乃, 三宅 修吾, 金築 俊介, 生津 資大, 2018 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2230204, (2018).
- (21) Al/Ni 多層膜の発熱反応過程における SPring-8 構造解析

後藤 大輝, 金築 俊介, 三宅 修吾, 生津 資大

2018 年度日本機械学会年次大会講演論文集, J2230203, (2018).

(22) Al/Ni 瞬間はんだ接合体の機械信頼性

金築俊介, 三宅修吾, 生津資大

日本実験力学会 2018 年度年次講演会, pp.203, OS-2, C303, (2018).

(23) 高時分割 X 線回折法を用いた自己伝播発熱反応の動的結晶構造変化の計測技術

三宅修吾, 和泉大晟, 永田將, 山本梨乃, 若槻涼太, 魚崎海, 生津資大, 金築俊介,
後藤大輝, 訓谷保広, 野村拓未, 小金澤智之

日本実験力学会 2018 年度年次講演会, pp.205, OS-2, C304, (2018).

IV. 受賞

日本実験力学会 2015 年度年次講演会優秀講演賞

「Al/Ni 瞬間はんだ接合部の熱抵抗影響因子に関する研究」

金築俊介, 三宅修吾, 栗原晃一, 生津資大

謝辞

本研究を進めるにあたり，研究テーマの設定と推進，実験に関するディスカッション，对外発表や論文投稿等，一連の研究活動において終始一貫してご指導を賜りました愛知工業大学 生津資大教授に，深甚なる敬意を表するとともに，ここに深く感謝いたします。研究と会社業務の両立を図る中で激励の御言葉を常々頂戴し，力強くご支援頂いたことに深く感謝申し上げます。

また本研究をまとめるにあたり，快く副査をお引き受け頂きました愛知工業大学 榎田玄一郎教授，高木誠教授，佐藤一雄教授には多くのご激励を賜りました。ここに深く感謝申し上げます。

さらに，本研究のきっかけを与えてくださった，神戸市立工業高等専門学校 三宅修吾教授には，研究を遂行する中でたいへん有意義なご助言とご協力を賜りました。ここに深く感謝申し上げます。

本研究の取り組みにあたり，株式会社コベルコ科研の関係社員の皆様には，研究機会の承諾に加え，日常業務のフォローを継続的に賜り，全面的にご協力頂きました。厚く御礼申し上げます。そして，元兵庫県立大学 栗原晃一氏，愛知工業大学 訓谷保広氏，後藤大輝氏，前川夏菜氏には，Al/Ni 多層膜試料の作製や接合実験に快くご協力頂き，昼夜を問わず，力強く本研究をサポートして頂きました。ここに感謝の意を表するとともに，皆様の今後のご活躍を心より期待いたします。

最後に，研究活動を温かく見守りながら支えてくれた妻と二人の子供達に感謝します。