



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2014 00857

(22) Data de depozit: 13/11/2014

(41) Data publicării cererii:
30/05/2016 BOPI nr. 5/2016

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE - CA,
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• MĂLĂERU TEODORA,
BD.ALEXANDRU OBREGIA NR.22 A,
BL.II/30, SC.A, ET.10, AP.43, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;

• NEAMȚU JENICA, ȘOS.COLENTINA
NR.26, BL.64, SC.C 2, ET.6, AP.224,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
• GEORGESCU GABRIELA,
STR.SIBIU NR.2, BL.OD 1, SC.2, ET.4,
AP.56, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• MARINESCU VIRGIL,
CALEA CĂLĂRAȘILOR NR.94, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
• PĂTROI DELIA, STR.VATRA DORNEI
NR.11, BL.18 B+C, SC.2, ET.1, AP.49,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A COMPOZIȚIEI ADEZIVE
CONDUCTIVE PE BAZĂ DE Ag NANOSTRUCTURAT**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unei compoziții adezive conductive, pentru încapsularea dispozitivelor semiconductoare. Procedeu conform invenției constă în aceea că se încălzește la temperatura de 160°C etilenglicol timp de 30 min, se adaugă o soluție de 1...5% clorură de cupru, polivinilpirolidonă în etilenglicol, și azotat de argint în etilenglicol, cu menținerea încălzirii timp de 1...2 h, amestecul de reacție se răcește până la temperatura

camerei și se separă prin centrifugare, rezultând o compoziție de Ag nanostructurat, care este dispersată prin ultrasonare la temperatura de 60°C, timp de 30...45 min, compoziția adezivă conductivă pastă fiind sinterizată, fără aplicarea unei presiuni externe, la temperatura de 250...280°C, timp de 1...2 h.

Revendicări: 1

Figuri: 3



Procedeu de obtinere a compozitiei adezive conductive pe baza de Ag nanostructurat

Inventia se refera la un procedeu de obtinere a compozitiei adezive conductive pe baza de Ag nanostructurat, cu sinterizare la temperatura joasa, fara presiune externa, pentru incapsularea dispozitivelor semiconductoare folosite la aplicatii de temperaturi inalte.

Se cunoaste: fixarea (lipirea) cip-urilor este unul dintre cele mai importante procese ale operatiei de incapsulare a dispozitivelor semiconductoare.

Materialele/tehnicele cunoscute de fixare a cip-urilor, includ aliajele de lipit refluxate si adezivi conductivi electric.

Compozitiile adezive conductive cunoscute constau dintr-o rasina (polimer) de legare care asigura rezistenta mecanica si materiale de umplere conductoare, care ofera conductia electrica.

Tehnologia adezivilor conductivi electric cunoscuti prezinta urmatoarele dezavantaje:

- conductivitate electrica mai mica decat in cazul lipirii;
- rezistenta la impact slaba;
- stabilitate electrica si mecanica slaba pe termen lung;
- prezenta rasilor limiteaza conductanta termica si electrica a materialului

de umplere conductiv.

Problema tehnica pe care o rezolva inventia consta in realizarea unui procedeu tehnologic care sa permita obtinerea unui material adeziv conductiv sub forma de pasta de nanoparticule de Ag nanostructurat cu sinterizare la temperaturi mai mici de 300°C fara aplicarea unei presiuni externe.

Procedeu de obtinere a compozitiei (materialului) adezive conductive cu sinterizare la temperatura mai mica de 300°C, fara aplicarea unei presiuni externe, conform inventiei, inlatura dezavantajele de mai sus prin aceea ca este realizat din urmatoarele etape: incalzirea pe baie de ulei a 50-100 ml etilenglicool (EG) la temperatura de 160°C, timp de 30 minute intr-un balon de 250 ml; dupa aceea in balon se introduce 5-10ml solutie 1% - 5% de clorura de cupru CuCl_2 in etilenglicool (EG); dupa 5 - 10 minute cand temperatura amestecului de reactie

