

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C08L 81/02

C08K 3/36 C08K 5/5435

H01L 23/29

//(C08L81/02 101: 00,63: 00)

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 99803280.8

[43] 公开日 2001 年 4 月 18 日

[11] 公开号 CN 1292019A

[22] 申请日 1999.12.22 [21] 申请号 99803280.8

[30] 优先权

[32] 1998.12.24 [33] JP [31] 366206/1998

[86] 国际申请 PCT/JP99/07200 1999.12.22

[87] 国际公布 WO00/39219 日 2000.7.6

[85] 进入国家阶段日期 2000.8.24

[71] 申请人 出光石油化学株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 村上友良 坪仓丰

铃木繁正 木乃内智

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 邵红 杨丽琴

权利要求书 2 页 说明书 15 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 电子部件密封用的聚芳硫醚树脂组合物

[57] 摘要

一种电子部件密封用聚芳硫醚树脂组合物,该组合物含有:(A)聚芳硫醚树脂 20~35%(重量);(B)二氧化硅 60~75%(重量);(C)弹性体 1~10%(重量),并且,相对于上述(A)~(C)成分 总量 100 分(重量),还配合(D)环氧硅烷 0.05~1.2 分(重量)及/或(E)环氧树脂 0.1~3 分(重量)。提供一种保持了 PAS 树脂本身具有的各种优良特性,同时,耐湿热性及耐热冲击性、流动性也优异,结合线等不变形,封装不破损的适于作电子部件密封用材料的 PAS 树脂组合物。

ISSN 1008-4274

述的树脂组合物含有：

(A) 聚芳硫醚树脂 20 ~ 35 % (重量)；

(B) 二氧化硅 60 ~ 75 % (重量)；

(C) 弹性体 1 ~ 10 % (重量)，并且，相对于上述 (A) ~ (C)

5 成分总量 100 份 (重量)，还配合

(E) 环氧树脂 0.1 ~ 3 份 (重量)。

7. 一种使用聚芳硫醚树脂组合物密封电子部件的方法，其中，所述的树脂组合物含有：

(A) 聚芳硫醚树脂 20 ~ 35 % (重量)；

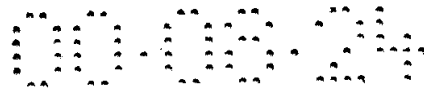
10 (B) 二氧化硅 60 ~ 75 % (重量)；

(C) 弹性体 1 ~ 10 % (重量)，并且，相对于上述 (A) ~ (C)

成分总量 100 份 (重量)，还配合

(D) 环氧硅烷 0.05 ~ 1.2 份 (重量) 和

(E) 环氧树脂 0.1 ~ 3 份 (重量)。



说明书

电子部件密封用的聚芳硫醚树脂组合物

5

技术领域

本发明涉及电子部件密封用的聚芳硫醚树脂组合物。详细地说，特别是涉及关于二极管、三极管、LSI、CCD 元件、IC 等半导体，及电容器、电阻、线圈、微动开关和电极开关等密封用的聚芳硫醚（下面称作 PAS）树脂组合物。

10

背景技术

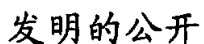
人们已知，由于聚芳硫醚树脂是具有耐热性及阻燃性、电学特性以及各种优异的机械物理性质的工程塑料，所以作为电子部件、电气元件等被广泛使用，特别是广泛用作电子部件的密封用材料（例如，特开昭 61-266461 号公报、特开昭 61-296062 号公报、特开昭 62-150752 号公报、特开平 02-45560 号公报、特开平 05-202245 号公报等）。然而，在这些公报中，存在的问题是热循环后的运行可靠性不理想。

然而，一般被密封的电子部件是由硅芯片及引线架等构成的，并采取该引线通过结合线连接到铝线路上而可以通电的构造。当这些电子部件用 PAS 等树脂加以密封时，通常是采用预先把硅芯片嵌入模具内，然后，把树脂颗粒供给到，例如同轴螺杆型注射成型机，进行密封成型的方法。

