

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2025年6月5日(05.06.2025)



(10) 国際公開番号

WO 2025/115258 A1

(51) 国際特許分類:

H01L 21/60 (2006.01) C22F 1/00 (2006.01)
C22C 21/02 (2006.01) C22F 1/043 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/020314

(22) 国際出願日: 2024年6月4日(04.06.2024)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:

PCT/JP2023/042366 2023年11月27日(27.11.2023) JP
PCT/JP2023/042369 2023年11月27日(27.11.2023) JP
PCT/JP2023/042371 2023年11月27日(27.11.2023) JP
PCT/JP2023/042373 2023年11月27日(27.11.2023) JP
PCT/JP2023/042374 2023年11月27日(27.11.2023) JP

(71) 出願人: 日鉄ケミカル & マテリアル株式会社(NIPPON STEEL CHEMICAL & MATERIAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1030027 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 (JP). 日鉄マイクロメタル株式会社(NIPPON MICROMETAL CORPORATION) [JP/JP]; 〒3580032 埼玉県入間市大字狭山ヶ原158番地1 (JP).

(72) 発明者: 宇野 智裕(UNO, Tomohiro); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内 (JP). 小山田 哲哉(OYAMADA,

Tetsuya); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内 (JP). 小田 大造(ODA, Daizo); 〒3580032 埼玉県入間市大字狭山ヶ原158-1 日鉄マイクロメタル株式会社内 (JP). 江藤 基稀(ETO, Motoki); 〒3580032 埼玉県入間市大字狭山ヶ原158-1 日鉄マイクロメタル株式会社内 (JP). 須藤 裕弥(SUTO, Yuya); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内 (JP).

(74) 代理人: 弁理士法人酒井国際特許事務所(SAKAI INTERNATIONAL PATENT OFFICE); 〒1000013 東京都千代田区霞が関3丁目8番1号 虎ノ門ダイビルイースト (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(54) Title: ALUMINUM CONNECTING MATERIAL

(54) 発明の名称: A I 接続材

(57) Abstract: Provided is an aluminum connecting material that ensures excellent temperature cycle reliability and favorable first bonding strength. This aluminum connecting material contains 4.0-12.0 mass % of silicon and has a specific electric resistance R_a of $2.6 \times 10^{-8} \Omega m$ to $3.6 \times 10^{-8} \Omega m$. When the crystal orientation of an aluminum phase in an L cross-section (a cross-section in the central axis direction, including the central axis) of the aluminum connecting material is measured, the total of the orientation ratios of the <110> crystal orientation and the <111> crystal orientation in which the angle difference is 15° or less with respect to the central axis is 20-70%, but when the total of the orientation ratios is 25% or less, the orientation ratio of the <110> crystal orientation in which the angle difference is 15° or less with respect to the central axis direction is 5% or more.

(57) 要約: 優れた温度サイクル信頼性と良好な1 s t 接合強度を満足するA I 接続材を提供する。Siを4.0質量%以上12.0質量%以下含有するA I 接続材であって、比電気抵抗 R_a が $2.6 \times 10^{-8} \Omega m$ 以上 $3.6 \times 10^{-8} \Omega m$ 以下であり、該A I 接続材のL断面(中心軸を含む中心軸方向の断面)におけるA I相の結晶方位を測定したとき、中心軸に対して角度差が 15° 以下である<110>結晶方位と<111>結晶方位の方位比率の総計が20%以上70%以下であり、但し該方位比率の総計が25%以下のとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である<110>結晶方位の方位比率が5%以上である、A I 接続材。

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称： A l 接続材

技術分野

[0001] 本発明は、A l 接続材に関する。

背景技術

[0002] 半導体装置では、半導体チップ上に形成された電極と、リードフレームや基板上の電極との間をボンディングワイヤ（線材）やボンディングリボン（条材）によって接続している。パワー半導体装置においては主にアルミニウム（A l）を材質とするボンディングワイヤやボンディングリボンが用いられている。A l ボンディングワイヤの線径は主に100 μ m～600 μ mの範囲であり、A l ボンディングリボンでは主に幅が100 μ m～3000 μ mの範囲、厚さが50 μ m～600 μ mの範囲である。ここで、A l ボンディングワイヤやA l ボンディングリボンを総称して、A l 接続材ともいう。

[0003] パワー半導体装置においては、半導体チップの材料としてシリコン（S i）が、また、半導体チップ上に形成された電極の材料としてA l－S i合金やA l－C u合金が用いられることが多い。またA l 接続材を用いたパワー半導体装置は、エアコンや太陽光発電システムなどの大電力機器、車載用の半導体装置として用いられることが多い。

[0004] A l 接続材の接合方法について、半導体チップ上の電極との1 s t 接合と、リードフレームや基板上の電極との2 n d 接合とがあり、いずれもウェッジ接合が用いられている。ウェッジ接合とは、金属製の治具（ツール）を介してA l 接続材に超音波振動と荷重を印加し、A l 接続材と電極材料の表面酸化膜を破壊して新生面を露出させ、固相拡散接合を行う方法である。この接続方法は、接続材を溶融しないで固相状態で接続することが特徴であり、接続材を溶融する溶接技術とは異なる接合技術である。

[0005] 次世代パワー半導体装置においては、汎用パワー半導体装置に比べて長時間にわたって安定的に動作することが要求される。パワー半導体装置は電流

のオン、オフを繰り返して動作する。A l 接続材を通してS i 製の半導体チップに電流が供給されると1 s t 接合部の温度は上昇する。一方、電流の供給が停止されると1 s t 接合部の温度は低下する。このようにしてパワー半導体の動作時には1 s t 接合部が昇温、降温を繰り返す。そうすると1 s t 接合部にはA l 接続材と半導体チップとの熱膨張差に起因する熱応力が繰り返し負荷される。高純度のA l のみからなる接続材を用いた場合、熱応力によりA l 接続材が比較的短時間で破壊し、次世代パワー半導体装置に求められる性能を満足することは困難であった。したがって、次世代パワー半導体では、1 s t 接合部の昇温、降温にともなう接合部寿命（以下、「温度サイクル信頼性」ともいう。）の向上が要求される。

[0006] 温度サイクル信頼性の要求に対して、機械的強度向上に主眼をおいたA l ボンディングワイヤが提案されている。A l ボンディングワイヤの機械的特性を向上させる方法として、A l に特定の元素を添加する手法が提案されている。

[0007] 特許文献1には、少なくともマグネシウム(M g)及びシリコン(S i)を含有し、且つM g及びS iの含有量の合計が0.03質量%以上0.3質量%以下であるA l合金からなるボンディングワイヤが開示されている。本特許文献には、M gやS iの固溶強化による高強度化の効果や析出したマグネシウムシリサイド(M g₂S i)によるき裂進展抑制効果により、70℃から120℃の温度範囲での冷温度サイクル試験における1 s t 接合部の接合強度の低下が遅れることが開示されている。

[0008] 特許文献2には、鉄(F e)を0.01~0.2質量%、シリコン(S i)を1~20質量ppm含有し、残部が純度99.997質量%以上のA lである合金からなり、F eの固溶量が0.01~0.06%であり、F eの析出量がF e固溶量の7倍以下であり、かつ、平均結晶粒子径が6~12μmの微細組織であることを特徴とするボンディングワイヤが開示されている。本特許文献には、F eとA lの金属間化合物粒子をA l中に均一に分散させてマトリックスの機械的強度を向上させ、さらに再結晶粒を微細化するこ

とによって、 -50°C から 200°C の温度範囲での熱衝撃試験における1 s t 接合部の接合強度の低下が抑制できることが開示されている。

[0009] 特許文献3には、シリコン (S i) を0. 1～5 質量%含み、残部がA l 及び不純物からなるA l－S i 合金を溶融して、これを噴出急冷して細線に成形してなるボンディングワイヤが開示されている。本特許文献には、溶融したA l－S i 合金を急冷してS i を微細かつ均一に分散させることで、機械的強度が向上することが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0010] 特許文献1：特開2014－131010号公報

特許文献2：特開2014－129578号公報

特許文献3：特開昭59－57440号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0011] 上述のとおり、次世代パワー半導体装置では、汎用パワー半導体装置に比べて、より長時間の使用に耐え得ることが求められる。パワー半導体装置の動作時に1 s t 接合部の温度は昇温、降温を繰り返す。その結果、A l 接続材は半導体チップよりも線膨張係数が大きいため、1 s t 接合部において両者の線膨張係数差に起因する熱応力が発生し、最終的にA l 接続材が疲労破壊する場合があった。斯かる1 s t 接合部の昇温、降温にともなう接合部の寿命（温度サイクル信頼性）を加速評価する試験の一つに温度サイクル試験がある。次世代パワー半導体に使用するA l 接続材は、温度サイクル試験において、優れた温度サイクル信頼性を呈することが求められる。しかしながら、特許文献1～3に開示されるようなS i 等の添加により高強度化したA l 接続材を用いた場合、次世代パワー半導体装置での使用を想定した温度サイクル試験において、A l 接続材よりも強度が低いA l 合金電極内において比較的速い速度でき裂が進展してしまい、良好な温度サイクル信頼性を安定

的に得ることが困難となる課題があることを確認した。

[0012] 従来の温度サイクル試験（以下、「TCT」ともいう。）は、市販の試験装置を用いて、簡便に試験が可能である。しかし、TCTにおける温度の変化速度は比較的遅いため、パワー半導体装置の動作時における速い温度変化速度とのずれが懸念される。そこで最近では、実使用の条件に近づけるため、温度変化速度を速めた高速温度サイクル試験（以下、「高速TCT」ともいう。）が検討されている。温度の変化速度は、従来のTCTが例えば10℃/分程度であるのに対して、高速TCTでは例えば200℃/分程度で高速に温度変化する。A1接続材の接合部の信頼性評価について、従来のTCTで評価した際に信頼性は低下しないA1接続材であっても、高速TCTで評価すると接合強度の低下、接合寿命の縮小が生じる場合がある。よって、実使用の条件に近い、より過酷な試験である高速TCTにおいても良好な接合部の信頼性を呈し、優れた温度サイクル信頼性をもたらすA1接続材が求められている。以下、高速TCTにおける温度サイクル信頼性を「高速温度サイクル信頼性」という場合がある。

[0013] また、接合を行う際にA1接続材が電極から剥離する等の接合不良が発生すると、製品の不具合や製造歩留低下に繋がるため、各接合部において良好な接合強度を得ることが求められる。この点、1st接合部では良好な接合強度を得るために超音波振動や荷重を強く印加すると半導体チップが損傷してしまうことがある。特にSi等の添加により高強度化したA1接続材を用いる場合、その硬さに起因して1st接合時に半導体チップを損傷し易く、斯かる損傷を低減させるべく超音波振動や荷重を調整すると、その変形抵抗の高さや変形方向の不安定さなどに起因して接合面積を安定的に確保できなくなるなどして十分な1st接合部の接合強度（以下、単に「1st接合強度」ともいう。）が得られない場合があった。これら1st接合部の初期接合時の問題は、ひいては温度サイクル信頼性の低下や不安定さの要因となることから、Si等の添加により高強度化したA1接続材の実用の障害となる。

[0014] 本発明は、優れた温度サイクル信頼性と良好な 1 s t 接合強度を満足する A l 接続材を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0015] 本発明者らは、上記課題につき鋭意検討した結果、S i を 4. 0 質量%以上 12. 0 質量%以下含有する A l 接続材において、比電気抵抗 R a が特定範囲にあり、該 A l 接続材の L 断面（中心軸を含む中心軸方向の断面）における A l 相の結晶方位を測定したとき、中心軸に対して角度差が 15° 以下である<110>結晶方位と<111>結晶方位の方位比率の総計が特定範囲にある A l 接続材が上記課題を解決できることを見出し、斯かる知見に基づいて更に検討を重ねることによって本発明を完成した。

[0016] すなわち、本発明は以下の内容を含む。

<1>

S i を 4. 0 質量%以上 12. 0 質量%以下含有する A l 接続材であって、
比電気抵抗 R a が $2.6 \times 10^{-8} \Omega m$ 以上 $3.6 \times 10^{-8} \Omega m$ 以下であり、
該 A l 接続材の L 断面（中心軸を含む中心軸方向の断面）における A l 相の結晶方位を測定したとき、中心軸に対して角度差が 15° 以下である<110>結晶方位と<111>結晶方位の方位比率の総計が 20%以上 70%以下であり、但し該方位比率の総計が 25%以下のとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である<110>結晶方位の方位比率が 5%以上である、A l 接続材。

