

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5552089号
(P5552089)

(45) 発行日 平成26年7月16日(2014.7.16)

(24) 登録日 平成26年5月30日(2014.5.30)

(51) Int. Cl.	F I	
CO8L 63/00 (2006.01)	CO8L 63/00	C
CO8L 61/10 (2006.01)	CO8L 61/10	
CO8K 3/22 (2006.01)	CO8K 3/22	
CO8K 3/00 (2006.01)	CO8K 3/00	
CO8K 5/103 (2006.01)	CO8K 5/103	

請求項の数 9 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2011-94673 (P2011-94673)
 (22) 出願日 平成23年4月21日(2011.4.21)
 (65) 公開番号 特開2012-224774 (P2012-224774A)
 (43) 公開日 平成24年11月15日(2012.11.15)
 審査請求日 平成25年12月19日(2013.12.19)

(73) 特許権者 390022415
 京セラケミカル株式会社
 埼玉県川口市領家五丁目14番25号
 (74) 代理人 110001092
 特許業務法人サクラ国際特許事務所
 (72) 発明者 北村 好久
 埼玉県川口市領家5丁目14番25号 京セラケミカル株式会社内
 (72) 発明者 内田 健
 埼玉県川口市領家5丁目14番25号 京セラケミカル株式会社内
 審査官 繁田 えい子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 封止用樹脂組成物及び半導体装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) エポキシ樹脂、(B) フェノール樹脂硬化剤、(C) 多価アルコール型非イオン性分散剤、(D) 水酸化アルミニウム、及び(E) 水酸化アルミニウム以外の無機充填剤を必須成分とし、ハロゲン系及びアンチモン系難燃剤を含有しないことを特徴とする封止用樹脂組成物。

【請求項2】

(C) 多価アルコール型非イオン性分散剤は、ポリグリセリン脂肪酸エステルを含むことを特徴とする請求項1記載の封止用樹脂組成物。

【請求項3】

(C) 多価アルコール型非イオン性分散剤は、ポリグリセリン縮合ヒドロキシ脂肪酸エステルを含むことを特徴とする請求項1記載の封止用樹脂組成物。

【請求項4】

(D) 水酸化アルミニウムは、250 における重量減少率が2重量%以下のものであることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項記載の封止用樹脂組成物。

【請求項5】

ナトリウムイオン濃度が15ppm以下であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれか1項記載の封止用樹脂組成物。

【請求項6】

(E) 多価アルコール型非イオン性分散剤の含有量が組成物全体の0.01~2.00

質量%であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項記載の封止用樹脂組成物。

【請求項 7】

(D) 水酸化アルミニウム、及び (E) 水酸化アルミニウム以外の無機充填剤の含有量が組成物全体の 60 ~ 90 質量%であることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれか 1 項記載の封止用樹脂組成物。

【請求項 8】

(D) 水酸化アルミニウムの組成物全体に対する割合を d (質量%)、(E) 水酸化アルミニウム以外の無機充填剤の組成物全体に対する割合を e (質量%) としたとき、次式を満足することを特徴とする請求項 1 乃至 7 のいずれか 1 項記載の封止用樹脂組成物。

$$(d / 100) \quad [0.5 \times (e / 100)] + 0.45$$

10

【請求項 9】

請求項 1 乃至 8 のいずれか 1 項記載の封止用樹脂組成物の硬化物によって半導体素子が封止されてなることを特徴とする半導体装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体等の電子部品の封止材料として使用される樹脂組成物、及びこれを用いた半導体装置に関する。

【背景技術】

【0002】

トランジスタ、IC、LSI 等の半導体装置における封止材料として、エポキシ樹脂をベースとし、これに硬化剤や硬化促進剤、さらにはシリカ粉末等の無機充填剤、着色剤等を配合した樹脂組成物が広く用いられている。

20

【0003】

ところで、このような封止材料においては、半導体装置の長期使用に伴う配線の腐食や半導体の性能低下を防止するため、長期に亘って良好な耐湿信頼性を維持することが要求される。

【0004】

このため、従来より、原料の精製（高純度化）製造工程のクリーン化等により、耐湿性低下の要因となるイオン性不純物（例えば、ナトリウムイオン、塩素イオン等）の混入を防止したり、シラン系表面処理剤の配合により水分が浸入する空隙部の形成を抑制する等の対策が講じられてきた。