din balon s-a stabilizat la 160°C , se adauga 5-10 ml solutie 4% -10% polivinilpirolidona (**PVP**) cu $M_w = 40.000$ in etilenglicol (**EG**) si in final se adauga 3-5 ml solutie 20% -25% azotat de argint (**AgNO₃**) in etilenglicol (**EG**); se continua incalzirea pe baie de ulei la 160°C timp de 1-2ore; amestecul de reactie se raceste la temperatura camerei si apoi se separa prin centrifugare cu o viteza de 3000RPM; compozitia continand un amestec de nanoparticule sferice de Ag si nanodoturi de Ag se spala de trei ori prin redispersare in acetona, se introduce in 20 – 50 ml amestec de solventi continand izopropanol : etanol in raportul de 2 : 1 si se disperseaza prin ultrasonare cu incalzire la 60°C , timp de 30 - 45 minute; compozitia adeziva conductiva pasta se sinterizeaza, fara aplicarea unei presiuni externe, la $250-280^{\circ}\text{C}$, timp de 1-2ore.

Procedeu conform inventiei prezinta urmatoarele avantaje:

- rezistenta la impact ridicata;
- procedeu simplu de realizat;
- control eficient al compozitiei;
- eliminarea rasilii (polimer) de legare permite imbunatatirea conductivitatii electrice a nanoparticulelor de Ag;
- procedeu conduce la o compozitie a adezivului pe baza de nanoparticule de Ag sferice si nanodoturi care permite un contact mai eficient intre nanoparticule cu eliminarea golurilor;
- elimina utilizarea de lubrefianti anorganici pentru controlul reologic al adezivului;
- consum energetic mai redus;
- preturi de cost reduse;
- diminuarea poluarii mediului inconjurator.

Inventia este prezentata in continuare prin doua exemple de realizare a procedeuului de obtinere, in legatura cu figura 1...3 care reprezinta:

- Fig. 1 –fluxul tehnologic;
- Fig. 2 –difractograma de raze X;
- Fig. 3 – Microscopie electronica cu baleiaj (SEM);

Procedeu de obtinere a compozitiei adezive conductive pe baza de Ag

nanostructurat conform inventiei, este prezentat, prin doua exemple de realizare, conform figurii 1 care reprezinta fluxul tehnologic pentru realizarea compozitiei adezive conductive pe baza de Ag nanostructurat.

Exemplu 1. Procedul de obtinere a compozitiei adezive conductive pe baza de Ag nanostructurat, conform inventiei, se realizeaza astfel: intr-un balon de 250 ml, cu trei gaturi si fund rotund, prevazut cu un refrigerent ascendent cu bule, se introduce 50-100 ml etilenglicool (**EG**) si se incalzeste la 160°C , timp de 30 minute. Incalzirea etilenglicoolului este realizata pe baie de ulei, cu ajutorul unei plite electrice prevazuta cu agitare magnetica. Dupa atingerea temperaturii de 160°C a etilenglicoolului din balon, in balon se introduc 5 – 10 ml solutie de clorura de cupru (**CuCl₂**) de concentratie 1 - 5% in etilenglicool. Amestecul de reactie din balon este incalzit in continuare timp de 5 - 10 minute pana cand temperatura se stabilizeaza la 160°C . In acest moment la amestecul de reactie se adauga 5 – 10 ml solutie de concentratie 4 - 10% polivinilpirolidona cu $M_w=40.000$ in etilenglicool (**EG**) si 3- 5 ml solutie de concentratie 20 - 25% azotat de argint (**AgNO₃**) in etilenglicool (**EG**). Amestecul de reactie astfel realizat este refluxat pe baie de ulei la 160°C timp de 1 - 2ore. Dupa aceea amestecul de reactie este racit la temperatura camerei si apoi este realizata separarea prin decantare si centrifugare cu o viteza de 3000RPM. Compozitia de Ag nanostructurat rezultata, este spalata cu acetona si separata prin centrifugare cu o viteza de 3000RPM . Procedul este repetat de trei ori. Compozitia de Ag nanostructurat rezultata este introdusa in 20 - 50 ml amestec de solventi continand izopropanol : etanol in raportul de 2 : 1. Solutia de Ag nanostructurat este dispersata si concentrata prin ultrasonare la temperatura de 60°C , timp de 30 - 45 minute.

