



(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)



1-0028675

(51)⁷ C08L 63/00; C08K 3/36; H01L 23/31; (13) B
H01L 23/29; C08G 59/50

(21) 1-2015-00158

(22) 15/05/2013

(86) PCT/JP2013/063532 15/05/2013

(87) WO/2014/013780 A1 23/01/2014

(30) 2012-161596 20/07/2012 JP

(45) 25/06/2021 399

(43) 25/06/2015 327A

(73) NAMICS Corporation (JP)

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

(72) ISHIKAWA Seiichi (JP); YOSHII Haruyuki (JP); KOHARA Kazuyuki (JP).

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

(54) VẬT LIỆU BỊT KÍN DẠNG LÔNG VÀ THIẾT BỊ BÁN DẪN CÓ SỬ DỤNG VẬT LIỆU NÀY

(57) Sáng chế đề xuất vật liệu bịt kín dạng lông, vật liệu này có độ bền đối với thử nghiệm nồi áp suất (pressure cooker test - PCT) rất tốt; và linh kiện điện tử, linh kiện điện tử này thu được nhờ bịt kín bộ phận cần được bịt kín bằng cách sử dụng vật liệu bịt kín dạng lông. Vật liệu bịt kín dạng lông theo sáng chế chứa (A) nhựa epoxy dạng lông, (B) chất hóa rắn, (C) chất độn silic oxit và (D) chất liên kết, và khác biệt ở chỗ, hàm lượng bo trong chất độn silic oxit (C) có trị số trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 50 ppm.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu bịt kín dạng lỏng để sử dụng làm chất độn bên dưới. Sáng chế còn đề cập đến linh kiện điện tử, trong đó các phần cần được bịt kín được bịt kín bằng cách sử dụng vật liệu bịt kín dạng lỏng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Do các linh kiện điện tử trở nên nhỏ hơn, nhẹ hơn và tinh vi hơn, nên dạng đóng gói bán dẫn đang thay đổi từ loại nối bằng dây dẫn thành loại chip lật.

Thiết bị bán dẫn loại chip lật có kết cấu, trong đó các phần điện cực nằm trên nền được nối với linh kiện bán dẫn thông qua các điện cực lồi. Thiết bị bán dẫn được tạo kết cấu như vậy gặp vấn đề sau: Khi tác dụng nhiệt như theo chu kỳ nhiệt độ, các điện cực lồi chịu ứng suất do chênh lệch về hệ số giãn nở nhiệt giữa nền được làm từ vật liệu hữu cơ như nhựa epoxy và linh kiện bán dẫn, do đó làm cho các điện cực lồi có các khuyết điểm như nứt. Để ngăn việc xuất hiện các khuyết điểm này, thường tiến hành bịt kín các khe hở giữa linh kiện bán dẫn và nền bằng chất bịt kín được gọi là "chất lấp đầy" để gắn chặt chúng với nhau, nhờ đó cải thiện độ bền chu kỳ nhiệt.

Chất bịt kín dạng lỏng để sử dụng làm chất độn bên dưới cần có các đặc tính phun, đặc tính dính, đặc tính hóa rắn, độ bền bảo quản và các đặc tính tương tự rất tốt, và không tạo ra các chỗ trống. Ngoài ra, phần được bịt kín bởi vật liệu bịt kín dạng lỏng cần có độ bền ẩm, độ bền chu kỳ nhiệt, độ bền chảy ngược, độ bền nứt, độ bền cong vênh và các đặc tính tương tự rất tốt.

Để đáp ứng các yêu cầu trên, vật liệu có gốc nhựa epoxy được sử dụng rộng rãi làm vật liệu bịt kín dạng lỏng để sử dụng làm chất độn bên dưới.

Đã biết rằng, việc kiểm soát mức chênh lệch về hệ số giãn nở nhiệt giữa nền được làm từ vật liệu hữu cơ như nhựa epoxy và linh kiện bán dẫn và việc gia cố các điện cực lồi bằng cách bổ sung vật liệu độn (sau đây gọi là "chất độn") làm từ chất vô cơ như chất độn silic oxit vào vật liệu bịt kín dạng lỏng có hiệu quả cải thiện độ bền ẩm và độ bền chu kỳ nhiệt, đặc biệt là độ bền chu kỳ nhiệt của phần được bịt kín bởi vật liệu bịt kín dạng lỏng (xem tài liệu sáng chế 1).

Tuy nhiên, cùng với xu hướng hiện nay về các khe hở hẹp hơn (nằm trong

khoảng từ 25 đến 50 μm) và các bước hẹp hơn (tối đa 150 μm), độ bền chu kỳ nhiệt cần được cải thiện hơn nữa. Ngoài ra, vật liệu bịt kín dạng lỏng để sử dụng làm chất độn bên dưới còn cần có độ bền ẩm và vì thế vật liệu này còn cần có độ bền đối với thử nghiệm nồi áp suất (pressure cooker test - PCT) rất tốt.

Danh sách tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 10-173103 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Để giải quyết các vấn đề nêu trên của các giải pháp kỹ thuật đã biết, sáng chế đề xuất vật liệu bịt kín dạng lỏng có độ bền đối với thử nghiệm nồi áp suất (pressure cooker test - PCT) rất tốt và linh kiện điện tử, trong đó các phần cần được bịt kín được bịt kín bởi vật liệu bịt kín dạng lỏng.

Giải pháp kỹ thuật

Để đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) chứa:

- (A) nhựa epoxy dạng lỏng;
- (B) chất hóa rắn;
- (C) chất độn silic oxit; và
- (D) chất liên kết,

trong đó chất độn silic oxit (C) chứa hàm lượng bo trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 50 ppm.

Trong vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) theo sáng chế, tốt hơn nếu hàm lượng của chất liên kết (D) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa epoxy (A) và chất hóa rắn (B).

Trong vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) theo sáng chế, chất độn silic oxit (C) có thể được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết.

Trong trường hợp trong đó chất độn silic oxit (C) được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết, tốt hơn nếu tổng hàm lượng của chất liên kết được sử dụng để xử lý bề mặt của chất độn silic oxit (C) và chất liên kết (D) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa

epoxy (A) và chất hóa rắn (B).

Sáng chế còn đề xuất vật liệu bột kín dạng lỏng (2) chứa:

(A) nhựa epoxy dạng lỏng;

(B) chất hóa rắn; và

(C) chất độn silic oxit,

trong đó chất độn silic oxit (C) chứa hàm lượng bo trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 50 ppm, và

trong đó chất độn silic oxit (C) được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết.

Trong vật liệu bột kín dạng lỏng (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu lượng chất liên kết được sử dụng để xử lý bề mặt của chất độn silic oxit (C) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa epoxy (A) và chất hóa rắn (B).

Trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu hàm lượng của chất độn silic oxit (C) nằm trong khoảng từ 40 đến 90 % khối lượng.

Trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu chất độn silic oxit (C) có cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,05 đến 80 μm .

Tốt hơn nếu phân bố cỡ hạt ở cỡ hạt trung bình $\pm 0,2 \mu\text{m}$ chiếm ít nhất 90% của tổng số hạt.

Trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu chất hóa rắn (B) là chất hóa rắn amin.

Tốt hơn nếu các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế còn chứa (E) chất tăng tốc hóa rắn.

Tốt hơn nếu các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế còn bao gồm (F) chất đàn hồi.

Trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau thử nghiệm nồi áp suất (pressure cooker test - PCT) như được biểu diễn bởi biểu thức sau:

Tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT (%) = $(\text{độ bền cắt trước PCT} - \text{độ bền cắt sau PCT}) / (\text{độ bền cắt trước PCT}) \times 100$

lên tới 25%.

Trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu độ bền cắt sau PCT nằm trong khoảng từ 50 đến 350 N.

Sáng chế còn đề xuất thiết bị bán dẫn bao gồm: linh kiện bán dẫn loại chip lật được bịt kín bởi các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế.

Hiệu quả kỹ thuật đạt được bởi sáng chế

Các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế có độ bền đối với thử nghiệm PCT rất tốt và thích hợp làm chất độn bên dưới trong các thiết bị bán dẫn.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây sáng chế được mô tả chi tiết.

Mỗi vật liệu trong số các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế chứa các thành phần từ (A) đến (C) được mô tả dưới đây làm các thành phần chính.

(A) Nhựa epoxy dạng lỏng

Nhựa epoxy dạng lỏng làm thành phần (A) là thành phần tạo thành hợp chất cơ bản của mỗi vật liệu trong số các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế.

Theo sáng chế, nhựa epoxy dạng lỏng chỉ nhựa epoxy ở dạng lỏng tại nhiệt độ thường.

Các ví dụ minh họa về nhựa epoxy dạng lỏng theo sáng chế bao gồm nhựa epoxy bisphenol A có phân tử lượng trung bình nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 400; nhựa epoxy bisphenol A đa chức phân nhánh chẳng hạn như p-glycidylxyphenyldimetyl trisbisphenol A diglycidyl ete; nhựa epoxy bisphenol F; nhựa phenol novolac epoxy có phân tử lượng trung bình nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 570; nhựa epoxy vòng béo chẳng hạn như vinyl(3,4-xyclohexen)đioxit, (3,4-epoxyxyclohexyl)metyl 3,4-epoxyxyclohexylcarboxylat, bis(3,4-epoxy-6-metylxcyclohexylmetyl)adipat, và 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)5,1-spiro(3,4-epoxyxyclohexyl)-m-đioxan; nhựa biphenyl epoxy chẳng hạn như 3,3',5,5'-tetrametyl-4,4'-diglycidylxybiphenyl; nhựa glycidyl este epoxy chẳng hạn như diglycidyl hexahydrophthalat, diglycidyl 3-metylhexahydrophthalat, và diglycidyl hexahydroterephthalat; nhựa glycidyl amin epoxy chẳng hạn như diglycidylanilin, diglycidyltoluidin, triglycidyl-p-aminophenol, tetraglycidyl-m-xylylendiamin, và tetraglycidyl bis(aminometyl)xyclohexan; cũng như nhựa hydantoin epoxy chẳng hạn như 1,3-diglycidyl-5-metyl-5-etylhydantoin; và nhựa epoxy chứa vòng naphtalen. Nhựa epoxy chứa khung silicon chẳng hạn như 1,3-bis(3-

glyxidoxypropyl)-1,1,3,3-tetrametylđisiloxan cũng có thể được sử dụng. Các ví dụ minh họa khác bao gồm hợp chất diepoxit chẳng hạn như (poly)etylen glycol điglyxidyl ete, (poly)propylen glycol điglyxidyl ete, butandiol điglyxidyl ete, neopentyl glycol điglyxidyl ete, và xyclohexan đimetanol điglyxidyl ete; và hợp chất triepoxit chẳng hạn như trimetylol propan triglyxidyl ete, và glyxerol triglyxidyl ete.

Trong số đó, nhựa epoxy bisphenol dạng lỏng, nhựa aminophenol epoxy dạng lỏng, nhựa silicon epoxy cải biến và nhựa naphtalen epoxy được ưu tiên. Nhựa epoxy bisphenol A dạng lỏng, nhựa epoxy bisphenol F dạng lỏng, nhựa epoxy p-aminophenol dạng lỏng, và 1,3-bis(3-glyxidoxypropyl) tetrametylđisiloxan được ưu tiên hơn.

Các nhựa epoxy dạng lỏng cho thành phần (A) có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc nhiều hơn hai loại.

Nhựa epoxy, nhựa epoxy này ở dạng rắn ở nhiệt độ thường cũng có thể được sử dụng khi dùng kết hợp với nhựa epoxy dạng lỏng nếu nó thể hiện trạng thái lỏng khi ở dạng hỗn hợp.

(B) Chất hóa rắn

Chất hóa rắn làm thành phần (B) không bị giới hạn cụ thể miễn sao nó là chất hóa rắn nhựa epoxy. Các chất hóa rắn đã biết có thể được sử dụng và có thể sử dụng chất bất kỳ trong số chất hóa rắn axit anhydrit, chất hóa rắn amin và chất hóa rắn phenolic.

Các ví dụ cụ thể về chất hóa rắn axit anhydrit có thể được minh họa bao gồm tetrahydrophthalic anhydrit được alkyl hóa chẳng hạn như metyltetrahydrophthalic anhydrit, metylhexahydrophthalic anhydrit, và metyltetrahydrophthalic anhydrit; hexahydrophthalic anhydrit; metyl himic anhydrit; suxinic anhydrit được thế bởi nhóm alkenyl; metyl nadic anhydrit; và glutaric anhydrit.

Các ví dụ cụ thể về chất hóa rắn amin bao gồm polyamin béo chẳng hạn như trietylentetramin, tetraetylenpentamin, m-xylendiamin, trimetylhexametylendiamin, và 2-metylpentametylendiamin; polyamin vòng béo chẳng hạn như isophoron diamin, 1,3-bisaminometylxyclohexan, bis(4-aminoxyclohexyl)metan, norbornen diamin, và 1,2-diaminoxyclohexan; piperazin polyamin chẳng hạn như N-aminoetyl piperazin và 1,4-bis(2-amino-2-metylpropyl)piperazin; và polyamin thơm chẳng hạn như dietyltoluendiamin, dimetylthiotoluendiamin, 4,4'-điamino-3,3'-

đietylđiphenylmetan, bis(metylthio)toluendi amin, điaminodiphenylmetan, m-phenylendi amin, điaminodiphenylsunfon, dietyltoluendi amin, trimetylen bis(4-aminobenzoat), và polytetrametylen oxit-đi-p-aminobenzoat. Sản phẩm thương mại làm ví dụ bao gồm T-12 (tên thương mại; được sản xuất bởi Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (đương lượng amin: 116).

