

明 細 書

発明の名称：

半導体封止用樹脂組成物、半導体装置、及び半導体封止用樹脂組成物の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、半導体封止用樹脂組成物、半導体装置、及び半導体封止用樹脂組成物の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 例えば、特許文献１に示すように、半導体封止用樹脂組成物の分野では、カーボンブラックが配合される。これにより、半導体封止用樹脂組成物の硬化物に品名、ロット番号など情報をマーキングする際、より鮮明に印字することができる。また、カーボンブラックによって光が吸収され、光の透過を防止し半導体素子の光による誤動作防止にも作用を奏する。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献１：特開２００９－２７５１１０号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 例えば、リードフレームを採用した半導体装置の分野において、半導体装置を高性能化するために、電子素子とリードフレームとの接続に用いられるボンディングワイヤの間隔を狭くすることが求められている。

本発明者は、特許文献１に記載の封止用樹脂組成物によって半導体装置を作製する場合、ショートが発生してしまい、半導体装置の電氣的信頼性が低下することがあると知見した。

本発明は、半導体装置としたときに電氣的信頼性を向上できる、半導体封止用樹脂組成物を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0005] 本発明者は、半導体装置の電氣的信頼性を向上するために、ショートが発生する原因について検討した。その結果、間隔の狭いボンディングワイヤ間にカーボンブラックの凝集物、すなわちカーボン凝集物が詰まってしまい、ショートの原因となることを見出した。

そこで、本発明者は、半導体封止用樹脂組成物中に含まれるカーボンブラックの凝集物の最大粒子径を特定の数値以下として、ボンディングワイヤ間におけるカーボンブラックの凝集物の詰まりの発生を制御することにより、半導体装置の電氣的信頼性を向上できることを見出し、本発明を完成させた。

[0006] 本発明によれば、
エポキシ樹脂と、
硬化剤と、
無機充填材と、
カーボンブラック微粒子と、を含む半導体封止用樹脂組成物であり、
当該半導体封止用樹脂組成物を、金型温度 175℃、注入圧力 10 MPa、硬化時間 120 秒の条件で長さ 80 mm、幅 10 mm、厚さ 4 mm に注入成形し、次いで、175℃で4時間加熱処理して硬化物を得て、当該硬化物の表面を蛍光顕微鏡で観察した時、前記カーボンブラック微粒子の凝集物の最大粒子径は 50 μm 以下である、半導体封止用樹脂組成物が提供される。

[0007] また、本発明によれば、
基板上に搭載された半導体素子と、
前記半導体素子を封止する封止部材と、を備える半導体装置であって、
前記封止部材が、上記半導体封止用樹脂組成物の硬化物で構成される、半導体装置が提供される。

[0008] さらにまた、本発明によれば、カーボンブラックと、無機充填材とを混合して混合物を得、前記混合物をジェットミル粉碎することで前記カーボンブラックを粉碎してカーボンブラック微粒子を得る工程と、

エポキシ樹脂と、硬化剤と、無機充填材と、前記カーボンブラック微粒子とを混合して半導体封止用樹脂組成物を得る工程と、を含む、半導体封止用樹脂組成物の製造方法が提供される。

発明の効果

[0009] 本発明によれば、半導体装置としたときに電氣的信頼性を向上できる、半導体封止用樹脂組成物、この樹脂組成物の硬化物を備える半導体装置、およびこの半導体封止用樹脂組成物の製造方法が提供される。

図面の簡単な説明

[0010] 上述した目的、およびその他の目的、特徴および利点は、以下に述べる好適な実施の形態、およびそれに付随する以下の図面によってさらに明らかになる。

[0011] [図1]本実施形態に係る半導体装置の断面図の一例である。

発明を実施するための形態

[0012] 以下、本発明の実施の形態について、図面を用いて説明する。尚、すべての図面において、同様な構成要素には同様の符号を付し、適宜説明を省略する。

[0013] 本実施形態の半導体封止用樹脂組成物（以下、「封止用樹脂組成物」または「樹脂組成物」とも称する）は、エポキシ樹脂と、硬化剤と、無機充填材と、カーボンブラック微粒子と、を含む半導体封止用樹脂組成物であり、当該封止用樹脂組成物を、金型温度 175℃、注入圧力 10MPa、硬化時間 120 秒の条件で長さ 80mm、幅 10mm、厚さ 4mm に注入成形し、次いで、175℃で 4 時間加熱処理して硬化物を得て、当該硬化物の表面を蛍光顕微鏡で観察した時、上記カーボンブラック微粒子の凝集物の最大粒子径は 50μm 以下である。

[0014] 本発明者は、半導体装置の電氣的信頼性を向上するために、ショートが発生する原因について検討した。その結果、間隔の狭いボンディングワイヤ間にカーボンブラックの凝集物、すなわち、カーボン凝集物が詰まってしまい、ショートの原因となることが判明した。そこで、本発明者が、封止用樹脂

組成物中に含まれるカーボンブラックの凝集物の最大粒子径を特定の数値以下としたところ、半導体装置の電氣的信頼性を向上できることが判明した。詳細なメカニズムは定かではないが、カーボンブラックの凝集物の最大粒子径を特定の数値以下とすることで、カーボン凝集物のサイズを小さくし、ボンディングワイヤ間の間隔が狭くとも、カーボン凝集物がショートの原因となることを抑制できるためと推測される。

以上より、本実施形態に係る半導体封止用樹脂組成物は、半導体装置としたときに電氣的信頼性を向上できると推測される。

[0015] (半導体封止用樹脂組成物)

まず、本実施形態に係る半導体封止用樹脂組成物について説明する。

[0016] 本実施形態に係る封止用樹脂組成物を硬化物としたときのカーボンブラック微粒子の凝集物の最大粒子径の上限値は、 $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、例えば、 $40\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 $25\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが更に好ましく、 $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが一層好ましい。これにより、カーボン凝集物のサイズを小さくし、カーボン凝集物がショートの原因となることを抑制できる。

また、本実施形態に係る封止用樹脂組成物を硬化物としたときのカーボンブラック微粒子の凝集物の最大粒子径の下限値は、例えば、 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以上でもよく、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上でもよい。基本的に、カーボンブラック微粒子は高分散するほうが電氣信頼性の向上の観点から好ましい。