Exemplu 2. Procedul de obtinere a compozitiei adezive conductive pe baza de Ag nanostructurat, conform inventiei, se realizeaza astfel: intr-un balon de 250 ml, cu trei gaturi si fund rotund, prevazut cu un refrigerent ascendent cu bule, se introduce 80 ml etilenglicool (**EG**) si se incalzeste la 160°C , timp de 30 minute. Incalzirea etilenglicoolului este realizata pe baie de ulei, cu ajutorul unei plite electrice prevazuta cu agitare magnetica. Dupa atingerea temperaturii de

160°C a etilenglicoolui din balon, in balon se introduc 8 ml solutie de clorura de cupru (**CuCl₂**) de concentratie 3% in etilenglicool. Amestecul de reactie din balon este incalzit in continuare timp de 10 minute pana cand temperatura se stabilizeaza la 160°C. In acest moment la amestecul de reactie se adauga 7 ml solutie de concentratie 5% polivinilpirolidona cu $M_w = 40.000$ in etilenglicol (**EG**) si 4 ml solutie de concentratie 25% azotat de argint (**AgNO₃**) in etilenglicol (**EG**). Amestecul de reactie astfel realizat este refluxat pe baie de ulei la 160°C timp de 2ore. Dupa aceea amestecul de reactie este racit la temperatura camerei si apoi este realizata separarea prin decantare si centrifugare cu o viteza de 3000RPM. Compozitia de Ag nanostructurat rezultata, este spalata cu acetona si separata prin centrifugare cu o viteza de 3000RPM . Procedeu este repetat de trei ori. Compozitia de Ag nanostructurat rezultata este introdusa 30 ml amestec de solventi continand izopropanol : etanol in raportul de 2 : 1. Solutia de Ag nanostructurat este dispersata si concentrata prin ultrasonare la temperatura de 60°C, timp de 35 minute.

Parametri utilizati in procedeul de obtinere a a compozitiei adezive conductive pe baza de Ag nanostructurat, asociati cu caracteristicile acestora, sunt prezentati in tabelul de mai jos.

Natura probei	Temp. (°C)	Timp de refluxare (h)	Analiza cristalografica (XRD)	Analiza morfologica (SEM)	Conductivitate electrica	Vascozitate (20°C)
Ag nanostructurat	160	1-2	Sistem de cristalizare cubic cu fete centrate	Nanoparticule sferice in amestec cu nanodoturi	0,4-0,6 $\times 10^{-4} \Omega \text{cm}$	30 -50 cPs

Procedeul conform inventiei prevede folosirea ca materie prima, a azotatului de argint, etilenglicool, clorura de cupru si polivinilpirolidona.

Compozitia adeziva pe baza de Ag nanostructurat, conform inventiei, are aplicatii in incapsularea dispozitivelor semiconductoare folosite la aplicatii de temperaturi inalte si se obtine prin metoda poliol.

Compozitia adeziva conductiva pe baza de Ag nanostructurat este caracterizata prin difractie de raze X conform fig.2, microscopie electronica cu baleiaj SEM conform 3.

Compozitia adeziva conductiva pe baza de Ag nanostructurat, obtinuta conform inventiei, prin metoda poliol si dispersiei prin ultrasonare, prezinta sistem de cristalizare cubic cu fete centrate, dimensiunea medie de cristalit =37...40nm, conductivitate electrica $0,4 - 0,6 \times 10^{-4} \Omega\text{cm}$, vascozitate (20°C) = 30 - 50 cPs.

Revendicare

Procedeu de obtinere a compozitiei adezive conductive pe baza de Ag nanostructurat caracterizat prin aceea ca consta in: incalzirea pe baie de ulei a 50-100 ml etilenglicool (**EG**) la temperatura de 160°C, timp de 30 minute intr-un balon de 250 ml; dupa aceea in balon se introduce 5-10ml solutie 1% - 5% de clorura de cupru **CuCl₂** in etilenglicool (**EG**); dupa 5 – 10 minute cand temperatura amestecului de reactie din balon s-a stabilizat la 160°C, se adauga 5-10 ml solutie 4% -10% polivinilpirolidona (**PVP**) cu $M_w = 40.000$ in etilenglicol (**EG**) si in final se adauga 3-5 ml solutie 20% -25% azotat de argint (**AgNO₃**) in etilenglicol (**EG**); se continua incalzirea pe baie de ulei la 160°C timp de 1-2ore; amestecul de reactie se raceste la temperatura camerei si apoi se separa prin centrifugare cu o viteza de 3000RPM; compozitia continand un amestec de nanoparticule sferice de Ag si nanodoturi de Ag se spala de trei ori prin redispersare in acetona, se introduce in 20 – 50 ml amestec de solventi continand izopropanol : etanol in raportul de 2 : 1 si se disperseaza prin ultrasonare cu incalzire la 60°C, timp de 30 - 45 minute; compozitia adeziva conductiva pasta se sinterizeaza, fara aplicarea unei presiuni externe, la 250-280°C, timp de 1-2ore.