<2>

L 断面における A l 相の結晶方位について、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である<110>結晶方位の方位比率が 5%以上 50%以下である、<1>に記載の A l 接続材。

<3>

L 断面における S i 相の結晶方位を測定したとき、中心軸方向に対して角

度差が 15° 以下である $\langle 111 \rangle$ 結晶方位と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率の総計が20%以上70%以下である、 $\langle 1 \rangle$ 又は $\langle 2 \rangle$ に記載のAⅠ接続材。

$\langle 4 \rangle$

L断面におけるAⅠ相の短辺長さ c と長辺長さ d の比率(c/d)の平均値が0.2以上0.7以下である、 $\langle 1 \rangle \sim \langle 3 \rangle$ のいずれかに記載のAⅠ接続材。

$\langle 5 \rangle$

さらにSr、Na、Ca、Bのいずれか一種以上を総計で5質量ppm以上800質量ppm以下含有する、 $\langle 1 \rangle \sim \langle 4 \rangle$ のいずれかに記載のAⅠ接続材。

$\langle 6 \rangle$

さらにFe、Mg、P、Tiのいずれか一種以上を総計で5質量ppm以上500質量ppm以下含有する、 $\langle 1 \rangle \sim \langle 5 \rangle$ のいずれかに記載のAⅠ接続材。

$\langle 7 \rangle$

AⅠ接続材中のその他の元素の総計濃度が0.5質量%以下である、 $\langle 1 \rangle \sim \langle 6 \rangle$ のいずれかに記載のAⅠ接続材。

発明の効果

[0017] 本発明によれば、優れた温度サイクル信頼性と良好な1st接合強度を満足するAⅠ接続材を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0018] [図1]図1は、AⅠ接続材について、AⅠ相およびSi相の結晶方位、形状（形状比率(c/d)）を測定する際の測定対象面（検査面）を説明するための概略図である。測定対象面は、AⅠ接続材の中心軸を含む中心軸方向の断面（L断面）である。

[図2]図2は、L断面におけるAⅠ相の短辺長さ(c)と長辺長さ(d)を説明するための概略図である。

[図3]図3は、1 s t 接合部の中抜け不良を説明するための概略図である。

[図4]図4は、軟X線透過装置により観察したA l 接続材の内部クラックの一例である。

発明を実施するための形態

[0019] 以下、本発明をその好適な実施形態に即して詳細に説明する。説明にあたり図面を参照する場合もあるが、各図面は、発明が理解できる程度に、構成要素の形状、大きさおよび配置が概略的に示されているに過ぎない。本発明は、下記実施形態及び例示物に限定されるものではなく、本発明の請求の範囲及びその均等の範囲を逸脱しない範囲において任意に変更して実施され得る。

[0020] [A l 接続材]

本発明のA l 接続材は、S i を4.0質量%以上12.0質量%以下含有するA l 接続材であって、

比電気抵抗R a が $2.6 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以上 $3.6 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以下であり、

該A l 接続材のL断面（中心軸を含む中心軸方向の断面）におけるA l 相の結晶方位を測定したとき、中心軸に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率の総計が20%以上70%以下であり、但し該方位比率の総計が25%以下のとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率が5%以上であることを特徴とする。

[0021] 先述のとおり、温度サイクル試験（TCT）において、高純度のA l のみからなる接続材を使用した場合には、該接続材の内部を比較的速い速度でき裂が進展して、良好な温度サイクル信頼性を得ることは困難であった。一方、S i 等の添加により高強度化したA l 接続材を使用する場合は、相対的に強度が低いA l 合金電極内をき裂が進展するため、次世代パワー半導体装置に要求される温度サイクル信頼性を得ることは困難であることを確認した。すなわち実使用の条件に近い、温度変化速度を速めた高速温度サイクル試験

(高速TCCT)においては、従来のTCCTで評価した際に信頼性は低下しないAl接続材であっても、接合強度の低下、接合寿命の縮小が生じる場合があることを確認した。さらには、Si等の添加により高強度化したAl接続材を用いる場合、1st接合時に半導体チップを損傷し易く、斯かる損傷を低減させるべく超音波振動や荷重を調整すると、十分な1st接合強度が得られない場合があった。

[0022] 本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、Siを4.0質量%以上12.0質量%以下含有するAl接続材であって、比電気抵抗 R_a が特定範囲にあり、そのL断面におけるAl相の結晶方位を測定したとき、中心軸に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率の総計が特定範囲にあるAl接続材によれば、実使用の条件に近い、より過酷な試験である高速TCCTにおいても良好な接合部の信頼性を呈し、優れた温度サイクル信頼性をもたらすと共に、1st接合強度も向上させ得ることを見出した。斯かる本発明のAl接続材は、次世代パワー半導体装置で要求される温度サイクル信頼性を実現すると共に良好な1st接合強度を実現することに著しく寄与するものである。

[0023] 本発明のAl接続材は、Siを4.0質量%以上12.0質量%以下含有しており、Al中にSiが固溶したAl相と、Siが晶出又は析出して形成されたSi相から構成される。ここで、Al相は、Siのほか、他の添加元素が固溶していてもよい。また、Si相はSi晶出物とSi析出物の総称であり、Si晶出物とは凝固中に溶解液から形成され、サイズが $1 \sim 20 \mu\text{m}$ 程度で粗大であるのに対して、Si析出物とは固体状態から形成され、サイズは $0.1 \sim \text{数} \mu\text{m}$ 程度で小さい。

[0024] また本発明において、Al接続材のL断面、すなわちAl接続材の中心軸を含む中心軸方向の断面とは、後記「(Al相、Si相の結晶方位の方位比率の測定方法)」欄にて図1を参照しつつ説明するとおりである。

[0025] 本発明のAl接続材が優れた温度サイクル信頼性と良好な1st接合強度をもたらすことができる理由に関しては、以下のとおり推察される。

[0026] S i 濃度が4.0質量%以上12.0質量%以下の範囲であれば、S i 晶出物が粒子状に生成される傾向にある。斯かるS i 晶出物は上記のとおり比較的大きく成長しており、線膨張の抑制、温度サイクル信頼性などの特性の改善に寄与する。その一方で、高濃度のS i を含有することでA l 接続材は硬質化し、接合時の変形が不十分となったり変形方向が不安定となったりして、接合強度が低下する場合がある。これら初期接合時の問題は、ひいては温度サイクル信頼性の低下や不安定さの要因となることから、S i 等の添加により高強度化したA l 接続材の実用の障害となる。

[0027] 本発明者らは、超音波振動および荷重を印加した際（以下、単に「接合時」ともいう。）に半導体チップの損傷を抑制しつつ初期の接合強度を向上させるには、（i）A l 相内の固溶状態のS i および微細析出物と、（ii）A l 相の特定の結晶方位の配向と、を同時に制御することが有効であることを見出した。

[0028] 上記（i）に関し、A l 相内に固溶されたS i 原子は、格子歪みの増加、転位の固着などの作用により、接合時の変形抵抗を増加させるように作用することから、固溶状態のS i 量を低減させると、A l 接続材は軟質化して、その変形を促進できる。また、熱処理により固溶されたS i の一部は析出して、微細なS i 析出物などを形成するが、そのサイズをサブミクロン程度の範囲で制御することで、接合時の均一変形および接合部の温度サイクル特性を改善し得る。

[0029] ここで、固溶状態のS i は直接観察することができないため、A l 接続材全体の固溶量を精度よく測定することは困難である。また微細なS i 析出物について、TEMなど高度解析により、その一部は観察可能ではあるものの、観察領域が限定され、粒子の分布も含めた、A l 接続材内の微細なS i 析出物の量、体積を正確に把握することは難しい。この点、電気測定により求められるA l - S i 合金の比電気抵抗は、A l 相内のS i 固溶量、微細析出物量や分布の指標として管理できる。さらにこの比電気抵抗を制御することが、A l 接続材の材料構造を変化させて、接合性の改善を図るにあたって有

効であることを見出した。例えば比電気抵抗を低減することは、S i 固溶量の低下または微細析出物量の増加と関係して、接合時の半導体チップの損傷を低減する効果に寄与する。反対に比電気抵抗を増加することは、S i 固溶量の増加または微細析出物量の低減と関係している。なお、粗大化したS i 晶出物が比電気抵抗に及ぼす影響は、固溶状態のS i に比べてかなり小さく、ほぼ無視できるレベルである。

[0030] したがって、A l - S i 合金の比電気抵抗を指標としてA l 接続材の材料構造を調整することが、固溶状態のS i や微細なS i 析出物を制御することに繋がり、接合時の半導体チップの損傷を抑制しつつ接合強度の向上を達成するにあたり有効である。なお、従来のA l 合金からなる接続材では導電率（電気抵抗の逆数）を調整することは行われているが、これは電気を通し易くするための電気特性の視点であった。本発明におけるA l - S i 合金の比電気抵抗の適正化については、電気特性の調整が目的ではなく、固溶、微細析出の材料構造を制御するための指標として設定していることを特徴とする。材料構造を制御するに際し比電気抵抗に適正範囲があり、その範囲から外れると電気特性は良好であっても、接合時の半導体チップの損傷を抑制しつつ接合強度の向上を達成することは難しい。またS i を3質量%以下の範囲で含有するA l 接続材に関しては、比電気抵抗と接合特性との関係が希薄であることを確認した。接合時の半導体チップの損傷を抑制しつつ接合強度の向上を達成するにあたり、比電気抵抗を指標として管理できるのは、S i を4.0質量%以上12.0質量%以下含有する本発明の構成において特異的に妥当することを確認している。

[0031] 上記(i i)に関し、A l 相の結晶粒に関する集合組織の制御が、接合時の十分な変形を促進するにあたり有効である。すなわちA l 相の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率の総計が20%以上70%以下の範囲（但し該方位比率の総計が25%以下のとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率が5%以上）であると、A l 接続材全体の変形を促進して接合強度を高める効果が得られるものと

考えられる。また $\langle 110 \rangle$ 結晶方位と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率を制御することにより、接合時に接合界面に介在する酸化膜を破壊して新生面を露出させて金属接合を促進する効果が高まるものと考えられる。 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の配向により超音波振動と平行方向のA I 接続材の変形を主に制御し、 $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の配向により超音波振動とは垂直方向（A I 接続材の幅方向）の変形を主に制御していると考えられる。

[0032] 以上のように、本発明のA I 接続材は、温度サイクル信頼性と1 s t 接合強度の向上に寄与する因子が適切に制御された結果、先述のとおり優れた温度サイクル信頼性と良好な1 s t 接合強度をもたらすことができるものと推察される。

[0033] − S i 濃度 −

S i 濃度は4.0質量%以上12.0質量%以下の範囲であることで、接合部の熱歪みを低減して、温度サイクル特性を向上することに役立つ。4.0質量%未満であれば改善効果が小さく、12.0質量%超であれば、硬質化による初期接合強度の低下、半導体チップの損傷などが問題となる。実使用の条件に近い、温度変化速度を速めた高速T C Tにおいても良好な温度サイクル信頼性を得る観点から、本発明のA I 接続材におけるS i の濃度は4.0質量%以上であり、好ましくは4.5質量%以上、より好ましくは4.6質量%以上、4.8質量%以上、5.0質量%以上、5.2質量%以上、5.4質量%以上又は5.5質量%以上である。他方、A I 接続材の硬度が過大となると、一般的に用いる超音波振動、荷重の接合条件では1 s t 接合時に半導体チップの損傷が発生し易くなる。一般的な接合条件にて1 s t 接合する場合に良好な接合強度を得る観点から、本発明のA I 接続材におけるS i 濃度は12.0質量%以下であり、好ましくは11.5質量%以下又は11.0質量%以下、より好ましくは10.8質量%以下、10.6質量%以下、10.5質量%以下、10.4質量%以下、10.2質量%以下又は10.0質量%以下である。

[0034] 本発明のA I 接続材に含まれる元素の濃度分析には、例えばI C P (I n

ductively Coupled Plasma) 発光分光分析装置や ICP 質量分析装置を利用することができる。A I 接続材の表面に酸素や炭素等の大気中からの汚染物由来の元素が吸着している場合には、分析を行う前に吸着した物質に応じて酸やアルカリにより洗浄を行うことが有効である。