对于这样的电子部件密封用的材料，作为特殊要求的性质，可以举出耐湿热性（PCT 压力蒸煮器试验（Pressure Cooker Test））以及耐热冲击性（TCT 热循环试验（Therma Cycle Test）），并且，流动性及封装不破损也是重要的要素。如流动性差，则在注射成型时，结合线发生变形，引起断裂。

当观察一下以往技术时发现，现状是全部满足这些基本要求性质的产品还未得到。

本发明的目的是，鉴于上述问题，提供一种在维持 PAS 树脂本身具有的良好的诸特性的同时、又具有耐湿热性及耐热冲击性，流动性也优异，结合线等也不变形，不随着强度下降而出现封装破损的、作为电子部件密封用材料特别好的 PAS 树脂组合物。



也就是说, 本发明提供下面记载的发明。

(A) 聚芳硫醚树脂 20~35% (重量):

(B) 二氧化硅 60~75% (重量):

(C)弹性体 1~10% (重量), 并且, 相对于上述 (A)~(C)成分总量 100 份 (重量), 还配合

10 (D) 環氧硅烷 0.05 ~ 1.2 份 (重量)。

(2) 电子部件密封用的聚芳硫醚树脂组合物, 该组合物含有:

(A) 聚芳硫醚树脂 20~35% (重量);

(B) 二氧化硅 60~75% (重量);

15 (C)弹性体 1~10% (重量), 并且, 相对于上述 (A) ~ (C)
成分总量 100 份 (重量), 还配合

(E) 环氧树脂 0.1~3 份 (重量)。

(3) 电子部件密封用的聚芳硫醚树脂组合物, 该组合物含有:

20 (A) 聚芳硫醚树脂 20~35% (重量);

(B) 二氧化硅 60~75% (重量);

(C) 弹性体 1~10% (重量), 并且, 相对于上述 (A) ~ (C) 成分总量 100 份 (重量), 还配合

(D) 環氧硅烷 0.05 ~ 1.2 份 (重量), 以及

25 (E) 环氧树脂 0.1~3 份(重量)。

(4) 上述(1)~(3)中任何一项记载的电子部件密封用的聚芳硫醚树脂组合物, 其中, 上述(C)弹性体是乙烯、 α 、 β -不饱和羧酸烷基酯以及马来酸酐的共聚物, 各个重复单元的含量比例分别为50~90%(重量)、5~49%(重量)、0.5~10%(重量)的乙烯类共聚物。

(5) 使用聚芳硫醚树脂组合物密封电子部件的方法, 其中所述的

组合物含有：

- (A) 聚芳硫醚树脂 20 ~ 35 % (重量)；
- (B) 二氧化硅 60 ~ 75 % (重量)；
- (C) 弹性体 1 ~ 10 % (重量)，并且，相对于上述 (A) ~ (C)
- 成分总量 100 份 (重量)，还配合
- (D) 环氧硅烷 0.05 ~ 1.2 份 (重量)。

(6) 使用聚芳硫醚树脂组合物密封电子部件的方法，其中所述的组合物含有：

- (A) 聚芳硫醚树脂 20 ~ 35 % (重量)；
- (B) 二氧化硅 60 ~ 75 % (重量)；
- (C) 弹性体 1 ~ 10 % (重量)，并且，相对于上述 (A) ~ (C)
- 成分总量 100 份 (重量)，还配合
- (E) 环氧树脂 0.1 ~ 3 份 (重量)。

(7) 使用聚芳硫醚树脂组合物密封电子部件的方法，其中所述的组合物含有：

- (A) 聚芳硫醚树脂 20 ~ 35 % (重量)；
- (B) 二氧化硅 60 ~ 75 % (重量)；
- (C) 弹性体 1 ~ 10 % (重量)，并且，相对于上述 (A) ~ (C)
- 成分总量 100 份 (重量)，还配合
- (D) 环氧硅烷 0.05 ~ 1.2 份 (重量)；和
- (E) 环氧树脂 0.1 ~ 3 份 (重量)。

