



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105541116 A

(43) 申请公布日 2016. 05. 04

(21) 申请号 201511002753. 7

(22) 申请日 2015. 12. 29

(71) 申请人 江苏建达恩电子科技有限公司

地址 223700 江苏省宿迁市泗阳县经济开发
区黄河路 36 号

(72) 发明人 汪正 张建军

(74) 专利代理机构 南京经纬专利商标代理有限
公司 32200

代理人 齐棠

(51) Int. Cl.

C03C 12/00(2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

用于包裹电子芯片的玻璃粉及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用于包裹电子芯片的玻璃粉及其制备方法,主要采用 ZnO, H₃BO₃, SiO₂, PbO, CeO₂, Sb₂O₃, Bi₂O₃原料按照一定配比混合,采用高温熔制,熔制温度为 1000 ~ 1500℃,熔制时间为 4-5h,得到玻璃液出料后,干燥后研磨的方法制得。本发明的方法低制备成本、快速、经济,制备的玻璃粉样品具有较好的颗粒度,较好的化学纯度及优良的物化性质,将在高性能、低功耗的高端芯片包裹方面有较好的应用前景。

1. 用于包裹电子芯片的玻璃粉,其特征在於,包括以下质量百分比的原料:60-65%的ZnO,40-45%的H₃B₃O₃,8-12%的SiO₂,2-4%的PbO,小于1%的CeO₂,小于1%的Sb₂O₃和小于1%的Bi₂O₃。

2. 根据权利要求1所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉,其特征在於,所述ZnO,H₃B₃O₃,SiO₂,PbO,CeO₂,Sb₂O₃,Bi₂O₃的纯度均为化学纯。

3. 基于权利要求1所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在於,包括以下步骤:

(1)称取原料,混合原料并搅拌均匀;

(2)将混合后的原料置于燃烧炉中进行高温熔制,熔制温度为1000~1500°C,熔制时间为4-5h,得到玻璃液;

(3)玻璃液出料后干燥;

(4)研磨粉碎,即可。

4. 根据权利要求3所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在於,步骤(1)采用封闭的滚筒式方法进行搅拌。

5. 根据权利要求3所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在於,步骤(2)燃烧炉为Pt材质。

6. 根据权利要求3所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在於,步骤(2)熔制温度为1250°C,熔制4-5h后再保温2小时。

7. 根据权利要求3所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在於,步骤(3)出料后,先倒入水中粉碎,待冷却后进行干燥。

8. 根据权利要求3或7所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在於,步骤(3)采用烘干法对样品进行干燥,干燥温度为120°C,干燥时间为1小时。

9. 根据权利要求3所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在於,步骤(4)先粗磨后细磨,其中粗磨采用对辊方法,细磨采用气流粉碎方法。

10. 根据权利要求9所述的用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在於,步骤(4)粗磨和细磨时间均为0.5小时。

用于包裹电子芯片的玻璃粉及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于电子工业领域,具体涉及用于包裹电子芯片的玻璃粉及其制备方法。

[0002]

背景技术

[0003] 电子玻璃粉是电子工业不可缺的主要新材料,可用作激光器及光电器件材料低温玻封粘连封接材料,可粘连封接可伐合金、玻璃、陶瓷、铜铁金属材料,粘连效果好,气密性能高,是理想的封接材料。由于电子元器件的电气特性对周围环境条件较为敏感,一旦受潮,将会导致绝缘电阻、漏电流、击穿电压等引起恶化,从而影响电子仪器或设备的正常运转,甚至发生故障,造成设备失灵。尤其是应用高温高湿的场合,选用合适的材质和方式对电子元器件加以保护,已成为人们十分关注的问题。

[0004] 目前应用的几种保护方式,诸如:有机高分子材料的涂复和浸渍;在塑料内模铸;在金属壳内封装等等,这几种方式各有利弊。前两种方式成本较低,但防潮效果不佳;后一种方式防潮效果虽好,但成本高。考虑到这两个因素,采用低熔玻璃作为电子元器件的保护介质较为理想,在国外尤为盛行。低熔玻璃在气密性和耐热性方面优于环氧树脂等有机材料,在电绝缘性能方面也优于金属材料。