[0035] ー比電気抵抗ー

高速 TCT においても良好な温度サイクル信頼性を得ると共に良好な 1 s t 接合強度を得る観点から、A I 接続材の比電気抵抗は $2.6 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以上であり、好ましくは $2.7 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以上、より好ましくは $2.8 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以上である。該比電気抵抗の上限は、優れた温度サイクル信頼性と良好な 1 s t 接合強度を得る観点から、 $3.6 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以下であり、好ましくは $3.5 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以下、より好ましくは $3.4 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以下である。

[0036] A I 接続材の比電気抵抗は、直流 4 端子測定法により測定することができる。例えば、抵抗計として日置電機株式会社製 DM7275 を用い、試料長さ 200 mm、測定電流 0.02 ~ 0.1 mA の範囲、室温で試料の電気抵抗値を測定することができる。測定回数は 5 回とし、その算術平均により各試料の電気抵抗値 R を求める。その電気抵抗値を R、試料の長さを L、試料の断面積を S とすると、A I 接続材の比電気抵抗値 M は $R \times (S/L)$ で算出することができる。

[0037] ー L 断面における A I 相の結晶方位ー

高速 TCT においても良好な温度サイクル信頼性を得ると共に良好な 1 s t 接合強度を得る観点から、A I 接続材の L 断面における A I 相の結晶方位を測定したとき、中心軸に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率の総計（以下、「A I 相の $\langle 110 \rangle$ + $\langle 111 \rangle$ 総計比率」ともいう。）は、20% 以上であり、好ましくは 22% 以上、24% 以上、25% 以上又は 25% 超、より好ましくは 26% 以上又は 28% 以上、さらに好ましくは 30% 以上、さらにより好ましくは 3

5%以上、40%以上、42%以上、44%以上又は45%以上である。該AⅠ相の $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ 総計比率が低い態様について詳しく調べたところ、該総計比率が20%以上30%未満の範囲においても、温度サイクル信頼性と1st接合強度を向上する効果が得られることを確認した。但し、該AⅠ相の $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ 総計比率が25%以下のとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率が5%以上であることが重要であることを確認している。該AⅠ相の $\langle 110 \rangle + \langle 111 \rangle$ 総計比率の上限は、優れた温度サイクル信頼性と良好な1st接合強度を得る観点から、70%以下であり、好ましくは65%以下、より好ましくは60%以下、さらに好ましくは58%以下、56%以下又は55%以下である。

[0038] よりいっそう良好な1st接合強度を得る観点、1st接合部の中抜け（AⅠ接続材と電極との接合領域中に金属接合が不十分である箇所が形成される現象）を抑制する観点から、AⅠ接続材のL断面におけるAⅠ相の結晶方位を測定したとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率（以下、「AⅠ相の $\langle 110 \rangle$ 比率」ともいう。）は、5%以上50%以下の範囲にあることが好ましい。AⅠ相の結晶方位に関して、AⅠ相の $\langle 110 \rangle + \langle 111 \rangle$ 総計比率が20%以上70%以下の範囲という上記の条件を満足したうえで、AⅠ相の $\langle 110 \rangle$ 比率が5%以上50%以下であることにより、1st接合部の中抜けを抑制して1st接合強度を向上する高い効果が得られる。AⅠ相の $\langle 110 \rangle$ 比率が斯かる範囲にある場合に上記の効果が得られる理由に関しては、次のとおり推察される。すなわち、AⅠ相の $\langle 110 \rangle$ 比率が斯かる範囲にあると、超音波振動方向におけるAⅠ接続材の変形を促進することができ、ひいては1st接合強度をさらに向上させることができるものと考えられる。また、中抜けは、超音波振動方向に発生する場合が多く、上記のとおり超音波振動方向におけるAⅠ接続材の変形を促進することにより、中抜けも抑制されるものと考えられる。該AⅠ相の $\langle 110 \rangle$ 比率は、よりいっそう良好な1st接合強度

を得る観点、1st接合部の中抜けを抑制する観点から、より好ましくは10%以上、さらに好ましくは12%以上、14%以上又は15%以上である。また、該A1相の<110>比率の上限は、より好ましくは45%以下、さらに好ましくは40%以下、38%以下、36%以下又は35%以下である。

[0039] A1接続材のL断面におけるA1相の結晶方位の方位比率の測定には、SEM-EDSによって得られたA1濃度及びSi濃度の情報と後方散乱電子線回折法（EBSD）によって得られた結晶方位の情報を組み合わせる手法を用いることができる。詳細には、A1接続材のL断面を検査面とした測定領域において、EDSを用いたA1とSiの濃度測定と、EBSDを用いた結晶方位解析を同時に行う。続いて、装置に付属している解析ソフトを利用して、EDSの測定結果からA1相とSi相を分離・抽出する。具体的には、FE-SEM装置に付属の解析ソフトOIM Data CollectionまたはOIM Analysis（両者ともTSLソリューション製）の機能であるChi Scan（カイスキャン）機能を利用することが好適である。そしてA1相と特定された領域について、装置に付属している解析ソフトを利用することにより、A1相の<110>結晶方位と<111>結晶方位の方位比率及びそれらの総計を算出することができる。その方位比率を算出するにあたって、測定エリア内で、ある信頼度を基準に同定できた結晶方位のみの面積を母集団として算出した部分比率（Partial Ratio）を用いる。そして<110>結晶方位と<111>結晶方位の面積割合を、それぞれ<110>結晶方位の方位比率、<111>結晶方位の方位比率とした。したがって一実施形態において、本発明のA1接続材のL断面におけるA1相の結晶方位の方位比率は、以下の（1）乃至（3）の手順により算出される。

（1）A1接続材のL断面を検査面とした測定領域において、EDSを用いたA1とSiの濃度測定と、EBSDを用いた結晶方位測定を同時に行う。

（2）Chi Scan機能を利用して、A1とSiを分離・抽出する。具

体的にはS iのEDSの測定結果から、S iの閾値に相当するToleranceを設定することで、AlとS iを分離して識別できる。マテリアルファイルからAlとS iの結晶情報を用いて、結晶方位を解析することができる。

(3) Al相と特定された領域について、結晶方位を解析し、Al相の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率を算出する。

[0040] 上記(2)の手順において、Tolerance (%)の設定は20~40%の範囲で選定することができ、Al接続材のL断面の標準的な解析では、約30%で比較することが好ましい。このToleranceを調整する手順について補足説明する。EDS分析のS i元素濃度を2次元で表示するEDSマップから識別されるS i相の形状、大きさと比較して、Chiscan機能で抽出・識別されるS i相の形状、大きさが同等であるようにToleranceの数値を選定または確認することが望ましい。

[0041] 本発明において、L断面におけるAl相の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率は、3箇所以上を測定して得られた方位比率の各値の平均値とした。測定領域の選択にあたっては、測定データの客観性を確保する観点から、測定対象のAl接続材から、測定用の試料を、該Al接続材の中心軸方向に対し50cm以上の間隔で取得し、測定に供することが好ましい。また本発明において、EBSD法による結晶方位の測定領域は、Al接続材の中心軸方向の長さが300 μm 以上800 μm 未満であり、Al接続材の中心軸と垂直な方向にはAl接続材の全体が入ることが望ましいが、サイズが大きく全体を測定することが難しい場合には600 μm 未満の範囲で調整してよい。

[0042] —L断面におけるS i相の結晶方位—

高速TCCTにおいてよりいっそう良好な温度サイクル信頼性を得る観点から、Al接続材のL断面におけるS i相の結晶方位を測定したとき、中心軸方向に対して角度差が15°以下である $\langle 111 \rangle$ 結晶方位と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率の総計（以下、「S i相の $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ 総計比

率」ともいう。)は、20%以上70%以下の範囲にあることが好ましい。上述した比電気抵抗の制御とA相の $\langle 110 \rangle + \langle 111 \rangle$ 総計比率の制御に加えて、S相の $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ 総計比率を斯かる範囲にすると、接合強度の低下を抑える強度維持率の向上、または接合強度が低下する不良発生までの試験回数の延長により、高速TCCTにおいてもよりいっそう良好な温度サイクル信頼性を達成することができる。これは、S相の $\langle 111 \rangle$ 結晶方位および $\langle 110 \rangle$ 結晶方位と、A相の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位及び $\langle 111 \rangle$ 結晶方位とが揃うことで、S相とA相の界面の密着性が向上して、温度変化速度が激しい高速TCCTにおけるサイクル数が増加しても界面の剥離を抑える効果が発現するためと考えられる。S相の $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ 総計比率は、より好ましくは25%以上、さらに好ましくは26%以上、28%以上又は30%以上である。該S相の $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ 総計比率は、優れた温度サイクル信頼性と良好な1st接合強度を得る観点から、より好ましくは65%以下、さらに好ましくは60%以下、58%以下、56%以下、55%以下、54%以下、52%以下又は50%以下である。

- [0043] A相接続材のL断面におけるS相の結晶方位の方位比率の測定には、A相の結晶方位の方位比率の測定と同様、SEM-EDSによって得られたA相濃度及びS相濃度の情報とEBSDによって得られた結晶方位の情報を組み合わせる手法を用いることができる。詳細な手順はA相の結晶方位の方位比率の測定に関連して先述したものと同様としてよく、すなわち、S相と特定された領域について、装置に付属している解析ソフトを利用することにより、S相の $\langle 111 \rangle$ 結晶方位と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率及びそれらの総計を算出することができる。その方位比率を算出するにあたって、測定エリア内で、ある信頼度を基準に同定できた結晶方位のみの面積を母集団として算出した部分比率(Partial Ratio)を用いる。したがって一実施形態において、本発明のA相接続材のL断面におけるS相の結晶方位の方位比率は、以下の(1)乃至(3)の手順により算出され

る。

(1) A l 接続材のL断面を検査面とした測定領域において、E D Sを用いたA lとS iの濃度測定と、E B S Dを用いた結晶方位解析を同時に行う。

(2) C h i S c a n機能を利用して、A lとS iを分離して解析する。具体的にはS iのE D Sの測定結果から、S iの閾値に相当するT o l e r a n c eを設定することで、A lとS iを分離して識別できる。マテリアルファイルからA lとS iの結晶情報を用いて、結晶方位を解析する。

(3) S i相と特定された領域について、結晶方位を解析し、S i相の $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率を算出する。

[0044] 本発明において、L断面におけるS i相の $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率は、3箇所以上を測定して得られた方位比率の各値の算術平均値とした。上記(2)の手順におけるT o l e r a n c eの設定範囲、測定用の試料の取得方法やE B S D法による結晶方位の測定領域は、A l相の結晶方位の方位比率の測定に関し先述したとおりである。

[0045] —L断面におけるA l相の形状—

超音波振動と荷重を印加してA l接続材を接合する場合、その接合形状を管理することが重要である。A l接続材の接合形状は、接合部のせん断強度試験を行った際に、破断部の圧痕において、A l接続材の中心軸と垂直方向における圧痕幅（接合幅）により評価できる。この接合幅のばらつきを低減し安定化させることは、ひいては温度サイクル信頼性の向上に寄与する。この点、S i等の添加により高強度化したA l接続材では、その変形抵抗の高さや変形方向の不安定さなどに起因して、従来のA l接続材に比し接合幅のばらつきが増えることが懸念される。

[0046] 本発明者らは、S iを4.0質量%以上12.0質量%以下含有し、その比電気抵抗が特定範囲にあり、そのL断面におけるA l相の $\langle 110 \rangle + \langle 111 \rangle$ 総計比率が特定範囲にあるA l接続材について検討を進める過程で、L断面におけるA l相の形状がA l接続材の接合時の接合幅のばらつきに影響を及ぼすことを見出した。詳細には、L断面におけるA l相の短辺長さ

cと長辺長さdの比率(c/d)の平均値が0.2以上0.7以下の範囲であることにより、接合時の接合幅のばらつきが低減することを見出した。この比率(c/d)の数値は扁平度を示す指標である。図2を参照してさらに説明する。図2は、A1接続材のL断面におけるA1相を模式的に示した図であり、A1接続材の中心軸方向が図2の水平方向(左右方向)に、また、中心軸に垂直な方向が図2の垂直方向(上下方向)にそれぞれ対応するように示している。L断面におけるA1相について、上記の「短辺長さc」は、図2において符号cで示した寸法に該当する。またL断面におけるA1相について、上記の「長辺長さd」は、図2において符号dで示した寸法に該当する。以下、L断面におけるA1相の短辺長さcと長辺長さdの比率(c/d)を、単に「A1相の形状比率(c/d)」ともいう。A1相の形状比率(c/d)の数値は、装置に付属の解析ソフトでは、Grain Shape Aspect Ratioで求めることができる。

