【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第３部門第１区分
【発行日】令和5年9月4日(2023.9.4)

【公開番号】特開2022-37873(P2022-37873A)
【公開日】令和4年3月9日(2022.3.9)
【年通号数】公開公報(特許)2022-042
【出願番号】特願2021-65900(P2021-65900)
【国際特許分類】
C01B 33/18(2006.01)
H01L 23/29(2006.01)
【ＦＩ】
Ｃ０１Ｂ 33/18 Ｅ
Ｈ０１Ｌ 23/30 Ｒ

【手続補正書】
【提出日】令和5年8月24日(2023.8.24)
【手続補正１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０００６
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０００６】
本発明者らは、粒子径頻度分布において０．５０～１．８３μｍの粒子径の粒子の頻度が３．０％未満であり、かつ、１～１２m^2／ｇの比表面積を有し、１３μｍ以上の粒子径を有する粒子の篩上積算分布が１質量％以下であることによって、上記課題を解決することに成功した。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０００７
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０００７】
すなわち、本発明は、ひとつの局面において、粒子径頻度分布において０．５０～１．８３μｍの粒子径の粒子の頻度が３．０％未満であり、かつ、１～１２m^2／ｇの比表面積を有し、１３μｍ以上の粒子径を有する粒子の篩上積算分布が１質量％以下であることを特徴とする非晶質シリカ粉末を提供する。
本発明の非晶質シリカ粉末の比表面積は、好ましくは３～１０．５m^2／ｇである。
本発明の粒子径累積分布における累積値が１０％での粒子径（ｄ１０）が０．５～４．０μｍである。
本発明の粒子径累積分布における累積値が９０％での粒子径（ｄ９０）が４．０～９．０μｍである。
さらに、本発明の非晶質シリカ粉末は、溶融化率９５％以上であり、また、ウラン元素およびトリウム元素の濃度の合計が１０ｐｐｂ以下である。
また、本発明の非晶質シリカ粉末は、非晶質シリカ粒子である。
【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１１
【補正方法】変更
【補正の内容】

【００１１】
＜非晶質シリカ粉末＞
本発明の非晶質シリカ粉末は、粒子径頻度分布において０．５０～１．８３μｍの粒子径の粒子の頻度が３．０％未満であり、かつ、１～１２ｍ^2／ｇの比表面積を有し、１３μｍ以上の粒子径を有する粒子の篩上積算分布が１質量％以下であることで、流動性を改善できる。
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１２】
本発明の非晶質シリカ粉末の粒子径頻度分布において、最頻径が１～１０μｍの範囲内にあってもよい。非晶質シリカ粉末の粒子径頻度分布における最頻径が１０μｍを超えると、上記の問題が生じる。一方、粒子径頻度分布における最頻径が１μｍ未満といった粒径の小さい粉末では半導体封止材の粘度が高くなりすぎ、粉末の充填量を高くすることができなくなる。下限値は１．５μｍ以上であってよく、２．０μｍ以上であってよく、２．５μｍ以上であってよく、３．０μｍ以上であってよく、３．２μｍ以上であってよい。上限値は８．０μｍ以下であってよく、７．０μｍ以下であってよく、６．０μｍ以下であってよく、５．０μｍ以下であってよく、４．２μｍ以下であってよく、４．０μｍ以下であってよい。本発明の非晶質シリカ粉末の粒子径頻度分布において、例えば、最頻径が３．０～４．２μｍの範囲内にある。ここでいう最頻径とは、粉末の後述する測定方法により得られる粒子径分布において最も高い頻度を示す粒子径のことである。なお、原料となる非晶質シリカ粉末の最頻径が１０μｍを超えている場合、分級を行って、粒子径分布を調整する。
【手続補正５】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１６
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１６】
比表面積を１～１２ｍ^2／ｇとする。特に、本発明では、０．５０～１．８３μｍの粒子径の粒子の頻度を３．０％未満とするため、比表面積が低下する傾向にある。そこで、０．５μｍ以下の超微粉を添加して比表面積を高めることが好ましい。好ましい超微粉のサイズは中位径で０．１～０．５μｍである。非晶質シリカ粉末の比表面積が１２ｍ^2／ｇを超える場合には、微粒子間の凝集傾向が増して半導体封止材の流動性が低下する。上限は１０．５ｍ^2／ｇ以下であってよく、９ｍ^2／ｇ以下であってよく、８ｍ^2／ｇ以下であってよい。一方、比表面積が１ｍ^2／ｇ未満の場合には、粉末が最密充填構造を形成しにくくなるために、半導体封止材の流動性が低下する。２ｍ^2／ｇ以上がより好ましく、３ｍ^2／ｇ以上がさらに好ましい。
【手続補正６】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１８
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１８】
本発明の非晶質シリカ粉末は、１３μｍ以上の粒子径を有する粒子の篩上積算分布を１質量％以下とし、０質量％であってもよい。粗粒子が少ないことにより、非晶質シリカ粉末がさらに最密充填構造を形成しやすくすることが可能となり、半導体封止材の流動性が向上する。

【手続補正７】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００５４
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００５４】
粒子径頻度分布において０．５０～１．８３μｍの粒子径の粒子の頻度が３．０％未満であり、かつ、１～１２ｍ^2／ｇの比表面積を有し、１３μｍ以上の粒子径を有する粒子の篩上積算分布が１質量％以下である、本発明による非晶質シリカ粉末を充填した樹脂組成物は、流動性および充填性が優れているので、半導体装置用の封止剤に好適である。
【手続補正８】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
粒子径頻度分布において０．５０～１．８３μｍの粒子径の粒子の頻度が３．０％未満であり、かつ、１～１２ｍ^2／ｇの比表面積を有し、１３μｍ以上の粒子径を有する粒子の篩上積算分布が１質量％以下であることを特徴とする非晶質シリカ粉末。
【請求項２】
粒子径累積分布における累積値が１０％での粒子径（ｄ１０）が０．５～４．０μｍである請求項１記載の非晶質シリカ粉末。
【請求項３】
粒子径累積分布における累積値が９０％での粒子径（ｄ９０）が４．０～９．０μｍである請求項１もしくは２に記載の非晶質シリカ粉末。
【請求項４】
溶融化率９５％以上である、請求項１～３いずれかに記載の非晶質シリカ粉末。
【請求項５】
ウラン元素およびトリウム元素の濃度の合計が１０ｐｐｂ以下である、請求項１～４いずれかに記載の非晶質シリカ粉末。
【請求項６】
球状の非晶質シリカ粉末である、請求項１～５いずれかに記載の非晶質シリカ粉末。
【請求項７】
請求項１～６いずれかに記載の非晶質シリカ粉末と、エポキシ樹脂と、硬化剤と、硬化促 進剤とを含む固形封止用の樹脂組成物。
【請求項８】
前記非晶質シリカ粉末を８０～９０質量％含有してなることを特徴とする、請求項７に記載の樹脂組成物。