なお、本実施形態において、封止用樹脂組成物を硬化物としたときのカーボンブラック微粒子の凝集物の最大粒子径は以下のように測定することができる。

まず、封止用樹脂組成物を、例えば、低圧トランスファー成形機を用いて、金型温度 175°C 、注入圧力 10 MPa 、硬化時間 120 秒の条件で長さ 80 mm 、幅 10 mm 、厚さ 4 mm に注入成形し、次いで、 175°C で 4 時間加熱処理して硬化物を作製する。この封止用樹脂組成物の硬化物の表面を蛍光顕微鏡で観察し、カーボンブラック微粒子の凝集物の最大粒子径を評価

する。なお、カーボン凝集物の最大粒子径とは、観察する領域における、カーボン凝集物の粒子径の最大値である。カーボン凝集物の粒子径は、あるカーボン凝集物中の任意の2点を結んだ時の最大長さを粒子径とすることで測定される。

[0017] 従来の封止用樹脂組成物では、カーボンプラックをジェットミル粉砕することによって凝集物を破砕していた。しかしながら、カーボンプラックは機械的特性に優れ、ジェットミル粉砕するのみでは、粗大な凝集物を完全に取除くことはできなかった。

本実施形態では、カーボンプラックを粉砕する方法を工夫することにより、得られるカーボンプラック微粒子の凝集物の最大粒子径を所望の数値範囲に制御することが可能である。カーボンプラックを粉砕してカーボンプラック微粒子を製造する方法については、以下で詳述するが、カーボンプラックと無機充填材とを混合して混合物を作製し、混合物をジェットミル粉砕する方法が用いられる。詳細なメカニズムは定かではないがカーボンプラックとカーボンプラックより硬度の高い無機充填材とを混合することにより、無機充填材がカーボンプラックを破砕し、再凝集した粗大なカーボン凝集物を破砕することができると推測される。これにより、カーボンプラックの最大粒子径を所望の数値範囲に制御することが可能である。

また、上記カーボンプラックを粉砕する方法においては、無機充填材の種類、粒径、比表面積、モース硬度といった無機充填材の性状；混合物中の無機充填材と、カーボンプラックとの含有量；混合物中のカーボンプラックの凝集物の平均粒径；ジェットミル粉砕における混合物の供給量、気体圧力といった要素を制御することが、カーボンプラックを粉砕し、所望の最大粒子径を実現するうえで重要である。

[0018] また、カーボンプラックの凝集物の最大粒子径を所望の数値範囲に制御する方法としては、例えば、まず、カーボンプラックによってジェットミル粉砕し、次いで、カーボンプラックと無機充填材とを混合してジェットミル粉砕をするという、2段階の粉砕を行うことも、カーボンプラックの最大粒子

径を制御するうえで有効である。

[0019] 本実施形態に係る封止用樹脂組成物は、エポキシ樹脂と、硬化剤と、無機充填材と、カーボンブラック微粒子と、を含む。

以下、本実施形態に係る封止用樹脂組成物の原料成分について説明する。

[0020] (エポキシ樹脂)

エポキシ樹脂は、1分子内に2個以上のエポキシ基を有する化合物（モノマー、オリゴマー及びポリマー）を示し、分子量及び分子構造を限定するものではない。

エポキシ樹脂としては、具体的には、ビフェニル型エポキシ樹脂、ビスフェノールA型エポキシ樹脂といったビスフェノール型エポキシ樹脂、スチルベン型エポキシ樹脂等の結晶性エポキシ樹脂；フェノールノボラック型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂等のノボラック型エポキシ樹脂；トリフェノールメタン型エポキシ樹脂、アルキル変性トリフェノールメタン型エポキシ樹脂等の多官能エポキシ樹脂；フェニレン骨格含有フェノールアラルキル型エポキシ樹脂、ビフェニレン骨格含有フェノールアラルキル型エポキシ樹脂等のフェノールアラルキル型エポキシ樹脂；ジヒドロキシナフタレン型エポキシ樹脂、ジヒドロキシナフタレンの2量体をグリシジルエーテル化して得られるエポキシ樹脂等のナフトール型エポキシ樹脂；トリグリシジリソシアヌレート、モノアリルジグリシジリソシアヌレート等のトリアジン核含有エポキシ樹脂；ジシクロペンタジエン変性フェノール型エポキシ樹脂等の有橋環状炭化水素化合物変性フェノール型エポキシ樹脂などが挙げられる。エポキシ樹脂としては、上記具体例のうち、1種または2種以上を組み合わせ用いることができる。

エポキシ樹脂としては、上記具体例のうち、例えば、フェノールアラルキル型エポキシ樹脂またはビスフェノール型エポキシ樹脂を用いることが好ましい。これにより、封止用樹脂組成物中にカーボンブラック微粒子を好適に分散でき、半導体装置としたときに電氣的信頼性を向上できる。

[0021] 封止用樹脂組成物中のエポキシ樹脂の含有量の下限值は、例えば、封止用

樹脂組成物の固形分 100 質量部に対して、0.1 質量部以上であることが好ましく、0.3 質量部以上であることがより好ましく、0.5 質量部以上であることがさらに好ましい。

また、封止用樹脂組成物中のエポキシ樹脂の含有量の上限値は、例えば、封止用樹脂組成物の固形分 100 質量部に対して、20 質量部以下であることが好ましく、15 質量部以下であることがより好ましく、10 質量部以下であることが更に好ましい。

封止用樹脂組成物中のエポキシ樹脂の含有量が上記数値範囲内であることにより、封止用樹脂組成物中にカーボンブラック微粒子を好適に分散でき、半導体装置としたときに電氣的信頼性を向上できる。

[0022] (硬化剤)

硬化剤は、エポキシ樹脂の種類に応じて公知の硬化剤を選択することができる。硬化剤としては、具体的には、重付加型の硬化剤、触媒型の硬化剤、および縮合型の硬化剤などが挙げられる。