[0047] 本発明のA1接続材において、A1相の形状比率(c/d)の平均値を制御することにより接合時の接合幅のばらつきを低減させ得る理由に関しては、以下のとおり推察される。A1相が柱状、繊維状など長くなると、超音波振動および荷重を印加した際にA1接続材の変形は不均一となり、接合幅がばらつく原因となる。先述のとおり比電気抵抗を適正化し固溶、微細析出の材料構造を制御して変形が促進された状態を達成することに加えて、A1相の形状比率(c/d)を適正化することにより、変形、摩擦、接合の方向性を均一化する作用が働き、接合幅が安定化すると考えられる。A1接続材は押し出し、伸線などの加工により製造されるため、基本的にはA1相はA1接続材の中心軸方向に扁平した形状となる傾向があること、すなわち、A1相は、その長辺長さdの方向が、A1接続材の中心軸方向、あるいはそれに近い方向になるように配列する傾向にあること、また、先述のとおりA1相の結晶方位の適正化によって超音波振動に平行／垂直な方向における複合的な変形を制御していることから、方向を特に指定しない上記のA1相の形状比率(c/d)の管理で所期の効果を達成し得るものと考えられる。なお、

接合時の接合幅のばらつきを低減するにあたっては、L断面におけるAⅠ相の形状比率(c/d)の平均値が上記好適範囲にあればよく、全てのAⅠ相について形状比率(c/d)が0.2以上0.7以下の範囲にある必要はない。例えば、形状比率(c/d)が0.2未満であるAⅠ相を含んでいてもよいし、形状比率(c/d)が0.7超であるAⅠ相を含んでいてもよい。

[0048] 接合時の接合幅のばらつきを低減し、次世代パワー半導体装置で要求される温度サイクル信頼性をいっそう良好に実現する観点から、本発明のAⅠ接続材のL断面におけるAⅠ相の形状比率(c/d)の平均値は、より好ましくは0.25以上であり、その上限は、より好ましくは0.65以下である。

[0049] AⅠ接続材のL断面におけるAⅠ相の形状比率(c/d)を測定する方法について説明する。まず、上述した結晶方位の測定と同様に、SEM-EDSによって得られたAⅠ濃度及びSi濃度の情報と、EBSDによって得られた結晶方位の情報を組み合わせる手法を用いることができる。詳細な手順は結晶方位の方位比率の測定に関連して先述したものと同様としてよく、すなわち、AⅠ相と特定された領域について、装置に付属している解析ソフトを利用することにより結晶方位を解析することができる。測定点間の方位差が 15° 以上であれば結晶粒界と判断して形状比率(c/d)を算出する。各AⅠ相の形状比率(c/d)の平均値をAⅠ相の形状比率(c/d)の平均値と定義する。AⅠ相の形状比率(c/d)を求める過程では、結晶方位が測定できない部位、あるいは測定できても方位解析の信頼度が低い部位は除外して計算した。したがって一実施形態において、本発明のAⅠ接続材のL断面におけるAⅠ相の形状比率(c/d)の平均値は、以下の(1)乃至(3)の手順により算出される。

(1) AⅠ接続材のL断面を検査面とし、EDSを用いたAⅠとSiの濃度測定と、EBSDを用いた結晶方位測定を同時に行う。

(2) Ch i S c a n機能を利用して、AⅠとSiを分離・抽出する。具体的にはSiのEDSの測定結果から、Siの閾値に相当するT o l e r a

n c eを設定することで、A lとS iを分離して識別できる。マテリアルフ
ァイルからA lとS iの結晶情報を用いて、結晶方位を解析することができる。

(3) A l相と特定された領域について、結晶方位を解析し、測定点間の方
位差が 15° 以上であれば結晶粒界と判断して各結晶粒の形状比率(c/d)
を求め、各結晶粒の形状比率(c/d)を平均計算してA l相の形状比率
(c/d)の平均値を算出する。ここで、A l相の形状比率(c/d)の平
均値は、解析ソフトのGrain Shape Aspect Ratio
の数値(以下、「粒形アスペクト比」という。)を用いる。この数値は各結
晶粒の粒形アスペクト比を平均計算して平均値を求めたものである。なお、
粒形アスペクト比の計算法について、結晶粒1個の短辺長さ(c)(Grain
Shape Minor Axis)と長辺長さ(d)(Grain
Shape Major Axis)の比率(c/d)を求めている。ま
た、平均計算に関しては、装置付属ソフトで選択できるArea平均で求め
た平均値を採用する。Area平均で求めた平均値を採用することにより、
接合時の接合幅のばらつきを低減させ得るのに好適な、A l相の形状比率(c/d)の平均値に係る条件の成否を精度良く測定・判定することができる。
Area平均の計算では、各粒子面積が全粒子の面積に占める割合を各粒
子面積値に乘算した値の平均から算出されるもので、ソフトが自動で演算す
る。

[0050] L断面におけるA l相の形状比率(c/d)の平均値を測定するに際して
、上記(2)の手順におけるToleranceの設定範囲、EBSD法に
よる結晶方位の測定領域は、A l相の結晶方位の方位比率の測定に関し先述
したとおりである。

[0051] なお、A l相の形状比率(c/d)を測定する手法には、上記のほか、L
断面の観察画像からの二値化処理を含む幾つかの方法があるが、本発明にお
いては、多くの測定機能が備わり1回の測定で、上記の結晶方位、A l相の
形状比率(c/d)といった複数の特性を求められること、自動解析が可能

であること、普及した装置・解析技術であり測定が容易であることなどの理由から、上記のとおり、SEM-EDSによって得られたAl濃度及びSi濃度の情報と、EBSDによって得られた結晶方位の情報を組み合わせる手法を用いる。

[0052] ーSr、Na、Ca、Bの添加ー

本発明のAl接続材は、さらにSr、Na、Ca、Bのいずれか一種以上（以下、「第1元素群」ともいう。）を総計で5質量ppm以上800質量ppm以下含有してもよい。

[0053] Si等の添加により高強度化したAl接続材では、伸線加工時にAl接続材内にクラック（内部クラック）が発生する場合があることを見出した。これは、粗大なSi晶出物の形成、Al相の不均一な塑性変形などが原因と考えられる。内部クラックは温度サイクル信頼性の低下、大電流が印加された際の熔融破断などの不良を誘発する場合があるため、内部クラックの発生を抑制することが求められる。

[0054] Siを4.0質量%以上12.0質量%以下含有する場合であっても、さらにSr、Na、Ca、Bのいずれか一種以上を総計で5質量ppm以上800質量ppm以下含有することにより、加工時の内部クラックの発生を抑制することができる。第1元素群を総計で5質量ppm以上800質量ppm以下の濃度で添加すると、Si晶出物が微細化されて、Al接続材内に均一に分散することで、クラックの起点の発生が抑えられるものと考えられる。さらに比電気抵抗の制御によりAl相内のSi固容量を調整していることで、Al相の加工歪みを緩和してクラックの成長を抑制する作用があるものと考えられる。

[0055] 加工時の内部クラックの発生を抑制する観点から、本発明のAl接続材における第1元素群の総計濃度は、より好ましくは20質量ppm以上、さらに好ましくは30質量ppm以上、40質量ppm以上又は50質量ppm以上であり、その上限は、半導体チップの損傷を抑制しつつ良好な1st接合強度を達成し易い観点から、好ましくは750質量ppm以下、より好ま

しくは740質量ppm以下、720質量ppm以下又は700質量ppm以下である。

[0056] −Fe、Mg、P、Tiの添加−

本発明のAl接続材は、さらにFe、Mg、P、Tiのいずれか一種以上（以下、「第2元素群」ともいう。）を総計で5質量ppm以上500質量ppm以下含有してもよい。

[0057] さらにFe、Mg、P、Tiのいずれか一種以上を総計で5質量ppm以上500質量ppm以下含有することにより、Al接続材表面の傷、削れの発生を抑えて、平滑な表面を形成することができる。Siを4.0質量%以上12.0質量%以下の高濃度に含有するAl合金は、表面の硬質化や、表面に存在するSi相およびAl酸化物の脱落などが生じることで、伸線加工において表面に傷、削れが発生し、表面凹凸が大きいAl接続材に帰着する場合がある。第2元素群の添加により、Al接続材表面のAl酸化物の安定化、Al結晶粒の組織の微細化、硬質化などが進むことで、伸線加工中の傷、削れを低減することができるものと推察される。L断面におけるAl相の結晶方位の方位比率を制御すると共に、第2元素群を添加することにより、Al接続材表面の傷、削れの発生を抑えて、平滑な表面を形成する効果が高められるものと考えられる。

[0058] 表面の傷、削れの発生を抑えて、平滑な表面を有するAl接続材を形成する観点から、本発明のAl接続材における第2元素群の総計濃度は、より好ましくは10質量ppm以上、さらに好ましくは20質量ppm以上、30質量ppm以上、40質量ppm以上又は50質量ppm以上であり、その上限は、半導体チップの損傷を抑制しつつ良好な1st接合強度を達成し易い観点から、好ましくは450質量ppm以下、より好ましくは440質量ppm以下、420質量ppm以下又は400質量ppm以下である。

[0059] 本発明のAl接続材を製造する際のアルミニウム原料としては、純度が4N（Al：99.99質量%以上）のAlを用いることが好適であり、さらに不純物量の少ない5N（Al：99.999質量%以上）以上のAlを用

いることがより好適である。

[0060] 本発明の効果を阻害しない範囲において、本発明のAⅠ接続材は、AⅠ、Si、第1元素群及び第2元素群以外の元素（以下、「その他の元素」ともいう。）をさらに含有してもよい。AⅠ接続材中のその他の元素の総計濃度は、本発明の効果を阻害しない範囲において特に限定されない。該その他の元素の総計濃度は、例えば、0.5質量%以下、0.4質量%以下、0.3質量%以下、0.2質量%以下、0.15質量%以下、0.1質量%以下、0.08質量%以下、0.06質量%以下、0.05質量%以下、0.04質量%以下、0.03質量%以下、0.025質量%以下、0.02質量%以下、0.018質量%以下、0.016質量%以下、0.015質量%以下、0.014質量%以下、0.012質量%以下又は0.01質量%以下であってもよい。その他の元素の総計濃度の下限は特に限定されず、0質量%であってもよい。一実施形態において、本発明のAⅠ接続材の残部はAⅠ及びその他の元素からなる。したがって好適な一実施形態において、本発明のAⅠ接続材は、AⅠ、Si及びその他の元素からなる。他の好適な一実施形態において、本発明のAⅠ接続材は、AⅠと、Siと、第1元素群のいずれか一種以上と、その他の元素とからなる。さらに他の好適な一実施形態において、本発明のAⅠ接続材は、AⅠと、Siと、第2元素群のいずれか一種以上と、その他の元素とからなる。さらに他の好適な一実施形態において、本発明のAⅠ接続材は、AⅠと、Siと、第1元素群のいずれか一種以上と、第2元素群のいずれか一種以上と、その他の元素とからなる。

[0061] 一実施形態において、本発明のAⅠ接続材の残部はAⅠ及び不可避不純物からなる。したがって好適な一実施形態において、本発明のAⅠ接続材は、AⅠ、Si及び不可避不純物からなる。他の好適な一実施形態において、本発明のAⅠ接続材は、AⅠと、Siと、第1元素群のいずれか一種以上と、不可避不純物とからなる。さらに他の好適な一実施形態において、本発明のAⅠ接続材は、AⅠと、Siと、第2元素群のいずれか一種以上と、不可避不純物とからなる。さらに他の好適な一実施形態において、本発明のAⅠ接

続材は、A l と、S i と、第 1 元素群のいずれか一種以上と、第 2 元素群のいずれか一種以上と、不可避不純物とからなる。

[0062] 好適な一実施形態において、本発明の A l 接続材は、該 A l 接続材の外周に、A l 以外の金属を主成分とする被覆を有していない。ここで、「A l 以外の金属を主成分とする被覆」とは、A l 以外の金属の含有量が 50 質量%以上である被覆をいう。