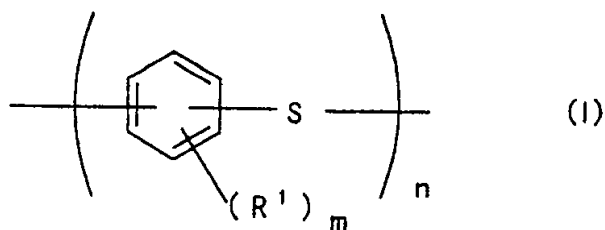
实施本发明的最佳方案

下面更详细地说明本发明。

1. 本发明中的这种 PAS 树脂组合物的各种成分

(A) 聚芳硫醚树脂

本发明中所用的聚芳硫醚 (PAS) (A)，是含有 70 % (摩尔) 以上用结构式—Ar—S— (式中 Ar 为亚芳基) 表示的重复单元的聚合物，其代表性物质是含 70 % (摩尔) 以上用下列结构式 (1) 表示重复单元的聚芳硫醚 (下面称作 PPS)：



5

(式中 R^1 为从碳原子数 6 以下的烷基、烷氧基、苯基、羧酸/金属盐、氨基、硝基、氟原子、氯原子、溴原子等卤原子中选择的取代基, m 为 0~4 的整数。另外, n 表示聚合度, 该聚合度在 1.3~30 的范围)。

10 业已知道, 一般情况下, 该制造法得到的 PAS, 实质上是直链状, 不带支链和交联结构的分子结构, 以及带有支链及交联结构的分子结构, 然而, 本发明对此未作特别限制, 均可使用。

作为本发明使用理想的 PAS, 可以举出, 作为重复单元的对亚苯基硫醚单元含有 70% (摩尔) 以上, 更理想的是含有 80% (摩尔) 以
15 上的均聚物或共聚物。当该重复单元低于 70% (摩尔) 时, 作为结晶性聚合物特征的原有的结晶性降低, 无法得到充分的机械物理性质, 是不理想的。作为共聚的构成单元, 可以举出, 例如, 间亚苯基硫醚单元、邻亚苯基硫醚单元、 p,p' -二亚苯基酮硫醚单元、 p,p' -二亚苯基醚
砜单元、 p,p' -联亚苯基硫醚单元、 p,p' -二亚苯基醚硫醚单元、 p,p' -二亚
20 苯基亚甲基硫醚单元、 p,p' -二亚苯基枯烯基硫醚单元、萘基硫醚单元等。

上述 PAS 树脂, 可以通过, 例如使二卤代芳香族化合物和作为硫源物质, 在有机极性溶剂中, 采用人们已知的方法进行缩聚来制得。本发明中所用的 PAS 树脂的熔融粘度未作限制, 然而, 300°C , 200 秒^{-1} 时达到 $5\sim 100\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 的范围是理想的。

25 (B) 二氧化硅

因为二氧化硅的线膨胀系数小, 所以它可以被用于为提高与电子部件的芯片、引线架以及结合线的密封性的目的上。

对于所用二氧化硅的种类没有特别限制, 例如, 可以用粉碎的无定形二氧化硅、熔融二氧化硅及合成二氧化硅等球状二氧化硅。另外,
30 也可以将几种混合起来使用。对粒径及粒度分布也未作特别限制, 然而, 理想的是, 希望平均粒径在 $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下的。

另外, 也可以用硅烷偶合剂等事先处理表面。表面处理所用的偶

合剂，可从早先已知的偶合剂中任意选用。例如，可以举出 γ -氨基丙基三甲氧基硅烷、N- β -(氨基乙基) γ -氨基丙基三甲氧基硅烷、 γ -环氧丙氧基丙基三甲氧基硅烷、 β -(3,4-环氧基环己基)乙基三甲氧基硅烷等氨基硅烷、环氧基硅烷，以及乙烯基硅烷、巯基硅烷等。