[0023] 上記重付加型の硬化剤としては、具体的には、ジエチレントリアミン (DETA)、トリエチレンテトラミン (TETA)、メタキシレリレンジアミン (MXDA) などの脂肪族ポリアミン；ジアミノジフェニルメタン (DDM)、*m*-フェニレンジアミン (MPDA)、ジアミノジフェニルスルホン (DDS) などの芳香族ポリアミン；ジシアンジアミド (DICY)、有機酸ジヒドラジドなどのポリアミン化合物；ヘキサヒドロ無水フタル酸 (HHPA)、メチルテトラヒドロ無水フタル酸 (MTHPA) などの脂環族酸無水物；無水トリメリット酸 (TMA)、無水ピロメリット酸 (PMDA)、ベンゾフェノンテトラカルボン酸 (BTDA) などの芳香族酸無水物などの酸無水物；ノボラック型フェノール樹脂、ポリビニルフェノール、アラルキル型フェノール樹脂などのフェノール樹脂系硬化剤；ポリサルファイド、チオエステル、チオエーテルなどのポリメルカプタン化合物；イソシアネートプレポリマー、ブロック化イソシアネートなどのイソシアネート化合物；カルボン酸含有ポリエステル樹脂などの有機酸類などが挙げられる。重付加

型の硬化剤としては、上記具体例のうち、1種または2種以上を組み合わせで用いることができる。

[0024] 上記触媒型の硬化剤としては、具体的には、ベンジルジメチルアミン（BDMA）、2，4，6-トリシジメチルアミノメチルフェノール（DMP-30）などの3級アミン化合物；2-メチルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール（EMI24）などのイミダゾール化合物；BF₃錯体などのルイス酸などが挙げられる。触媒型の硬化剤としては、上記具体例のうち、1種または2種以上を組み合わせで用いることができる。

[0025] 上記縮合型の硬化剤としては、具体的には、レゾール型フェノール樹脂；メチロール基含有尿素樹脂などの尿素樹脂；メチロール基含有メラミン樹脂などのメラミン樹脂などが挙げられる。縮合型の硬化剤としては、上記具体例のうち、1種または2種以上を組み合わせで用いることができる。

[0026] 硬化剤としては、上記具体例のうち、フェノール樹脂系硬化剤を含むことが好ましい。

フェノール樹脂系硬化剤としては、一分子内にフェノール性水酸基を2個以上有するモノマー、オリゴマー、ポリマー全般を用いることができ、その分子量、分子構造は限定されない。

フェノール樹脂系硬化剤としては、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、ビスフェノールノボラック、フェノール-ビフェニルノボラック樹脂等のノボラック型フェノール樹脂；ポリビニルフェノール；トリフェノールメタン型フェノール樹脂等の多官能型フェノール樹脂；テルペン変性フェノール樹脂、ジシクロペンタジエン変性フェノール樹脂等の変性フェノール樹脂；フェニレン骨格及び／又はビフェニレン骨格含有フェノールアラルキル樹脂、フェニレン及び／又はビフェニレン骨格含有ナフトールアラルキル樹脂等のフェノールアラルキル型フェノール樹脂；ビスフェノールA、ビスフェノールFなどのビスフェノール化合物などが挙げられる。フェノール樹脂系硬化剤としては、上記具体例のうち、1種または2種以上を組み合わせで用いることができる。

フェノール樹脂系硬化剤としては、上記具体例のうち、フェニレン骨格及び／又はビフェニレン骨格含有フェノールアラルキル樹脂を含むことが好ましい。これにより封止用樹脂組成物において、エポキシ樹脂を良好に硬化することができる。したがって、硬化が不十分であることに起因して、カーボンブラック微粒子の粗大な凝集物が発生することを抑制できる。

[0027] 封止用樹脂組成物中の硬化剤の含有量の下限值は、封止用樹脂組成物の固形分100質量部に対して、例えば、0.5質量部以上であることが好ましく、1質量部以上であることがより好ましく、1.5質量部以上であることがさらに好ましく、2質量部以上であることが一層好ましい。

また、封止用樹脂組成物中の硬化剤の含有量の上限值は、例えば、封止用樹脂組成物の固形分100質量部に対して、10質量部以下であることが好ましく、8質量部以下であることがより好ましく、6質量部以下であることがさらに好ましく、5質量部以下であることが一層好ましい。

封止用樹脂組成物中の硬化剤の含有量が上記数値範囲内であることにより、エポキシ樹脂を良好に硬化することができる。したがって、硬化が不十分であることに起因して、カーボンブラック微粒子の粗大な凝集物が発生することを抑制できる。

[0028] (無機充填材)

本実施形態に係る封止用樹脂組成物は無機充填材を含む。この無機充填材によって後述するカーボンブラックを粉砕することができる。なお、本実施形態に係る封止用樹脂組成物は、例えば、粉砕に用いる無機充填材に加えて、粉砕に用いない無機充填材を含有してもよい。

無機充填材としては限定されず、具体的には、無機酸化物、無機窒化物、無機炭化物及び無機水酸化物などが挙げられる。

無機酸化物としては、具体的には、シリカ、アルミナ、酸化チタン、タルク、クレー、マイカ、ガラス繊維（石英ガラス）などが挙げられる。なお、シリカとしては、具体的には、溶融破碎シリカ、溶融球状シリカ、結晶性シリカ、2次凝集シリカ、微粉シリカなどを用いることができる。

また、無機窒化物としては、具体的には、窒化ケイ素、窒化アルミニウム、窒化ホウ素などが挙げられる。

また、無機炭化物としては、具体的には、炭化ケイ素、炭化ジルコニウム、炭化チタン、炭化ホウ素、炭化タンタルなどが挙げられる。

また、無機水酸化物としては、具体的には、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウムなどが挙げられる。

無機充填材としては上記具体例のうち、例えば、無機酸化物または無機水酸化物を用いることが好ましく、シリカ、アルミナ及び水酸化アルミニウムからなる群より選択される1種以上を用いることがより好ましい。これにより、無機充填材と、カーボンブラックとの混合物がジェットミル粉碎されることによって、カーボンブラックと、無機充填材とが好適に衝突し、カーボンブラックを細かく粉碎することができる。したがって、最大粒子径を所望の数値範囲とすることができる。