[0063] 本発明の A l 接続材は、A l ボンディングワイヤであってもよく、A l ボンディングリボンであってもよい。本発明の A l 接続材が A l ボンディングワイヤである場合、その線径は特に限定されず、例えば、100～600 μ m の範囲であってよい。本発明の A l 接続材が A l ボンディングリボンである場合、その矩形若しくは略矩形の断面の寸法 (W×T) は、特に限定されず、例えば、W は 100～3000 μ m であってよく、T は 50～600 μ m であってよい。

[0064] 本発明の A l 接続材は、優れた温度サイクル信頼性と良好な 1 s t 接合強度をもたらすことができる。したがって本発明の A l 接続材は、半導体装置用の A l 接続材、特にパワー半導体装置用の A l 接続材として好適に使用することができる。

[0065] ー A l 接続材の製造方法 ー

本発明の A l 接続材の製造方法の一例を説明する。以下、線径 200～400 μ m の A l ボンディングワイヤの製造に即して一例を説明する。

[0066] 原材料となる A l および合金元素は純度が高い方が好ましい。A l は純度が 99.99 質量%以上で残部が不可避不純物から構成されるものが好ましい。合金元素として使用する S i、第 1 元素群及び第 2 元素群は、純度が 99.9 質量%以上で残部が不可避不純物から構成されるものが好ましい。ボンディングワイヤに用いる A l 合金は、円柱形状のインゴットが得られるように加工した黒鉛やアルミナ製のるつぽに、A l 原料と合金元素の原料を装填し、電気炉や高周波加熱炉を用いて溶解することにより製造できる。円柱形状のインゴットの直径はその後の加工工程における加工性を考慮して Φ 6 m

m以上8mm未満とすることが好ましい。溶解時の炉内の雰囲気は、ワイヤを構成するAlやその他の元素が過剰に酸化されることを防ぐため、不活性雰囲気あるいは還元雰囲気とすることが好ましい。溶解時の溶湯の最高到達温度は、溶湯の流動性を確保しつつ、凝固時のSi相の形状、サイズを制御しやすくすることなどを考慮して、800℃以上1050℃未満の範囲とすることが好ましい。溶解後の冷却方法は水冷、炉冷、空冷などを用いることができる。

[0067] 溶解によって得られた円柱状のインゴットに対し、高温で加熱する溶体化処理を行った後、ダイスを用いた伸線加工を繰り返し行うことで、目的とする線径のワイヤを製造することができる。伸線加工後のワイヤは電気炉を用いて最終熱処理を行うことでAl合金ボンディングワイヤとして使用することができる。

[0068] L断面におけるSi相の結晶方位、粒径を制御するには、溶体化処理、均質化処理、最終熱処理などの熱処理条件、および、伸線加工条件などを制御することが有効である。伸線加工時には、ワイヤとダイスの接触界面における潤滑性を確保するため、潤滑液を用いることが有効である。

[0069] 比電気抵抗を $2.6 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以上 $3.6 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以下の範囲に制御するための製造条件の一例を、以下に示す。

[0070] 比電気抵抗を調整するには、Al相内のSi固容量、微細析出物の量や分布の制御が有効であり、具体的には、インゴットに対し2段階の熱処理を行うと共に最終熱処理の条件を制御することが有効である。

[0071] 2段階の熱処理では、高温での溶体化処理を行い、その後の冷却途中で均質化処理を連続的に行うことが好適である。溶体化処理の温度範囲は400℃以上550℃未満、時間は1時間以上6時間未満とすることが有効である。この溶体化処理後に均質化処理を250℃以上350℃未満、時間は2時間以上6時間未満の範囲で行うことが有効である。高温での溶体化処理によりSiの固溶を促進し、さらに熱処理時間を調整して晶出したSi相の一部を固溶することができる。また冷却中の均質化処理により、過剰に固溶した

S i の一部を析出させて微細な S i 析出物を形成したり、一部の S i 晶出物を成長させたりして制御することができる。例えば、溶体化処理を 5 0 0 °C の高温で行い S i の固容量を増した後に、均質化処理を 3 0 0 °C で行くと、比電気抵抗は低下する傾向にある。

[0072] さらに比電気抵抗を細かく調整するため、最終熱処理の温度範囲は 2 5 0 °C 以上 3 5 0 °C 未満、時間は 2 時間以上 2 4 時間未満とすることが有効である。上記の 2 段階の熱処理に付したインゴットを加工して、S i 相がほぼ均一に分布する状態を形成してから、最終熱処理を行うことで、A l 相内に固溶する S i の濃度を均一に制御することができる。その結果として比電気抵抗を制御することが容易となる。例えば、最終熱処理を低温で長時間行くと、比電気抵抗は低下する傾向にある。

[0073] L 断面における A l 相の $\langle 110 \rangle + \langle 111 \rangle$ 総計比率を 2 0 % 以上 7 0 % 以下の範囲に調整するためには、最終熱処理条件を制御することが有効である。

[0074] A l 相の $\langle 110 \rangle + \langle 111 \rangle$ 総計比率を所期の範囲に調整するにあたり、最終熱処理の温度範囲は 2 5 0 °C 以上 3 5 0 °C 未満、時間は 2 時間以上 2 4 時間未満の範囲で調整することが好適である。最終熱処理により A l 相の回復・再結晶が進行すると同時に、熱処理温度に応じて A l 相内の S i 固容量が変化して再結晶温度が変化する。上述した加工集合組織の形成と共に、最終熱処理による再結晶の進行を調整することで、結晶方位の配向を制御することが容易となる。例えば最終熱処理を低温または短時間で調整することで、稠密度の高い $\langle 110 \rangle$ 結晶方位と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率が増加する傾向にある。

[0075] L 断面における A l 相の $\langle 110 \rangle$ 比率を 5 % 以上 4 0 % 以下の範囲に調整するためには、伸線加工のワイヤ送り速度（伸線速度）と最終熱処理条件を制御することが有効である。

[0076] A l 相の $\langle 110 \rangle$ 比率の制御には伸線加工を行う線径に応じてワイヤ送り速度を制御することが有効である。溶解によって得られたインゴットの線

径から 1 / 5 の線径まで伸線加工する工程を「伸線加工 1」、その 1 / 5 の線径から最終線径まで伸線加工する工程を「伸線加工 2」とする。伸線加工 1 におけるワイヤ送り速度を 10 m / 分以上 25 m / 分未満、伸線加工 2 におけるワイヤ送り速度を 30 m / 分以上 50 m / 分未満とすることが好ましい。さらに最終熱処理の温度範囲は 270℃以上 330℃未満、時間は 10 時間以上 24 時間未満の範囲で調整することが好適である。これはワイヤ送り速度を所定の範囲に設定することによって、伸線加工時にワイヤ中心軸方向にかかる応力を調整することができ、さらに最終熱処理条件を所定の範囲にすることにより結晶方位の回転などを促進することで、A1 相の $\langle 110 \rangle$ 比率の制御が容易となる。

[0077] Si 相の結晶方位を調整するには、上述のとおりインゴットに対し 2 段階の熱処理を行うと共に、伸線加工の減面率を制御することが有効である。

[0078] 2 段階の熱処理の条件を先述のとおり調整することにより、凝固過程で晶出する Si 相の分断および成長を促進させることにより、Si 相の結晶方位について $\langle 111 \rangle$ および $\langle 110 \rangle$ の配向を促進できる。

[0079] 伸線加工条件については、伸線加工時に使用するダイス 1 個あたりのワイヤ減面率を 12%以上 30%未満の範囲とすることが有効である。ここで、ダイス 1 個あたりのワイヤ減面率を P1 とすると、P1 は以下の式で表される。

$$[0080] \quad P1 = \{ (R_2^2 - R_1^2) / R_2^2 \} \times 100$$

式中、 R_2 は加工前のワイヤの直径 (mm)、 R_1 は加工後のワイヤの直径 (mm) を表す。

[0081] ワイヤ減面率を上記範囲で調整することにより、ダイス加工時にワイヤ全体を大きく変形させて、ワイヤ内部まで加工歪みが増加して、Si 相はワイヤ中心軸方向に配列すると同時に、Si 相内の加工歪みを調整する。こうした伸線加工の状態から、その後の熱処理を施すことで、原子の稠密性が高い $\langle 111 \rangle$ 結晶方位と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率を高めることができ、また Si 相では弾性率の高い $\langle 111 \rangle$ 結晶方位と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方

位比率を高めることが可能となる。

[0082] L断面におけるAⅠ相の形状（形状比率（ c/d ））を調整するには、中間熱処理と最終熱処理を制御することが有効である。

[0083] 中間熱処理とは、インゴットから最終線径のワイヤまで加工する工程の途中で行う熱処理である。中間熱処理の温度範囲は300℃以上450℃未満、時間は30分間以上3時間未満とすることが有効である。中間熱処理は、最終線径の2.5～4.0倍の線径で実施することが有効である。中間熱処理を行うことで、AⅠ相の加工歪みの軽減、再結晶の進行を達成でき、AⅠ相を一次調整することで、その後の最終熱処理で、AⅠ相の形状比率（ c/d ）の調整が容易となる。例えば中間熱処理温度を高くすると、AⅠ相の結晶粒は粒状化して、形状比率（ c/d ）は大きくなる傾向にある。

[0084] 最終熱処理の温度範囲は250℃以上350℃未満、時間は2時間以上24時間未満とすることが有効である。前述の伸線によるワイヤ内の加工歪みを駆動力として、AⅠ相の再結晶の進行を促進して結晶粒の形状あるいは結晶方位を調整することができる。例えば、最終熱処理を低温で長時間行くと、AⅠ相の結晶粒は粒状化して、形状比率（ c/d ）は大きくなる傾向にある。

[0085] 先述のとおり、上記はAⅠ接続材の代表例として、線材であるAⅠボンディングワイヤの製造に即して一例を説明したものである。条材であるAⅠボンディングリボンに関しても基本的に同様の手順で製造することができる。熱処理の温度および時間は上記とほぼ同等の条件を使用することができる。また、AⅠボンディングリボンを圧延加工で製造する場合は、ダイスの減面率を圧下率に置き換えて調整すればよい。

[0086] [半導体装置]

本発明のAⅠ接続材を用いて、半導体チップ上の電極と、リードフレームや基板上の外部電極とを接続することによって、半導体装置を製造することができる。先述のとおり、半導体チップ上の電極との1st接合と、リードフレームや基板上の電極との2nd接合のいずれもウェッジ接合が用いられ

る。

[0087] 一実施形態において、本発明の半導体装置は、回路基板、半導体チップ、及び回路基板と半導体チップとを導通させるためのA l 接続材を含み、該A l 接続材が本発明のA l 接続材であることを特徴とする。

[0088] 本発明の半導体装置において、回路基板及び半導体チップは特に限定されず、半導体装置を構成するために使用し得る公知の回路基板及び半導体チップを用いてよい。あるいはまた、回路基板に代えてリードフレームを用いてもよい。例えば、特開2020-150116号公報に記載される半導体装置のように、リードフレームと、該リードフレームに実装された半導体チップとを含む半導体装置の構成としてよい。

[0089] 半導体装置としては、電気製品（例えば、コンピューター、携帯電話、デジタルカメラ、テレビ、エアコン、太陽光発電システム等）及び乗物（例えば、自動二輪車、自動車、電車、船舶及び航空機等）等に供される各種半導体装置が挙げられ、中でも電力用半導体装置（パワー半導体装置）が好適である。

実施例

[0090] 以下、本発明について、実施例を示して具体的に説明する。ただし、本発明は、以下に示す実施例に限定されるものではない。

[0091] （サンプル）

サンプルの作製方法について説明する。原材料となるA l は純度が4 N（99.99質量%以上）で、残部が不可避不純物から構成されるものを用いた。合金元素として用いるS i、第1元素群（S r、N a、C a、B）、第2元素群（F e、M g、P、T i）は、純度が99.99質量%以上で残部が不可避不純物から構成されるものを用いた。A l 接続材に用いるA l 合金は、アルミナるつぽにA l 原料と合金元素の原料を装填し、高周波加熱炉を用いて溶解することにより製造した。溶解時の炉内の雰囲気はA r 雰囲気とし、溶解時の溶湯の最高到達温度は800～1050℃とした。溶解後の冷却方法は大気中で冷却する空冷または水中で冷却する水冷とした。