[0005]

发明内容

[0006] 本发明的目的是提供一种用于包裹电子芯片的玻璃粉及其制备方法,该方法能够简单快速的制备出可应用于电子工业且性能优良的玻璃粉。

[0007] 本发明采用以下技术方案:

用于包裹电子芯片的玻璃粉,包括以下质量百分比的原料:60-65%的ZnO,40-45%的 H_3BO_3 ,8-12%的 SiO_2 ,2-4%的PbO,小于1%的 CeO_2 ,小于1%的 Sb_2O_3 和小于1%的 Bi_2O_3 。

[0008] 为严格控制杂质元素含量,所述ZnO, H_3BO_3 , SiO_2 ,PbO, CeO_2 , Sb_2O_3 , Bi_2O_3 的纯度均为化学纯。所述的原料均采用化学分析法对其纯度进行严格的监控,配方所用原料均为高纯(99.99%)粉末。

[0009] 用于包裹电子芯片的玻璃粉的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)称取原料,混合原料并搅拌均匀;

(2)将混合后的原料置于燃烧炉中进行高温熔制,熔制温度为1000~1500℃,熔制时间为4-5h,得到玻璃液;

(3)玻璃液出料后干燥;

(4)研磨粉碎,即可。

[0010] 本发明制备得到的玻璃粉粉体颗粒度适中,且具有较好的密度,可是适用于高性能、低功耗的高端芯片包裹工艺。

[0011] 为保证所有原料能够较佳地混合在一起,步骤(1)采用封闭的滚筒式方法进行搅

拌。

[0012] 为使其混合均匀,步骤(1)搅拌时间为10分钟较佳。

[0013] 为尽量避免杂质元素的干扰,且能耐受较高的温度,步骤(2)燃烧炉采用Pt材质。

[0014] 为保证所有原料能够较佳地混合在一起并熔融制得玻璃粉,步骤(2)熔制温度为1250°C,熔制4-5h后再保温2小时。

[0015] 作为优选,步骤(3)出料后,先倒入水中粉碎,待冷却后进行干燥。

[0016] 为得到干燥的样品,步骤(3)采用烘干法对样品进行干燥,干燥温度为120°C,干燥时间为1小时。

[0017] 为得到均匀且细小玻璃粉颗粒,步骤(4)先粗磨后细磨,其中粗磨采用对辊方法,细磨采用气流粉碎方法。

[0018] 其中优选的粗磨和细磨时间均为0.5小时。

[0019] 本发明的玻璃粉具有较好的化学纯度,其中 $\text{CuO} \leq 10 \mu\text{g/g}$, $\text{Na}_2\text{O} \leq 100 \mu\text{g/g}$, $\text{K}_2\text{O} \leq 150 \mu\text{g/g}$, $\text{Li}_2\text{O} \leq 30 \mu\text{g/g}$;该玻璃粉还具有较好的物理性质,其中软化点温度为 $635 \pm 10^\circ\text{C}$,转变点温度为 $540 \pm 10^\circ\text{C}$,比重为 $3.83 \pm 0.05 \text{ G/cm}^3$,平均线性热膨胀系数 $(4.53 \pm 0.15)106\text{K}^{-1}$;且该玻璃粉具有较好的颗粒度(99% <40 微米,(2-10)% >25 微米,50%介于7-12微米之间)。

[0020] 本发明的方法低制备成本、快速、经济,制备的玻璃粉样品具有较好的颗粒度,较好的化学纯度及优良的物化性质,将在高性能、低功耗的高端芯片包裹方面有较好的应用前景。

[0021]

具体实施方式

[0022] 下面通过具体实施例进一步说明本发明,应理解,以下实施例只用于对本发明进行进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,本领域的技术人员根据本发明的上述内容作出的一些非本质的改进和调整均属于本发明的保护范围。下述示例具体的温度、时间等也仅是合适范围中的一个示例,即本领域技术人员可以通过本文的说明做合适的范围内选择,而并非要限定于下文示例的具体数值。

