

一种低卤底部填充胶及其制备方法和应用

技术领域

本发明涉及胶黏剂领域，特别涉及一种低卤底部填充胶及其制备方法和应用。

背景技术

新世纪以来随着电子产业技术的不断革新，电子产品正朝着智能化、小型化、轻量化、高性能化和安全化方向发展。为顺应这一趋势，出现了许多先进的电子封装技术和封装形式。其中，倒装芯片（Flip-Chip）封装技术由于具有封装密度高、互连通路短、电感低、可靠性好及可返工等优点，已经成为高端电子器件和高密度封装领域最主要的封装技术之一。液体环氧底部填充胶（Underfill）是倒装芯片封装技术的关键材料，它通过毛细流动原理填满芯片和基板的间隙，其主要作用是保护连接焊点及芯片免受湿气、离子污染物和辐射等有害操作环境的影响，并提高封装器件抗冷热冲击和机械冲击性能，从而提高器件的使用寿命。随着封装密度越来越高，倒装芯片技术中连接焊点越来越密集，为了提高生产效率及封装器件的可靠性，要求环氧底部填充胶具有良好的流动性、耐热性、低热膨胀系数和低卤素含量。

倒装芯片封装用高性能环氧底部填充胶的开发已经成为微电子封装技术领域的一个研究热点。但目前所公开的大部分环氧类底部填

充胶为了降低粘度通常采用添加缩水甘油醚类活性环氧稀释剂,但这类稀释剂一般具有较高的卤素含量,少量添加就能导致卤素含量的超标。而且,卤素物料存在重大的环境危害,一方面含卤有机物本身固有的毒性对环境和人类健康产生威胁,另一方面这些电子部件无法回收再利用,在燃烧处理与加热过程中会释放有害物质如二噁英等,能在环境中能存在多年,甚至终身积累在生物体内无法排出,严重威胁到人类身体的健康、环境和下一代子孙。

此外,目前为了提高底部填充胶固化后的韧性,所添加的增韧剂大多为橡胶类材料,这不仅会提高底部填充胶的粘度还会降低玻璃化转变温度,难以满足电子工业对封装材料越来越高的性能需求。

发明内容

鉴于此,本发明提供了一种低卤底部填充胶。该低卤底部填充胶卤素含量低,使封装元器件更加环保。

为了实现本发明的目的,本发明采用如下技术方案:

本发明一方面提供一种低卤底部填充胶,所述底部填充胶的组分包括二氧化硅改性环氧树脂,或包含二氧化硅改性环氧树脂和丙烯酸单体;所述底部填充胶的卤素含量不大于 100ppm。本发明提供的底部填充胶中卤素的含量远低于国际电工委员会所指导的标准(IEC61249-2-21)要求:溴、氯含量分别小于 900ppm,且溴与氯的含量总和小于 1500ppm。本发明的底部填充胶能满足低卤素要求,实现国产化,具有良好的性价比和广阔的市场前景。

在本发明的一个具体实施方式中,所述底部填充胶的卤素含量不

大于 80ppm。例如，所述底部填充胶的卤素含量为 78ppm、76ppm 等。

在本发明的一个具体实施方式中，所述底部填充胶的卤素含量不大于 40ppm。例如，所述底部填充胶的卤素含量为 32ppm。更优选地，所述底部填充胶的卤素含量不大于 30ppm。例如所述底部填充胶的卤素含量为 30ppm、27ppm 等。最优选地，所述底部填充胶的卤素含量不大于 25ppm。

在本发明的一个具体实施方式中，所述底部填充胶的粘度为 200-900mPa·s。优选地，所述底部填充胶的粘度为 200-400mPa·s。

在本发明的一个具体实施方式中，所述底部填充胶的热膨胀系数为 30-70 $\mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$ 。优选地，所述底部填充胶的热膨胀系数为 30-60 $\mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$ 。进一步优选地，所述底部填充胶的热膨胀系数为 30-50 $\mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$ 。更优选地，所述底部填充胶的热膨胀系数为 30-40 $\mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$ 。