[0092] 溶解によりΦ6 mmの円柱状のインゴットを得、該インゴットに対し、溶体化処理および均質化処理を行った後、ダイスを用いた伸線加工と中間熱処理を行いΦ300 μmのAl接続材（Alボンディングワイヤ）を作製した。溶体化処理の温度範囲は400℃以上550℃未満、時間は1時間以上6時間未満とした。溶体化処理の終了後に冷却途中に連続して、均質化処理を実施した。均質化処理の温度範囲は250℃以上350℃未満、時間は2時間以上6時間未満とした。均質化処理後の冷却方法は大気中で冷却する空冷とした。

[0093] 伸線加工時には市販の潤滑液を用い、伸線加工時のダイス1個あたりのワイヤ減面率は12.5%以上18.0%未満とした。最終熱処理の温度範囲は250℃以上350℃未満、最終熱処理の時間は2時間以上24時間未満とした。

[0094] 一部の実施例では、伸線加工1におけるワイヤ送り速度を10 m/分以上25 m/分未満、伸線加工2におけるワイヤ送り速度を30 m/分以上50 m/分未満とした。一部の実施例では、中間熱処理の温度範囲は300℃以上450℃未満、時間は30分間以上3時間未満とした。中間熱処理の回数は1回とし、最終線径の2.5～4.0倍の線径で実施した。

[0095] （元素含有量の測定方法）

Al接続材に含まれる元素の濃度分析は、分析装置として、ICP-OES（（株）日立ハイテクサイエンス製「PS3520UVDDII」）又はICP-MS（アジレント・テクノロジーズ（株）製「Agilent 7700x ICP-MS」）を用いて測定した。

[0096] Al接続材の比電気抵抗は、直流4端子測定法により測定した。詳細には、抵抗計として日置電機株式会社製DM7275を用い、試料長さ200 mm、測定電流0.02～0.1 mAの範囲、常温で試料の電気抵抗値を測定した。測定回数は5回とし、その算術平均により各試料の電気抵抗値Rを求めた。その電気抵抗値をR、試料の長さをL、試料の断面積をSとすると、比電気抵抗値Mは $R \times (S/L)$ で算出した。

[0097] (A I 相、S i 相の結晶方位の方位比率の測定方法)

A I 接続材のL断面（中心軸を含む中心軸方向の断面）を検査面とし、A I 相、S i 相の結晶方位を測定した。本発明において、A I 接続材の中心軸、該中心軸を含む中心軸方向の断面（L断面）は、図1に示すとおりである。図1にはA I 接続材が円形の断面形状を有するA I ボンディングワイヤである場合を示すが、A I 接続材が幅W、厚さTの矩形若しくは略矩形の断面形状を有するA I ボンディングリボンである場合、中心軸は幅Wの中心であって厚さTの中心を通る軸をいい、また、L断面は、中心軸を含む中心軸方向の断面であって厚さTの方向における断面をいう。A I 接続材のL断面を露出させるために断面加工する際は、A I 接続材の中心軸からずれることがある。このときL断面の中心軸に垂直な方向の長さが、A I 接続材の線径（リボンの場合は厚さT）の90%以上であれば、中心軸を含む断面と見なすことができる。

[0098] また、測定にはF E - S E M（日立ハイテック社製S U - 7 0）、解析ソフトにはO I M D a t a C o l l e c t i o nまたはO I M A n a l y s i s（両者ともT S Lソリューションズ社製）のいずれか片方または両方を使用した。A I 接続材の中心軸方向に対して50cm以上の間隔で3箇所の測定領域を無作為に選択し、3箇所の領域について測定した。測定領域は、A I 接続材の中心軸方向に300μm以上800μm未満、該中心軸と垂直な方向にはA I 接続材全体が入るように決定した。また、E D SおよびE B S D測定の主な条件について、加速電圧は15kV、スキャン速度は30～120点/秒、測定倍率は350倍、測定間隔は0.1～0.3μmの範囲とした。ここで、スキャン速度が速い場合は、測定時間を短くできるが、E D Sの測定精度が低下することが懸念される。上記範囲で適正なスキャン速度は選定することが望ましい。

[0099] - A I 相の結晶方位 -

A I 接続材のL断面におけるA I 相の結晶方位の方位比率の測定には、S E M - E D Sによって得られたA I 濃度及びS i 濃度の情報とE B S Dによ

って得られた結晶方位の情報を組み合わせる手法を用いた。詳細には、以下の（１）乃至（３）の手順にしたがって測定を実施した。

（１）ＡＩ接続材のＬ断面を検査面とした測定領域において、ＥＤＳを用いたＡＩとＳｉの濃度測定と、ＥＢＳＤを用いた結晶方位測定を同時に行った。

（２）ＥＢＳＤ解析ソフトの機能であるＣｈｉ Ｓｃａｎ機能を利用して、ＡＩとＳｉを分離・抽出した。具体的にはＳｉのＥＤＳの測定結果から、Ｓｉの閾値に相当するＴｏｌｅｒａｎｃｅを設定することで、ＡＩとＳｉを分離して識別した。マテリアルファイルからＡＩとＳｉの結晶情報を用いて、結晶方位の解析に供した。ここで、Ｔｏｌｅｒａｎｃｅの条件は主に３０％に設定し、必要に応じて調整した。

（３）ＡＩ相と特定された領域について、結晶方位を解析し、ＡＩ相の＜１１０＞結晶方位の方位比率と＜１１１＞結晶方位の方位比率を算出した。調査する結晶方位としては、ＡＩ金属の代表的な結晶方位である＜１１１＞、＜１１０＞、＜１００＞の少なくとも３種類と、必要に応じて比率の高い結晶方位を選択した。ここで、結晶方位の方位比率について、部分比率（Ｐａｒｔｉａｌ Ｒａｔｉｏ）を用いた。

[0100] ＡＩ相の＜１１０＞結晶方位の方位比率と＜１１１＞結晶方位の方位比率は、３箇所の測定領域について上記（１）乃至（３）の手順により得た各値の平均値とした。

[0101] －Ｓｉ相の結晶方位－

ＡＩ接続材のＬ断面におけるＳｉ相の結晶方位の方位比率の測定は、ＡＩ相の結晶方位の方位比率の測定と同様、ＳＥＭ－ＥＤＳによって得られたＡＩ濃度及びＳｉ濃度の情報とＥＢＳＤによって得られた結晶方位の情報を組み合わせる手法を用いた。詳細には、上記（１）及び（２）の手順を実施した後、以下の（３）の手順にしたがって測定を実施した。

（３）Ｓｉ相と特定された領域について、結晶方位を解析し、Ｓｉ相の＜１１１＞結晶方位の方位比率と＜１１０＞結晶方位の方位比率を算出した。結

晶方位の方位比率について、部分比率 (Partial Ratio) を用いた。

[0102] 3箇所の測定領域について上記(1)乃至(3)の手順により得た各値を算術平均してSi相の $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率を求めた。

[0103] (Al相の形状の測定法)

Al接続材のL断面におけるAl相の形状(形状比率(c/d))の測定は、Al相の結晶方位の方位比率の測定と同様、SEM-EDSによって得られたAl濃度及びSi濃度の情報とEBSDによって得られた結晶方位の情報を組み合わせる手法を用いた。詳細には、上記(1)及び(2)の手順を実施した後、以下の(3)の手順にしたがって測定を実施した。

(3) Al相と特定された領域について、結晶方位を解析し、測定点間の方位差が 15° 以上であれば結晶粒界と判断して各結晶粒の形状比率(c/d)を求めた。そして、各結晶粒の形状比率(c/d)を平均計算してAl相の形状比率(c/d)の平均値を算出した。ここで、Al相の形状比率(c/d)の平均値は、解析ソフトのGrain Shape Aspect Ratioの数値(「粒形アスペクト比」)を用いた。ここで粒形アスペクト比の計算法について、結晶粒1個の短辺長さ(c)(Grain Shape Minor Axis)と長辺長さ(d)(Grain Shape Major Axis)の比率(c/d)を、ソフトが自動で算出している。ここで、平均計算に関し、Area平均で求めた平均値を採用した。

[0104] (Al接続材の評価方法)

Al接続材の評価方法について説明する。評価に用いたAl接続材(Alボンディングワイヤ)の線径は $\Phi 300\mu\text{m}$ とした。半導体チップはSi製のものを用い、半導体チップ上の電極には、組成がAl-0.5%Cuの合金を厚さ $4\mu\text{m}$ で成膜したものをを用いた。基板にはAl合金にNiを $5\mu\text{m}$ 成膜したものをを用いた。Al接続材の接合には市販のワイヤボンダー(超音波工業社製)を用い、1st接合及び2nd接合のいずれもウェッジ接合と

した。

[0105] (高速温度サイクル信頼性の評価方法)

高速温度サイクル試験（高速TCCT）の評価には市販の高速冷熱衝撃試験装置を用いた。高速TCCTでは、熱風を試料に吹き付けて急速加熱を行う。高速TCCTを行うサンプルは基板に半導体チップを搭載した構造とし、半導体チップ上の電極と基板上の電極間をAI接続材で接続した。高速冷熱衝撃試験装置の試料室内に設置したサンプルに対して加熱と冷却を1サイクルとして熱的負荷を繰り返し与えた。冷却時の最低温度は -50°C 、加熱時の最高温度は 175°C とした。昇温時間を含む加熱時間は20秒、降温時間を含む冷却時間は40秒とした。試験開始後は10000サイクル後にサンプルを取り出し、1st接合部のせん断強度試験を行った。高速温度サイクル信頼性の評価に用いる1st接合部のせん断強度の値には、無作為に抽出した10箇所の1st接合部のせん断強度の平均値を用いた。試験前の平均せん断強度に対して、高速TCCTを実施した後の平均せん断強度の比率（百分率）を強度維持率とした。この強度維持率が高いほど接合部の信頼性が優れている。強度維持率が85%以上であれば特に優れていると判断し「4」、80%以上85%未満であれば良好と判断し「3」、75%以上80%未満であれば良好と判断し「2」、70%以上75%未満であれば改善が必要であると判断し「1」、70%未満であれば実用上問題が生じるとして「0」とした。「4」、「3」、「2」が合格であり、「1」、「0」が不合格である。評価結果は表中の「高速温度サイクル信頼性（10000回）」の欄に記載した。次世代パワー半導体装置における温度サイクル信頼性の要求は10000サイクルに相当する。

[0106] (1st接合強度の評価方法)

1st接合強度の評価方法について説明する。1st接合強度はせん断強度試験により評価した。一般的な接合条件で10箇所の1st接合を行い、1st接合部のせん断強度を測定した。せん断強度の測定には、市販の微小せん断強度試験機（Nordson製4000-PLUS）を用いた。せん

断速度は $200\mu\text{m}/\text{秒}$ 、せん断ツールの高さは電極表面から $10\mu\text{m}$ とした。せん断強度の測定は、A I 接続材を接合した基板を治具で固定して行った。10箇所の1 s t 接合部のせん断強度の平均値が 1600gf 以上であれば優れていると判断し「3」と評価し、 1400gf 以上 1600gf 未満であれば実用上問題ないと判断し「2」と評価し、 1000gf 以上 1400gf 未満であれば改善が必要であると判断し「1」と評価し、 1000gf 未満であれば実用上問題があると判断し「0」と評価した。評価結果は表中の「1 s t 接合強度」の欄に記載した。

[0107] (半導体チップの損傷の評価方法)

半導体チップの損傷は、パッド表面の金属を酸にて溶かし、パッド下を顕微鏡にて観察して評価した(評価数 $N=50$)。クラック及びボンディングの痕跡等も観られない良好な場合を「3」とし、クラックは無いもののボンディングの痕跡が確認される箇所があるもの(評価数50中、3箇所以下)を「2」とし、それ以外を「1」として、表中の「チップ損傷」欄に記載した。

[0108] (1 s t 接合部の中抜けの評価方法)