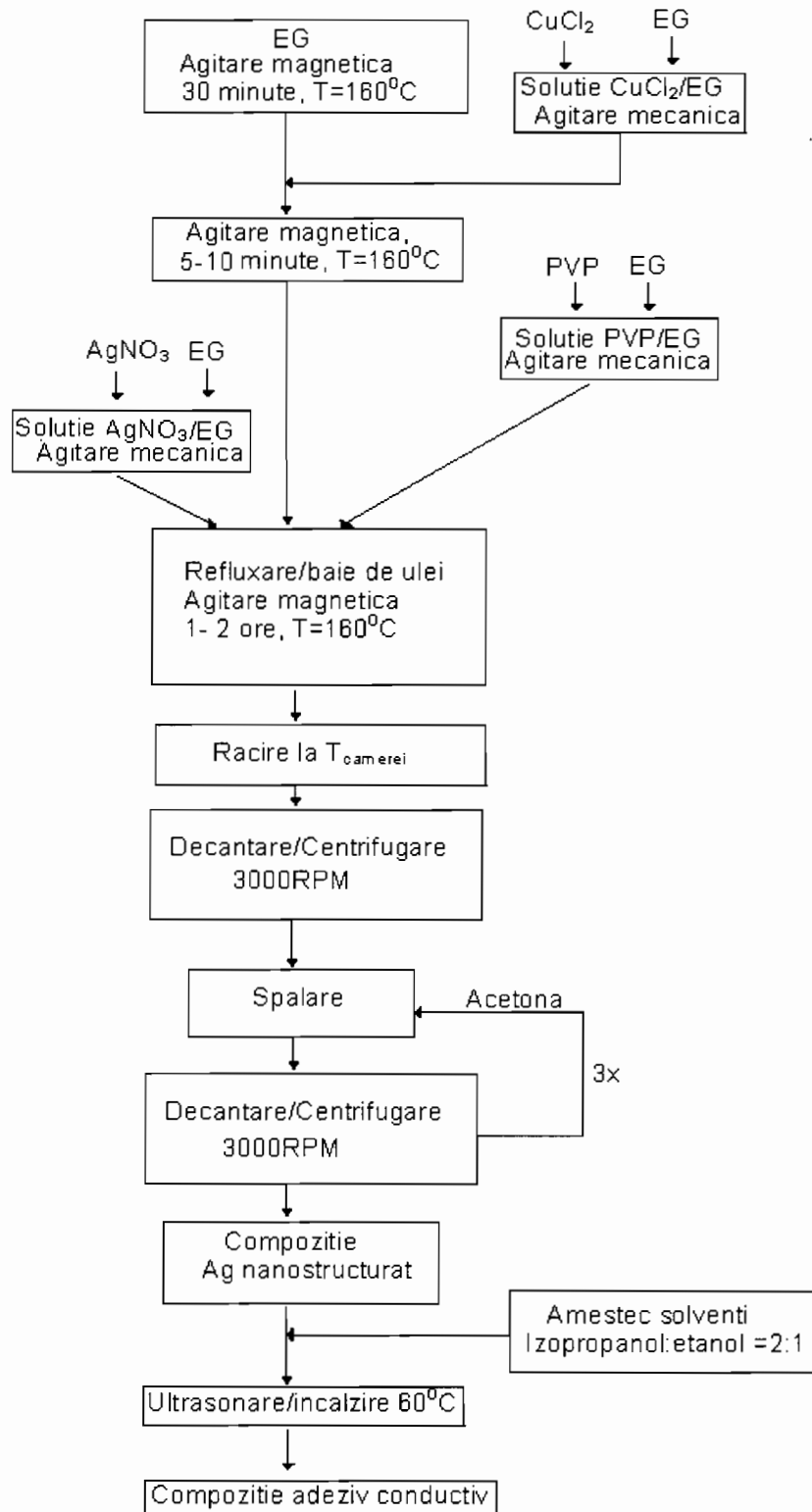


Fig.1

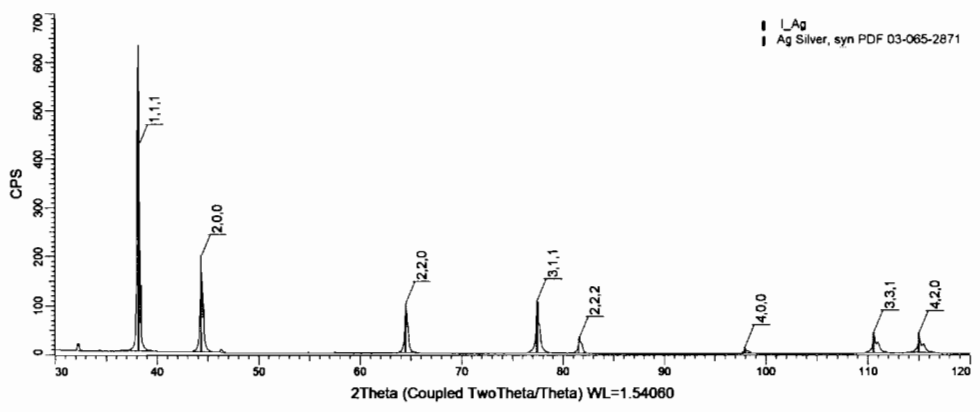