30

【0005】

しかしながら、最近の半導体装置の高信頼性化に対する要求はますます厳しくなっており、従来の対策だけでは要求に十分に答えることが困難になってきた。

【0006】

そこで、特定のエポキシ樹脂を用いて、成形性や実装信頼性等を損なうことなく組成物中のイオン性不純物を低減した封止用樹脂組成物が提案されている（例えば、特許文献 1 参照。）。

【0007】

しかしながら、この封止用樹脂組成物には、ハロゲン系難燃剤及びアンチモン化合物が難燃性を付与するために配合されており、環境・衛生面に問題がある。このため、ハロゲン系難燃剤及びアンチモン化合物を使用せずに優れた難燃性を備える封止用樹脂組成物が求められている。

40

【0008】

このようにハロゲン系難燃剤及びアンチモン化合物を使用せずに難燃性を付与する技術は、これまでも種々知られている。その代表的なものが、加熱時に脱水し吸熱することから冷却効果を発揮する金属酸化物の使用であり、特に、単位重量あたりの吸熱量の高い水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム等が、エポキシ樹脂に難燃性を付与する目的で多用されている。

50

【 0 0 0 9 】

しかしながら、水酸化アルミニウムや水酸化マグネシウム等によって従来のハロゲン系難燃剤等に匹敵するような難燃性を付与しようとする、それらを多量に添加する必要があり、その結果、例えば、水酸化アルミニウムに含まれるナトリウムイオン等のイオン性不純物が増加して、耐湿信頼性の低下を招くおそれがあった。また、安定した難燃性のためには、シリカ等の無機充填剤を高充填する必要があり、その結果、フロー粘度が上昇して成形性が低下するおそれがあった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 1 0 】

【特許文献 1】特開 2 0 0 4 - 3 3 9 2 9 2 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 1 1 】

本発明は、上記従来技術の課題を解決するためになされたもので、ハロゲン系難燃剤及びアンチモン化合物の使用なしで優れた難燃性を備えることができ、しかも耐湿信頼性、成形性も良好な封止用樹脂組成物、及びそのような封止用樹脂組成物を用いて封止された高い信頼性を有する半導体装置を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 2 】

本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、多価アルコール型非イオン性分散剤を使用することにより、難燃性を低下させずに、水酸化アルミニウム及び無機充填剤の添加量を減らすことができ、優れた難燃性ととも、良好な耐湿信頼性、成形性を備える封止用樹脂組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【 0 0 1 3 】

すなわち、本発明の一態様に係る封止用樹脂組成物は、(A)エポキシ樹脂、(B)フェノール樹脂硬化剤、(C)多価アルコール型非イオン性分散剤、(D)水酸化アルミニウム、及び(E)水酸化アルミニウム以外の無機充填剤を必須成分とし、ハロゲン系及びアンチモン系難燃剤を含有しないことを特徴としている。

【 0 0 1 4 】

また、本発明の他の態様に係る半導体装置は、上記封止用樹脂組成物の硬化物によって半導体素子が封止されてなることを特徴としている。

【発明の効果】

【 0 0 1 5 】

本発明によれば、ハロゲン系難燃剤及びアンチモン化合物の使用なしで優れた難燃性を備えるとともに、耐湿信頼性、成形性も良好な封止用樹脂組成物、及びそのような封止用樹脂組成物を用いて封止された信頼性の高い半導体装置を得ることができる。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 6 】

以下、本発明の実施の形態を説明する。

【 0 0 1 7 】

まず、本発明の封止用樹脂組成物に用いられる各成分について説明する。

本発明に用いられる(A)成分のエポキシ樹脂は、1分子中に2個以上のエポキシ樹脂を有するものであれば、分子構造、分子量等に制限されることなく一般に電子部品の封止材料と使用されているものを広く用いることができる。具体的には、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂、トリフェノールメタン型エポキシ樹脂、トリアジン核含有エポキシ樹脂等の複素環型エポキシ樹脂、ピフェニル型またはスチルベン型二官能エポキシ化合物、ナフタレン型エポキシ樹脂、縮合環芳香族炭化水素変性エポキシ樹脂、脂環型エ