在本发明的一个具体实施方式中，按照重量百分比计，所述二氧化硅改性环氧树脂的为所述底部填充胶总重量的 20%-45%。优选地，所述二氧化硅改性环氧树脂的为所述底部填充胶总重量的 20%-40%。进一步优选地，所述二氧化硅改性环氧树脂的为所述底部填充胶总重量的 20%-35%。更优选地，所述二氧化硅改性环氧树脂的为所述底部填充胶总重量的 25%-35%。

二氧化硅改性环氧树脂由于采用特殊的制备工艺，其中纳米二氧化硅含量高达 40%且粘度较低，可实现在不显著提高底部填充胶粘度情况下降低固化收缩率和热膨胀系数。

在本发明的一个具体实施方式中，所述二氧化硅改性环氧树脂为

NANOPOX-E601（德国赢创）。

在本发明的一个具体实施方式中，按照重量百分比计，所述丙烯酸单体的含量为所述底部填充胶总重量的 10%-25%。优选地，所述丙烯酸单体的含量为所述底部填充胶总重量的 10%-20%。进一步优选地，所述丙烯酸单体的含量为所述底部填充胶总重量的 12%-17%。

在本发明的一个具体实施方式中，所述丙烯酸单体选自甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丁酯、丙烯酸异冰片酯、甲基丙烯酸月桂酸酯、丙烯酸羟乙酯、丙烯酸羟丙酯、甲基丙烯酸、二乙二醇二丙烯酸酯、己二醇二丙烯酸酯、乙氧基化三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、季戊四醇三丙烯酸酯、CYCLOMER M100（日本大赛璐）、PLACCEL FM1D（日本大赛璐）、TTA-15（江苏泰特尔）中的一种或多种。

本申请选择的丙烯酸单体与环氧树脂、二氧化硅改性环氧树脂相配合使用时，其不仅可以显著降低底部填充胶的粘度提高流动性，并且相比缩水甘油醚类环氧树脂稀释剂，丙烯酸单体具有低卤素含量的优点。

在本发明的一个具体实施方式中，所述底部填充胶的组分还包括增韧剂。例如，所述增韧剂为 ALBIDUR®EP 5340 A（德国赢创）和/或 MX553（日本 KANEKA）。

本申请中所述增韧剂为核壳结构橡胶粒子改性脂环类环氧树脂，相比直接加入传统的橡胶类增韧剂，该增韧剂与二氧化硅改性环氧树脂、环氧树脂、丙烯酸单体相配合使用时，不仅在高含量的情况下仍

具有较低粘度，并且其对固化物玻璃化转变温度无明显影响。

在本发明的一个具体方式中，所述底部填充胶的组分还包括环氧树脂。示例性地，所述环氧树脂为电子级低卤双酚 A 型环氧树脂、双酚 F 型环氧树脂、脂环类环氧树脂中的一种或多种。

例如，所述双酚 A 型环氧树脂为 NPEL-127E（台湾南亚）或 328（上海华谊）；所述双酚 F 型环氧树脂为 EPIKOTE 862（荷兰壳牌）、EPIKOTE 983U（荷兰壳牌）或 NPEL-170（台湾南亚）；所述脂环类环氧树脂为 CELLOXIDE 2021P（日本大赛璐）、CELLOXIDE 8000（日本大赛璐）、TTA-26（江苏泰特尔）或 TTA 28（江苏泰特尔）等。本申请选择的环氧树脂不仅具有低卤素含量低的特点，而且该环氧树脂与丙烯酸单体相配合所制备的底部填充胶的耐热性、模量、粘度、热膨胀系数达到一个较佳平衡点，获得优异的综合性能。另外，选择不同类型环氧树脂的组合，可以更有效结合各类环氧树脂的优点，使得所制备的底部填充胶的性能更加优良。

在本发明的一个具体方式中，所述底部填充胶的组分还包括固化剂，和/或填料，和/或促进剂，和/或引发剂，和/或阻聚剂，和/或偶联剂，和/或消泡剂，和/或润湿分散剂，和/或颜料。

