



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0026569

(51)⁷ C08G 59/56; H01L 23/31; C08L 63/00; (13) B
H01L 23/29; C08K 3/36; C08K 5/55

(21) 1-2013-02411

(22) 02/08/2011

(86) PCT/JP2011/067640 02/08/2011

(87) WO/2012/105072 09/08/2012

(30) 2011-021363 03/02/2011 JP

(45) 25/12/2020 393

(43) 25/11/2013 308A

(73) NAMICS Corporation (JP)

3993 Nigorikawa, Kita-ku, Niigata-shi, Niigata 9503131 Japan

(72) HOSONO Yohei (JP); HOMMA Hiroki (JP).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) CHẾ PHẨM NHỰA EPOXY VÀ VẬT LIỆU BỊT KÍN LINH KIỆN BÁN DẪN SỬ DỤNG CHẾ PHẨM NHỰA EPOXY NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy có độ nhớt thấp, có khả năng lưu hóa ở nhiệt độ thấp trong một khoảng thời gian ngắn, có tính chịu nhiệt, trở kháng điện áp, các đặc tính cách điện, khả năng chống ẩm, độ bền cơ học và độ bám dính rất tốt, có các đặc tính gia cường bi hàn rất tốt ở thời điểm bịt kín và có thời hạn lưu trữ kéo dài và vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn sử dụng chế phẩm nhựa epoxy. Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy bao gồm: (A) nhựa epoxy, (B) diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol, (C) tác nhân lưu hóa ắn gốc imidazol và (D) nhựa phenol, trong đó hàm lượng của diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol (B) trên tổng khối lượng của nhựa epoxy (A) và diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol (B) là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 80% theo khối lượng, hàm lượng của tác nhân lưu hóa ắn gốc imidazol (C) trên tổng khối lượng của tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 5% đến 25% theo khối lượng và hàm lượng của nhựa phenol (D) trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 25% theo khối lượng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy thích hợp để làm vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn và vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn sử dụng chế phẩm nhựa này. Vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn theo sáng chế có thể được sử dụng bất kỳ làm vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn dùng làm bao bì cấp một và vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn dùng làm bao bì cấp hai.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vì các loại nhựa epoxy có các đặc tính vật liệu như là các đặc tính cách điện, độ bền cơ học, tính chịu nhiệt, khả năng chống ẩm và độ bám dính rất tốt, nên các loại nhựa epoxy được sử dụng làm vật liệu cách điện trong các linh kiện điện và điện tử, như là các vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn.

Các chế phẩm nhựa epoxy được sử dụng cho các ứng dụng yêu cầu có trở kháng điện áp và các đặc tính cách điện tốt, và kết quả là, các chế phẩm không chứa dung môi thường được sử dụng. Hơn nữa, trong trường hợp được sử dụng làm vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn, chế phẩm nhựa epoxy được yêu cầu phải có độ nhớt thấp nhằm tăng cường khả năng điền đầy vào chỗ cần phải bịt kín.

Thông thường, với mục đích hạ thấp độ nhớt của chế phẩm nhựa epoxy, đã có đề xuất về các chất pha loãng nhựa epoxy khác nhau, như là các monoglycidyl ete như là butyl glycidyl ete và phenyl glycidyl ete; diglycidyl ete của 1,6-hexandiol; và glycidyl este của axit neodecanoic và độ nhớt (ở 25°C) của chế phẩm nhựa epoxy trong đó chất pha loãng nhựa epoxy được kết hợp như thế là khoảng từ 350 mPa.s đến 400 mPa.s (tương đương từ 350 cps đến 400 cps).

Tuy nhiên, mặc dù các chất pha loãng nhựa epoxy được mô tả ở trên thể hiện hiệu quả cụ thể trong việc làm giảm độ nhớt của chế phẩm nhựa epoxy, sản phẩm lưu hóa của chế phẩm nhựa epoxy có nhược điểm như là có tính chịu nhiệt bị suy giảm đáng kể hoặc có khả năng chống ẩm, độ bền cơ học, các đặc tính về điện và tương tự là không đạt yêu cầu. Hơn nữa, vì nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) của chế phẩm

nhựa epoxy là thấp ở mức khoảng từ 80°C đến 105°C, có các vấn đề là sự suy giảm các đặc tính gia cường bị hàn ở thời điểm bật kín và các vết nứt xuất hiện trong quá trình thử nghiệm chu trình nhiệt.

Đồng thời, khi chất pha loãng nhựa epoxy được kết hợp, cũng gặp vấn đề về độ ổn định bảo quản bị suy giảm hoặc khả năng lưu hóa bị giảm xuống.

Nhằm giải quyết các vấn đề được nêu trên, tài liệu sáng chế 1 mô tả rằng, chế phẩm nhựa epoxy có tính chịu nhiệt, trở kháng điện áp, các đặc tính cách điện, khả năng chống ẩm, độ bền cơ học và độ bám dính rất tốt, có thể được tạo ra với độ nhớt thấp mà không làm giảm khả năng lưu hóa bằng cách sử dụng một lượng cho trước (cụ thể là, từ 50 phần đến 150 phần theo khối lượng trên 100 phần theo khối lượng của nhựa epoxy) hợp chất gốc epoxy cụ thể (cụ thể là, diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol) làm chất pha loãng nhựa epoxy.

Tuy nhiên, vì chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong tài liệu patent 1 sử dụng tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit làm tác nhân lưu hóa, lưu hóa ở nhiệt độ thấp trong một khoảng thời gian ngắn mà được yêu cầu đối với các vật liệu bật kín linh kiện bán dẫn, và cụ thể là các vật liệu bật kín linh kiện bán dẫn để bao bì cấp hai, không thể đạt được. Đối với vật liệu bật kín linh kiện bán dẫn và cụ thể là vật liệu bật kín linh kiện bán dẫn để bao bì cấp hai, vì vật liệu bật kín được sử dụng để bao gói trên nền có các thành phần bao gói khác như là các bộ phận vi mạch tụ điện được lắp trên đó, lưu hóa ở nhiệt độ thấp trong một khoảng thời gian ngắn, cụ thể là lưu hóa ở nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn 150°C trong vài phút, được yêu cầu nhằm ngăn chặn sự hư hại do nhiệt đối với kết cấu trên nền. Tuy nhiên, trong trường hợp sử dụng tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit làm tác nhân lưu hóa, không thể đạt được kết quả này.