10

20

30

40

50

ポキシ樹脂等を使用することができる。これらのエポキシ樹脂は、1種を単独で使用してもよく、2種以上を混合して使用してもよい。

【0018】

本発明に用いられる(B)成分のフェノール樹脂硬化剤としては、上記(A)成分のエポキシ樹脂のエポキシ基と反応し得るフェノール性水酸基を分子中に2個以上有するものであれば、特に制限されることなく使用される。具体的には、フェノールノボラック樹脂、クレゾールノボラック樹脂、フェノールアラルキル樹脂、ナフトールアラルキル樹脂、フェノールノボラック樹脂、クレゾールノボラック樹脂等のノボラック型フェノール樹脂の変性樹脂(例えば、エポキシ化もしくはブチル化したノボラック型フェノール樹脂等)、ジシクロペンタジエン変性フェノール樹脂、バラキシレン変性フェノール樹脂、テルペン変性フェノール樹脂、フェノール類とベンズアルデヒド、ナフチルアルデヒド等との縮合物、トリフェノールアルカン型フェノール樹脂、多官能型フェノール樹脂等を使用することができる。これらは1種を単独で使用してもよく、2種以上を混合して使用してもよい。

10

【0019】

この(B)成分のフェノール樹脂硬化剤の配合量は、上記(A)成分のエポキシ樹脂が有するエポキシ基(a)と、(B)成分のフェノール樹脂硬化剤が有するフェノール性水酸基(b)との比(a)/(b)(当量比)が0.1~10当量となる範囲が好ましく、0.6~2当量となる範囲がより好ましい。当量比が0.1未満であるか、または10を超えると、耐熱性、成形性、硬化物の電気特性等が低下する。

20

【0020】

本発明に用いられる(C)成分の多価アルコール型非イオン性分散剤としては、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノオレート、グリセリンモノパルミテート、グリセリンジステアレート、グリセリンジオレート、グリセリンジパルミテート等のグリセリン脂肪酸エステル類；ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタントリステアレート、ソルビタンモノオレート、ソルビタントリオレート、ソルビタンセスキオレート等のソルビタン脂肪酸エステル類；ジグリセリンモノ・ジステアレート、ジグリセリンモノステアレート、ジグリセリンモノ・ジオレート、ヘキサグリセリンモノステアレート、ヘキサグリセリンモノオレート、ヘキサグリセリンモノミリステート、ヘキサグリセリンモノラウレート、ヘキサグリセリンモノ・ジステアレート、ジグリセリンモノ・ジステアレート、ジグリセリンモノ・ジカプレート、ヘキサグリセリンヘキサステアレート、ヘキサグリセリンオクタステアレート、デカグリセリンモノステアレート、デカグリセリンジステアレート、デカグリセリンペンタステアレート、デカグリセリンデカステアレート、デカグリセリンモノオレート、デカグリセリンペンタオレート、デカグリセリンデカオレート、デカグリセリンモノミリステート、デカグリセリンモノラウレート、トリグリセリンモノラウレート、トリグリセリンモノミリステート、トリグリセリンモノオレート、トリグリセリンモノステアレート、ペンタグリセリンモノラウレート、ペンタグリセリンモノミリステート、ペンタグリセリントリミリステート、ペンタグリセリンモノオレート、ペンタグリセリントリオレート、ペンタグリセリンモノステアレート、ペンタグリセリントリステアレート、ペンタグリセリンヘキサステアレート等のポリグリセリン脂肪酸エステル類；テトラグリセリン縮合リシノレート、ヘキサグリセリン縮合リシノレート、パンタグリセリン縮合リシノレート等のポリグリセリン縮合脂肪酸エステル類；リシノレイン酸を2~6分子縮合させたリシノレイン酸の自己縮合エステル、12-ヒドロキシステアリン酸を2~6分子縮合させた12-ヒドロキシステアリン酸の自己縮合エステル、及びこれらとステアリン酸等を縮合させた縮合脂肪酸エステル類等が挙げられる。

30

40

【0021】

(C)成分の多価アルコール型非イオン性分散剤としては、水酸化アルミニウムやそれ以外の無機充填剤の分散性を高め、組成物の耐湿信頼性、成形性等を向上させる観点からは、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン縮合脂肪酸エステルが好ましく、特

50

に、ポリグリセリン縮合脂肪酸エステルが好ましい。また、組成物調製時の溶解のしやすさ、作業性の観点から、多価アルコール型非イオン性分散剤は、分子量ポリスチレン換算で重量平均分子量(Mw)が10,000以下であることが好ましい。より好ましくは8,000以下であり、より一層好ましくは500~6,000であり、2,000~5,000であると特に好ましい。多価アルコール型非イオン性分散剤は、1種を単独で使用してもよく、2種以上を混合して使用してもよい。