1 s t 接合部の中抜け不良の評価方法について説明する。上述した1 s t 接合部のせん断強度試験を行った後に、電極側の破断面の圧痕を光学顕微鏡またはSEMで観察して、破断領域内に金属接合が得られていない部位を中抜けとして判定した。中抜けが発生した部位は、電極が変形しても接合していない部位であり、接合が金属接合されている領域とは識別できる。せん断強度試験は上述した条件であり、10箇所の1 s t 接合部の破断面を観察した。そして、A I 接続材の中心軸に対し垂直方向(接合幅方向)の接合長さ(J)に対する、中抜け領域の接合幅方向の長さの総計(K)の占める割合を中抜け比率(K/J)として求めた(図3)。10箇所の破断面において中抜け比率を確認し、その最大値を「中抜け不良率」と定義する。中抜け不良率が5%未満であれば良好であると判断し「3」、5%以上15%未満であれば実用上は問題ないと判断し「2」、15%以上25%未満であれば改

善が必要であると判断し「1」、25%超であれば量産の障害となると判断し「0」と評価した。評価結果は表中の「1 s t 接合部の中抜け」の欄に記載した。

[0109] (接合幅の安定性の評価方法)

接合幅の安定性の評価方法について説明する。上述した1 s t 接合部のせん断強度試験を行った後、電極側の破断面の圧痕における圧痕幅（接合幅）により評価した。詳細には、破断面の圧痕について、A l 接続材の中心軸方向の接合部長さの中央位置において、A l 接続材の中心軸と垂直方向における接合長さ（J）を測定して、母標準偏差（ σ ）を算出した。 σ が15 μ m以上の場合は実用上問題があると判断し「1」、 σ が5 μ m以上15 μ m未満であれば良好と判断し「2」、 σ が5 μ m未満であれば優れていると判断し「3」と評価した。「1」が不合格であり、「2」、「3」が合格である。評価結果は表中の「接合幅の安定性」の欄に記載した。

[0110] (内部クラックの評価方法)

A l 接続材の内部クラックの評価方法について説明する。製造したA l 接続材について、軟X線投影検査装置（松定プレジジョン製、 μ B2600）を用いた観察（以下、X線観察と称す）により評価した。X線観察の測定条件は、A l 接続材の線径に応じて適宜決定し得るが、本実施例で製造した線径300 μ mのA l 接続材の場合、電圧は50～80 kV、電流は60～90 μ Aの範囲で調整した。A l 接続材の中心軸方向に対して1 m以上の間隔で3箇所を無作為に選択し、3箇所それぞれで約8 cmの長さの試料を3本選択して、合計9本を測定試料とした。図4には、線径300 μ mのA l 接続材をX線観察した一例を示しており、内部クラックが観察される。内部クラックの長さが0.3 mm以上であれば問題ある欠陥と判断して評点「2」、0.1 mm以上0.3 mm未満であれば注意すべきと判断して評点「0.5」で採点した。測定箇所の評点の合計を「クラック指標」と設定した。測定試料全体のクラック指標について、ゼロであれば良好であると判断し「3」、0.1～2.0の範囲であれば実用上は問題ないと判断し「2」、2.

0～5. 0の範囲であれば改善が必要であると判断し「1」、6. 0超であれば実用は難しいと判断し「0」と評価した。評価結果は表中の「内部クラック」の欄に記載した。

[0111] (表面の傷、削れの評価方法)

A I 接続材の表面性状に関して傷、削れに注目して評価した。A I 接続材の中心軸方向に対して1 m以上の間隔で3箇所の測定領域を無作為に選択し、3箇所それぞれで約2 c mの長さの試料を3本採取して、合計9本の試料について観察した。SEMの50～500倍の範囲の倍率で表面を観察した。50 μ m以上の長さの傷、30 μ m以上の長さの削れを不良と判断した。傷、削れの箇所をカウントして、0箇所であれば良好であり合格と判断し「3」、2箇所以下であれば実用上は問題ないと判断し「2」、3～7箇所であれば表面性状が良くないと判断し「1」、8箇所以上であれば実用は難しいと判断し「0」と評価した。評価結果は表中の「表面性状」の欄に記載した。

[0112] 実施例及び比較例の評価結果を表1～表3に示す。

[0113]

[表1]

No.		含有元素および含有濃度											評価結果							表面性状					
		Si (質量%)	Sr (質量ppm)	Na (質量ppm)	Ca (質量ppm)	B (質量ppm)	Fe (質量ppm)	Mg (質量ppm)	P (質量ppm)	Ti (質量ppm)	その他の 元素 (質量ppm)	第1元素群 総計 (質量ppm)	第2元素群 総計 (質量ppm)	比電気抵抗 (E-8 Ω・m)	AH相の ＜110＞+＜111＞ 総計比率 (%)	AH相の ＜111＞の比率 (%)	SI相の ＜111＞+＜110＞ 総計比率 (%)	AH相の 形状 (c/d)	高速測定 サイクル性 信頼性 (1000回)		1st接合部 の接合 強度	チップ 損傷	1st接合部の 中核け	接合部の 安定性	内部 クラック
実 例	1	4.0									0	0	2.8	37	14	32	0.26	2	3	3	3	3	3	2	2
	2	4.3									0	0	3.0	51	23	30	0.28	4	3	3	3	3	3	2	2
	3	4.7									0	0	3.3	30	10	45	0.36	4	3	3	3	3	3	2	2
	4	5.0									0	0	2.6	45	14	36	0.43	4	2	3	3	3	3	2	2
	5	5.2									0	0	2.9	56	22	20	0.42	4	3	3	3	3	3	2	2
	6	5.4									0	0	2.9	20	11	29	0.53	2	3	3	3	2	3	2	2
	7	5.8									0	0	3.0	33	10	32	0.18	2	3	3	3	3	2	2	2
	8	5.8									0	0	3.1	42	15	40	0.45	4	3	3	3	3	3	2	2
	9	5.8									0	0	3.1	56	26	34	0.45	4	3	3	3	3	3	2	2
	10	6.0									0	0	3.1	63	33	65	0.59	4	3	3	3	3	2	2	2
	11	6.2									0	0	2.9	40	5	39	0.36	4	3	3	3	2	3	2	2
	12	6.6									0	0	3.2	52	22	26	0.40	4	3	3	3	3	3	2	2
	13	7.0									0	0	3.2	70	32	24	0.53	4	3	3	3	3	3	2	2
	14	7.0									0	0	3.0	28	3	27	0.52	2	3	3	3	2	3	2	2
	15	7.2									0	0	2.8	36	11	34	0.31	2	3	3	3	3	3	2	2
	16	7.4									0	0	3.1	43	14	37	0.36	4	3	3	3	3	3	2	2
	17	8.0									0	0	3.1	57	20	26	0.37	4	3	3	3	3	3	2	2
	18	8.5									0	0	3.2	66	50	40	0.45	4	3	3	3	2	3	2	2
	19	8.8									0	0	3.2	25	10	38	0.54	3	3	3	3	2	3	2	2
	20	9.0									0	0	3.0	57	35	32	0.67	4	3	3	3	3	3	2	2
	21	9.4									0	0	3.3	46	14	25	0.40	4	3	3	3	3	3	2	2
	22	10.0									0	0	2.9	57	24	70	0.43	4	3	3	3	3	3	2	2
	23	10.0									0	0	3.0	52	16	59	0.46	4	3	3	3	3	3	2	2
	24	10.5									0	0	3.5	65	25	47	0.77	4	3	3	2	3	2	2	2
	25	11.0									0	0	3.3	56	20	58	0.43	4	3	3	3	3	2	3	2
	26	12.0									0	0	3.3	53	17	41	0.55	4	3	3	3	2	3	2	2

[0114]

[表2]

No.	含有元素および含有濃度											評価結果												
	Si (質量%)	Sr (質量ppm)	Na (質量ppm)	Ca (質量ppm)	B (質量ppm)	Fe (質量ppm)	Mg (質量ppm)	P (質量ppm)	Ti (質量ppm)	その他の 元素 (質量ppm)	第1元素群 総計 (質量ppm)	第2元素群 総計 (質量ppm)	比重炭素換 算 (≒8- α nm)	AI相の <110>比率 総計比率 (%)	AI相の <110>比率 (%)	S相の <111>比率 総計比率 (%)	AI相の 形状 (μ m)	高速温度 サイクル 信頼性 (10000回)	1st検査 強度	チップ 損傷	1st検査部の 中抜け	検査時の 安定性	内部 クラック	表面 性状
27	4.5	5									5	0	2.8	36	17	28	0.29	4	3	3	3	3	3	2
28	5.5	50									50	0	3.0	25	14	52	0.44	3	3	3	3	3	3	2
29	7.0	70									70	0	2.7	45	20	36	0.36	4	2	3	3	3	3	2
30	8.5	800									800	0	3.4	62	28	47	0.45	4	3	3	3	3	3	2
31	5.7		75								75	0	2.9	38	3	30	0.42	4	3	3	3	2	3	2
32	7.5		420								420	0	3.1	70	43	62	0.59	4	3	3	3	3	3	2
33	4.4			88							88	0	2.9	35	12	27	0.24	2	3	3	3	3	2	2
34	7.7			850							850	0	3.5	61	26	45	0.45	4	3	2	3	3	2	2
35	6.9				70						70	0	3.1	46	24	28	0.40	4	3	3	3	3	3	2
36	6.5	200		100						Mn: 50	300	0	2.8	58	23	38	0.34	4	3	3	3	3	3	2
37	10.8	70	120								190	0	3.0	55	19	33	0.33	4	3	3	3	3	3	2
38	8.8	300	300								900	0	3.3	57	22	72	0.50	3	3	3	3	3	3	2
39	5.5					10					0	10	2.9	45	16	17	0.40	3	3	3	3	3	2	3
40	4.0				20						0	20	3.3	53	22	39	0.31	4	3	3	3	3	2	3
41	4.2				250						0	250	3.5	45	14	33	0.42	4	3	3	3	3	2	3
42	7.2					127					0	127	3.4	61	32	46	0.48	4	3	3	3	3	2	3
43	5.0					500					0	500	3.5	41	13	23	0.43	4	3	3	3	3	2	3
44	6.3							5			0	5	2.8	52	17	32	0.45	4	3	3	3	3	2	3
45	6.9								70		0	70	3.0	29	12	52	0.38	3	3	3	3	3	2	3
46	9.2							130			0	130	3.3	48	20	37	0.37	4	3	3	2	3	2	3
47	4.3								68		0	68	2.9	53	22	40	0.38	4	3	3	3	3	2	3
48	8.2				40				440		40	440	3.3	38	12	35	0.33	2	3	3	3	3	2	3
49	6.0		450				156	10			450	166	3.2	20	9	28	0.43	2	3	3	3	3	3	3
50	7.1	245			35			250			280	250	3.2	28	18	44	0.43	3	3	3	3	3	3	3
51	8.0	150				45	120	20		Cu: 110	150	185	3.4	26	4	34	0.43	3	3	3	2	3	3	3
52	7.3						270	50	200		0	520	3.6	41	15	40	0.37	4	3	2	3	3	2	2
53	6.5					30	220				0	250	3.2	35	10	35	0.42	4	3	3	2	2	2	3
54	6.5					50		110	140		0	300	3.2	70	52	47	0.63	4	3	3	3	3	2	3
55	10.0	200					250				200	250	3.0	62	24	40	0.53	4	3	3	3	3	3	3
56	5.5		150			70		50			150	120	3.4	48	19	48	0.45	4	3	3	3	3	3	3
57	7.0	125		120			250		250		245	500	3.2	47	17	36	0.42	4	3	3	3	3	3	3
58	8.0	150	100	150		50	55	20	30		400	155	3.5	52	22	42	0.43	4	3	2	3	3	3	3

実施例

[表3]