Hơn nữa, vì tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit được sử dụng làm tác nhân lưu hóa, có vấn đề là thời hạn lưu trữ (thời hạn sử dụng) của vật liệu bật kín linh kiện bán dẫn ngắn.

Chế phẩm nhựa epoxy chứa diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol là thành phần chính cũng đã được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 2. Tuy nhiên, vì chế phẩm nhựa epoxy này sử dụng hỗn hợp diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol và diglycidyl ete của bisphenol A đã được hydro hóa như là thành phần nhựa epoxy, chế phẩm nhựa epoxy này có độ nhớt cao và khi được sử dụng làm vật liệu bật kín linh

kiện bán dẫn, chế phẩm nhựa epoxy có khả năng điền đầy kém vào vị trí cần phải bịt kín.

Tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế 1: JP 8-12741 A

Tài liệu sáng chế 2: JP 6-136092 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế thu được nhằm giải quyết các vấn đề trong các giải pháp kỹ thuật đã biết được mô tả ở trên và mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm nhựa epoxy có độ nhớt thấp, có khả năng lưu hóa ở nhiệt độ thấp trong một khoảng thời gian ngắn, có tính chịu nhiệt, trở kháng điện áp, các đặc tính cách điện, khả năng chống ẩm, độ bền cơ học và độ bám dính rất tốt, có các đặc tính gia cường bi hàn tại thời điểm bịt kín rất tốt và có thời hạn lưu trữ kéo dài; và vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn sử dụng chế phẩm nhựa epoxy.

Để đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất chế phẩm nhựa epoxy bao gồm:

(A) nhựa epoxy, (B) diglycidyl ete 1,4-xyclohexandimetanol, (C) tác nhân lưu hóa ắn gốc imidazol và (D) nhựa phenol,

trong đó hàm lượng của diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol (B) trên tổng khối lượng của nhựa epoxy (A) và diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol (B) là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 80% theo khối lượng, hàm lượng của tác nhân lưu hóa ắn gốc imidazol (C) trên tổng khối lượng của tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 5% đến 25% theo khối lượng và hàm lượng của nhựa phenol (D) trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 25% theo khối lượng.

Nhựa epoxy theo sáng chế được ưu tiên là nhựa epoxy lỏng được bao gồm dưới dạng nhựa epoxy (A).

Nhựa epoxy theo sáng chế có thể còn bao gồm (E) hợp chất este của axit boric.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể còn bao gồm (F) chất độn silic oxit.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế, có thể còn bao gồm (G) tác nhân liên kết silan.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn sử dụng chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có độ nhớt ở nhiệt độ thông thường (25°C) là ở mức thấp bằng 6000 mPa.s hoặc nhỏ hơn, và có khả năng chịu gia công đáp ứng yêu cầu.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp rất tốt và có thể được lưu hóa bằng cách nung nóng trong thời gian vài phút ở nhiệt độ 150°C hoặc thấp hơn.

Hơn nữa, chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có độ ổn định lưu kho ở nhiệt độ thông thường (25°C) đạt yêu cầu và có thời hạn lưu trữ kéo dài.

Đồng thời, chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có các đặc tính gia cường bị hàn ở thời điểm bịt kín rất tốt và có thể ngăn chặn việc xảy ra các vết nứt trong quá trình thử nghiệm chu trình nhiệt.

Do các đặc tính này, chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế là thích hợp để làm vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn dùng làm bao bì cấp một hoặc bao bì cấp hai.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế chứa các thành phần từ (A) đến (D) được thể hiện dưới đây dưới dạng các thành phần chính.

Thành phần A: Nhựa epoxy

Nhựa epoxy của thành phần (A) là thành phần tạo nên tác nhân chính của chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế.

Nhựa epoxy của thành phần (A) tốt hơn là chất lỏng ở nhiệt độ thông thường. Tuy nhiên, ngay cả nhựa epoxy là chất rắn ở nhiệt độ thông thường, nhựa epoxy này

có thể được sử dụng ở dạng biểu hiện là trạng thái lỏng bằng cách pha loãng nhựa epoxy với nhựa epoxy lỏng khác hoặc chất pha loãng.

Các ví dụ cụ thể về nhựa epoxy như thế bao gồm nhựa epoxy kiểu bisphenol A, nhựa epoxy kiểu bisphenol A được bromua hóa, nhựa epoxy kiểu bisphenol F, nhựa epoxy kiểu biphenyl, nhựa epoxy kiểu novolac, nhựa epoxy vòng béo, nhựa epoxy kiểu naphtalen, nhựa epoxy gốc ete hoặc gốc polyete, polybutadien chứa vòng oxiran và nhựa copolyme silicon-epoxy.