【0022】

この多価アルコール型非イオン性分散剤の配合量は、特に限定されるものではないが、組成物の全量に対して0.01~2.00質量%の範囲が好ましく、0.05~1.00質量%の範囲がより好ましい。0.01質量%未満では水酸化アルミニウムの分散性が低下し、難燃性が不十分になるおそれがある。また、2.00質量%を超えると封止した半導体装置の耐熱性や強度等の特性が低下するおそれがある。

10

【0023】

本発明に用いられる(D)成分の水酸化アルミニウムは、全体として、平均粒径が1~20 μ mであることが好ましく、1~15 μ mであることがより好ましい。また、最大粒径については75 μ mであることが好ましい。平均粒径が1 μ m未満では、樹脂組成物の粘度が高くなり、また表面積が大きくなって水へのイオン性不純物の溶解が増加しやすくなる。一方、平均粒径が20 μ mを超えると、比表面積が小さくなり、難燃が不十分になるおそれがある。また、最大粒径が75 μ mを超えると、充填性や分散性が低下する。なお、水酸化アルミニウムの平均粒径及び最大粒径は、例えば、(株)堀場製作所製レーザー回折式粒度分布測定装置LA-920により求めることができ、平均粒径については、同装置で測定された粒度分布において積算重量が50%になる粒径である。

20

【0024】

水酸化アルミニウムは、また、250における重量減少率が2重量%以下のものを使用することが好ましい。このような水酸化アルミニウムは、合成時に高圧力下で結晶化させることにより得ることができる。この水酸化アルミニウムの250における重量減少率は、示唆熱重量同時測定装置TG/DTA6200型を使用し、昇温速度5/分(大気中)で昇温して測定した減量曲線(リファランス:アルミナ)から求めることができ、250における重量減少率が2重量%未満の水酸化アルミニウムとは、前記減量曲線において250で重量減少率が2重量%以下のものである。

30

【0025】

本発明に用いられる(E)成分の水酸化アルミニウム以外の無機充填剤としては、溶融シリカ、結晶シリカ、アルミナ、ジルコニア、タルク、クレー、マイカ、炭酸カルシウム、水酸化マグネシウム、チタンホワイト、ベンガラ、炭化ケイ素、窒化ホウ素、窒化アルミ、窒化ケイ素、マグネシア、マグネシウムシリケート等の粉末、これらを球形化したビーズ、単結晶繊維、ガラス繊維等が挙げられる。これらは1種を単独で使用してもよく、2種以上を混合して使用してもよい。水酸化アルミニウム以外の無機充填剤としては、なかでも、溶融シリカ、結晶シリカが好ましい。

【0026】

(D)成分の水酸化アルミニウム及び(E)成分の水酸化アルミニウム以外の無機充填剤の配合量は、特に限定されるものではないが、組成物の全量に対して60~90質量%の範囲が好ましく、65~80質量%の範囲がより好ましい。60質量%未満では、難燃性、耐熱性、機械的特性、成形性等が低下し、また、90質量%を超えると、フロー粘度が大きくなり、成形性が低下するおそれがある。

40

【0027】

また、(D)成分の水酸化アルミニウムと(E)成分の水酸化アルミニウム以外の無機充填剤の配合比は、特に限定されるものではないが、(D)成分の水酸化アルミニウムの比率が大きくなると難燃性が良好となる。但し、水酸化アルミニウムの配合量が多くなりすぎると、耐湿信頼性が低下するおそれがある。難燃性と耐湿信頼性をバランスさせる観点からは、(D)水酸化アルミニウムの組成物全体に対する割合をd(質量%)、(E)