[0029] 本実施形態に係る無機充填材の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} の下限值としては、例えば0.1 μm 以上であることが好ましく、0.5 μm 以上であることがより好ましく、1.0 μm 以上であることがさらに好ましい。これにより、粉碎工程において、無機充填材が、カーボンブラックに対して衝突することにより、カーボンブラックを粉碎する事ができ、好適な最大粒子径のカーボンブラックを得ることができる。

また、本実施形態に係る無機充填材の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} の上限値としては、例えば、100 μm 以下であることが好ましく、75 μm 以下であることがより好ましく、50 μm 以下であることが更に好ましい。これにより、粉碎工程において、無機充填材が、カーボンブラックに対して衝突する頻度を向上できる。したがって、カーボンブラックを好適に粉碎する事ができる。

[0030] 本実施形態に係る無機充填材の比表面積の下限值としては、例えば、0.1 m^2/g 以上であることが好ましく、0.5 m^2/g 以上であることがより好ましく、1.0 m^2/g 以上であることが更に好ましい。これにより、粉碎

工程における、無機充填材と、カーボンブラックとの接触する頻度を増やし、カーボンブラックを好適に粉砕することができる。

また、本実施形態に係る無機充填材の比表面積の上限値としては、例えば、 $10\text{ m}^2/\text{g}$ 以下としてもよく、 $8\text{ m}^2/\text{g}$ 以下としてもよい。

[0031] 本実施形態に係る無機充填材のモース硬度の下限値としては、例えば、2以上であることが好ましく、3以上であることがより好ましい。これにより、粉砕工程で無機充填材が、カーボンブラックと衝突した際に、好適にカーボンブラックを粉砕できる。なお、カーボンブラックのモース硬度は、例えば、0.5以上1以下である。

また、本実施形態に係る無機充填材のモース硬度の上限値としては、例えば、10以下であり、9以下であってもよい。

[0032] (カーボンブラック微粒子)

本実施形態に係るカーボンブラック微粒子として用いられるカーボンブラックとしては限定されず、具体的には、ファーネスブラック、チャンネルブラック、サーマルブラック、アセチレンブラック、ケッチェンブラック、ランプブラックなどのカーボンブラックを用いることができる。

[0033] 本実施形態樹脂組成物に用いられるカーボンブラック微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} （すなわち、二次粒径）の上限値としては、例えば、 $25\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 $15\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが更に好ましく、 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが一層好ましく、 $7\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが殊更好ましい。これにより、本実施形態に係るカーボンブラック微粒子を封止用樹脂組成物として用いたとしても、半導体装置がショートすることを抑制できる。

また、本実施形態に係るカーボンブラック微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} の下限値は、例えば、 $0.01\text{ }\mu\text{m}$ 以上であってもよく、 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以上であってもよい。電氣的信頼性を向上するために、カーボンブラック微粒子の平均粒径は小さいほうが好ましいが、上

記下限値以上であることにより、カーボンブラック微粒子の取り扱い性を向上できる。

[0034] 封止用樹脂組成物中のカーボンブラック微粒子の含有量の下限值としては、封止用樹脂組成物の固形分100質量部に対して、例えば、0.10質量部以上であることが好ましく、0.20質量部以上であることがより好ましく、0.25質量部以上であることが更に好ましい。これにより、本実施形態に係る半導体装置は、カーボン凝集物を形成することを抑制しつつ、封止用樹脂組成物の硬化物に品名、ロット番号など情報をマーキングする際、より鮮明に印字することができる観点で好ましい。また、光の透過を防止し半導体素子の光による誤動作を抑制できる観点でも好ましい。

また、封止用樹脂組成物中のカーボンブラック微粒子の含有量の上限值としては、封止用樹脂組成物の固形分100質量部に対して、例えば、2.0質量部以下であることが好ましく、1.5質量部以下であることがより好ましく、1.0質量部以下であることが更に好ましく、0.5質量部以下であることが一層好ましい。本実施形態に係るカーボンブラック微粒子は、従来の着色剤と比べて、微細である。したがって、含有量が上記下限値以下と少ない場合でも、着色能を維持できる点で好適である。また、上記下限値以下であることによって、半導体装置の電氣的信頼性を向上できる観点でも好ましい。

[0035] 上述した通り、本実施形態に係る封止用樹脂組成物中のカーボンブラック微粒子の凝集物の最大粒子径を所望の数値範囲内とするには、カーボンブラックを粉砕する方法を工夫することが重要である。そこで、以下にカーボンブラック微粒子の製造方法について説明する。

[0036] (カーボンブラック微粒子の製造方法)

本実施形態に係るカーボンブラック微粒子の製造方法は、カーボンブラックと、無機充填材とを混合した混合物を作製する混合工程と、該混合物をジェットミル粉砕することでカーボンブラックを粉砕する粉砕工程と、を含む。

また、本実施形態に係るカーボンブラック微粒子の製造方法は、例えば、混合工程の前にカーボンブラックを単独でジェットミル粉碎する前粉碎工程をさらに含んでもよい。

以下、各工程の詳細について説明する。

[0037] (混合工程)

混合工程では、カーボンブラックと、上述した無機充填材とを混合した混合物を作製する。

混合する方法としては、カーボンブラックと、無機充填材とが均一に混合されれば限定されない。混合する方法としては、具体的には、ミキサーなどを用いることができる。

[0038] 混合物中のカーボンブラックの凝集体の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} の下限値は、例えば、 $6\mu\text{m}$ 以上であることが好ましく、 $10\mu\text{m}$ 以上であることがより好ましい。本実施形態に係るカーボンブラック微粒子の製造方法によれば、粒径 D_{50} が上記下限値以上のカーボンブラックで、従来の手法では粉碎できなかったものであっても、微粉化できる点で好ましい。

また、混合物中のカーボンブラックの凝集体の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} の上限値は、例えば、 $500\mu\text{m}$ 以下であってもよく、 $300\mu\text{m}$ 以下であってもよい。これにより、混合物中における、カーボンブラックと、無機充填材との分散を均一にすることができる。したがって、粉碎工程において、均一にカーボンブラックを粉碎し、カーボン凝集体の最大粒子径を所望の数値範囲内とすることができる。