Các ví dụ cụ thể về chất hóa rắn phenolic bao gồm tất cả các loại monome, oligome và polyme chứa nhóm phenolic hydroxyl, chẳng hạn như nhựa phenol novolac và sản phẩm được alkyl hóa hoặc allylat hóa, nhựa cresol novolac, nhựa phenol aralkyl (chứa khung phenylene hoặc biphenylene), nhựa naphthol aralkyl, nhựa triphenolmetan và nhựa dicyclopentadien phenol.

Trong số đó, các chất hóa rắn amin được ưu tiên do độ bền ẩm và độ bền chu kỳ nhiệt rất tốt của chúng. Cụ thể, các amin thơm được cải biến chẳng hạn như 3,4-đimetyl-6-(2-metyl-1-propenyl)-1,2,3,6-tetraphenylmetan, và bis(metylthio)toluendi amin được ưu tiên do độ bền bảo quản rất tốt của chúng.

Các chất hóa rắn cho thành phần (B) có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc nhiều hơn hai loại.

Trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế, tỷ lệ của chất hóa rắn làm thành phần (B) để được kết hợp không bị giới hạn cụ thể và tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,6 đương lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,3 đương lượng cho mỗi đương lượng của các nhóm epoxy trong nhựa epoxy làm thành phần (A).

(C): Chất độn silic oxit

Chất độn silic oxit làm thành phần (C) được bổ sung vào vật liệu bột kín dạng lỏng để cải thiện độ bền ẩm và độ bền chu kỳ nhiệt, đặc biệt là độ bền chu kỳ nhiệt của phần bột kín. Độ bền chu kỳ nhiệt được cải thiện bằng cách bổ sung chất độn silic oxit vì sự giãn nở và sự co rút của vật liệu bột kín dạng lỏng được hóa rắn do chu kỳ nhiệt có thể được ngăn chặn nhờ giảm hệ số giãn nở tuyến tính.

Chất độn silic oxit được sử dụng làm thành phần (C) trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế chứa hàm lượng bo trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 50 ppm.

Các tác giả sáng chế đã tập trung nghiên cứu về độ bền cắt của vật liệu bột kín dạng lỏng sau thử nghiệm nồi áp suất (pressure cooker test - PCT) và kết quả cho

thấy là độ bền cắt sau thử nghiệm nồi áp suất (pressure cooker test - PCT) giảm đáng kể khi tăng hàm lượng bo trong chất độn silic oxit. Nguyên nhân không rõ ràng, tuy nhiên việc giảm đáng kể về độ bền cắt được cho là do các nguyên nhân sau: Độ phản ứng của các thành phần tương ứng trong vật liệu bột kín dạng lỏng giảm đi trong quá trình gia nhiệt để hóa rắn khi tăng hàm lượng bo trong chất độn silic oxit, và ví dụ trong trường hợp trong đó vật liệu bột kín dạng lỏng chứa chất liên kết silan, độ phản ứng của chất liên kết silan giảm.

Nếu chất độn silic oxit làm thành phần (C) chứa hàm lượng bo trung bình nhỏ hơn hoặc bằng 50 ppm, thì độ bền cắt sau thử nghiệm nồi áp suất (pressure cooker test - PCT) không giảm đáng kể.

Tuy nhiên, hàm lượng bo quá thấp trong chất độn silic oxit làm thành phần (C) làm cho chất độn silic oxit kết tụ trong vật liệu bột kín dạng lỏng, theo đó dẫn đến vấn đề gia tăng độ nhớt của vật liệu bột kín dạng lỏng. Do đó, chất độn silic oxit làm thành phần (C) cần chứa hàm lượng bo trung bình lớn hơn hoặc bằng 1 ppm.

Tốt hơn nếu chất độn silic oxit làm thành phần (C) chứa hàm lượng bo trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 35 ppm, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 20 ppm và còn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 10 ppm.

Hàm lượng bo trung bình trong chất độn silic oxit có thể được xác định nhờ định lượng hàm lượng bo thông qua phương pháp đo quang phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng (inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy - ICP-AES) sử dụng mẫu được điều chế từ lượng chất độn silic oxit định trước.

Chất độn silic oxit được sử dụng làm thành phần (C) trong vật liệu bột kín dạng lỏng (2) theo sáng chế được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết. Điều này cải thiện độ ổn định phân tán của chất độn silic oxit trong vật liệu bột kín dạng lỏng, cải thiện độ bền bảo quản của vật liệu bột kín dạng lỏng và cải thiện các đặc tính phun của vật liệu bột kín dạng lỏng.

Tốt hơn nếu chất độn silic oxit được sử dụng làm thành phần (C) trong vật liệu bột kín dạng lỏng (1) theo sáng chế cũng được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết do việc sử dụng chất độn silic oxit này cải thiện độ ổn định phân tán của chất độn silic oxit trong vật liệu bột kín dạng lỏng, cải thiện độ bền bảo quản của vật liệu bột kín dạng lỏng và cải thiện các đặc tính phun của vật liệu bột kín dạng lỏng.

Các loại chất liên kết khác nhau bao gồm các chất liên kết silan như chất liên

kết gốc vinyl, gốc glyxidoxy, gốc metacryl, gốc amino và gốc mercapto; và các chất liên kết titan như chất liên kết gốc alcoxit, gốc chelat và gốc axyl có thể được sử dụng để xử lý bề mặt của chất độn silic oxit.

Phương pháp xử lý bề mặt chất độn silic oxit không bị giới hạn cụ thể và có thể được thực hiện nhờ, ví dụ, quy trình khuấy, quy trình ướt hoặc quy trình khô.

Quy trình khuấy là quy trình trong đó chất liên kết và chất độn silic oxit được nạp trước vào trong thiết bị khuấy và được khuấy trong các điều kiện thích hợp. Máy trộn có khả năng khuấy và trộn ở tốc độ quay cao, ví dụ như máy trộn Henschel có thể được sử dụng làm thiết bị khuấy nhưng thiết bị khuấy được sử dụng không chỉ giới hạn ở thiết bị này.

Trong quy trình ướt, chất liên kết với lượng đủ cho diện tích bề mặt của chất độn silic oxit cần được xử lý bề mặt được hòa tan trong nước hoặc dung môi hữu cơ để thủy phân các phân tử của hợp chất tạo thành chất liên kết, nhờ đó thu được dung dịch xử lý bề mặt. Chất độn silic oxit được bổ sung vào dung dịch xử lý bề mặt tạo thành và hỗn hợp được khuấy để chuyển thành huyền phù. Sau khi chất liên kết và chất độn silic oxit được phản ứng đủ nhờ khuấy, chất độn silic oxit được tách khỏi dung dịch xử lý bề mặt bằng phương pháp chẳng hạn như lọc hoặc quay ly tâm và được làm khô nhờ gia nhiệt.

Quy trình khô là quy trình thực hiện xử lý nhờ phân tán đều chất liên kết dưới dạng dung dịch gốc hoặc dung dịch trong chất độn silic oxit, dung dịch này đang được khuấy ở tốc độ cao bởi thiết bị khuấy. Máy trộn có khả năng khuấy và trộn ở tốc độ quay cao, ví dụ như máy trộn Henschel có thể được sử dụng làm thiết bị khuấy nhưng thiết bị khuấy được sử dụng không bị giới hạn vào đó.