50

水酸化アルミニウム以外の無機充填剤の組成物全体に対する割合を e (質量%) としたとき、次式 (1) を満足するようにすることが好ましい。

$$(d/100) [0.5 \times (e/100)] + 0.45 \dots (1)$$

【0028】

本発明の封止用樹脂組成物には、以上の各成分の他、(A)成分のエポキシ樹脂と(B)成分のフェノール樹脂硬化剤の反応を促進する硬化促進剤を配合することができる。硬化促進剤としては、2-ヘプタデシルイミダゾール、2-メチルイミダゾール、2-エチルイミダゾール、2-フェニルイミダゾール、2-フェニル-4-メチルイミダゾール、4-メチルイミダゾール、4-エチルイミダゾール、2-フェニル-4-ヒドロキシメチルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、1-シアノエチル-2-メチルイミダゾール、2-フェニル-4-メチル-5-ヒドロキシメチルイミダゾール、2-フェニル-4,5-ジヒドロキシメチルイミダゾール、2-ウンデシルイミダゾール、1-ベンジル-2-メチルイミダゾール、1-ベンジル-2-フェニルイミダゾール、1-シアノエチル-2-メチルイミダゾール、1-シアノエチル-2-エチル-4-メチルイミダゾール、1-シアノエチル-2-ウンデシルイミダゾール、1-シアノエチル-2-フェニルイミダゾール、1-シアノエチル-2-ウンデシルイミダゾリウムトリメリテイト、2,4-ジアミノ-6-[2-メチルイミダゾリル-(1)]-エチル-s-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-[2-ウンデシルイミダゾリル-(1)]-エチル-s-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-[2-エチル-4-メチルイミダゾリル-(1)]-エチル-s-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-[2-メチルイミダゾリル-(1)]-エチル-s-トリアジン、2-フェニルイミダゾールイソシアヌル酸付加物、2-メチルイミダゾールイソシアヌル酸付加物、2-フェニルイミダゾリン等のイミダゾール類；1,8-ジアザピシクロ[5,4,0]ウンデセン-7(DBU)、1,5-ジアザピシクロ[4,3,0]ノネン、5,6-ジブチルアミノ-1,8-ジアザピシクロ[5,4,0]ウンデセン-7等のジアザピシクロ化合物及びこれらの塩；トリエチルアミン、トリエチレンジアミン、ベンジルジメチルアミン、メチルベンジルジメチルアミン、トリエタノールアミン、ジメチルアミノエタノール、トリス(ジメチルアミノメチル)フェノール等の三級アミン類；トリメチルホスフィン、トリエチルホスフィン、トリブチルホスフィン、ジフェニルホスフィン、トリフェニルホスフィン、トリ(p-メチルフェニル)ホスフィン、トリ(ノニルフェニル)ホスフィン、メチルジフェニルホスフィン、ジブチルフェニルホスフィン、トリシクロヘキシルホスフィン、ビス(ジフェニルホスフィノ)メタン、1,2-ビス(ジフェニルホスフィノ)エタン等の有機ホスフィン化合物；テトラフェニルホスホニウムテトラフェニルボレート、トリフェニルホスフィンテトラフェニルボレート、トリフェニルホスフィントリフェニルボラン等のテトラ またはトリフェニルボロン塩等が挙げられる。これらは1種を単独で使用してもよく、2種以上を混合して使用してもよい。この硬化促進剤の配合量は、組成物全体の0.01~5質量%となる範囲が好ましい。配合量が組成物全体の0.01質量%未満では、硬化性の向上にあまり効果がなく、逆に5質量%を超えると、組成物の流動性、電気特性、耐湿性等が低下する。

【0029】

本発明の封止用樹脂組成物には、また、充填性、無機充填剤等と樹脂との密着性等を高める目的で、さらにカップリング剤を配合することができる。カップリング剤としては、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、アルミニウムキレート類、アルミニウム/ジルコニウム系化合物等が挙げられるが、なかでもシランカップリング剤が好ましい。

【0030】

好ましいシランカップリング剤の例としては、例えば、グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、(メタクリロプロピル)トリメトキシシラン、メルカプトプロピルトリメトキシシラン、メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン、アミノプロピルトリエトキシシラン、ウレイドプロピル

10

20

30

40

50

トリエトキシシラン、N - - アミノエチル - - アミノプロピルトリメトキシシラン、
、N - - アミノエチル - - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、、N - フェニル
- - アミノプロピルトリメトキシシラン、ビス(3 - トリエトキシシリルプロピル)テ
トラスルファン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ビニルトリメ
トキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、イミダゾールシラン等が挙げられる。これ
らは1種を単独で使用してもよく、2種以上を混合して使用してもよい。

【0031】

カップリング剤の配合量は、組成物全体の0.01~5質量%となる範囲が好ましい。
配合量が組成物全体の0.01質量%未満では、成形性の向上にあまり効果がなく、逆に
5質量%を超えると、耐湿信頼性が低下する。

10

【0032】

本発明の封止用樹脂組成物には、以上の各成分の他、さらに、この種の組成物に一般に
配合される、ハロゲン系難燃剤及びアンチモン化合物以外の難燃剤(例えば、リン酸エス
テルに代表されるリン系難燃剤、金属水酸化物、ホウ酸亜鉛等);カーボンブラック、コ
バルトブルー等の着色剤;合成ワックス、天然ワックス、エステル類、直鎖脂肪酸の金属
塩、酸アミド類等の離型剤;シリコーンオイル、シリコーンゴム等の低応力付与剤等を、
本発明の効果を阻害しない範囲で、必要に応じて配合することができる。