[0039] 混合物中のカーボンブラックの体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} をAとし、混合物中の無機充填材の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} をBとしたとき、 A/B の下限値としては、例えば、0.1以上であることが好ましく、0.2以上であることがより好ましく、0.3以上であることが更に好ましい。これにより、粉碎工程において、無機充填材が、粗大なカーボンブラックに対して、好適に衝突することがで

き、より小粒径の微細カーボンブラックを得ることができる。

また、 A/B の上限値としては、例えば、200以下であることが好ましく、75以下であることがより好ましく、150以下であることが一層好ましい。これにより、粉碎工程において、無機充填材が、粗大なカーボンブラックに衝突することで、適切な衝撃をカーボンブラックに与え、粉碎することができる。したがって、より小粒径のカーボンブラック微粒子を得ることができる。

[0040] 混合物中の無機充填材の含有量の下限値は、混合物中のカーボンブラック100質量部に対して、例えば、5質量部以上であることが好ましく、8質量部以上であることがより好ましく、10質量部以上であることがさらに好ましい。

また、混合物中の無機充填材の含有量の上限値は、混合物中のカーボンブラック100質量部に対して、例えば、2000質量部以下であることが好ましく、1300質量部以下であることがより好ましく、1000質量部以下であることが更に好ましい。

無機充填材の含有量が上記数値範囲内であることにより、無機充填材がカーボンブラックに対して適切に衝突し、カーボンブラックを粉碎することができる。

[0041] (粉碎工程)

粉碎工程では、混合物をジェットミル粉碎することでカーボンブラックを粉碎する。これにより、カーボンブラック微粒子を得ることができる。

ジェットミル粉碎の方法としては、従来公知の方法を用いることができる。ジェットミル粉碎の方法としては、具体的には、壁衝突式ジェットミル、粉体衝突式ジェットミルなどの気流式ジェットミルが挙げられる。ジェットミル粉碎の方法としては、上記具体例のうち例えば、気流式ジェットミルを用いることが好ましい。これにより、無機充填材とカーボンブラックとを好適に衝突させることができる。したがって、粗大なカーボンブラックを細かく粉碎することができる。

[0042] なお、ジェットミル粉碎を行う装置は、例えば、ジェットミルに混合物を一定量供給するための定量供給機、バグフィルターなどのフィルター装置といったジェットミルに付随する装置を備えていてもよい。

例えば、定量供給機からジェットミルへの混合物の供給量と、ジェットミルに供給される気体圧力とを適切に調整することで、粗大なカーボンブラックをさらに細かく粉碎することができる。

[0043] (前粉碎工程)

本実施形態に係るカーボンブラック微粒子の製造方法は、例えば、混合工程の前にカーボンブラックを単独でジェットミル粉碎する前粉碎工程をさらに含んでもよい。

前粉碎工程によってカーボンブラックをジェットミル粉碎しておくことにより、混合物中のカーボンブラック及び無機充填材をさらに均一に分散できる。これにより、ジェットミル粉碎によって、粗大なカーボンブラックを細かく粉碎することができる。

なお、前粉碎工程におけるジェットミル粉碎の方法としては限定されず、例えば、上述した粉碎工程と同様の方法を用いることができる。

[0044] (その他の成分)

封止用樹脂組成物中には、必要に応じて、カップリング剤、流動性付与剤、離型剤、イオン捕捉剤、硬化促進剤、低応力剤、着色剤及び難燃剤等の各種添加剤のうち1種または2種以上を適宜配合することができる。

以下、代表成分について説明する。

[0045] (カップリング剤)

カップリング剤としては、具体的には、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシランなどのビニルシラン；2-（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、3-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリエトキシシランなどのエポキシシラン；p-スチリルトリメトキシシランな

どのスチリルシラン；3-メタクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルメチルジエトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリエトキシシランなどのメタクリルシラン；3-アクリロキシプロピルトリメトキシシランなどのアクリルシラン；N-2-(アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-2-(アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-トリエトキシシリル-N-(1,3-ジメチル-ブチリデン)プロピルアミン、N-フェニル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、フェニルアミノプロピルトリメトキシシランなどのアミノシラン；イソシアヌレートシラン；アルキルシラン；3-ウレイドプロピルトリアルコキシシランなどのウレイドシラン；3-メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシランなどのメルカプトシラン；3-イソシアネートプロピルトリエトキシシランなどのイソシアネートシラン；チタン系化合物；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などが挙げられる。カップリング剤としては、上記具体例のうち1種または2種以上を配合することができる。

[0046] (流動性付与剤)

流動性付与剤は、リン原子含有硬化促進剤などの潜伏性を有さない硬化促進剤が、樹脂組成物の溶融混練時に反応することを抑制できる。これにより、封止用樹脂組成物の生産性を向上できる。

流動性付与剤としては、具体的には、カテコール、ピロガロール、没食子酸、没食子酸エステル、1,2-ジヒドロキシナフタレン、2,3-ジヒドロキシナフタレン及びこれらの誘導体などの芳香環を構成する2個以上の隣接する炭素原子にそれぞれ水酸基が結合した化合物などが挙げられる。

[0047] (離型剤)

離型剤としては、具体的には、カルナバワックスなどの天然ワックス；モンタン酸エステルワックス、酸化ポリエチレンワックスなどの合成ワックス

；ステアリン酸亜鉛等の高級脂肪酸及びその金属塩；パラフィン；エルカ酸アミドなどのカルボン酸アミドなどが挙げられる。離型剤としては、上記具体例のうち1種または2種以上を配合することができる。

[0048]（イオン捕捉剤）

上記イオン捕捉剤は、具体的には、ハイドロタルサイト、ハイドロタルサイト状物質などのハイドロタルサイト類；マグネシウム、アルミニウム、ビスマス、チタン、ジルコニウムから選ばれる元素の含水酸化物などが挙げられる。イオン捕捉剤としては、上記具体例のうち1種または2種以上を配合することができる。