5 (C) 弹性体

本发明所用的弹性体，没有特别限制，例如，可以举出，烯烃类弹性体、聚酰胺类弹性体、聚酯类弹性体、乙烯共聚物类弹性体、二烯类弹性体和硅氧烷类弹性体等。

作为烯烃类弹性体，可以举出，将不饱和羧酸或其酸酐接枝共聚到 α -烯烃骨干聚合物上的弹性体。所谓 α -烯烃，可以举出乙烯、丙烯、丁烯-1、异丁烯、戊烯-1、4-甲基戊烯-1 等聚合物，或它们的共聚物，作为不饱和羧酸或其酸酐，可以举出马来酸、富马酸、衣康酸、甲基马来酸、丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸、焦柠檬酸、马来酸酐、衣康酸酐、甲基马来酸酐、丙烯酸缩水甘油等。具体的是，其单体成分为

10 乙烯、 α, β -不饱和羧酸烷基酯以及马来酸酐的共聚物，各重复单元的含量比例为 50~90% (重量)、5~49% (重量)、0.5~10% (重量)，理想的是 60~85% (重量)、7~45% (重量)、1~8% (重量) 的乙烯类共聚物。作为 α, β -不饱和羧酸烷基酯，是碳原子数 3~8 个的不饱和羧酸，例如，丙烯酸、甲基丙烯酸等烷基酯，具体地，可以举出，

20 丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸正丙酯、丙烯酸异丙酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸异丁酯、丙烯酸叔丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸正丙酯、甲基丙烯酸异丙酯、甲基丙烯酸正丁酯、甲基丙烯酸异丁酯和基丙烯酸叔丁酯等。这些乙烯类共聚物，其 MI(190℃, 2.16 kg 条件下的测定值) 为 0.1~1000 是所希望的。理想的为 0.2~

25 500，更理想的为 1~100。

作为聚酰胺类弹性体，是聚酰胺硬链段和其他软链段结合成的聚酰胺类嵌段共聚物。作为这类软链段，例如，聚环氧烷(聚醚，烷基的碳原子数为 2~6 个)是其代表。作为硬链段的聚酰胺成分，可以举出，聚酰胺 6、聚酰胺 66、聚酰胺 6, 12、聚酰胺 11 和聚酰胺 12 等聚

30 酰胺，作为软链段的聚醚成分，可以举出，聚氧亚乙基二醇、聚氧亚丙基二醇和聚氧四亚甲基二醇等。

作为聚酯类弹性体，可以采用，在硬链段中使用高结晶性的芳香

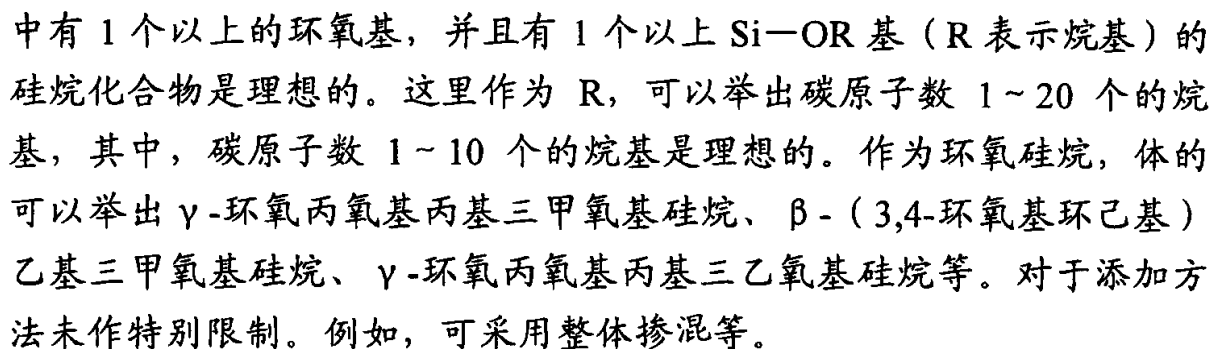
族聚酯，而在软链段中使用非晶性聚醚或脂肪族聚酯的多嵌段聚合物。作为这种硬链段，可以举出，例如，聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚对苯二甲酸环己烷二甲醇酯等对苯二甲酸类结晶性聚酯，而作为软链段，可以举出，例如，聚四亚甲基醚二醇、聚丙二醇、聚乙二醇等脂肪族聚醚，或者，草酸、丙二酸、丁二酸、戊二酸、己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸和癸二酸等脂肪族二羧酸与乙二醇、丙二醇、丁二醇、戊二醇、新戊二醇、己二醇、辛二醇、癸二醇等二醇类制得的脂肪族聚酯。