【0033】

本発明の封止用樹脂組成物を調製するにあたっては、(A)エポキシ樹脂、(B)フェ
ノール樹脂硬化剤、(C)多価アルコール型非イオン性分散剤、(D)水酸化アルミニウム
、(E)水酸化アルミニウム以外の無機充填剤、及び前述した必要に応じて配合される
各種成分をミキサー等によって十分に混合(ドライブレンド)した後、熱ロールやニーダ
等の混練装置により熔融混練し、冷却後、適当な大きさに粉砕するようにすればよい。

20

【0034】

本発明においては、封止用樹脂組成物中のナトリウムイオン濃度が15ppm以下であ
ることが好ましく、12ppm以下であることがより好ましい。

【0035】

本発明の半導体装置は、上記封止用樹脂組成物を用いて各種の半導体素子を封止するこ
とにより製造することができる。封止を行う半導体素子としては、IC、LSI、ダイオ
ード、サイリスタ、トランジスタ等が例示されるが特にこれらに限定されるものではない
。また、封止方法としては、低圧トランスファー法が一般的であるが、射出成形、圧縮成
形、注型等による封止も可能である。封止用樹脂組成物で封止後は、加熱して硬化させ、
最終的にその硬化物によって封止された半導体装置が得られる。後硬化させる際の温度は
、150以上とすることが好ましい。

30

【実施例】

【0036】

次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。なお、本発明はこれらの実施例に
何ら限定されるものではない。また、以下の記載において、「部」は「質量部」を示すも
のとする。

【0037】

(実施例1)

エポキシ樹脂としてo-クレゾールノボラック型エポキシ樹脂CNE-200ELD-
70(長春人造社製 商品名;エポキシ当量200)15.0部、フェノール樹脂として
フェノールノボラック樹脂BRG-5575(昭和電工(株)製 商品名;水酸基当量1
04)9.0部、多価アルコール型非イオン性分散剤としてポリグリセリン縮合リシノレ
ートのチラバゾールD-818M(太陽化学(株)製 商品名;グリセリン平均重合度6
、Mw=3600)0.2部、水酸化アルミニウムBW-103(日本軽金属(株)製
商品名;平均粒径10μm、最大粒径50μm、250における重量減少率4.2重量
%、金属イオン性不純物(ナトリウムイオン)濃度200ppm)9.0部、水酸化アル
ミニウム以外の無機充填剤として熔融シリカFB-105(電気化学工業(株)製 商品

40

50

名；平均粒径 $11\mu\text{m}$) 40.0 部及び溶融シリカF-175(福島窯業(株)製 商品名；平均粒径 $14\mu\text{m}$) 25.0 部、硬化促進剤としてトリフェニルホスフィンPP-200(北興化学(株)製 商品名) 0.9 部、シランカップリング剤S-510(チッソ(株)製 商品名) 0.3 部、着色剤としてカーボンブラックMA-600(三菱化学(株)製 商品名) 0.3 部、並びに離型剤としてカルナバワックス1号(東洋ペトロ(株)製) 0.3 部を常温でドライブレンドした後、樹脂温度 $90\sim 95$ で加熱混練し、冷却後、粉碎して封止用樹脂組成物を製造した。この組成物における水酸化アルミニウム含有率は前述した式(1)を満足するものであった。

【0038】

(実施例2)

多価アルコール型非イオン性分散剤としてポリグリセリン縮合リシノレートのチラバゾールH-818(太陽化学(株)製 商品名； $M_w = 4000$)を 0.2 部用いた以外は実施例1と同様にして封止用樹脂組成物を製造した。この組成物における水酸化アルミニウム含有率は前述した式(1)を満足するものであった。

【0039】

(実施例3)

多価アルコール型非イオン性分散剤としてトリグリセリルペンタステアレートのリケマールAZ-01(理研ビタミン(株)製 商品名)を 0.2 部用いるとともに、水酸化アルミニウムBW-103(商品名)の配合量を 10.0 部、溶融シリカFB-105(商品名)の配合量を 39.5 部、溶融シリカF-175(商品名)の配合量を 24.5 部とした以外は実施例1と同様にして封止用樹脂組成物を製造した。この組成物の水酸化アルミニウム含有率は前述した式(1)を満足するものであった。

【0040】

(実施例4)