在本发明的一个具体实施方式中，所述固化剂为酸酐类固化剂。例如，甲基四氢邻苯二甲酸酐、甲基六氢邻苯二甲酸酐、4-甲基六氢邻苯二甲酸酐中的一种或多种。本实施例选择的固化剂具有粘度低、中温固化速度快、固化物电性能优良等优点，并且能够与环氧树脂、丙烯酸单体等相配合使用。

在本发明的一个具体实施方式中，所述填料为球形硅微粉和/或空心玻璃微珠，其最大粒径为 10 μ m；优选地，最大粒径为 5 μ m；更优选地，最大粒径为 3 μ m。本申请采用无机填料，其与环氧树脂、丙烯酸单体相配合能够有效地降低底部填充胶固化收缩率和热膨胀系数。

在本发明的一个具体实施方式中，所述填料为球形硅微粉，其采用不同粒径的填料配合使用，并且不同粒径球形无机填料配合使用可减少对粘度的影响以及有效降低填料的沉降。

在本发明的一个具体实施方式中，所述促进剂为 2-甲基咪唑、2-乙基-4-甲基咪唑、1-苄基-2-乙基咪唑、2-十一烷基咪唑、2-苯基咪唑、1-氟乙基-2-甲基咪唑、1-氟乙基-2-乙基-4-甲基咪唑、1-氟乙基-2-十一烷基咪唑中的至少一种。

在本发明的一个具体实施方式中，所述引发剂为过氧化二异丙苯、过氧化二苯甲酰、过氧化二月桂酰、过氧化醋酸叔丁酯、过氧化苯甲酸叔丁酯、过氧化-2-乙基己酸叔丁酯、过氧化特戊酸叔丁酯中的至少一种。

在本发明的一个具体实施方式中，所述阻聚剂为对苯二酚、叔丁基邻苯二酚、苯酚、对苯醌中的至少一种。

在本发明的一个具体实施方式中，所述偶联剂为 γ -(2, 3-环氧丙氧)丙基三甲氧基硅烷和 β -(3, 4-环氧环己基乙基)三甲氧基硅烷中的至少一种。

在本发明的一个具体实施方式中，所述消泡剂为 BYK-A530（德

国毕克)、BYK-555(德国毕克)、BYK-320(德国毕克)、BYK-323(德国毕克)、ACP-0001(美国 Dow Corning)中的至少一种。

在本发明的一个具体实施方式中,所述润湿分散剂为BYK-W9010(德国毕克)、BYK-W940(德国毕克)、BYK-W980(德国毕克)、BYK-W969(德国毕克)、Dispers 610(德国赢创)、Dispers 630(德国赢创)、Dispers 652(德国赢创)中的至少一种。

本实施例中的润湿分散剂与填料配合使用,可有效提高填料分散效果,减少填料团聚及沉降,增加体系流动性。如果没有额外增加填料可以不加润湿分散剂。

在本发明的一个具体实施方式中,所述颜料为高色素炭黑、苯胺黑、氧化铁黑、低卤黑色色膏(美国 Poly one)中的至少一种。

在本发明的一个具体实施方式中,以重量份计,所述底部填充胶的原料包括:环氧树脂 0 份-20 份,二氧化硅改性环氧树脂 20 份-45 份、固化剂 25 份-40 份、丙烯酸单体 10 份-25 份、增韧剂 0-10 份、填料 0-20 份、促进剂 1 份-5 份、引发剂 1 份-5 份、阻聚剂 0.1 份-1 份、偶联剂 0.1 份-1.5 份、消泡剂 0.1 份-1 份、润湿分散剂 0 份-1 份、颜料 0.2 份-0.5 份。