Cụ thể là, các ví dụ về các loại nhựa epoxy lỏng bao gồm nhựa epoxy kiểu bisphenol A có phân tử lượng trung bình là khoảng 400 hoặc nhỏ hơn; nhựa epoxy kiểu bisphenol A đa chức phân nhánh như là diglycidyl ete của p-glycidylxyphenyldimetyltrisbisphenol A; nhựa epoxy kiểu bisphenol F; nhựa epoxy kiểu phenol-novolac có phân tử lượng trung bình là khoảng 570 hoặc nhỏ hơn; nhựa epoxy vòng béo như là vinyl(3,4-xyclohexen) dioxit, (3,4-epoxyxyclohexyl)metyl 3,4-epoxyxyclohexylcarboxylat, bis(3,4-epoxy-6-metylxyclohexylmetyl) adipat hoặc 2-(3,4-epoxyxyclohexyl) 5,1-spiro(3,4-epoxyxyclohexyl)-m-dioxan; nhựa epoxy kiểu biphenyl như là 3,3',5,5'-tetrametyl-4,4'-diglycidylxybiphenyl; nhựa epoxy kiểu glycidyl este như là diglycidyl hexahydrophthalat, diglycidyl 3-metylhexahydrophthalat hoặc diglycidyl hexahydroterephthalat; nhựa epoxy kiểu glycidylamin như là diglycidylanilin, diglycidyltoluidin, triglycidyl-p-aminophenol, tetraglycidyl-m-xylylendiamin hoặc tetraglycidylbis(aminometyl)xyclohexan; nhựa epoxy kiểu hydantoin như là 1,3-diglycidyl-5-metyl-5-etylhydantoin; và nhựa epoxy chứa vòng naphtalen. Hơn nữa, nhựa epoxy có cấu trúc khung silicon, như là 1,3-bis(3-glycidoxypropyl)-1,1,3,3-tetrametyldisiloxan, có thể cũng được sử dụng. Các ví dụ khác nữa cũng bao gồm các hợp chất diepoxit như là diglycidyl ete của (poly)etylen glycol, diglycidyl ete của (poly)propylen glycol, glycidyl ete của butanediol và diglycidyl ete của neopentyl glycol; và các hợp chất triepoxit như là triglycidyl ete của trimetylolpropan và triglycidyl ete của glyxerin.

Nhựa epoxy ở dạng rắn hoặc có độ nhớt siêu cao ở nhiệt độ thông thường cũng có thể cũng được sử dụng kết hợp và các ví dụ về nhựa epoxy như thế bao gồm nhựa epoxy kiểu bisphenol A, nhựa epoxy novolac và nhựa epoxy kiểu tetrabromobisphenol A, tất cả các loại này đều có phân tử lượng cao. Các loại nhựa này có thể được sử

dụng sau khi có độ lỏng của nó được điều chỉnh nhờ sự kết hợp với nhựa epoxy là dạng lỏng ở nhiệt độ thông thường và/hoặc chất pha loãng.

Trong trường hợp sử dụng nhựa epoxy là dạng rắn hoặc có độ nhớt siêu cao ở nhiệt độ thông thường, tốt nhất là kết hợp nhựa epoxy với nhựa epoxy có độ nhớt thấp, ví dụ, hợp chất diepoxit như là diglycidyl ete của (poly)etylen glycol, diglycidyl ete của (poly)propylen glycol, glycidyl ete của butanediol hoặc diglycidyl ete của neopentyl glycol; hoặc hợp chất triepoxit như là triglycidyl ete của trimetylolpropan hoặc triglycidyl ete của glyxerin.

Trong trường hợp sử dụng chất pha loãng, loại bất kỳ trong số chất pha loãng không hoạt tính và chất pha loãng hoạt tính đều có thể được sử dụng, nhưng chất pha loãng hoạt tính là được ưu tiên. Trong bản mô tả này, chất pha loãng hoạt tính được dùng để chỉ hợp chất có một nhóm epoxy và có độ nhớt tương đối thấp ở nhiệt độ thông thường, và tùy thuộc vào mục đích, chất pha loãng hoạt tính có thể cũng có nhóm chức có thể polyme hóa khác, ví dụ, nhóm alkenyl như là vinyl hoặc allyl; hoặc gốc axit carboxylic chưa no như là acryloyl hoặc metacryloyl, bên cạnh nhóm epoxy. Các ví dụ về chất pha loãng hoạt tính như thế bao gồm các hợp chất monoepoxit như là n-butyl glycidyl ete, 2-ethylhexyl glycidyl ete, phenyl glycidyl ete, cresyl glycidyl ete, p-s-butylphenyl glycidyl ete, styren oxit và α -pinen oxit; và các hợp chất monoepoxit có các nhóm chức khác, như là allyl glycidyl ete, glycidyl metacrylat và 1-vinyl-3,4-epoxyxyclohexan.

Nhựa epoxy dưới dạng thành phần (A) có thể được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai loại hoặc nhiều hơn hai loại có thể được sử dụng kết hợp. Tốt nhất là bản thân nhựa epoxy là dạng lỏng ở nhiệt độ thông thường. Trong tất cả các ví dụ nêu trên, các ví dụ được ưu tiên bao gồm nhựa epoxy kiểu bisphenol lỏng, nhựa epoxy kiểu aminophenol lỏng, nhựa epoxy được biến đổi silicon và nhựa epoxy kiểu naphtalen. Các ví dụ được ưu tiên hơn bao gồm nhựa epoxy kiểu bisphenol A lỏng, nhựa epoxy kiểu bisphenol F lỏng, nhựa epoxy kiểu p-aminophenol lỏng và 1,3-bis(3-glyxidoxypropyl)tetrametyldisiloxan.

Thành phần (B): diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol.

Diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol (sau đây được viết tắt là "DME") dưới dạng thành phần (B) là hợp chất gốc epoxy được điều chế bằng cách cho 1,4-

xyclohexandimetanol và epiclohydrin trải qua quá trình loại hydroclorua trong điều kiện nung nóng đến nhiệt độ khoảng từ 50°C đến 150°C và chất này được bổ sung dưới dạng chất pha loãng nhựa epoxy.

DME có thể cũng được tạo ra mà không sử dụng epiclohydrin bằng cách sử dụng hợp chất olefin làm nguyên liệu thô, và cho hợp chất olefin trải qua quá trình epoxy hóa sử dụng hydro peroxit. DME được tạo ra nhờ quá trình này có nồng độ clo ở mức thấp là 100 ppm hoặc ít hơn, và là thích hợp để được sử dụng làm chất pha loãng nhựa epoxy.

Vì DME có hoạt tính cao không giống với các chất pha loãng nhựa epoxy thông thường, như là các monoglycidyl ete như là butyl glycidyl ete và phenyl glycidyl ete; diglycidyl ete của 1,6-hexandiol ; và glycidyl este của axit neodecanoic, sự sụt giảm độ hoạt tính do bổ sung hợp chất có thể được ngăn chặn. Do đó, độ nhớt của chế phẩm nhựa epoxy có thể được giảm xuống mà không làm xấu đi các đặc tính của sản phẩm được lưu hóa, như là tính chịu nhiệt, khả năng chống ẩm, độ bền cơ học và các đặc tính về điện.