作为二烯类弹性体，可以举出，例如，天然橡胶、聚丁二烯、聚异戊二烯、聚丁烯、氯丁橡胶、聚硫醚橡胶、聚硫橡胶、丙烯酸类橡胶、聚氨酯橡胶、硅橡胶、表氯醇橡胶、苯乙烯-丁二烯嵌段共聚物（SBR），加氢苯乙烯-丁二烯嵌段共聚物（SEB，SEBC）、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物（SBS）、加氢苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物（SEBS）、苯烯-异戊二烯嵌段共聚物（SIR）、加氢苯乙烯-异戊二烯嵌段共聚物（SEP）、苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物（SIS）、加氢苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物（SEPS），或者乙丙橡胶（EPM）、乙烯丙二烯橡胶（EPDM）或丁二烯-丙烯腈-苯乙烯-芯壳橡胶（ABS）、甲基丙烯酸甲酯-丁二烯-苯乙烯-芯壳橡胶（MBS）、甲基丙烯酸甲酯-丙烯酸丁酯-苯乙烯-芯壳橡胶（MAS）、丙烯酸辛酯-丁二烯-苯乙烯-芯壳橡胶（MABS）、丙烯酸烷基酯-丁二烯-丙烯腈-苯乙烯-芯壳橡胶（AABS）、丁二烯-苯乙烯-芯壳橡胶（SBR）、甲基丙烯酸甲酯-丙烯酸丁酯-硅氧烷为主的含硅氧烷的芯壳橡胶等芯壳型粒状弹性体，或将它们加以改性的橡胶等。

另外，还可以举出聚有机硅氧烷类橡胶，聚有机硅氧烷与交联剂共聚的橡胶是理想的。作为聚有机硅氧烷，可以举出，例如，六甲基环三硅氧烷、八甲基环四硅氧烷、十甲基环五硅氧烷、十二甲基环六硅氧烷、三甲基三苯基环三硅氧烷、四甲基四苯基环四硅氧烷等，作为交联剂，3官能性或4官能性的硅氧烷类交联剂，可以举出，例如，三甲氧基甲硅烷、三乙氧基苯基硅烷、四甲氧基硅烷、四乙氧基硅烷和四丁氧基硅烷等。

（D）环氧硅烷

所说的环氧硅烷是指具有环氧基的硅烷化合物，其中，在1分子

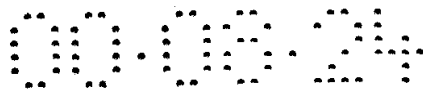


是含 1 个或 2 个以上环氧基的树脂，可用液态或固态的环氧树脂。例如，可以举出双酚 A、间苯二酚、对苯二酚、邻苯二酚、双酚 F、1,3,5-三羟基苯、三羟基二苯基二甲基甲烷和 4,4'-二羟基联苯等双酚的缩水甘油醚，以及，代替双酚的卤代双酚丁二醇的二缩水甘油醚等缩水甘油醚类、苯二甲酸缩水甘油酯等缩水甘油酯类、N-缩水甘油基苯胺等缩水甘油胺类等缩水甘油基环氧树脂、环氧化的聚烯烃、二氧化二环戊二烯等环状的非缩水甘油基环氧树脂、使表氯醇与酚醛清漆型的苯酚树脂反应得到的酚醛型环氧树脂，或者，它们被氯、溴等卤原子、烷氧基、羧基、羟基等取代的化合物。作为上述酚醛型苯酚树脂，通过酚类和甲醛的缩合反应得到的环氧树脂是理想的。