[0023] 本发明的玻璃粉包含以下质量百分比的原料:60-65%的 ZnO ,40-45%的 H_3BO_3 ,8-12%的 SiO_2 ,2-4%的 PbO ,小于1%的 CeO_2 ,小于1%的 Sb_2O_3 和小于1%的 Bi_2O_3 。

[0024] 所述的原料 ZnO , H_3BO_3 , SiO_2 , PbO , CeO_2 , Sb_2O_3 , Bi_2O_3 的纯度均为化学纯。

[0025] 本发明玻璃粉的制备方法包括以下几个步骤:原料混合、高温熔制、干燥、研磨。

[0026] 实施例1

称取原料共计11.77 kg,其中称取 ZnO , H_3BO_3 , SiO_2 , PbO , CeO_2 , Sb_2O_3 , Bi_2O_3 分别为6.29 kg, 4.06 kg, 1.01 kg, 0.29 kg, 0.07 kg, 0.04 kg, 0.01kg, 其中各原料的计算百分含量分别为 ZnO 为62.92%, H_3BO_3 为40.59%, SiO_2 为10.14%, PbO 为2.89%, CeO_2 为0.7%, Sb_2O_3 为0.40%, Bi_2O_3 为0.10%,把上述各原料采用滚筒式方法进行混合搅拌,将得到混合均匀的配合料放置在Pt容器中,利用高温加热炉加热4-5小时至1250°C,并保温2小时,熔好的玻璃液倒入纯水中粹碎,待冷却后采用烘干法,120°C下干燥1小时,得到初产品,并将初产品采用对辊法进行粗粉碎操作,粉碎0.5小时后得到的粗粉采用气流粉碎法研磨得到颗粒度符

合要求的细粉。将得到的粉末进行组分分析,得到的组分分别为ZnO为62.92%, B_2O_3 为22.87%, SiO_2 为10.12,PbO为2.89%, CeO_2 为0.7%, Sb_2O_3 为0.40%, Bi_2O_3 为0.10%,均与计算值接近。说明该方法对样品无大的消耗。实验表明,烧结温度为1250℃时,得到的玻璃粉具有更好的理化性质,更适合于芯片包裹。

[0027]

实施例2

称取原料共计11.86 kg,其中称取ZnO, $H_3B_3O_3$, SiO_2 ,PbO, CeO_2 , Sb_2O_3 , Bi_2O_3 分别为6.15kg, 4.26 kg, 1.02 kg, 0.30 kg, 0.08 kg, 0.04 kg, 0.01kg,其中各原料的计算百分含量分别为ZnO为61.53%, $H_3B_3O_3$ 为42.60%, SiO_2 为10.22%,PbO为3.00%, CeO_2 为0.75%, Sb_2O_3 为0.40%, Bi_2O_3 为0.12%,把上述各原料采用滚筒式方法进行混合搅拌,将得到混合均匀的拌料放置在Pt容器中,利用高温加热炉加热4—5小时至1250℃,并保温2小时,熔好的玻璃液倒入纯水中粹碎,待冷却后采用烘干法,120℃下干燥1小时,得到初产品,并将初产品采用对辊法进行粗粉碎操作,粉碎0.5小时后得到的粗粉采用气流粉碎法研磨得到颗粒度符合要求的细粉。将得到的粉末进行组分分析,得到的组分分别为ZnO为61.53%, B_2O_3 为24.00%, SiO_2 为10.2,PbO为3%, CeO_2 为0.75%, Sb_2O_3 为0.40%, Bi_2O_3 为0.12%,均与计算值接近。

[0028]