[0049]（硬化促進剤）

硬化促進剤としては、具体的には、オニウム塩化合物、有機ホスフィン、テトラ置換ホスホニウム化合物、ホスホベタイン化合物、ホスフィン化合物とキノン化合物との付加物、ホスホニウム化合物とシラン化合物との付加物等のリン原子含有化合物；2-メチルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール（EM I 24）、2-フェニル-4-メチルイミダゾール（2 P 4 M Z）、2-フェニルイミダゾール（2 P Z）、2-フェニル-4-メチル-5-ヒドロキシイミダゾール（2 P 4 M H Z）、1-ベンジル-2-フェニルイミダゾール（1 B 2 P Z）などのイミダゾール化合物；1, 8-ジアザビシクロ〔5. 4. 0〕ウンデセン-7、ベンジルジメチルアミン等が例示されるアミジンや3級アミン；上記アミジンまたは上記3級アミンの4級アンモニウム塩等の窒素原子含有化合物などが挙げられる。硬化促進剤としては、上記具体例のうち1種または2種以上を配合することができる。

[0050]（低応力剤）

低応力剤としては、具体的には、シリコーンオイル、シリコーンゴムなどのシリコーン化合物；ポリブタジエン化合物；アクリロニトリル-カルボキシ基末端ブタジエン共重合化合物などのアクリロニトリル-ブタジエン共重合化合物などを挙げることができる。低応力剤としては、上記具体例のう

ち1種または2種以上を配合することができる。

[0051] (着色剤)

着色剤としては、具体的には、カーボンブラック、ベンガラ、酸化チタンなどを挙げることができる。着色剤としては、上記具体例のうち1種または2種以上を配合することができる。

[0052] (難燃剤)

難燃剤としては、具体的には、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、ホウ酸亜鉛、モリブデン酸亜鉛、ホスファゼン、カーボンブラックなどを挙げることができる。難燃剤としては、上記具体例のうち1種または2種以上を配合することができる。

[0053] (封止用樹脂組成物の製造方法)

次に、本実施形態に係る封止用樹脂組成物の製造方法について説明する。

本実施形態に係る封止用樹脂組成物の製造方法は、例えば、上述した原料成分を混合して混合物を作製する混合工程(S1)と、次いで、混合物を成形する成形工程(S2)とを含む。

[0054] (混合工程(S1))

混合工程は、原料成分を混合し、混合物を作製工程である。混合する方法は限定されず、用いられる成分に応じて、公知の方法を用いることができる。

混合工程としては、具体的には、上述した封止用樹脂組成物が含む原料成分を、ミキサーなどを用いて均一に混合する。次いで、ロール、ニーダーまたは押出機等の混練機で熔融混練し、混合物を作製する。

[0055] (成形工程(S2))

上述した混合工程(S1)に、次いで、混合物を成形する成形工程(S2)を行う。

成形する方法としては限定されず、封止用樹脂組成物の形状に応じて、公知の方法を用いることができる。封止用樹脂組成物の形状としては限定されず、例えば、顆粒形状、粉末形状、タブレット形状、シート形状などが挙げ

られる。封止用樹脂組成物の形状は、成形方法に応じて選択できる。

[0056] 顆粒形状とした封止用樹脂組成物を作製する成形工程としては、例えば、溶融混練後、冷却した混合物を粉砕する工程が挙げられる。なお、例えば、顆粒形状とした封止用樹脂組成物をふるい分けして、顆粒の大きさを調節してもよい。また、例えば、顆粒形状とした封止用樹脂組成物を、遠心製粉法またはホットカット法などの方法で処理し、分散度または流動性などを調整してもよい。

また、粉末形状とした封止用樹脂組成物を作製する成形工程としては、例えば、混合物を粉砕し顆粒形状の封止用樹脂組成物とした後、該顆粒形状の封止用樹脂組成物をさらに粉砕する工程が挙げられる。

また、タブレット形状とした封止用樹脂組成物を作製する成形工程としては、例えば、混合物を粉砕し顆粒形状の封止用樹脂組成物とした後、該顆粒形状の封止用樹脂組成物を打錠成型する工程が挙げられる。

また、シート形状とした封止用樹脂組成物を作製する成形工程としては、例えば、溶融混練後、混合物を押出成形またはカレンダー成形する工程が挙げられる。

[0057] (半導体装置)

次に、本実施形態にかかる封止用樹脂組成物を用いた半導体装置について説明する。

本実施形態に係る半導体装置は、例えば、基板上に搭載された半導体素子と、半導体素子を封止する封止部材と、を備える。さらに、上記封止部材は、例えば、上記封止用樹脂組成物の製造方法によって得られる封止用樹脂組成物の硬化物で構成される。

[0058] 本実施形態にかかる封止用樹脂組成物は、半導体素子を封止する封止部材に用いられる。封止部材を形成する方法は限定されないが、例えば、トランスファー成形法、圧縮成形法、インジェクション成形などが挙げられる。これらの方法により、封止用樹脂組成物を、成形し、硬化させることにより封止部材を形成することができる。

[0059] 半導体素子としては、限定されるものではないが、たとえば、集積回路、大規模集積回路、トランジスタ、サイリスタ、ダイオード、固体撮像素子が挙げられる。

基材としては、限定されるものではないが、例えば、インターポーザ等の配線基板、リードフレーム等が挙げられる。

半導体素子と、基材との電氣的な接続が必要な場合、適宜接続してもよい。電氣的に接続する方法は、限定されるものではないが、例えば、ワイヤボンディング、フリップチップ接続などが挙げられる。

[0060] 封止用樹脂組成物によって半導体素子を封止する封止部材を形成することで、半導体装置が得られる。半導体装置としては、限定されるものではないが、半導体素子をモールドすることにより得られる半導体装置が好ましい。

半導体装置の種類としては、具体的には、MAP (Mold Array Package)、QFP (Quad Flat Package)、SOP (Small Outline Package)、CSP (Chip Size Package)、QFN (Quad Flat Non-leaded Package)、SON (Small Outline Non-leaded Package)、BGA (Ball Grid Array)、LF-BGA (Lead Flame BGA)、FCBGA (Flip Chip BGA)、MAPBGA (Molded Array Process BGA)、eWLB (Embedded Wafer-Level BGA)、Fan-In型eWLB、Fan-Out型eWLBなどの種類が挙げられる。