在本发明的这种 PAS 树脂组合物中，除上述各成分外，可根据需要，在不损害本发明目的范围内，还可以添加、配合其他成分。作为其他成分，可以举出，例如，无机填料、抗氧化剂、热稳定剂、润滑剂、着色剂、增塑剂和导电性赋予剂等各种添加剂、聚酰胺、硅树脂、硅油、导入各种官能团的硅油、聚烯烃、聚醚砜、聚亚苯基醚等热塑性树脂及热固性树脂、颜料等。

无机填料，可采用粒状、粉状等各种形状的填料。例如，作为上述粒状或粉状填料，可以举出，例如，滑石、二氧化钛、与本发明中（B）成分不相当的二氧化硅、云母、碳酸钙、硫酸钙、碳酸钡、碳酸镁、硫酸镁、硫酸钡、含氧硫酸盐、氧化锡、氧化铝、高岭土、碳化硅、玻璃毛、玻璃碎片和玻璃珠等。

7



其他成分的含量，在不损害本发明目的的范围内可以适当选择。

3. 本发明中这种 PAS 树脂组合物各成分的配合比例

本发明中这种 PAS 树脂组合物的各成分的配合比例如下所述。即，

(1) (A) 聚芳硫醚树脂 20~35% (重量)，理想的是 20~30% (重量)；

(B) 二氧化硅 60~75% (重量)，理想的为 62~73% (重量)；

(C) 弹性体 1~10% (重量)，理想的为 2~8% (重量)，并且，相对于上述 (A)~(C) 成分总量 100 份 (重量)，还配合

(D) 环氧硅烷 0.05~1.2 份 (重量)，理想的是 0.1~1.2 份 (重量)。

(2) (A) 聚芳硫醚树脂 20~35% (重量)，理想的是 20~30% (重量)；

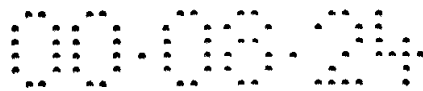
(B) 二氧化硅 60~75% (重量)，理想的为 62~73% (重量)；

(C) 弹性体 1~10% (重量)，理想的为 2~8% (重量)，并且，相对于上述 (A)~(C) 成分总量 100 份 (重量)，还配合

(E) 环氧树脂 0.1~3 份 (重量)，理想的是 0.3~2.5 份 (重量)。

并且，上述 (D) 成分和 (E) 成分同时使用也无防。

(A) 当聚芳硫醚树脂小于 20% (重量) 时，由于流动性降低，容易发生电线变形，而当超过 35% (重量) 时，在 PCT 及 TCT 中，废品率增大；(B) 当二氧化硅少于 60% (重量) 时，PCT 和 TCT 中，废品率增大。而当超过 75% (重量) 时，树脂组合物的流动性降低，产生电线变形；(C) 当弹性体也小于 1% (重量) 时，PCT 及 TCT 中的废品率增大，当超过 10% (重量) 时，强度降低；(D) 在环氧硅烷小于 0.05 份 (重量) 时，强度下降，封装产生破损。超过 1.2 份 (重量) 时，流动性降低，易发生电线变形。另外，(E) 环氧树脂小于 0.1 份 (重量) 时，强度也下降，封装产生破损，当超过 3 份 (重量) 时，流动性降低，易发生电线变形。



4. PAS 树脂组合物的配制

PAS 树脂组合物，是将上述各种成分和根据需要选择的其他成分加以配合，并且是将它们，例如通过熔融混炼来加以配制。

上述熔融混炼，可以采用通常的已知方法进行，然而，任何一种方法，在混炼时均把上述各种成分在树脂中均匀混合、分散，制成规定的树脂组合物。在熔融混炼时，采用通常的双螺杆挤压机、单螺杆挤压机是合适的。