Trong chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế, hàm lượng DME dưới dạng thành phần (B) là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 80% theo khối lượng trên tổng khối lượng của nhựa epoxy dưới dạng thành phần (A) và DME dưới dạng thành phần (B). Nếu hàm lượng DME là dưới 0,5% theo khối lượng, kết quả thu được do bổ sung chất pha loãng nhựa epoxy là không đạt yêu cầu và độ nhớt ở nhiệt độ thông thường (25°C) của chế phẩm nhựa epoxy có thể không được điều chỉnh đến 6000 mPa.s hoặc nhỏ hơn.

Mặt khác, nếu hàm lượng DME là lớn hơn 80% theo khối lượng, các đặc tính của các sản phẩm được lưu hóa bị ảnh hưởng xấu; chẳng hạn, có thể xảy ra hiện tượng giảm nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) hoặc độ bám dính.

Hàm lượng DME dưới dạng thành phần (B) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1% đến 70% theo khối lượng và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5% đến 62,5% theo khối lượng, trên tổng khối lượng của nhựa epoxy dưới dạng thành phần (A) và DME dưới dạng thành phần (B).

Thành phần (C): Tác nhân lưu hóa ắt gốc imidazol

Tác nhân lưu hóa ắt gốc imidazol của thành phần (C) là tác nhân lưu hóa cho

nhựa epoxy. Tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol được sử dụng làm tác nhân lưu hóa cho nhựa epoxy vì tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol có khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp rất tốt và có thể lưu hóa nhựa epoxy bằng cách nung nóng trong vài phút ở nhiệt độ là 150°C hoặc thấp hơn.

Hơn nữa, khi tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol được sử dụng, có thể đạt được độ ổn định lưu kho của chế phẩm nhựa epoxy ở nhiệt độ thông thường (25°C) đạt yêu cầu và thời hạn lưu trữ của nó có thể được kéo dài.

Đối với tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol, tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol đã biết có thể được sử dụng. Các ví dụ về tác nhân lưu hóa loại này bao gồm PN23, PN40 và PN-H (đều là tên thương mại, tất cả do Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc. sản xuất). Đồng thời, hợp chất được cho trải qua phản ứng cộng hợp với nhóm hydroxyl của sản phẩm cộng epoxy của hợp chất amin, còn được gọi là imidazol vi nang, có thể cũng được sử dụng, và hợp chất này có sẵn dưới dạng, chẳng hạn như NOVACURE HX-3088, NOVACURE HX-3941, HX-3742 và HX-3722 (các tên thương mại, tất cả do Asahi Kasei E-Materials Corp. sản xuất).

Ngoài ra, trong số tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol được mô tả ở trên, loại chất bất kỳ có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều hơn hai loại có thể được sử dụng kết hợp.

Trong chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế, hàm lượng của tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol dưới dạng thành phần (C) là nằm trong khoảng từ 5% đến 25% theo khối lượng trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy.

Nếu hàm lượng này là dưới 5% theo khối lượng, chế phẩm nhựa epoxy có khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp kém và có thể không được lưu hóa bằng cách nung nóng trong thời gian vài phút ở nhiệt độ là 150°C hoặc thấp hơn. Mặt khác, nếu hàm lượng này lớn hơn 25% theo khối lượng, độ ổn định lưu kho của chế phẩm nhựa epoxy ở nhiệt độ thông thường (25°C) bị suy giảm và thời hạn lưu trữ của nó bị rút ngắn.

Hàm lượng của tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol dưới dạng thành phần (C) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5,6% đến 24,3% theo khối lượng trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy.

Thành phần (D): Nhựa phenol

Nhựa phenol dưới dạng thành phần (D) được bổ sung sao cho đạt được việc lưu hóa đồng đều chế phẩm nhựa epoxy. Trong chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế, khi tác nhân lưu hóa ẩn gốc imidazol được sử dụng làm tác nhân lưu hóa cho nhựa epoxy, chế phẩm này đạt được khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp rất tốt và do đó có thể được lưu hóa bằng cách nung nóng trong vài phút ở nhiệt độ là 150°C hoặc thấp hơn. Tuy nhiên, đối với sự lưu hóa ở nhiệt độ thấp trong một khoảng thời gian ngắn, việc lưu hóa có xu hướng xảy ra một cách không đồng đều, và có các vấn đề là hình dạng bên ngoài của các sản phẩm được lưu hóa bị xấu đi và độ bám dính của các sản phẩm được lưu hóa bị giảm.

Nhựa phenol có thể được lựa chọn một cách rộng rãi từ các loại nhựa phenol được sử dụng làm tác nhân lưu hóa đối với nhựa epoxy. Các ví dụ cụ thể về nhựa phenol bao gồm các loại nhựa phenol allyl acrylat (chẳng hạn, MEH8005 (tên thương mại của sản phẩm do Meiwa Plastic Industries, Ltd. Sản xuất)).

Trong chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế, hàm lượng của nhựa phenol dưới dạng thành phần (D) là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 25% theo khối lượng trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy.

Nếu hàm lượng này thấp hơn 1% theo khối lượng, quá trình lưu hóa xảy ra một cách không đồng đều trong quá trình lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp, và có các vấn đề là hình dạng bên ngoài của các sản phẩm được lưu hóa bị xấu đi và độ bám dính của các sản phẩm được lưu hóa bị suy giảm.

Mặt khác, nếu hàm lượng này lớn hơn 20% theo khối lượng, độ ổn định lưu kho của chế phẩm nhựa epoxy ở nhiệt độ thông thường (25°C) bị suy giảm, và thời hạn lưu trữ của nó bị rút ngắn.