[0061] 以下に、本実施形態に係る封止用樹脂組成物を用いた半導体装置の一例について説明する。

図1は本実施形態に係る半導体装置100を示す断面図である。

本実施形態の半導体装置100は、電子素子20と、電子素子20に接続されるボンディングワイヤ40と、封止部材50と、を備えるものであり、当該封止樹脂層50は、前述の封止用樹脂組成物の硬化物により構成される

。

より具体的には、電子素子 20 は、基材 30 上にダイアタッチ材 10 を介して固定されており、半導体装置 100 は、電子素子 20 上に設けられた図示しない電極パッドからボンディングワイヤ 40 を介して接続されるアウターリード 34 を有する。ボンディングワイヤ 40 は用いられる電子素子 20 等を勘案しながら設定することができるが、たとえば Cu ワイヤを用いることができる。

[0062] 以下に、本実施形態に係る封止用樹脂組成物を用いた半導体装置の製造方法について説明する。

本実施形態に係る半導体装置の製造方法は、例えば、上述した封止用樹脂組成物の製造方法により、封止用樹脂組成物を得る製造工程と、基板上に電子素子を搭載する工程と、前記封止用樹脂組成物を用いて、前記電子素子を封止する工程と、を備える。

[0063] 半導体装置 100 は、例えば、以下の方法で形成される。

まず、基板上に電子素子を搭載する。具体的には、ダイアタッチ材 10 を用いてダイパッド 32（基板 30）上に電子素子 20 を固定し、ボンディングワイヤ 40 によりリードフレームであるダイパッド 32（基材 30）を接続する。これにより、被封止物を形成する。

この被封止物を、封止用樹脂組成物を用いて封止し、封止部材 50 を形成することにより、半導体装置 100 が製造される。

電子素子 20 が封止された半導体装置 100 は、必要に応じて、80℃から 200℃程度の温度で 10 分から 10 時間程度の時間をかけて封止用樹脂組成物を硬化させた後、電子機器等に搭載される。

[0064] 以上、実施形態に基づき、本発明を説明したが、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を変更しない範囲でその構成を変更することもできる。

実施例

[0065] 以下、実施例を用いて本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施

例の記載に何ら限定されるものではない。

まず、各実施例、各比較例の封止用樹脂組成物に用いた原料成分について説明する。

[0066] (エポキシ樹脂)

・エポキシ樹脂 1 : ビフェニレン骨格含有フェノールアラルキル型エポキシ樹脂 (日本化薬社製、NC-3000L)

・エポキシ樹脂 2 : ビスフェノール A 型エポキシ樹脂 (三菱化学社製、YL6810)

[0067] (硬化剤)

・硬化剤 1 : ビフェニレン骨格含有フェノールアラルキル樹脂 (日本化薬社製、GPH-65)

[0068] (カーボンブラック)

・カーボンブラック 1 : カーボンブラック 1 として、三菱化学社製のカーボン #5 を用いた。カーボンブラック 1 の一次粒径は 80 nm であった。また、カーボンブラック 1 の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50 % となる粒径 D_{50} (すなわち、二次粒径) は 200 μm であった。

・カーボンブラック 2 : カーボンブラック 2 として、東海カーボン社製の ESR-2001 を用いた。カーボンブラック 2 の一次粒径は 60 nm であった。また、カーボンブラック 3 の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50 % となる粒径 D_{50} (すなわち、二次粒径) は 200 μm であった。

[0069] (無機充填材)

・無機充填材 1 : 球状微粉シリカ (アドマテックス社製、SO-32R、体積基準粒度分布の累積頻度が 50 % となる粒径 $D_{50} = 1.5 \mu\text{m}$ 、比表面積 5.5 m^2/g 、モース硬度 : 7)

・無機充填材 2 : 熔融球状シリカ (マイクロン社製、TS-3100、体積基準粒度分布の累積頻度が 50 % となる粒径 $D_{50} = 2.5 \mu\text{m}$ 、比表面積 7.5 m^2/g 、モース硬度 : 7)

・無機充填材 3 : 熔融球状シリカ (デンカ社製、FB-560、体積基準粒

度分布の累積頻度が50%となる粒径 $D_{50}=30\mu\text{m}$ 、比表面積 $1.3\text{m}^2/\text{g}$ 、モース硬度：7)

・無機充填材4：アルミナ（デンカ社製、DAB-30FC、体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 $D_{50}=13\mu\text{m}$ 、比表面積 $1.4\text{m}^2/\text{g}$ 、モース硬度：9)

・無機充填材5：水酸化アルミニウム（住友化学社製、CL-303、体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 $D_{50}=5\mu\text{m}$ 、比表面積 $1.0\text{m}^2/\text{g}$ 、モース硬度：3)

・無機充填材6：溶融球状シリカ（デンカ社製、FB-950、体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 $D_{50}=23\mu\text{m}$ 、比表面積 $1.5\text{m}^2/\text{g}$ ）

[0070]（カップリング剤）

・カップリング剤1：3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン（チッソ社製、S810）

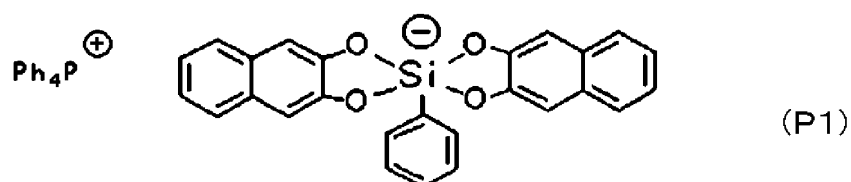
[0071]（硬化促進剤）

・硬化促進剤1：下記式（P1）で表わされるホスホニウム化合物とシラン化合物との付加物を合成して、硬化促進剤1として用いた。以下に合成方法について詳細を説明する。

まず、メタノール1800gを入れたフラスコに、フェニルトリメトキシシラン249.5g、2,3-ジヒドロキシナフタレン384.0gを加えて溶かし、次に室温攪拌下28%ナトリウムメトキシド-メタノール溶液231.5gを滴下した。次いで、フラスコにテトラフェニルホスホニウムブロマイド503.0gをメタノール600gに溶かした溶液を室温攪拌下滴下し、結晶を析出させた。析出させた結晶を濾過、水洗、真空乾燥し、ホスホニウム化合物とシラン化合物との付加物の桃白色結晶である硬化促進剤1を得た。