水酸化アルミニウムとしてALH(河合石灰工業(株)製 商品名；平均粒径 $8\mu\text{m}$ 、最大粒径 $50\mu\text{m}$ 、 250 における重量減少率 0.4 重量%、金属イオン性不純物(ナトリウムイオン)濃度 200ppm)を 9.0 部用いた以外は実施例1と同様にして封止用樹脂組成物を製造した。この組成物の水酸化アルミニウム含有率は前述した式(1)を満足するものであった。

【0041】

(実施例5)

o-クレゾールノボラック型エポキシ樹脂CNE-200ELD-70(商品名)を 8.0 部、フェノールノボラック樹脂BRG-5575(商品名)を 5.0 部、水酸化アルミニウムBW-103(商品名)を 4.0 部、溶融シリカFB-105(商品名)を 60.0 部、溶融シリカF-175(商品名)を 21.0 部、トリフェニルホスフィンPP-200(商品名)を 0.5 部とした以外は実施例1と同様にして封止用樹脂組成物を製造した。この組成物の水酸化アルミニウム含有率は前述した式(1)を満足するものであった。

【0042】

(比較例1)

多価アルコール型非イオン性分散剤を配合しなかった以外は実施例1と同様にして封止用樹脂組成物を製造した。この組成物の水酸化アルミニウム含有率は前述した式(1)を満足するものであった。

【0043】

(比較例2)

多価アルコール型非イオン性分散剤を配合せず、かつ水酸化アルミニウムBW-103(商品名)の配合量を 13.0 部、溶融シリカFB-105(商品名)の配合量を 38.0 部、溶融シリカF-175(商品名)に配合量を 23.0 部とした以外は実施例1と同様にして封止用樹脂組成物を製造した。この組成物の水酸化アルミニウム含有率は前述した式(1)を満足するものであった。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 4 】

(比較例 3)

多価アルコール型非イオン性分散剤に代えて、中性洗剤チャーミーグリーン（ライオン（株）製 商品名；アルキルエーテル硫酸エステルナトリウム及び脂肪酸アルカノールアミド含有）を 0.2 部用いるとともに、溶融シリカ F B - 1 0 5（商品名）を 3 9.5 部、溶融シリカ F - 1 7 5（商品名）を 2 4.5 部とした以外は実施例 1 と同様にして封止用樹脂組成物を製造した。この組成物の水酸化アルミニウム含有率は前述した式（1）を満足するものであった。

【 0 0 4 5 】

上記各実施例及び各比較例で得られた封止用樹脂組成物について、下記に示す方法で各種特性を評価した。結果を組成とともに表 1 に示す。

10

【 0 0 4 6 】

[ゲルタイム]

封止用樹脂組成物が 1 7 5 の熱板上でゲル化するまでの時間（秒）を測定した。

[フロー粘度]

高化式フローテスタ（（株）島津製作所製 C F T - 5 0 0 C）を用い、ノズル長 1.0 mm、ノズル径 0.5 mm、温度 1 7 5、荷重圧力 1 0 k g f / c m²（約 0.9 8 M P a）の条件で測定した。

[離型荷重]

封止用樹脂組成物を温度 1 7 5、硬化時間 4 5 秒の条件で金型により成形し、その金型から成形品を離型する際の荷重をプッシュ・プル・ゲージにより測定した。

20

[ガラス転移点]

封止用樹脂組成物を 1 7 5、1 2 0 秒間の条件でトランスファー成形し、その後、1 7 5、8 時間の後硬化を行って 3 mm × 3 mm × 1.7 mm の試験片を作製した。この試験片について、この試験片について、熱機械分析装置 T M A / S S 1 5 0（セイコーインスツル（株）製）を用いて、昇温速度 5 / 分、荷重 1 0 g の条件で測定した。

[曲げ強さ]

J I S K 6 9 1 1 に準拠して測定した。

[曲げ強さ]

J I S K 6 9 1 1 に準拠して測定した。

30

【 0 0 4 7 】

[難燃性]

封止用樹脂組成物を 1 7 5、1 2 0 秒間の条件でトランスファー成形し、その後、1 7 5、8 時間の後硬化を行って 1 2.7 mm × 1.2 7 mm × 0.8 mm の硬化物を得、U L 9 4 垂直燃焼試験を行った。

[ナトリウムイオン濃度]

封止用樹脂組成物を 1 7 5、1 2 0 秒間の条件でトランスファー成形し、次いで、1 7 5、8 時間の後硬化を行った後、得られた硬化物を粉碎し、1 8 0 の純水中で 2 時間熱水抽出して、原子吸光光度計により測定した。