Hàm lượng nhựa phenol dưới dạng thành phần (D) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1% đến 20,1% theo khối lượng trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể cũng tùy chọn chứa các thành phần như sẽ được mô tả dưới đây, bên cạnh các thành phần từ (A) đến (D).

Thành phần (E): Hợp chất este của axit boric

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể cũng chứa hợp chất este của axit boric dưới dạng thành phần (E), nhằm tăng cường độ ổn định lưu kho ở nhiệt độ thông thường (25°C) và kéo dài thời hạn lưu trữ.

Các ví dụ về hợp chất este của axit boric của thành phần (E) mà có thể được sử dụng bao gồm 2,2'-oxybis(5,5'-dimetyl-1,3,2-oxaborinan), trimetyl borat, trietyl borat, tri-n-propyl borat, triisopropyl borat, tri-n-butyl borat, tripentyl borat, triallyl borat, trihexyl borat, trixyclohexyl borat, trioctyl borat, trinonyl borat, tridexyl borat, tridodexyl borat, trihexadexyl borat, trioctadexyl borat, tris(2-etylhexyloxy)boran, bis(1,4,7,10-tetraoxaundexyl)(1,4,7,10,13-pentaoxatetradexyl) (1,4,7-trioxaundexyl)boran, tribenzyl borat, triphenyl borat, tri-o-tolyl borat, tri-m-tolyl borat và trietanolamin borat.

Trong trường hợp kết hợp hợp chất este của axit boric dưới dạng thành phần (E), hàm lượng của nó tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,05% đến 5% theo khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1% đến 3% theo khối lượng và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 1,5% theo khối lượng, trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy.

Thành phần (F): Chất độn silic oxit

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể cũng chứa chất độn silic oxit dưới dạng thành phần (F), nhằm điều chỉnh độ nhớt của chế phẩm nhựa này hoặc để tăng cường tính chịu nhiệt và khả năng chống ẩm của sản phẩm được lưu hóa của chế phẩm nhựa này.

Trong trường hợp kết hợp chất độn silic oxit dưới dạng thành phần (F), hàm lượng của nó tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 80% theo khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15% đến 70% theo khối lượng và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20% đến 65% theo khối lượng, trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy.

Hình dạng của chất độn silic oxit dưới dạng thành phần (F) không bị giới hạn cụ thể, và dạng hạt bất kỳ, dạng bột bất kỳ, dạng vảy bất kỳ và dạng tương tự có thể được sử dụng.

Hơn nữa, chất độn silic oxit dưới dạng thành phần (F) có thể là chất độn silic

oxit đã trải qua việc xử lý bề mặt nếu cần thiết. Ví dụ, chất độn silic oxit có màng bọc oxit được tạo ra trên bề mặt hạt có thể cũng được sử dụng.

Kích cỡ hạt trung bình của chất độn silic oxit dưới dạng thành phần (F) (nếu chất độn không phải là dạng hạt, thì đây là đường kính cực đại trung bình) không bị giới hạn cụ thể. Kích cỡ hạt trung bình của chất độn silic oxit tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 μm đến 30 μm theo quan điểm đạt được khả năng điền đầy đạt yêu cầu ở vị trí cần phải bịt kín, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 μm đến 20 μm và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 μm đến 10 μm .

Thành phần (G): Tác nhân liên kết silan

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể cũng chứa tác nhân liên kết silan dưới dạng thành phần (G), nhằm tăng cường độ bám dính của các sản phẩm được lưu hóa.

Trong trường hợp kết hợp tác nhân liên kết silan dưới dạng thành phần (G), hàm lượng của nó tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01% đến 10% theo khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05% đến 5% theo khối lượng và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1% đến 3% theo khối lượng, trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể cũng chứa các thành phần khác ngoài các thành phần từ (A) đến (G) khi cần thiết. Các ví dụ cụ thể về thành phần có thể được kết hợp như thế bao gồm chất độn, chất dàn đều, chất tạo màu, tác nhân bẫy ion, chất khử bọt, chất chống oxy hóa và chất hãm bắt cháy. Loại và lượng của từng tác nhân kết hợp là theo trường hợp của các phương pháp thông thường.

(Điều chế chế phẩm nhựa epoxy)

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế được điều chế bằng cách trộn và khuấy các thành phần từ (A) đến (D) được mô tả ở trên, và tùy chọn, các thành phần từ (E) đến (G) được mô tả ở trên và các thành phần tùy chọn dưới dạng chất độn. Quá trình trộn và khuấy có thể được thực hiện bằng cách sử dụng máy nghiền con lăn, nhưng rõ ràng là, sáng chế không được dự định chỉ giới hạn ở đó. Khi nhựa epoxy dưới dạng thành phần (A) ở dạng rắn, tốt nhất là trộn các thành phần sau khi lỏng hóa hoặc giả lỏng hóa nhựa epoxy bằng cách nung nóng hoặc tương tự.

Quá trình trộn và khuấy có thể được cải biến một cách hợp lý mà không gặp phải vấn đề gì, sao cho tất cả các thành phần có thể được trộn một cách đồng thời, hoặc một số các thành phần có thể được trộn trước, và các thành phần khác có thể được trộn sau.

Sau đây, các đặc tính của chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế sẽ được mô tả.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có độ nhớt ở nhiệt độ thông thường (25°C) thấp ở mức 6000 mPa.s hoặc nhỏ hơn, và có khả năng chịu gia công đáp ứng yêu cầu khi được sử dụng trong các ứng dụng làm vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có độ nhớt ở nhiệt độ thông thường (25°C) tốt hơn là bằng 5500 mPa.s hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là bằng 4000 mPa.s hoặc nhỏ hơn và còn tốt hơn nữa là bằng 3000 mPa.s hoặc nhỏ hơn.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp rất tốt và có thể được lưu hóa bằng cách nung nóng trong vài phút ở nhiệt độ là 150°C hoặc thấp hơn (chẳng hạn, nung nóng trong 3 phút ở nhiệt độ 120°C).