Ngoài quy trình khuấy, quy trình ướt và quy trình khô nêu trên, ví dụ, quy trình pha trộn toàn bộ trong đó chất liên kết được bổ sung trực tiếp vào phân tán chất độn silic oxit thu được nhờ phân tán chất độn silic oxit vào trong dung môi, nhờ đó cải biến bề mặt chất độn silic oxit cũng có thể được sử dụng thích hợp.

Lượng chất liên kết, lượng này có thể được sử dụng trong khi xử lý bề mặt chất độn silic oxit trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế sẽ được mô tả sau đây.

Tốt hơn nếu chất độn silic oxit làm thành phần (C) có cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,05 đến 80 μm , tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15

μm và còn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 μm từ quan điểm về điều chỉnh độ nhót của vật liệu bột kín dạng lỏng, các đặc tính phun của vật liệu bột kín dạng lỏng, ngăn sự xuất hiện các chỗ trống và dạng tương tự.

Chất độn silic oxit được sử dụng làm thành phần (C) tốt hơn nữa nếu có phân bố cỡ hạt rất hẹp ngoài cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng nêu trên. Cụ thể hơn, tốt hơn nữa nếu sử dụng chất độn silic oxit trong đó phân bố cỡ hạt ở cỡ hạt trung bình $\pm 0,2 \mu\text{m}$ chiếm ít nhất 90% của tổng số hạt.

Chất độn silic oxit làm thành phần (C) không bị giới hạn cụ thể về dạng mà có thể ở dạng bất kỳ trong số dạng hạt, dạng bột và dạng giống như vảy. Trong trường hợp trong đó chất độn silic oxit có dạng khác dạng hạt, cỡ hạt trung bình của chất độn silic oxit chỉ đường kính lớn nhất trung bình của chất độn silic oxit.

Tuy nhiên, tốt hơn nếu chất độn silic oxit có dạng gần như hình cầu có độ cầu lớn hơn hoặc bằng 0,8 từ quan điểm là độ phân tán của chất độn silic oxit trong vật liệu bột kín dạng lỏng và các đặc tính phun của vật liệu bột kín dạng lỏng được cải thiện trong khi đưa chất độn silic oxit vào trạng thái đóng chặt hơn. Độ cầu dùng trong bản mô tả này được định nghĩa là tỷ lệ của đường kính nhỏ nhất với đường kính lớn nhất trong hạt. Theo kết quả của việc quan sát bằng cách sử dụng kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope - SEM), ví dụ, tỷ lệ của đường kính nhỏ nhất với đường kính lớn nhất quan sát được sẽ lớn hơn hoặc bằng 0,8. Tốt hơn nếu chất độn silic oxit làm thành phần (C) có độ cầu lớn hơn hoặc bằng 0,9.

Trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu hàm lượng của chất độn silic oxit làm thành phần (C) nằm trong khoảng từ 40 đến 90 % khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 45 đến 80 % khối lượng và còn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 50 đến 70 % khối lượng để gia cố các điện cực lõi trong khi giảm mức chênh lệch về hệ số giãn nở nhiệt giữa nền được làm từ vật liệu hữu cơ chẳng hạn như nhựa epoxy và linh kiện bán dẫn.

Ngoài các thành phần từ (A) đến (C) như được mô tả ở trên, vật liệu bột kín dạng lỏng (1) theo sáng chế còn chứa thành phần (D) được mô tả sau đây làm thành phần chính.

(D) : Chất liên kết

Vật liệu bột kín dạng lỏng (1) theo sáng chế chứa chất liên kết làm thành phần (D) để cải thiện độ dính của vật liệu bột kín dạng lỏng (1) được sử dụng làm chất độn

bên dưới.

Các loại chất liên kết khác nhau bao gồm các chất liên kết silan chẳng hạn như chất liên kết gốc vinyl, gốc glyxidoxy, gốc metacryl, gốc amino và gốc mercapto; và các chất liên kết titan chẳng hạn như các chất liên kết gốc alcoxit, gốc chelat và gốc axyl có thể được sử dụng cho chất liên kết làm thành phần (D).

Trong số đó, chất liên kết silan gốc epoxy được ưu tiên vì nó có hiệu quả rất tốt trong việc cải thiện độ dính và độ bền cơ học khi vật liệu bột kín nhựa bán dẫn được sử dụng làm chất độn bên dưới.

Các ví dụ cụ thể về chất liên kết silan gốc epoxy bao gồm 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan, 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan (tên thương mại: KBM-303 được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 3-glyxidoxypropylmetyldimetoxysilan (tên thương mại: KBM-402 được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (tên thương mại: KBM-403 được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 3-glyxidoxypropylmetyldietoxysilan (tên thương mại: KBE-402 được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), và 3-glyxidoxypropyltriethoxysilan (tên thương mại: KBE-403 được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.).

Trong vật liệu bột kín dạng lỏng (1) theo sáng chế, hàm lượng của chất liên kết làm thành phần (D) tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 % khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa epoxy làm thành phần (A) và chất hóa rắn làm thành phần (B). Trong trường hợp trong đó chất độn silic oxit làm thành phần (C) được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết trong vật liệu bột kín dạng lỏng (1) theo sáng chế, tốt hơn nếu tổng hàm lượng của chất liên kết được sử dụng để xử lý bề mặt của chất độn silic oxit và chất liên kết làm thành phần (D) thỏa mãn khoảng nêu trên.

Trong vật liệu bột kín dạng lỏng (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu hàm lượng của chất liên kết được sử dụng để xử lý bề mặt của chất độn silic oxit làm thành phần (C) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 % khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa epoxy làm thành phần (A) và chất hóa rắn làm thành phần (B).

Tùy chọn, vật liệu bột kín dạng lỏng (1) theo sáng chế có thể chứa các thành

phần được đề cập sau đây ngoài các thành phần từ (A) đến (D) nêu trên. Tùy chọn, vật liệu bịt kín dạng lỏng (2) theo sáng chế còn có thể chứa các thành phần được đề cập sau đây ngoài các thành phần từ (A) đến (C) nêu trên.

(E) : Chất tăng tốc hóa rắn

Các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế có thể chứa chất tăng tốc hóa rắn làm thành phần (E).

Chất tăng tốc hóa rắn làm thành phần (E) không bị giới hạn cụ thể miễn là chất tăng tốc hóa rắn cho nhựa epoxy được sử dụng, và chất tăng tốc hóa rắn đã biết bất kỳ có thể được sử dụng. Các ví dụ về chất tăng tốc hóa rắn bao gồm chất tăng tốc hóa rắn imidazol (bao gồm loại vi nang và loại cộng epoxy), chất tăng tốc hóa rắn amin bậc ba và chất tăng tốc hóa rắn hợp chất phospho.

Trong số đó, chất tăng tốc hóa rắn imidazol rất tốt về tính tương thích đối với các thành phần khác của vật liệu bịt kín nhựa bán dẫn và về tốc độ hóa rắn của vật liệu bịt kín nhựa bán dẫn và do đó được ưu tiên.