[耐湿信頼性試験]

40

2 本のアルミ配線を有するシリコンチップ（試験用デバイス）を銅フレームに接着し、封止用樹脂組成物を用いて 1 7 5、1 2 0 秒間のトランスファー成形により封止し、その後、1 7 5、8 時間の後硬化を行って S O P（Small Outline Package）- 1 4 P i n の半導体装置を作製した。

得られた半導体装置を温度 8 5、湿度 8 5 % R H、1 6 8 時間の吸湿処理を行った後、2 6 0 の赤外線リフロー炉に 3 回通し、次いで、温度 1 2 7、圧力 2.5 気圧（約 0.2 5 M P a）の飽和水蒸気雰囲気中に 4 8 時間放置して、不良（樹脂硬化物とフレームとの界面、及び樹脂硬化物とシリコンチップとの界面における剥離またはクラックの発生）の発生数を調べた（n = 2 0）。

[高温バイアス試験]

50

2本のアルミ配線を有するシリコンチップ（試験用デバイス）を銅フレームに接着し、封止用樹脂組成物を用いて175、120秒間のトランスファー成形により封止し、その後、175、8時間の後硬化を行ってSOP-14Pinの半導体装置を作製した。

得られた半導体装置を温度85、湿度85%RH、168時間の吸湿処理を行った後、260の赤外線リフロー炉に3回通し、次いで、温度125の環境下で100VのDC電圧を1000時間印加して、不良（リーク不良、オープン不良）の発生数を調べた（n=20）。

【0048】

【表1】

		実施例					比較例		
		1	2	3	4	5	1	2	3
組成 (質量部)	o-クレゾールノボラック型 エポキシ樹脂	15.0	15.0	15.0	15.0	8.0	15.0	15.0	15.0
	フェノールノボラック樹脂	9.0	9.0	9.0	9.0	5.0	9.0	9.0	9.0
	多価アルコール型非イオン性 分散剤 (C-1)	0.2	-	-	0.2	0.2	-	-	-
	多価アルコール型非イオン性 分散剤 (C-2)	-	0.2	-	-	-	-	-	-
	多価アルコール型非イオン性 分散剤 (C-3)	--	-	0.2-	--	-	-	-	-
	その他の分散剤	-	-	-	-	-	-	-	0.2
	水酸化アルミニウム (D-1) [平均粒径 10 μ m]	9.0	9.0	10.0	-	4.0	9.0	13.0	9.0
	水酸化アルミニウム (D-2) [平均粒径 8 μ m]	-	-	-	9.0	-	-	-	-
	熔融シリカ (E-1) [平均粒径 11 μ m]	40.0	40.0	39.5	40.0	60.0	40.0	38.0	39.5
	熔融シリカ (E-2) [平均粒径 14 μ m]	25.0	25.0	24.5	25.0	21.0	25.0	23.0	24.5
	硬化促進剤	0.9	0.9	0.9	0.9	0.5	0.9	0.9	0.9
	シランカップリング剤	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	着色剤	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
離型剤	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	
特性	ゲルタイム (秒)	20	20	20	20	20	20	20	20
	フロー粘度 (Pa \cdot s)	17	16	16	16	35	17	16	16
	離型荷重 (N)	11.8	25.5	36.3	12.7	9.3	100	152	83.3
	ガラス転移点 (°C)	170	172	169	172	170	171	172	167
	曲げ強さ (MPa)	130	132	131	132	140	135	128	127
	曲げ弾性率 (GPa)	13.0	13.2	13.3	13.2	14.0	13.0	13.2	13.1
	難燃性 [UL94 燃焼試験]	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-1	V-0	V-0
	ナトリウムイオン (ppm)	11.0	11.0	12.0	7.0	6.5	11.0	18.0	17.0
	耐湿信頼性試験 (不良数/試料数)	1/20	1/20	3/20	0/20	0/20	1/20	20/20	20/20
	高温バイアス試験 (不良数/試料数)	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	19/20	20/20

【0049】

表1から明らかのように、本発明の実施例の封止用樹脂組成物は、ハロゲン系難燃剤及びアンチモン化合物の使用なしで優れた難燃性を備えるとともに、耐湿信頼性及び成形性も良好であった。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
H 0 1 L 23/29 (2006.01) H 0 1 L 23/30 R
H 0 1 L 23/31 (2006.01)

(56)参考文献 特開2009-256626(JP,A)
特開2007-177071(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C 0 8 L
C 0 9 J