作为熔融混炼的条件，未作特别限定，然而，为了控制根据需要添加的其他成分的分解或发泡，避免极高温及极长滞留时间是必须的。作为具体的温度，通常为 $280 \sim 350^{\circ}\text{C}$ ， $285 \sim 330^{\circ}\text{C}$ 是理想的。

这样配制的 PAS 树脂组合物，通常，作为颗粒等二次加工用材料，是把其造粒，或切断成合适的形状和尺寸，供给成型，特别是供给注射成型。

5. 用作电子部件的密封

本发明中这种 PAS 树脂组合物，用于电子部件的密封是合适的。这里的电子部件的种类未作特别限制，可以举出二极管、三极管、LSI、CCD 元件、IC 等集成电路等的电子设备元件以及电容器、电阻、线圈、微动开关、电极头开关等。

下面，通过实施例更具体地说明本发明的这种 PAS 树脂组合物。

[实施例 1 ~ 16，比较例 1 ~ 13]

用双螺杆挤压机（东芝机械制，TEM35），把下列各种成分，用表 1 及表 2 中所示的配合比例，用亨舍尔混合机混合均匀后，把机筒温度设定在 $280 \sim 350^{\circ}\text{C}$ 进行熔融混炼，制成颗粒。

另外，表中的配合比例如下所述。关于 (A)、(B)、(C)、(F) 及 (G) 成分，把它们的总量作为 100%（重量），用 %（重量）分别表示。另外，关于 (D)、(E) 成分，把上述 (A)、(B)、(C)、(F) 和 (G) 成分总量作为 100 份（重量），用重量份数表示相对于该 100 份重量。空白部分表示 0。

<各种成分>

(A) 成分 (PAS)

① PPS-1

往带有搅拌机的聚合槽内添加含水硫化钠 ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 833 摩尔、氯化锂 (LiCl) 830 摩尔和 NMP 500 l, 于减压下保持在 145°C 进行脱水处理 1 小时。然后, 把反应体系冷至 45°C 后, 添加二氯苯 (DCB) 905 摩尔, 于 260°C 聚合 3 小时。用热水洗内容物 5 次, 用 170°C 的 N-甲基-2 吡咯烷酮 (NMP) 洗 1 次, 用水洗 3 次, 于 185°C 干燥, 得到 PPS-1。

300°C , 200 秒^{-1} 的熔融粒度为 $12 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。

② PPS-2

在配制上述 PPS-1 时, 通过改变聚合时间及洗涤次数, 制造 PPS-2。

300°C , 200 秒^{-1} 的熔融粘度为 $40 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。

10 ③ PPS-3

株式会社トープレン制, “セミリニア型 PPSH1”

300°C , 200 秒^{-1} 的熔融粘度为 $11 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。

④ PPS-4

株式会社トープレン制, “交联型 PPSK1”

15 300°C , 200 秒^{-1} 熔融粘度为 $12 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。

(B) 成分 (二氧化硅)

①二氧化硅 1: 电气化学工业社制 FB74, 平均粒径 $31.5 \mu\text{m}$

②二氧化硅 2: 用后述 (D) 的环氧硅烷对二氧化硅 1 进行表面处理得到的

20 ③二氧化硅 3: 电气化学工业社制 FB600, 平均粒径 $28 \mu\text{m}$

④二氧化硅 4: 电气化学工业社制 FB6D, 平均粒径 $6 \mu\text{m}$

⑤二氧化硅 5: アドマテックス社制, アドマファイン SO-C2, 平均粒径 $0.5 \mu\text{m}$ 。

(C) 成分 (弹性体)