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thời gian keo hóa, mà được xác định theo quy trình được mô tả theo các ví dụ như sẽ được mô tả dưới đây, tốt hơn là bằng 180 giây hoặc ngắn hơn, tốt hơn nữa là bằng 90 giây hoặc ngắn hơn và còn tốt hơn nữa là bằng 60 giây hoặc ngắn hơn.

Hơn nữa, chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có độ ổn định lưu kho đạt yêu cầu ở nhiệt độ thông thường (25°C) và có thời hạn lưu trữ kéo dài. Cụ thể là, độ nhớt của nó sau quá trình lưu kho trong thời gian 48 giờ trong môi trường ở nhiệt độ là 25°C và độ ẩm là 50% là thấp hơn 1,2 lần so với độ nhớt trước khi lưu kho và tốt hơn là, độ nhớt sau khi lưu kho trong 168 giờ là thấp hơn 1,2 lần so với độ nhớt trước khi lưu kho.

Hơn nữa, chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có độ bám dính rất tốt, và độ bền chống bong tróc được xác định theo quy trình được mô tả ở các ví dụ như sẽ được mô tả dưới đây là bằng 10 kg hoặc lớn hơn, tốt hơn là bằng 15 kg hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là bằng 17 kg hoặc lớn hơn.

Hơn nữa, vì chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) là 120°C hoặc cao hơn, chế phẩm nhựa epoxy có các đặc tính gia cường bị hàn rất tốt ở thời điểm bật kín và hạn chế sự xuất hiện các vết nứt trong quá trình thử nghiệm chu trình nhiệt (chẳng hạn, thử nghiệm độ bền lâu lặp lại chu trình nhiệt với nhiệt độ từ -40°C đến 125°C). Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) tốt hơn là bằng 125°C hoặc cao hơn và tốt hơn nữa là bằng 130°C hoặc cao hơn.

Do các đặc tính này, chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế là thích hợp đối với vật liệu bật kín linh kiện bán dẫn để bao bì cấp một hoặc bao bì cấp hai.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế cũng thích hợp làm chất kết dính hoặc tác nhân liên kết khuôn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết sử dụng các ví dụ, nhưng sáng chế không được dự định bị hạn chế ở các ví dụ này.

Các ví dụ từ 1 đến 14 và các Ví dụ so sánh từ 1 đến 4

Nguyên liệu thô được trộn sử dụng máy nghiền con lăn để thu được các tỷ lệ trộn được chỉ ra trong bảng dưới đây, và do đó các chế phẩm nhựa epoxy theo các ví dụ từ 1 đến 14 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 4 được tạo ra. Các trị số liên quan đến các chế phẩm tương ứng trên bảng thể hiện phần theo khối lượng.

Các ký hiệu trên bảng biểu thị tương ứng như sau.

Nhựa epoxy: Nhựa epoxy kiểu bisphenol A, tên sản phẩm: EXA850CRP do DIC Corp sản xuất.

DME: diglycidyl ete của 1,4-cyclohexandimetanol, tên sản phẩm: ZX1658GS, do Nippon Steel Chemical Co., Ltd sản xuất.

Tác nhân lưu hóa ần (tác nhân lưu hóa ần gốc imidazol): Imidazol kiểu Microcapsule (chứa thành phần imidazol và nhựa epoxy kiểu bisphenol A), tên sản phẩm: HX3742 do Asahi Kasei E-materials Corp sản xuất.

Nhựa phenol: nhựa phenol allyl acrylat, tên sản phẩm: MEH8005 do Meiwa Plastic Industries, Ltd sản xuất.

Tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit: Tên sản phẩm: HN-5500 do Hitachi Chemical Co., Ltd sản xuất.

Các đánh giá sau đây được tiến hành đối với các chế phẩm nhựa epoxy được tạo ra như được nêu trên.

Hình dạng bên ngoài của sản phẩm được lưu hóa

Mẫu thử nghiệm trong đó 10 mg mẫu để đánh giá được đưa lên mẫu thử đó để đánh giá sẽ được tiếp xúc với các bề mặt bên của các cạnh chiều dài của con chip silic ($2 \times 20 \times 0,75\text{mm}$) được gắn trên màng polyimide, được đặt vào lò và được nung nóng trong 3 phút ở nhiệt độ 120°C , và nhờ đó chế phẩm nhựa epoxy được lưu hóa. Hình dạng bên ngoài của các sản phẩm được lưu hóa sau khi nung nóng được quan sát bằng mắt thường. Trường hợp trong đó không nhận thấy hình dạng bên ngoài có khuyết tật như là có nếp nhăn và bị sùi vỏ cam hoặc sự không đều màu trên sản phẩm được lưu hóa được phân loại là A, và trường hợp trong đó có nhận thấy hình dạng bên ngoài có khuyết tật như là bị nhăn nheo hoặc bị sùi vỏ cam, hoặc sự không đều màu trên sản phẩm được lưu hóa được phân loại là B.

Độ nhớt và thời hạn lưu trữ

Độ nhớt (độ nhớt ban đầu) của mẫu thử nghiệm dùng để đánh giá ngay sau khi điều chế được xác định sử dụng dụng cụ đo độ nhớt kiểu EMD (do Tokimec, Inc. chế tạo; tên dụng cụ: TV-22) ở nhiệt độ lỏng 25°C và với tốc độ quay là 1 vòng/phút.

Sau đó, độ nhớt tại thời điểm khi mẫu thử nghiệm dùng để đánh giá được lưu trữ trong vật đựng được bịt kín trong thời gian 48 giờ trong môi trường ở nhiệt độ 25°C và độ ẩm 50% được đo lại. Trường hợp trong đó độ nhớt sau khi lưu kho 48 giờ thấp hơn 1,2 lần so với độ nhớt ban đầu được phân loại là A và trường hợp trong đó độ nhớt sau khi lưu kho 48 giờ lớn hơn hoặc bằng 1,2 lần so với độ nhớt ban đầu được phân loại là B.