在本发明的一个具体实施方式中,以重量份计,所述底部填充胶包括:环氧树脂 5 份-15 份,二氧化硅改性环氧树脂 25 份-40 份、固化剂 30 份-40 份、丙烯酸单体 12 份-20 份、增韧剂 5-10 份、填料 5-15 份、促进剂 1 份-4 份、引发剂 2 份-4 份、阻聚剂 0.3 份-0.8 份、偶联剂 0.5 份-1.0 份、消泡剂 0.3 份-0.7 份、润湿分散剂 0.2 份-0.8 份、颜

料 0.2 份-0.4 份。

本发明另一方面提供低卤底部填充胶的制备方法，其包括称取各组分并将其在真空条件下混合。

在本申请的一个具体实施方式中，所述低卤底部填充胶的制备方法，包括如下步骤：

称取环氧树脂 0 份-20 份，二氧化硅改性环氧树脂 20 份-45 份、丙烯酸单体 10 份-25 份、增韧剂 0-10 份、填料 0-20 份、促进剂 1 份-5 份、阻聚剂 0.1 份-1 份、偶联剂 0.1 份-1.5 份、消泡剂 0.1 份-1 份、润湿分散剂 0 份-1 份、颜料 0.2 份-0.5 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 10-30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂 25 份-40 份、引发剂 1 份-5 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 10-30min，制得低卤底部填充胶。

本发明又一方面提供上述低卤底部填充胶在芯片级微电子封装领域的应用。

本发明又一方面提供二氧化硅改性环氧树脂和/或丙烯酸单体在低卤底部填充胶中的应用。

示例性的，本发明至少具有以下优势之一：

本发明提供的低卤底部填充胶具有粘度低、卤素含量低、力学性能好、耐热性好、热膨胀系数低等优点，具有更广泛的应用前景。

具体实施方式

下面将结合本发明的实施例，对本发明的技术方案进行清楚、完

整地描述。显然，所描述的实施例仅是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本发明保护的范围。

实施例 1

精准称取电子级双酚 F 型环氧树脂为 EPIKOTE 862（荷兰壳牌）100 份，纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）240 份，三羟甲基丙烷三丙烯酸酯 150 份，甲基丙烯酸单体 PLACCEL FM1D（日本大赛璐）100 份，2-乙基-4 甲基咪唑 40 份，偶联剂 β -(3, 4-环氧环己基乙基)三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-555（德国毕克）5 份，高色素炭黑 5 份，阻聚剂对苯二酚 2 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂甲基六氢邻苯二甲酸酐 320 份，引发剂过氧化苯甲酸叔丁酯 30 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实施例 2

精准称取纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）450 份，甲基丙烯酸单体 CYCLOMER M100（日本大赛璐）135 份，1-氰乙基-2-甲基咪唑 30 份，偶联剂 γ -(2, 3-环氧丙氧)丙基三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-A320（德国毕克）5 份，高色素炭黑 3 份，阻聚剂叔丁基邻苯二酚 2 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，

再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂甲基四氢邻苯二甲酸酐 340 份，引发剂过氧化-2-乙基己酸叔丁酯 25 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实施例 3

精准称取电子级双酚 A 型环氧树脂 328（上海华谊）70 份，脂环类环氧树脂 TTA28（江苏泰特尔）80 份，纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）200 份，增韧剂 ALBIDUR®EP 5340 A（德国赢创）70 份，甲基丙烯酸月桂酸酯 30 份，甲基丙烯酸单体 PLACCEL FM1D（日本大赛璐）70 份，1-氟乙基-2-乙基-4-甲基咪唑 30 份，偶联剂 β -(3, 4-环氧环己基乙基)三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-A530（德国毕克）5 份，低卤黑色色膏（美国 Poly one）5 份，阻聚剂对苯醌 2 份，最大粒径 5 μ m 的球形硅微粉 50 份，最大粒径 3 μ m 的球形硅微粉 30 份，润湿分散剂 BYK-W9010（德国毕克）5 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂甲基六氢邻苯二甲酸酐 320 份，引发剂过氧化二苯甲酰 25 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实施例 4