25 ①弹性体 1

由乙烯-丙烯酸乙酯-马来酸酐构成的共聚物

住友化学社制, 商品名: ボンダイン AX8390 (乙烯 68% (重量)、丙烯酸乙酯 30% (重量)、马来酸酐 2% (重量))。

②弹性体 2

30 由乙烯-丙烯酸乙酯-马来酸酐构成的共聚物

住友化学社制, 商品名: ボンダイン HX8290 (乙烯 85% (重量)、丙烯酸乙酯 13% (重量)、马来酸酐 2% (重量))。

③弹性体 3

含有环氧基的硅粉

东レ・ダウコーニングシリコン社制, DC4-7051

(D) 环氧硅烷

5 γ -环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷

东レ・ダウコーニングシリコン社制, SH6040

(E) 环氧树脂

甲酚酚醛清漆型环氧树脂

チバガイギ-社制 ECN1299 (环氧当量 217~244)

10 (F) 玻璃纤维 (GF)

旭ファイバーガラス社制 チョップドガラス JAFT591

(G) 碳酸钙: 白石工业社制 炭カル P-30

<物性评价方法>

15 ①螺旋流动长度 (SFL)

用 30t 注射成型机 (东芝机械株式会社制), 机筒温度 320℃, 模具温度 135℃, 注射压力 1000 kg/cm², 制成 1mm 厚度的试片, 测定其流动长度。作为表示注射成型时的流动性的指标, 且该值愈大, 则表示是流动性愈好的。

20 ②弯曲强度 (单位: MPa)

按照 ASTM D790 进行测定

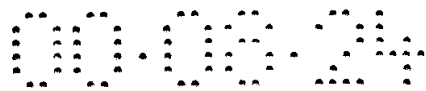
③电线变形

把 $\phi 250$ mm 的铝结合线于树脂流动方向垂直配置的芯片嵌入成型时的电线变形, 用目视加以评价。

25 不变形的用 ○ 表示, 稍有变形的用 ◯ 表示, 明显变形的用 △ 表示, 变形大的用 × 表示。

④ PCT (PCT (压力蒸煮器试验)) 废品率

30 按照 JIS C5030 进行, 在耐压容器内, 于温度 121℃, 相对湿度 100%, 压力 2.02 大气压条件下, 进行水蒸汽加热加压处理 500 小时后, 出现的废品率 (%)。作为判定基准, 是把试样浸渍在 90℃ 的红墨水中 3 小时。然后, 风干 24 小时, 在开启各封装时, 如红墨水到达芯片, 则判定为“不良”。作为显示耐湿热性的指标。



⑤ TCT (TCT (热循环试验)) 废品率

按照 JIS C5030 进行, 于 130℃加热 1 小时后, 在-40℃冷却 1 小时, 进行所谓热处理循环, 重复进行 300 次后, 出现的废品率(%)。作为判定基准是在 90℃的红墨水中浸渍试样 3 小时。然后, 风干 24 小时, 开启封装时, 红墨水到达芯片的则判定为“不良”。作为显示耐热冲击性的指标。

<评价结果>

评价结果示于表 1 及表 2。

表 2

比较例		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
(A)PAS	PPS1	18	39	25	24		22	25	29	30	30	30	30	30
	PPS2					25								
(B)二氧化硅	二氧化硅 1	78	57	64	62	70	73	70	62	70	70	50		
(C)弹性体	弹性体 1	4	4	11		5	5	5				5	10	5
	弹性体 3				14				9					
(D)环氧硅烷		0.5	0.3	0.6	0.5	1.5					0.3	0.3	0.5	0.3
(E)环氧树脂							4.0							
(F) GF												15	60	
(G)碳酸钙														70
评价结果	SFL(mm)	37	214	134	97	43	68	148	153	94	86	115	205	107
	弯曲强度(MPa)	36	36	38	37	66	103	31	40	52	68	102	136	53
	电线变形	×	○	○	△	×	×	○	○	△	△	△	△	○
	PCT 废品率(%)	10	50	0	0	5	0	0	5	5	40	30	100	100
	TCT 废品率(%)	10	60	0	0	10	0	0	0	5	30	30	100	100

工业上利用的可能性

如上所述，制得在保持 PAS 树脂本身具有的各种优良特性的同时，又具有耐湿热性及耐热冲击性，流动性也优异，结合线等不变形，封装无破损的特别适于作电子部件用的密封用材料的 PAS 树脂组合物。