Tiếp theo, độ nhớt tại thời điểm khi mẫu thử nghiệm dùng để đánh giá được lưu kho trong vật đựng được bịt kín trong 168 giờ trong môi trường ở nhiệt độ 25°C và độ ẩm 50% được đo lại. Trường hợp trong đó độ nhớt sau khi lưu kho 168 giờ thấp hơn 1,2 lần so với độ nhớt ban đầu được phân loại là A và trường hợp trong đó độ nhớt sau khi lưu kho 168 giờ lớn hơn hoặc bằng 1,2 lần so với độ nhớt ban đầu được phân loại

là B.

Thời gian keo hóa

5 mg $\pm$ 1 mg chế phẩm nhựa epoxy được cấp lên đĩa nóng có nhiệt độ 120°C, và chế phẩm được khuấy bằng thanh khuấy để vẽ thành vòng tròn, và thời gian từ thời điểm cấp đến thời điểm mà ở đó, khi thanh khuấy được nâng lên và được lấy ra trong khi đang vận hành khuấy, sợi chỉ dài 5mm hoặc ngắn hơn được tạo ra, được xác định.

Độ bám dính

Mẫu thử nghiệm dùng để đánh giá được in trên nền epoxy thủy tinh, và con chip silic có kích thước 2mm $\times$ 2mm được đặt lên mẫu thử nghiệm. Mẫu thử nghiệm được nung nóng để lưu hóa trong thời gian 5 phút sử dụng thiết bị sấy không khí nóng ở nhiệt độ 150° $\pm$ 2°C. Mẫu nóng chảy thu được được sử dụng làm mẫu thử nghiệm, tải trọng được tác dụng lên con chip silic sử dụng thiết bị thử nghiệm kết dính đa dụng, "DAGE4000" do Nordson DAGE Corp chế tạo, và độ bền (độ bền chống bóc) khi con chip được tháo ra để đo đạc. Số mẫu thử nghiệm n là 10 và trị số trung bình được lựa chọn là trị số thử nghiệm.

Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (Tg): Đối với sản phẩm được lưu hóa thu được bằng cách nung nóng và lưu hóa trong thời gian 3 phút ở nhiệt độ 120°C, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh được xác định theo phương pháp TMA nhờ sử dụng thiết bị TM3000 do Ulvac-Riko, Inc chế tạo.

Bảng 1

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7
(A) Nhựa epoxy	75,0	62,0	50,0	22,5	-	52,8	51,5
(B) DME	41,5	46,0	50,0	36,5	25,0	50,0	50,0
(C) Tác nhân lưu hóa ẩn	25,0	59,0	90,0	86,0	82,5	85,8	88,0
(Thành phần imidazol)	(8,33)	(19,67)	(30)	(28,67)	(27,5)	(28,6)	(29,3)
(Thành phần nhựa epoxy)	(16,67)	(39,33)	(60)	(57,33)	(55)	(57,2)	(58,7)
(D) Nhựa phenol	7,5	9,0	10,0	7,5	5,5	2,0	6,0

Tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit							
Hình dạng bên ngoài của sản phẩm được lưu hóa	A	A	A	A	A	A	A
Độ nhớt [mPa.s]	738	1038	1477	2401	4150	1182	1306
Thời gian keo hóa [giây]	86	46	28	21	16	22	23
Độ bám dính [kg]	17	23	23	23	25	23	23
T _g [°C]	139	140	140	138	141	140	140
Thời hạn lưu trữ (sau 48 giờ)	A	A	A	A	A	A	A
Thời hạn lưu trữ (sau 168 giờ)	A	A	A	A	B	A	A

Ví dụ 1

Thành phần (B): 31,1% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 5,6% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 2

Thành phần (B): 31,2% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 11,2% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 3

Thành phần (B): 31,2% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15,0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 4

Thành phần (B): 31,3% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 18,8% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 5

Thành phần (B): 31,2% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 24,3% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 6

Thành phần (B): 31,2% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 1,0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 7

Thành phần (B): 31,2% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 3,1% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Bảng 2

	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13	Ví dụ 14
(A) Nhựa epoxy	38,5	31,0	24,0	92,0	84,0	20,0	-
(B) DME	41,5	37,0	33,0	8,0	16,0	80,0	100
(C) Tác nhân lưu hóa ản	79,5	76,5	74,0	90,0	90,0	90,0	90,0
(Thành phần imidazol)	(26,5)	(25,5)	(24,7)	(30,0)	(30,0)	(30,0)	(30,0)
(Thành phần nhựa epoxy)	(53,0)	(51,0)	(49,3)	(60,0)	(60,0)	(60,0)	(60,0)
(D) Nhựa phenol	16,5	25,0	33,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit							
Hình dạng bên	A	A	A	A	A	A	A

ngoài của sản phẩm được lưu hóa							
Độ nhớt [mPa.s]	1957	2607	3528	5505	3327	1026	653
Thời gian keo hóa [giây]	36	60	71	25	28	31	38
Độ bám dính [kg]	23	23	26	23	23	21	18
Tg [°C]	140	138	136	142	142	134	131
Thời hạn lưu trữ (sau 48 giờ)	A	A	A	A	A	A	A
Thời hạn lưu trữ (sau 168 giờ)	A	A	B	A	A	A	A

Ví dụ 8

Thành phần (B): 31,2% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 9,4% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 9

Thành phần (B): 31,1% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 14,7% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 10

Thành phần (B): 31,0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 20,1% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 11

Thành phần (B): 5,0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 12

Thành phần (B): 10,0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 13

Thành phần (B): 50,0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ 14

Thành phần (B): 62,5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Bảng 3

	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4
(A) Nhựa epoxy	80,0	53,5	100,0	65,0
(B) DME	40,0	50,0	-	35,0
(C) Tác nhân lưu hóa ần	12,5	85,0	90,0	30,0
(Thành phần imidazol)	(4,17)	(28,3)	(30,0)	(10,0)
(Thành phần nhựa epoxy)	(8,33)	(56,7)	(60,0)	(20,0)
(D) Nhựa phenol	7,0	-	10,0	-
Tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit				70,0
Hình dạng bên ngoài của sản phẩm được lưu hóa	-	B (hình dạng bên ngoài có khuyết tật/ không đều màu)	A	-
Độ nhớt [mPa.s]	654	1148	6412	0,5
Thời gian keo hóa [giây]	180 hoặc lớn hơn, không lưu	22	25	180 hoặc lớn hơn, không lưu hóa

	hóa			
Độ bám dính [kg]	-	-	23	-
T _g [°C]	139	-	142	160
Thời hạn lưu trữ (sau 48 giờ)	A	A	A	B
Thời hạn lưu trữ (sau 168 giờ)	A	A	A	-