Các ví dụ cụ thể về chất tăng tốc hóa rắn imidazol bao gồm các hợp chất imidazol như 2-metylimidazol, 2-undexylimidazol, 2-heptadexylimidazol, 2-etyl-4-metylimidazol, 2-phenylimidazol, và 2-phenyl-4-metylimidazol.

Imidazol được bao nang được gọi là imidazol vi nang hoặc imidazol cộng epoxy cũng có thể được sử dụng. Nói cách khác, chất hóa rắn ắn imidazol được bao nang nhờ cộng hợp chất imidazol với ure hoặc hợp chất isoxyanat và chặn tiếp bề mặt của nó với hợp chất isoxyanat, hoặc chất hóa rắn ắn imidazol được bao nang nhờ cộng hợp chất imidazol với hợp chất epoxy và chặn tiếp bề mặt của nó với hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Cụ thể hơn, các chất hóa rắn ắn làm ví dụ bao gồm NOVACURE HX3941HP, NOVACURE HXA3042HP, NOVACURE HXA3922HP, NOVACURE HXA3792, NOVACURE HX3748, NOVACURE HX3721, NOVACURE HX3722, NOVACURE HX3088, NOVACURE HX3741, NOVACURE HX3742, và NOVACURE HX3613 (tên thương mại; tất cả chúng được sản xuất bởi Asahi Kasei Chemicals Corporation), AJICURE PN-40J (tên thương mại; được sản xuất bởi Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc.), và FUJICURE FXR-1121 (tên thương mại; được sản xuất bởi Fuji Kasei Kogyo Co., Ltd.).

Trong trường hợp trong đó chất tăng tốc hóa rắn là để được kết hợp làm thành phần (E), khoảng hàm lượng ưu tiên của chất tăng tốc hóa rắn thay đổi theo loại chất

tăng tốc hóa rắn. Tốt hơn nữa nếu chất tăng tốc hóa rắn imidazol được kết hợp với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 50 phần khối lượng và còn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30 phần khối lượng đối với 100 phần khối lượng nhựa epoxy làm thành phần (A).

(F): Chất đàn hồi

Vấn đề cần được giải quyết khi bịt kín các khe hở giữa linh kiện bán dẫn và nền bằng chất độn bên dưới là vết nứt gờ.

Để giải quyết vấn đề về vết nứt gờ, các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế có thể chứa, làm thành phần (F), các chất đàn hồi như cao su silicon, cao su butadien, cao su styren-butadien, và metyl metacrylat-butadien-styren.

Trong trường hợp trong đó chất đàn hồi được kết hợp làm thành phần (F), tốt hơn nếu hàm lượng của chất đàn hồi nằm trong khoảng từ 3 đến 55 phần khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 5 đến 50 phần khối lượng đối với 100 phần khối lượng nhựa epoxy làm thành phần (A).

Các chất pha trộn khác

Tùy ý, các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế còn có thể chứa các thành phần khác các thành phần từ (A) đến (F).

Các ví dụ cụ thể về các thành phần mà có thể được kết hợp bao gồm phức chất kim loại, chất làm đều màu, chất tạo màu, chất bẫy ion, chất chống tạo bọt, và chất làm chậm cháy. Loại và lượng của mỗi chất pha trộn cần được kết hợp được xác định theo phương pháp thông thường.

Điều chế vật liệu bịt kín dạng lỏng

Vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) theo sáng chế được điều chế bằng cách trộn có khuấy các thành phần từ (A) đến (D) nêu trên, và các thành phần (E) và (F) nếu chúng cần được kết hợp, và tùy chọn là các chất pha trộn khác cần được kết hợp.

Vật liệu bịt kín dạng lỏng (2) theo sáng chế được điều chế bằng cách trộn có khuấy các thành phần từ (A) đến (C) nêu trên, và các thành phần (E) và (F) nếu chúng cần được kết hợp, và tùy chọn là các chất pha trộn khác cần được kết hợp. Bước trộn có khuấy có thể được thực hiện bằng cách sử dụng máy xay cán nhưng đương nhiên sáng chế không bị giới hạn vào đó. Trong trường hợp trong đó nhựa epoxy làm thành phần (A) ở dạng rắn, tốt hơn nếu nó được hóa lỏng hoặc hóa thành chất lưu nhờ gia nhiệt hoặc quy trình khác và được trộn.

Phương pháp trộn có thể được thay đổi phù hợp. Ví dụ, các thành phần tương ứng có thể được trộn với nhau riêng biệt. Theo cách khác, một phần của các thành phần có thể được trộn trước tiên trước khi trộn phần còn lại của các thành phần.

Tiếp theo, các đặc tính của vật liệu bột kín dạng lỏng theo sáng chế sẽ được mô tả.

Các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế rất tốt về độ bền đối với PCT và sự giảm độ bền cắt sau PCT được ngăn chặn. Cụ thể hơn, tốt hơn nếu tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT như được xác định bởi biểu thức thể hiện sau đây lên tới 25% và tốt hơn nữa nếu lên tới 20%.

Tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT (%) = $(\text{độ bền cắt trước PCT} - \text{độ bền cắt sau PCT}) / (\text{độ bền cắt trước PCT}) \times 100$

Ngoài ra, tốt hơn nếu các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế có độ bền cắt sau PCT nằm trong khoảng từ 50 đến 350 N.

Tốt hơn nếu các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế có độ nhớt lên tới 250 Pa·s ở nhiệt độ thường (25°C) và có các đặc tính phun tốt khi được sử dụng làm chất độn bên dưới.

Tốt hơn nữa nếu các vật liệu bột kín dạng lỏng theo sáng chế có độ nhớt lên tới 200 Pa·s và còn tốt hơn nữa nếu lên tới 100 Pa·s ở nhiệt độ thường (25°C).

Trong các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế, tốt hơn nếu mô đun uốn sau khi hóa rắn đo được theo quy trình được mô tả trong các ví dụ được đề cập sau đây lên tới 20 GPa bởi vì ứng suất, ứng suất này có thể xuất hiện trên các phần gờ khi chúng được sử dụng làm chất độn bên dưới, có thể giảm để ngăn việc xuất hiện vết nứt gờ.

Ngoài ra, các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g) lớn hơn hoặc bằng 55°C và có các đặc tính gia cố rất tốt cho các điện cực lõi trong thiết bị bán dẫn loại chip lật khi được sử dụng làm chất độn bên dưới. Tốt hơn nếu các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g) lớn hơn hoặc bằng 60°C.

Các vật liệu bột kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế có hệ số giãn nở nhiệt nằm trong khoảng từ 15 đến 50 ppm/°C trong khoảng nhiệt độ từ 0 đến 20°C và theo đó thích hợp để kiểm soát mức chênh lệch về hệ số giãn nở nhiệt giữa nền được làm từ vật liệu hữu cơ như nhựa epoxy và linh kiện bán dẫn.

Các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế thích hợp để sử dụng làm chất độn bên dưới nhờ các đặc tính này.