实施例3

称取原料共计11.77 kg,其中称取ZnO, $H_3B_3O_3$, SiO_2 ,PbO, CeO_2 , Sb_2O_3 , Bi_2O_3 分别为6.33kg,4.06 kg, 1.01 kg, 0.29 kg, 0.07 kg, 0.04 kg, 0.01kg,其中各原料的计算百分含量分别为ZnO为62.92%, $H_3B_3O_3$ 为40.59%, SiO_2 为10.14%,PbO为2.89%, CeO_2 为0.7%, Sb_2O_3 为0.40%, Bi_2O_3 为0.10%,把上述各原料采用滚筒式方法进行混合搅拌,将得到混合均匀的拌料放置在Pt容器中,利用高温加热炉加热4—5小时至1250℃,并保温2小时,熔好的玻璃液倒入纯水中粹碎,待冷却后采用烘干法,120℃下干燥1小时,得到初产品,并将初产品采用对辊法进行粗粉碎操作,粉碎0.5小时后得到的粗粉采用气流粉碎法研磨得到颗粒度符合要求的细粉。将得到的粉末进行组分分析,得到的组分分别为ZnO为61.78%, B_2O_3 为23.80%, SiO_2 为10.2,PbO为3%, CeO_2 为0.7%, Sb_2O_3 为0.40%, Bi_2O_3 为0.12%,均与计算值接近。

[0029]

实施例4

按下列质量百分含量称取原料:6kg的ZnO,4kg的 $H_3B_3O_3$,0.8kg的 SiO_2 ,0.2kg的PbO,0.01kg的 CeO_2 ,0.01kg的 Sb_2O_3 和0.01kg的 Bi_2O_3 。

[0030] 其制备方法是:

- (1)称取原料,采用封闭的滚筒式方法进行搅拌均匀,搅拌时间为10分钟;
- (2)将混合后的原料置于Pt材质的燃烧炉中进行高温熔制,熔制温度为1000℃,熔制时间为4h,然后保温2小时;
- (3)将熔制后的玻璃液倒入纯水中粹碎,采用烘干法对样品进行干燥,干燥温度为120℃,干燥时间为1小时;
- (4)首先采用对辊粉碎机进行粗粉碎,粉碎时间为0.5小时,得到粗粉,再采用气流粉碎

方法对粗粉进一步粉碎,粉碎时间为0.5小时,即可。

[0031]

实施例5

按下列质量百分含量称取原料:6.5kg的ZnO,4.5kg的H₃B₃O₃,1.2kg的SiO₂,0.4kg的PbO,0.09kg的CeO₂,0.09kg的Sb₂O₃和0.09kg的Bi₂O₃。

[0032] 其制备方法是:

- (1)称取原料,采用封闭的滚筒式方法进行搅拌均匀,搅拌时间为10分钟;
- (2)将混合后的原料置于Pt材质的燃烧炉中进行高温熔制,熔制温度为1500℃,熔制时间为5h,然后保温2小时;
- (3)将熔制后的玻璃液倒入纯水中粹碎,采用烘干法对样品进行干燥,干燥温度为120℃,干燥时间为1小时;
- (4)首先采用对辊粉碎机进行粗粉碎,粉碎时间为0.5小时,得到粗粉,再采用气流粉碎方法对粗粉进一步粉碎,粉碎时间为0.5小时,即可。

[0033]

性能测试

对上述产品进行性能测试,结果如表1所示。

[0034] 表1

项目	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5
膨胀系数(*10 ⁻⁶ K ⁻¹)	4.53	4.56	4.53	4.41	4.60
软化点(℃)	640	642	643	660	663
比重g/cm ³	3.83	3.83	3.83	3.78	3.79
玻璃外观	无色透明、玻璃均化很好	无色透明、玻璃均化很好	无色透明、玻璃均化很好	熔制温度低、玻璃未熔制好、有雪花状未熔物	熔制温度过高,硼挥发严重,玻璃组分变化大

根据上表可知,本发明的膨胀系数小,软化点较低,比重大,按照本发明的技术方案制备得到的玻璃粉可以很好的应用于高性能、低功耗的高端芯片包裹,此外,熔制温度对本发明的外观影响较大,只有合适的温度和反应时间才能保证制备得到的产品同时达到均衡的理化性能和外观。