Ví dụ so sánh 1

Thành phần (B): 31,1% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 3,0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ so sánh 2

Thành phần (B): 31,2% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ so sánh 3

Thành phần (B): 0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 15% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Thành phần (D): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ so sánh 4

Thành phần (B): 29,1% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng của các thành phần (A) (bao gồm cả thành phần nhựa epoxy (C)) và (B))

Thành phần (C) (thành phần imidazol): 5% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Ví dụ so sánh 4 là mẫu thử nghiệm trong đó có chứa imidazol kiểu vi nang với lượng thông thường trong trường hợp sử dụng imidazol kiểu vi nang làm chất đẩy nhanh lưu hóa, và làm tác nhân lưu hóa, tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit được chứa với lượng 0,6 đương lượng theo tỷ lệ đương lượng với thành phần nhựa epoxy trong chế phẩm.

Thành phần (D): 0% theo khối lượng

(trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy)

Có thể khẳng định rằng các chế phẩm nhựa epoxy theo các ví dụ từ 1 đến 14 có hình dạng bên ngoài đạt yêu cầu như là các sản phẩm được lưu hóa và được lưu hóa một cách đồng đều. Hơn nữa, độ nhớt ở nhiệt độ là 25°C bằng 6000 mPa.s hoặc nhỏ hơn. Đồng thời, thời gian keo hóa là 120 giây hoặc nhỏ hơn, và cũng có thể khẳng định rằng các chế phẩm nhựa epoxy có khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp là rất tốt. Hơn nữa, các chế phẩm nhựa epoxy có độ bám dính và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) đạt yêu cầu cũng ở nhiệt độ là 120°C hoặc cao hơn. Thời hạn lưu trữ sau khi lưu kho 48 giờ cũng đạt yêu cầu.

Các ví dụ từ 1 đến 4, từ 6 đến 9 và từ 11 đến 14 trong đó các hàm lượng của thành phần (C) là nằm trong khoảng từ 5,6% đến 24,3% theo khối lượng, và các hàm lượng của thành phần (D) là nằm trong khoảng từ 1% đến 20,1% theo khối lượng,

cũng thể hiện thời hạn lưu trữ sau khi lưu kho 168 giờ đạt yêu cầu.

Mặt khác, chế phẩm nhựa epoxy theo ví dụ so sánh 1 trong đó hàm lượng của thành phần (C) là dưới 5% theo khối lượng đã không lưu hóa ngay cả sau khi thời gian 180 giây trôi qua trong đánh giá thời gian keo hóa, và có thể xác nhận rằng, chế phẩm nhựa epoxy có khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp là kém. Do đó, các đánh giá đối với hình dạng bên ngoài của các sản phẩm được lưu hóa và độ bám dính không được thực hiện. Ví dụ so sánh 2 mà không chứa thành phần (D) có hình dạng bên ngoài xấu đối với các sản phẩm được lưu hóa, và cũng có thể khẳng định rằng, sự lưu hóa đồng đều có thể là không đạt được. Do đó, các đánh giá đối với độ bám dính và việc xác định nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh không được thực hiện. Ví dụ so sánh 3 là ví dụ không chứa thành phần (B) có độ nhớt ở nhiệt độ 20°C là cao trên 6000 mPa.s. Ví dụ so sánh 4 trong đó không chứa thành phần (D), tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit được sử dụng, và imidazol kiểu vi nang được chứa trong đó với lượng thông thường trong trường hợp sử dụng imidazol kiểu vi nang như là chất đẩy nhanh lưu hóa, không lưu hóa ngay cả sau khi thời gian 180 giây đã trôi qua trong đánh giá thời gian keo hóa, và có thể khẳng định rằng, chế phẩm nhựa epoxy có khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp là kém.

Điều này được giả thiết là chắc chắn xảy ra bởi vì hoạt động lưu hóa bởi imidazol bị trễ do sự có mặt của tác nhân lưu hóa gốc anhydrit axit. Vì có thể khẳng định rằng, chế phẩm nhựa epoxy có khả năng lưu hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp là kém, đánh giá về độ bám dính không được thực hiện. Đồng thời, chế phẩm nhựa epoxy có thời hạn lưu trữ sau khi lưu kho 48 giờ là kém. Do đó, sự đánh giá đối với thời hạn lưu trữ sau khi lưu kho 168 giờ không được thực hiện.

YÊU CẦU BẢO HỘ**1. Chế phẩm nhựa epoxy bao gồm:**

(A) nhựa epoxy, (B) diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol, (C) tác nhân lưu hóa ын gốc imidazol và (D) nhựa phenol,

trong đó hàm lượng của diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol (B) trên tổng khối lượng của nhựa epoxy (A) và diglycidyl ete của 1,4-xyclohexandimetanol (B) là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 80% theo khối lượng, hàm lượng của tác nhân lưu hóa ын gốc imidazol (C) trên tổng khối lượng của tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 5% đến 25% theo khối lượng, và hàm lượng của nhựa phenol (D) trên tổng khối lượng tất cả các thành phần của chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 1% đến 20,1% theo khối lượng.

2. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó chế phẩm này bao gồm nhựa epoxy lỏng như là nhựa epoxy (A).

3. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này còn bao gồm (E) hợp chất este của axit boric.

4. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn bao gồm (F) chất độn silic oxit.

5. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn bao gồm (G) tác nhân liên kết silan.

6. Vật liệu bịt kín linh kiện bán dẫn sử dụng chế phẩm nhựa epoxy theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5.