Các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế cũng có thể được sử dụng trong các ứng dụng như chất dính, chất bảo vệ hàn và chất tạo khuôn.

Tiếp theo, phương pháp sử dụng vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) hoặc (2) theo sáng chế được mô tả liên quan đến chức năng của nó làm chất độn bên dưới.

Khi vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) hoặc (2) theo sáng chế được sử dụng làm chất độn bên dưới, vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) hoặc (2) theo sáng chế được điền đầy vào trong các khe hở giữa nền và linh kiện bán dẫn theo quy trình sau.

Khi vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) hoặc (2) theo sáng chế được phủ vào một đầu của linh kiện bán dẫn trong khi gia nhiệt nền tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70 đến 130°C, ví dụ, vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) hoặc (2) theo sáng chế được điền đầy vào trong các khe hở giữa nền và linh kiện bán dẫn nhờ hoạt động mao dẫn. Trong quy trình này, nền có thể được làm nghiêng hoặc có thể gây ra chênh lệch áp suất giữa phần bên trong và bên ngoài các khe hở để rút ngắn thời gian cần thiết để điền đầy vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) hoặc (2) theo sáng chế.

Sau khi các khe hở được điền đầy bởi vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) hoặc (2) theo sáng chế, nền được gia nhiệt ở nhiệt độ định trước trong khoảng thời gian định trước, cụ thể hơn, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 200°C trong khoảng từ 0,2 đến 6 giờ để hóa rắn vật liệu bịt kín dạng lỏng khi gia nhiệt, nhờ đó bịt kín các khe hở.

Thiết bị bán dẫn theo sáng chế sử dụng các vật liệu bịt kín dạng lỏng (1) và (2) theo sáng chế làm chất độn bên dưới để bịt kín các phần cần được bịt kín, nói cách khác, các khe hở giữa nền và linh kiện bán dẫn theo quy trình được mô tả ở trên. Các linh kiện bán dẫn làm ví dụ, trong đó việc bịt kín cần được thực hiện, bao gồm, nhưng không giới hạn cụ thể vào mạch tích hợp, mạch tích hợp cỡ lớn, tranzito, tyristo và diot và tụ điện.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết hơn sau đây dựa vào các ví dụ. Tuy nhiên, sáng chế không được hiểu là bị giới hạn vào các ví dụ này.

Ví dụ 1 đến 22 và ví dụ so sánh 1 đến 6

Máy xay cán được sử dụng để nhào trộn các vật liệu ở các tỷ lệ pha trộn được thể hiện trong các bảng dưới đây để điều chế các vật liệu bột kín dạng lỏng trong ví dụ 1 đến 22 và ví dụ so sánh 1 đến 6. Các giá trị bằng số ở các thành phần tương ứng trong các bảng được biểu diễn theo phần khối lượng.

(A) Nhựa epoxy

Nhựa epoxy A-1: Nhựa epoxy bisphenol F; tên sản phẩm: YDF8170; New Nippon Steel Chemical Co., Ltd.; đương lượng epoxy: 158

Nhựa epoxy A-2: Nhựa epoxy bisphenol A; tên sản phẩm: 828; Mitsubishi Chemical Corporation; đương lượng epoxy: 184 đến 194

(B) Chất hóa rắn

Chất hóa rắn amin B-1: 4,4'-Điamino-3,3'-dietylđiphenylmetan; tên sản phẩm: KAYAHARD A-A; Nippon Kayaku Co., Ltd.

Chất hóa rắn amin B-2: Dietyltrienediamin; tên sản phẩm: ETHACURE 100; ALBEMARLE Co., Ltd.

Chất hóa rắn axit anhydrit B-3: 3,4-Đimetyl-6-(2-metyl-1-propenyl)-4-xyclohexen-1,2-đicarboxylic anhydrit; tên sản phẩm: YH306; Mitsubishi Chemical Corporation

Chất hóa rắn axit anhydrit B-4: Metylhexahydrophthalic anhydrit; tên sản phẩm: EPICLON B650; DIC Corporation

Chất hóa rắn phenolic B-5: Nhựa phenol novolac

(C) Chất độn silic oxit

Chất độn silic oxit C-1: Cỡ hạt trung bình: 1,5 μm

Chất độn silic oxit C-2: Cỡ hạt trung bình: 0,5 μm

Chất độn silic oxit C-3: Cỡ hạt trung bình: 1,5 μm

Chất độn silic oxit C-3 được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết nhờ quy trình khô. Chất liên kết sử dụng là chất liên kết epoxy silan (3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan); tên sản phẩm: KBM403; Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. Lượng chất liên kết được sử dụng để xử lý bề mặt chiếm 0,5 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa epoxy làm thành phần (A) và chất hóa rắn làm thành phần (B).

(D) Chất liên kết

Chất liên kết D-1: Chất liên kết epoxy silan (3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan); tên sản phẩm: KBM403; Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

(E) Chất đàn hồi

Chất đàn hồi E-1: Bột silicon; tên sản phẩm: KMP600; Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

Đối với chất độn silic oxit trong thành phần (C), quy trình sau được áp dụng để đo hàm lượng bo và xác định trị số trung bình.

Hàm lượng bo trung bình trong chất độn silic oxit được xác định nhờ định lượng hàm lượng bo thông qua phương pháp đo quang phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng (inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy - ICP-AES) sử dụng mẫu được điều chế từ lượng chất độn silic oxit định trước.

Các vật liệu bột kín dạng lỏng được điều chế theo đó được sử dụng làm các mẫu đánh giá để thực hiện các đánh giá sau.

Độ nhớt

Máy đo độ nhớt Brookfield được sử dụng để đo độ nhớt của các mẫu đánh giá ngay sau khi được điều chế ở nhiệt độ dung dịch 25°C và 50 rpm (vòng/phút) (10 rpm trong ví dụ 11 và ví dụ 14).

Độ bền cắt

Khoảng 0,5 mg mỗi mẫu đánh giá được đưa lên FR-4 và chip silicon 2 mm vuông được đặt lên mẫu đánh giá. Mẫu đánh giá được để yên ở nhiệt độ phòng trong 5 phút, và sau đó được hóa rắn ở nhiệt độ 150°C trong 60 phút nhờ máy sấy khí. Đối với mẫu vật thu được theo đó, độ bền cắt ban đầu và độ bền cắt sau khi trải qua 20 giờ thử nghiệm PCT (trong bể ở nhiệt độ 120°C, độ ẩm 100% và áp suất 2 atm) và sau đó được để yên ở nhiệt độ phòng trong 30 phút được đo bằng cách sử dụng máy thử độ bền mặt bàn (1605HTP được sản xuất bởi Aikoh Engineering Co., Ltd.).

Phép đo được thực hiện n trong số 5 lần và trị số trung bình được xem là trị số thử nghiệm. Tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT được xác định nhờ biểu thức sau và được thể hiện trong các bảng.

Tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT (%) = $(\text{độ bền cắt trước PCT} - \text{độ bền cắt sau PCT}) / (\text{độ bền cắt ban đầu}) \times 100$

Nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g)

Mỗi mẫu đánh giá được hóa rắn nhờ gia nhiệt ở nhiệt độ 165°C trong 120 phút để thu được sản phẩm hóa rắn, sản phẩm này có dạng hình trụ, đường kính 8 mm và chiều dài 200 mm, và nhiệt độ chuyển pha thủy tinh của sản phẩm hóa rắn được đo nhờ phương pháp TMA sử dụng TMA4000SA được sản xuất bởi Bruker

ASX K.K.

Hệ số giãn nở nhiệt (CTE)

Mỗi mẫu đánh giá được hóa rắn nhờ gia nhiệt ở nhiệt độ 165°C trong 120 phút để thu được mẫu vật (chiều rộng: 15 mm; chiều dài: 40 mm), mẫu này được sử dụng để thực hiện phép đo nằm trong khoảng nhiệt độ từ 25°C đến 250°C trong dụng cụ phân tích nhiệt (TMA4000SA được sản xuất bởi Bruker AXS K.K.) theo quy trình TMA ở chế độ căng với tốc độ tăng nhiệt là 5°C/phút. Hệ số giãn nở nhiệt trung bình được xác định từ gradient của hệ số giãn nở tuyến tính nằm trong khoảng nhiệt độ từ 20°C đến 150°C.

Môđun dẻo (môđun uốn)

Mỗi mẫu đánh giá được đặt vào giữa các tấm thủy tinh có chất bôi trơn khuôn được phủ vào đó và được hóa rắn ở nhiệt độ 165°C trong 120 phút thành dạng tấm có chiều dày 350 μm (cỡ của mẫu vật: 10 mm $\times$ 40 mm) và môđun uốn ở nhiệt độ phòng được xác định bằng cách sử dụng máy thử phổ dụng (AG-I được sản xuất bởi Shimadzu Corporation).

Phép đo được thực hiện n trong số 3 lần và trị số trung bình được xem là trị số thử nghiệm.

Chiều dày và chiều rộng của mẫu vật được đo ở 5 điểm và các trị số trung bình được sử dụng làm các trị số tính toán.

(Nhiệt độ đo: nằm trong khoảng từ 15 đến 30°C)

Bảng 1

【Bảng 1】

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7
Nhựa epoxy A-1	70	70	70	70	70	100	100
Nhựa epoxy A-2	30	30	30	30	30		
Chất hóa cứng amin B-1	38	38	38	27	27	40	
Chất hóa cứng amin B-2							
Chất hóa cứng axit anhydrit B-3							74
Chất hóa cứng axit anhydrit B-4							
Chất hóa cứng phenolic B-5							
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 77phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 63phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 52phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 43phần triệu)	209						
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 31phần triệu)		209		193		212	264
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 6phần triệu)			209		193		
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 0phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-2 (hàm lượng bo: 33phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-3 (hàm lượng bo: 36phần triệu)							
Chất liên kết silan D-1	1,4	1,4	1,4	1,3	1,3	1,7	1,7
Chất đàn hồi E-1							
Chất độn silic oxit (% theo khối lượng)	60	60	60	60	60	60	60
Đường lượng chất hóa cứng / Đường lượng epoxy	1,0	1,0	1,0	0,7	0,7	1,0	0,6
Độ nhớt [Pa·s]	61	59	62	54	59	68	46
Tỷ lệ giảm độ bền cắt giữa trước và sau PCT (%)	21	15	10	18	13	14	16
Đánh giá độ bền cắt sau PCT	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt
Tg [°C]	121	122	122	112	111	101	152
Hệ số giãn nở nhiệt [phần triệu / °C]	28	28	29	29	28	29	27
Môđun uốn [GPa]	9,5	9,5	9,4	9,5	9,3	9,4	9,0

【Bảng 2】

	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13	Ví dụ 14
Nhựa epoxy A-1	100	100	100	100	100	100	100
Nhựa epoxy A-2							
Chất hóa cứng amin B-1							
Chất hóa cứng amin B-2		28					
Chất hóa cứng axit anhydrit B-3							
Chất hóa cứng axit anhydrit B-4			53	53	53	53	53
Chất hóa cứng phenolic B-5	86						
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 77phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 63phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 52phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 43phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 31phần triệu)	281	194				619	232
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 6phần triệu)			619	232	103		
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 0phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-2 (hàm lượng bo: 33phần triệu)							
Chất độn silic oxit C-3 (hàm lượng bo: 36phần triệu)							
Chất liên kết silan D-1	1,7	1,5	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
Chất đàn hồi E-1							
Chất độn silic oxit (% theo khối lượng)	60	60	80	60	40	80	60
Đương lượng chất hóa cứng / Đương lượng epoxy	1,0	1,0	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
Độ nhớt [Pa· s]	59	57	671	117	59	654	128
Tỷ lệ giảm độ bền cắt giữa trước và sau PCT (%)	15	14	15	13	13	10	11
Đánh giá độ bền cắt sau PCT	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt
Tg [°C]	75	112	143	144	143	143	144
Hệ số giãn nở nhiệt [phần triệu / °C]	32	29	15	29	46	14	29
Mô đun uốn [GPa]	9,1	9,4	19,0	8,8	5,6	19,4	8,9

【Bảng 3】

	Ví dụ 15	Ví dụ 16	Ví dụ 17	Ví dụ 18	Ví dụ 19	Ví dụ 20	Ví dụ 21	Ví dụ 22
Nhựa epoxy A-1	100	70	70	70	70	70	70	70
Nhựa epoxy A-2		30	30	30	30	30	30	30
Chất hóa cứng amin B-1		38	38	38	50	38	38	38
Chất hóa cứng amin B-2								
Chất hóa cứng axit anhydrit B-3								
Chất hóa cứng axit anhydrit B-4	53							
Chất hóa cứng phenolic B-5								
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 77phần triệu)								
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 63phần triệu)								
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 52phần triệu)								
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 43phần triệu)		209						
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 31phần triệu)	103				225		209	219
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 6phần triệu)								
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 0phần triệu)			209					
Chất độn silic oxit C-2 (hàm lượng bo: 33phần triệu)								
Chất độn silic oxit C-3 (hàm lượng bo: 36phần triệu)				209		209		
Chất liên kết silan D-1	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4		0,15	6,8
Chất đàn hồi E-1		20						
Chất độn silic oxit (% theo khối lượng)	40	60	60	60	60	60	60	60
Đường lượng chất hóa cứng / Đường lượng epoxy	0,6	1,0	1,0	1,0	1,3	1,0	1,0	1,0
Độ nhớt [Pa·s]	63	93	126	62	69	72	74	67
Tỷ lệ giảm độ bền cắt giữa trước và sau PCT (%)	11	16	15	15	16	15	16	15
Đánh giá độ bền cắt sau PCT	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt
Tg [°C]	144	123	122	122	126	121	122	121
Hệ số giãn nở nhiệt [phần triệu / °C]	47	28	29	29	29	28	28	28
Môđun uốn [GPa]	5,3	8,6	9,3	9,5	9,4	9,4	9,4	9,5