No.	含有元素および含有濃度										評価結果							表面 性状						
	Si (質量%)	Sr (質量 ppm)	Na (質量 ppm)	Ca (質量 ppm)	B (質量 ppm)	Fe (質量 ppm)	Mg (質量 ppm)	P (質量 ppm)	Ti (質量 ppm)	その他 の元素 (質量ppm)	第1元素群 総計 (質量ppm)	第2元素群 総計 (質量ppm)	比電気抵抗 ($E-8\ \Omega\cdot m$)	Al相の <110>+<111> 総計比率 (%)	Al相の <110>比率 (%)	S相の <111>+<110> 総計比率 (%)	Al相の 形状 (c/d)		高温温度 サイクル 信頼性 (1000回)	1st接合 強度	チップ 損傷	1st接合部の 中抜け	接合部の 安定性	内部 クラック
1	0.0										0	0	2.4	30	1	0	0.22	1	1	3	2	3	3	
2	3.0										0	0	2.6	38	12	32	0.34	1	1	2	2	2	2	
3	12.5										0	0	3.5	62	34	45	0.59	1	2	1	2	1	1	
4	5.3										0	0	2.5	48	24	3	0.32	1	1	2	1	1	1	
5	8.0										0	0	3.7	57	17	3	0.42	1	2	1	1	1	1	
6	4.7										0	0	2.8	22	3	25	0.33	1	1	1	1	1	1	
7	6.5										0	0	3.3	24	4	2	0.34	1	1	1	1	1	1	
8	7.1		50					77		50	77		3.1	17	4	17	0.35	1	1	1	1	1	1	
9	7.7										0	0	3.2	18	8	24	0.42	1	1	1	1	1	1	
10	7.7										0	0	3.3	72	38	62	0.45	2	1	2	3	1	1	
比較例																								

[0116] 実施例No. 1～58のAl接続材はいずれも、Siを4.0質量%以上12.0質量%以下含有すると共に、その比電気抵抗Raが 2.6×10^{-8}

Ωm 以上 $3.6 \times 10^{-8}\Omega\text{m}$ 以下であり、そのL断面におけるAⅠ相の $\langle 110 \rangle + \langle 111 \rangle$ 総計比率が20%以上70%以下（但し該該方位比率の総計が25%以下のとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率が5%以上）であり、高速TCCTにおいても良好な温度サイクル信頼性を呈すると共に良好な1st接合強度を呈することを確認した。

加えて、L断面におけるAⅠ相の $\langle 110 \rangle$ 比率が5%以上50%以下である実施例No. 1～13、15～30、32～50、52、53、55～58のAⅠ接続材は、1st接合強度においてより良好な結果を呈し、また、1st接合部の中抜けを抑制し易いことを確認した。

L断面におけるSi相の $\langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ 総計比率が20%以上70%以下である実施例No. 1～37、40～58のAⅠ接続材は、高速TCCTにおいてよりいっそう良好な温度サイクル信頼性が得られる傾向にあることを確認した。

L断面におけるAⅠ相の形状比率（ c/d ）の平均値が0.2以上0.7以下である実施例No. 1～6、8～23、25～58のAⅠ接続材は、接合時の接合幅のばらつきを低減させ、接合幅を安定化させ得る傾向にあることを確認した。

さらに、第1元素群（Sr、Na、Ca、B）の一種以上を総計で5質量ppm以上800質量ppm以下含有する実施例No. 27～33、35～37、48～51、55～58のAⅠ接続材は、加工時の内部クラックを低減させ得ることを確認した。

第2元素群（Fe、Mg、P、Ti）の一種以上を総計で5質量ppm以上500質量ppm以下含有する実施例No. 39～51、53～58のAⅠ接続材は、表面の傷、削れの発生を抑えて、平滑な表面を有することを確認した。

他方、比較例No. 1～10のAⅠ接続材は、Si濃度、比電気抵抗、L断面におけるAⅠ相の $\langle 110 \rangle + \langle 111 \rangle$ 総計比率（該総計比率が25

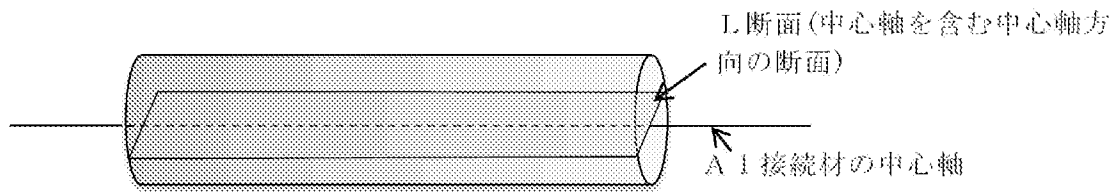
%以下の場合(A I 相の $\langle 110 \rangle$ 比率を含めて)のいずれかが本発明範囲外であり、高速温度サイクル信頼性および1 s t 接合強度のいずれかが十分に得られないことを確認した。

請求の範囲

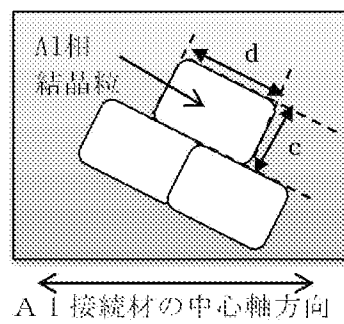
- [請求項1] Si を 4.0 質量%以上 12.0 質量%以下含有する Al 接続材であって、
- 比電気抵抗 R_a が $2.6 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以上 $3.6 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$ 以下であり、
- 該 Al 接続材の L 断面（中心軸を含む中心軸方向の断面）における Al 相の結晶方位を測定したとき、中心軸に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位と $\langle 111 \rangle$ 結晶方位の方位比率の総計が 20%以上 70%以下であり、但し該方位比率の総計が 25%以下のとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率が 5%以上である、 Al 接続材。
- [請求項2] L 断面における Al 相の結晶方位について、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率が 5%以上 50%以下である、請求項 1 に記載の Al 接続材。
- [請求項3] L 断面における Si 相の結晶方位を測定したとき、中心軸方向に対して角度差が 15° 以下である $\langle 111 \rangle$ 結晶方位と $\langle 110 \rangle$ 結晶方位の方位比率の総計が 20%以上 70%以下である、請求項 1 又は 2 に記載の Al 接続材。
- [請求項4] L 断面における Al 相の短辺長さ c と長辺長さ d の比率（ c/d ）の平均値が 0.2 以上 0.7 以下である、請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載の Al 接続材。
- [請求項5] さらに Sr 、 Na 、 Ca 、 B のいずれか一種以上を総計で 5 質量 ppm 以上 800 質量 ppm 以下含有する、請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載の Al 接続材。
- [請求項6] さらに Fe 、 Mg 、 P 、 Ti のいずれか一種以上を総計で 5 質量 ppm 以上 500 質量 ppm 以下含有する、請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載の Al 接続材。
- [請求項7] Al 接続材中のその他の元素の総計濃度が 0.5 質量%以下である

、請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の A I 接続材。

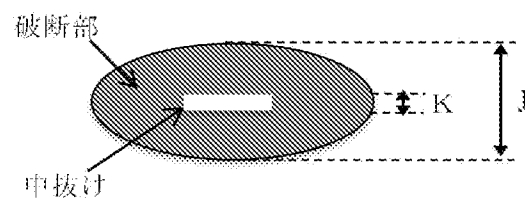
[図1]



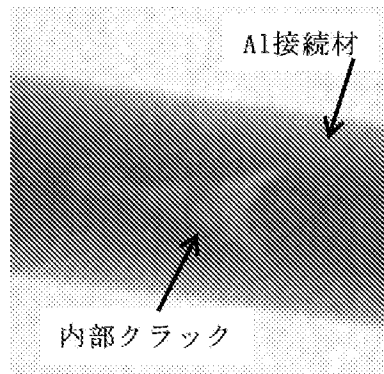
[図2]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/020314

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**H01L 21/60**(2006.01)i; **C22C 21/02**(2006.01)i; **C22F 1/00**(2006.01)i; **C22F 1/043**(2006.01)i

FI: H01L21/60 301F; C22C21/02; C22F1/00 605; C22F1/00 614; C22F1/00 625; C22F1/00 630G; C22F1/00 650A; C22F1/00 661Z; C22F1/00 681; C22F1/00 682; C22F1/00 685Z; C22F1/00 686A; C22F1/00 691B; C22F1/00 691C; C22F1/00 691Z; C22F1/00 694A; C22F1/00 694Z; C22F1/043

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01L21/60; C22C21/02-21/04; C22F1/00; C22F1/043

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024
Registered utility model specifications of Japan 1996-2024
Published registered utility model applications of Japan 1994-2024

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2020/184655 A1 (NIPPON MICROMETAL CORPORATION) 17 September 2020 (2020-09-17)	1-7
A	WO 2022/168787 A1 (NIPPON MICROMETAL CORPORATION) 11 August 2022 (2022-08-11)	1-7
A	WO 2019/031497 A1 (NIPPON STEEL CHEMICAL & MATERIAL CO., LTD.) 14 February 2019 (2019-02-14)	1-7
A	WO 2019/031498 A1 (NIPPON STEEL CHEMICAL & MATERIAL CO., LTD.) 14 February 2019 (2019-02-14)	1-7
E, X	WO 2024/122384 A1 (NIPPON STEEL CHEMICAL & MATERIAL CO., LTD.) 13 June 2024 (2024-06-13) claims 1-6, paragraph [0060]	1-7



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“D” document cited by the applicant in the international application

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

17 July 2024

Date of mailing of the international search report

30 July 2024

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2024/020314

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2020/184655	A1	17 September 2020	US	2022/0152749	A1	
				EP	3940757	A1	
				CN	113557596	A	
				KR	10-2021-0138019	A	
				TW	202040708	A	

WO	2022/168787	A1	11 August 2022	US	2024/0071978	A1	
				EP	4289983	A1	
				CN	116918049	A	
				TW	202235634	A	

WO	2019/031497	A1	14 February 2019	US	2020/0168578	A1	
				EP	3667709	A1	
				TW	201921531	A	
				CN	110998814	A	
				KR	10-2020-0039714	A	

WO	2019/031498	A1	14 February 2019	US	2020/0279824	A1	
				EP	3667710	A1	
				TW	201920701	A	
				CN	111033706	A	
				KR	10-2020-0039726	A	

WO	2024/122384	A1	13 June 2024	(Family: none)			

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

H01L 21/60(2006.01)i; C22C 21/02(2006.01)i; C22F 1/00(2006.01)i; C22F 1/043(2006.01)i
FI: H01L21/60 301F; C22C21/02; C22F1/00 605; C22F1/00 614; C22F1/00 625; C22F1/00 630G; C22F1/00 650A; C22F1/00 661Z; C22F1/00 681; C22F1/00 682; C22F1/00 685Z; C22F1/00 686A; C22F1/00 691B; C22F1/00 691C; C22F1/00 691Z; C22F1/00 694A; C22F1/00 694Z; C22F1/043

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

H01L21/60; C22C21/02-21/04; C22F1/00; C22F1/043

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報1922-1996年
日本国公開実用新案公報1971-2024年
日本国実用新案登録公報1996-2024年
日本国登録実用新案公報1994-2024年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	WO 2020/184655 A1（日鉄マイクロメタル株式会社）17.09.2020（2020-09-17）	1-7
A	WO 2022/168787 A1（日鉄マイクロメタル株式会社）11.08.2022（2022-08-11）	1-7
A	WO 2019/031497 A1（日鉄ケミカル&マテリアル株式会社）14.02.2019（2019-02-14）	1-7
A	WO 2019/031498 A1（日鉄ケミカル&マテリアル株式会社）14.02.2019（2019-02-14）	1-7
E, X	WO 2024/122384 A1（日鉄ケミカル&マテリアル株式会社）13.06.2024（2024-06-13） 請求項1-6, 段落[0060]	1-7

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献

“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日
17.07.2024

国際調査報告の発送日
30.07.2024

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

権限のある職員（特許庁審査官）

安田 雅彦 5F 9447

電話番号 03-3581-1101 内線 3514

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/020314

引用文献			公表日	パテントファミリー文献			公表日
WO	2020/184655	A1	17.09.2020	US	2022/0152749	A1	
				EP	3940757	A1	
				CN	113557596	A	
				KR	10-2021-0138019	A	
				TW	202040708	A	
WO	2022/168787	A1	11.08.2022	US	2024/0071978	A1	
				EP	4289983	A1	
				CN	116918049	A	
				TW	202235634	A	
WO	2019/031497	A1	14.02.2019	US	2020/0168578	A1	
				EP	3667709	A1	
				TW	201921531	A	
				CN	110998814	A	
				KR	10-2020-0039714	A	
WO	2019/031498	A1	14.02.2019	US	2020/0279824	A1	
				EP	3667710	A1	
				TW	201920701	A	
				CN	111033706	A	
				KR	10-2020-0039726	A	
WO	2024/122384	A1	13.06.2024	(ファミリーなし)			