精准称取脂环类环氧树脂 CELLOXIDE 8000（日本大赛璐）50 份，纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）260 份，增韧剂 MX553（日本 KANEKA）60 份，甲基丙烯酸单体 TTA-15（江苏泰特尔）40 份，乙氧基化三羟甲基丙烷三丙烯酸酯 100 份，

2-甲基咪唑 40 份，偶联剂 β -(3, 4-环氧环己基乙基)三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 ACP-0001（美国 Dow Corning）4 份，低卤黑色色膏（美国 Poly one）5 份，阻聚剂对苯二酚 2 份，最大粒径 5 μ m 的球形硅微粉 75 份，最大粒径 3 μ m 的球形硅微粉 40 份，润湿分散剂 Dispers 630（德国赢创）4 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂甲基四氢邻苯二甲酸酐 282 份，引发剂过氧化二月桂酰 30 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实施例 5

精准称取脂环类环氧树脂 CELLOXIDE 2021P（日本大赛璐）60 份，纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）280 份，增韧剂 MX553（日本 KANEKA）50 份，甲基丙烯酸单体 CYCLOMER M100（日本大赛璐）90 份，丙烯酸异冰片酯 40 份，1-氯乙基-2-甲基咪唑 30 份，偶联剂 β -(3, 4-环氧环己基乙基)三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-A530（德国毕克）5 份，高色素炭黑 5 份，阻聚剂对苯二酚 2 份，最大粒径 10 μ m 的球形硅微粉 60 份，最大粒径 5 μ m 的球形硅微粉 30 份，润湿分散剂 BYK-W940（德国毕克）5 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂甲基六氢邻苯二甲酸酐 305 份，引发剂过氧化二苯甲酰 30 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实施例 6

精准称取纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）400 份，增韧剂 ALBIDUR®EP 5340 A（德国赢创）60 份，甲基丙烯酸丁酯 40 份，三羟甲基丙烷三丙烯酸酯 80 份，2-乙基-4 甲基咪唑 30 份，偶联剂 γ -(2, 3-环氧丙氧)丙基三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-A555（德国毕克）5 份，高色素炭黑 5 份，阻聚剂对苯二酚 2 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂 4-甲基六氢邻苯二甲酸酐 340 份，引发剂过氧化苯甲酸叔丁酯 30 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实施例 7

精准称取双酚 F 型环氧树脂 NPEL-170（台湾南亚）50 份，纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）250 份，增韧剂 MX553（日本 KANEKA）100 份，甲基丙烯酸乙酯 120 份，季戊四醇三丙烯酸酯 80 份，1-苄基-2-乙基咪唑 30 份，偶联剂 β -(3, 4-环氧环己基乙基)三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-A530（德国毕克）5 份，氧化铁黑 5 份，阻聚剂对苯二酚 2 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂甲基四氢邻苯二甲酸酐 320 份，引发剂过氧化苯甲酸叔丁酯 30 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实施例 8

精准称取脂环类环氧树脂 TTA 28（江苏泰特尔）65 份，纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）350 份，乙氧基化三羟甲基丙烷三丙烯酸酯 100 份，甲基丙烯酸单体 CYCLOMER M100（日本大赛璐）70 份，1-氟乙基-2-甲基咪唑 30 份，偶联剂 β -(3, 4-环氧环己基乙基)三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-A320（德国毕克）5 份，低卤黑色色膏（美国 Poly one）5 份，阻聚剂对苯二酚 2 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂甲基六氢邻苯二甲酸酐 335 份，引发剂过氧化二苯甲酰 30 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实施例 9

精准称取脂环类环氧树脂 CELLOXIDE 2021（日本大赛璐）120 份，双酚 F 型环氧树脂 NPEL-170（台湾南亚）80 份，纳米二氧化硅改性环氧树脂 NANOPOX-E601（德国赢创）200 份，甲基丙烯酸单体 TTA-15（江苏泰特尔）30 份，三羟甲基丙烷三丙烯酸酯 70 份，1-苄基-2-乙基咪唑 20 份，偶联剂 γ -(2, 3-环氧丙氧)丙基三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-A530（德国毕克）5 份，高色素炭黑 5 份，阻聚剂对苯二酚 2 份，最大粒径 5 μ m 的球形硅微粉 70 份，最大粒径 3 μ m 的球形硅微粉 45 份，润湿分散剂 BYK-W940（德国毕克）5 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂 4-甲基六氢邻苯二甲酸酐 320 份，引发剂过氧化苯甲酸叔丁酯 20