【Bảng 4】

	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4	Ví dụ so sánh 5	Ví dụ so sánh 6
Nhựa epoxy A-1	70	70	70	70	70	100
Nhựa epoxy A-2	30	30	30	30	30	
Chất hóa cứng amin B-1	38	27	38	38	38	40
Chất hóa cứng amin B-2						
Chất hóa cứng axit anhydrit B-3						
Chất hóa cứng axit anhydrit B-4						
Chất hóa cứng phenolic B-5						
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 77phần triệu)	209	193				212
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 63phần triệu)			209			
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 52phần triệu)				209		
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 43phần triệu)						
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 31phần triệu)						
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 6phần triệu)					209	
Chất độn silic oxit C-1 (hàm lượng bo: 0phần triệu)						
Chất độn silic oxit C-2 (hàm lượng bo: 33phần triệu)						
Chất độn silic oxit C-3 (hàm lượng bo: 36phần triệu)						
Chất liên kết silan D-1	1,4	1,3	1,4	1,4	1,4	1,7
Chất đàn hồi E-1						
Chất độn silic oxit (% theo khối lượng)	60	60	60	60	60	60
Đường lượng chất hóa cứng / Đường lượng epoxy	1,0	0,7	1,0	1,0	1,0	1,0
Độ nhớt [Pa·s]	66	54	63	58	Không đo được	45
Tỷ lệ giảm độ bền cắt giữa trước và sau PCT (%)	35	32	32	26	7	33
Đánh giá độ bền cắt sau PCT	Kém	Kém	Kém	Kém	Tốt	Kém
Tg [°C]	122	111	121	121	122	100
Hệ số giãn nở nhiệt [phần triệu / °C]	28	28	29	28	29	29
Mô đun uốn [GPa]	9,5	9,4	9,4	9,5	9,4	9,5

Đối với các vật liệu bột kín dạng lỏng trong ví dụ 1 đến 22, tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT thấp nhất là tới 25% và độ bền đối với PCT rất tốt. Đặc biệt, đối với các vật liệu bột kín dạng lỏng trong ví dụ 2 đến 22 trong đó hàm lượng bo trung bình trong chất độn silic oxit nằm trong khoảng từ 1 đến 36 ppm, tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT lên tới 20%.

Ngoài ra, các vật liệu bột kín dạng lỏng trong ví dụ 1 đến 22 có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g) lớn hơn hoặc bằng 55°C và còn có môđun uốn lên tới 20 GPa.

Các vật liệu bột kín dạng lỏng trong mỗi ví dụ trong số các ví dụ 1 đến 10, 12 đến 13 và 15 đến 22 có độ nhớt ở nhiệt độ 25°C lên tới 250 Pa·s và có các đặc tính phun tốt khi được sử dụng làm chất độn bên dưới.

Mặt khác, trong các ví dụ so sánh 1 đến 4 và 6 trong đó hàm lượng bo trung bình trong chất độn silic oxit vượt quá 50 ppm, tỷ lệ giảm độ bền cắt sau PCT vượt quá 25% và độ bền đối với PCT kém. Trong ví dụ so sánh 5 trong đó chất độn silic oxit không chứa bo, sự kết tụ của chất độn silic oxit trong vật liệu bột kín dạng lỏng diễn ra và độ nhớt ở 25°C có thể không đo được.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu bịt kín dạng lỏng chứa:

- (A) nhựa epoxy dạng lỏng;
- (B) chất hóa rắn;
- (C) chất độn silic oxit; và
- (D) chất liên kết,

trong đó chất độn silic oxit (C) chứa hàm lượng bo trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 50 ppm.

2. Vật liệu bịt kín dạng lỏng theo điểm 1, trong đó hàm lượng chất liên kết (D) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa epoxy (A) và chất hóa rắn (B).

3. Vật liệu bịt kín dạng lỏng theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất độn silic oxit (C) được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết.

4. Vật liệu bịt kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó tổng hàm lượng của chất liên kết được sử dụng để xử lý bề mặt của chất độn silic oxit (C) và chất liên kết (D) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa epoxy (A) và chất hóa rắn (B).

5. Vật liệu bịt kín dạng lỏng chứa:

- (A) nhựa epoxy dạng lỏng;
- (B) chất hóa rắn; và
- (C) chất độn silic oxit,

trong đó chất độn silic oxit (C) chứa hàm lượng bo trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 50 ppm, và

trong đó chất độn silic oxit (C) được xử lý bề mặt trước bằng chất liên kết.

6. Vật liệu bịt kín dạng lỏng theo điểm 5, trong đó lượng chất liên kết được sử dụng để xử lý bề mặt của chất độn silic oxit (C) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 % khối lượng, tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của tổng khối lượng của nhựa epoxy (A) và chất hóa rắn (B).

7. Vật liệu bịt kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó hàm lượng chất độn silic oxit (C) nằm trong khoảng từ 40 đến 90 % khối lượng.

8. Vật liệu bịt kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó chất độn silic oxit (C) có cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,05 đến 80 μm .

9. Vật liệu bột kín dạng lỏng theo điểm 8, trong đó mức phân bố cỡ hạt của chất độn silic oxit (C) ở cỡ hạt trung bình $\pm 0,2 \mu\text{m}$ chiếm ít nhất 90% của tổng số hạt.

10. Vật liệu bột kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó chất hóa rắn (B) là chất hóa rắn amin.

11. Vật liệu bột kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó vật liệu này còn chứa (E) chất tăng tốc hóa rắn.

12. Vật liệu bột kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó vật liệu này còn chứa (F) chất đàn hồi.

13. Vật liệu bột kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau thử nghiệm nồi áp suất (pressure cooker test - PCT) như được thể hiện bởi biểu thức sau:

tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT (%) = $(\text{độ bền cắt trước PCT} - \text{độ bền cắt sau PCT}) / (\text{độ bền cắt trước PCT}) \times 100$
lên tới 25%.

(0,5mg mẫu đánh giá được đưa lên FR-4 và chip silicon 2 mm vuông được đặt lên mẫu đánh giá này, mẫu đánh giá này được để yên ở nhiệt độ phòng trong 5 phút, và sau đó được hóa rắn ở nhiệt độ 150°C trong 60 phút nhờ máy sấy bằng không khí, đối với mẫu thu được này, độ bền cắt ban đầu và độ bền cắt sau khi trải qua 20 giờ thử nghiệm PCT (trong bể ở nhiệt độ 120°C, độ ẩm 100% và áp suất 2 atm (202650Pa)) và sau đó được để yên ở nhiệt độ phòng trong 30 phút, được đo bằng cách sử dụng máy thử độ bền mặt bàn, phép đo được thực hiện n trong số 5 lần và trị số trung bình được xem là trị số thử nghiệm, tỷ lệ giảm độ bền cắt trước và sau PCT được xác định bởi biểu thức trên đây.)

14. Vật liệu bột kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó độ bền cắt sau PCT nằm trong khoảng từ 50 đến 350 N.

15. Thiết bị bán dẫn bao gồm: linh kiện bán dẫn loại chip lật được bột kín bởi vật liệu bột kín dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14.