Fig.2

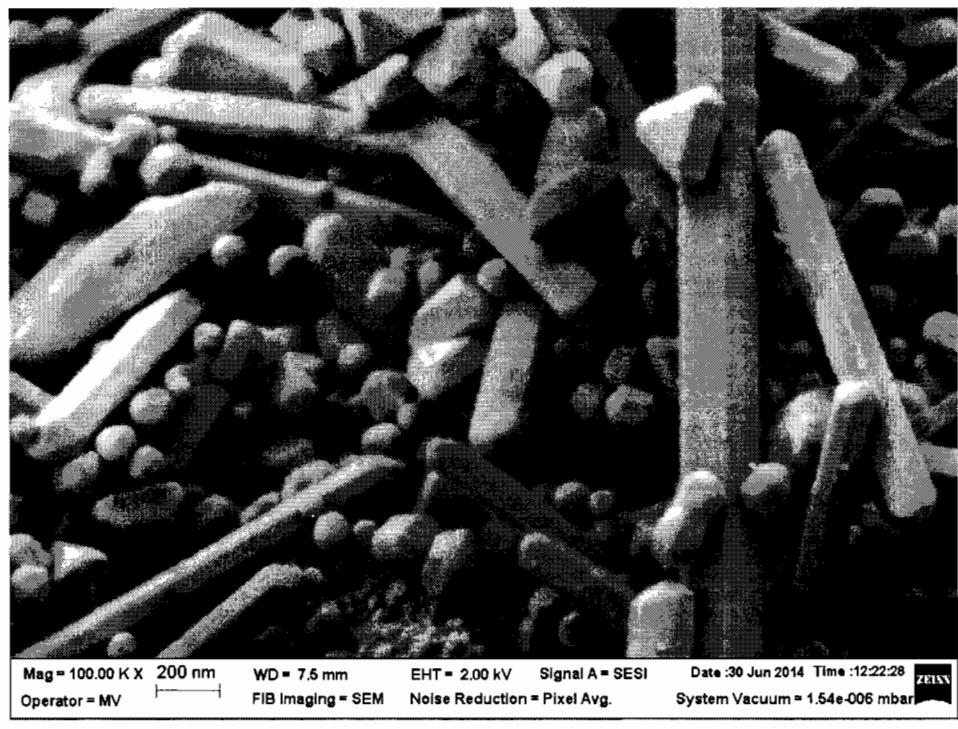


Fig.3