份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

对比实施例 1

精准称取双酚 F 型环氧树脂 NPEL-170（台湾南亚）205 份，脂环类环氧树脂 CELLOXIDE 2021P（日本大赛璐）82 份，聚丙二醇缩水甘油醚（稀释剂）110 份，液体端羧基丁氰橡胶（增韧剂）8 份，1-氟乙基-2-甲基咪唑 40 份，偶联剂 β -(3, 4-环氧环己基乙基)三甲氧基硅烷 8 份，消泡剂 BYK-A320（德国毕克）5 份，高色素炭黑 5 份，最大粒径 10 μ m 的球形硅微粉 60 份，最大粒径 5 μ m 的球形硅微粉 40 份，润湿分散剂 Dispers 610（德国赢创）5 份，投入到行星搅拌机中，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，将所得液体混合物经三辊机研磨后，再次转移至行星搅拌机中，加入固化剂甲基六氢邻苯二甲酸酐 432 份，保持真空在-0.1MPa 条件下混合 30min，制得所述底部填充胶。

实验测试 1 卤素含量测试

使用 X 荧光光谱仪并按照 EN 14582: 2007 测试标准，对上述实施例 1-9 获得样品进行氯、溴含量测试。

实验测试 2 粘度测试

采用旋转粘度计对上述实施例 1-9 获得样品在室温下的粘度进行测试。

实验测试 3 玻璃化转变温度测试

按照 ASTM D696-79 测试标准，对上述实施例 1-9 获得样品的玻璃化转变温度进行测试。

实验测试 4 储能模量测试

使用动态力学分析仪对上述实施例 1-9 获得样品的储能模量进行测试。

实验测试 5 热膨胀系数测试

按照 ASTM D696-79 标准测试, 对上述实施例 1-9 获得样品的热膨胀系数进行测试。

上述个实验测试的结果如下面的表 1 所示

表 1 实施例 1-9 的测试结果

	混合后粘度 (mPa·s)	卤素(氯)含 量(ppm)	固化温度 (°C)	固化时间 (min)	玻璃化转变温度 (°C)	室温下储能模量 (MPa)	线性热膨胀系数 ($\mu\text{m}/\text{m}^{\circ}\text{C}$)
实施例 1	215	88	150	8	85	2240	58
实施例 2	452	32	150	8	183	2710	43
实施例 3	520	78	150	8	148	2680	51
实施例 4	395	25	150	8	162	2960	32
实施例 5	372	27	150	8	165	2790	37
实施例 6	484	30	150	8	168	2660	45
实施例 7	248	76	150	8	121	2810	60
实施例 8	275	25	150	8	160	2860	48
实施例 9	570	92	150	8	179	2910	42
对比实施例 1	965	1080	150	8	114	2720	64

如表 1 所示, 与对比实施例 1 相比, 本申请实施例 1-9 中所制备的底部填充胶: ①卤素含量均不大于 100ppm, 甚至卤素含量可降低至 25ppm; ②粘度更低, 使得底部填充胶具有更好的流动性; ③玻璃化转变温度更高, 而且玻璃化转变温度的变化范围较大, 可通过调整环氧树脂与丙烯酸单体的含量而调整玻璃化转变温度; ④热膨胀系数更低。而且在实际应用过程中, 底部填充胶的粘度、玻璃化转变温度

以及热膨胀系数可依据需要通过调整环氧树脂与丙烯酸单体的类型及含量而获得。

以上所述仅为本发明的较佳实施例而已，并不用以限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换等，均应包含在本发明的保护范围之内。