[0072]

[化1]



[0073] (離型剤)

・離型剤 1 : モンタン酸エステルワックス (クラリアント・ジャパン社製、リコルブ WE-4)

[0074] 上述した原料成分を用いて、実施例 1 ~ 10、比較例 1 の封止用樹脂組成物を作製した。以下に詳細を説明する。

[0075] (実施例 1)

まず、実施例 1 に係るカーボンブラックを粉砕した。カーボンブラックの粉砕は、下記表 1 に示す配合量 (質量部) のカーボンブラック 1 と、無機充填材 1 とを用いて行った。

具体的には、まず、気流式ジェットミル (供給量 10 kg/hour、空気圧 0.45 MPa) を用いて、カーボンブラック 1 について第 1 のジェットミル粉砕をした。なお、第 1 のジェットミル粉砕したカーボンブラック 1 の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50% となる粒径 D_{50} (すなわち、二次粒径) は 10 μm であった。

次いで、第 1 のジェットミル粉砕したカーボンブラック 1 と、無機充填材 1 とを混合し、混合物を作製した。

次いで、該混合物を気流式ジェットミル (供給量 50 kg/hour、空気圧 0.45 MPa) を用いて、第 2 のジェットミル粉砕をし、カーボンブラック 1 の微粒子を得た。実施例 1 のカーボンブラック 1 の微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50% となる粒径 D_{50} (すなわち、二次粒径) は 3 μm であった。

次いで、カーボンブラック 1 の微粒子と、粉砕に用いた無機充填材 1 と、カーボンブラック 1 の微粒子の作製に用いた以外の原料成分とを、常温でミ

キサーを用いて、下記表 1 に記載した配合量で混合し、次に温度 70℃以上 100℃以下の温度で 2 軸混練した。次いで、常温まで冷却後、粉碎して実施例 1 の封止用樹脂組成物を得た。

[0076] (実施例 2～4)

実施例 2～4 の封止用樹脂組成物は、各成分の配合量を下記表 1 のように変更した以外は、実施例 1 の封止用樹脂組成物と同様の方法で作製した。

実施例 2～4 のカーボンブラック微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50%となる粒径 D_{50} (すなわち、二次粒径) を、それぞれ下記表 1 に示す。なお、単位は μm である。

[0077] (実施例 5)

実施例 5 の封止用樹脂組成物は、各成分の配合量を下記表 1 のように変更し、さらに、カーボンブラック 1 に対して第 1 のジェットミル粉碎を行わず、第 2 のジェットミル粉碎のみを行って粉碎したカーボンブラック 1 の微粒子を作製する以外は、実施例 1 の封止用樹脂組成物と同様の方法で作製した。実施例 5 のカーボンブラック微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50%となる粒径 D_{50} (すなわち、二次粒径) は 5 μm であった。

[0078] (実施例 6)

実施例 6 の封止用樹脂組成物は、カーボンブラックの粉碎を下記表 1 に示す配合量のカーボンブラック 2 と、無機充填材 1 とを用いて行い、さらに、各成分の配合量を下記表 1 のように変更した以外は、実施例 5 の封止用樹脂組成物と同様の方法で作製した。実施例 6 のカーボンブラック微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50%となる粒径 D_{50} (すなわち、二次粒径) は 3 μm であった。

[0079] (実施例 7)

実施例 7 の封止用樹脂組成物は、各成分の配合量を下記表 1 のように変更し、カーボンブラック 1 と、無機充填材 2 とを用いて実施例 7 に係る粉碎したカーボンブラック 1 を作製した以外は、実施例 1 の封止用樹脂組成物と同様の方法で作製した。

[0080] (実施例 8)

実施例 8 の封止用樹脂組成物は、各成分の配合量を下記表 1 のように変更し、カーボンブラック 1 と、無機充填材 3 とを用いて実施例 8 に係る粉碎したカーボンブラックを作製した以外は、実施例 1 の封止用樹脂組成物と同様の方法で作製した。

[0081] (実施例 9)

実施例 9 の封止用樹脂組成物は、各成分の配合量を下記表 1 のように変更し、カーボンブラック 1 と、無機充填材 4 とを用いて実施例 9 に係る粉碎したカーボンブラックを作製した以外は、実施例 1 の封止用樹脂組成物と同様の方法で作製した。

[0082] (実施例 10)

実施例 10 の封止用樹脂組成物は、各成分の配合量を下記表 1 のように変更し、カーボンブラック 1 と、無機充填材 5 とを用いて実施例 10 に粉碎したカーボンブラックを作製した以外は、実施例 1 の封止用樹脂組成物と同様の方法で作製した。

[0083] 実施例 7 ～ 10 のカーボンブラック微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50 % となる粒径 D_{50} (すなわち、二次粒径) を、それぞれ、下記表 1 に示す。なお、単位は μm である。

[0084] (比較例 1)

下記表 1 に記載した配合量の各成分を、常温でミキサーを用いて混合し、次に温度 70℃ 以上 100℃ 以下の温度で 2 軸混練した。次いで、常温まで冷却後、粉碎して比較例 1 の封止用樹脂組成物を得た。

[0085] <評価>

実施例 1 ～ 10、比較例 1 の封止用樹脂組成物について、以下の評価を行った。

[0086] (カーボン凝集物の最大粒子径)

実施例 1 ～ 10、比較例 1 に係る封止用樹脂組成物の硬化物について、これに含まれる粒径が 25 μm を超えるカーボンブラック微粒子の凝集物 (カ

ーボンブラック凝集物)の個数、およびカーボンブラック凝集物の最大粒子径を評価した。

まず、低圧トランスファー成形機を用いて、実施例1～10、比較例1の封止用樹脂組成物を、金型温度175℃、注入圧力10MPa、硬化時間120秒の条件で直径100mm、厚さ2mmに注入成形し、硬化物を得た。この硬化物の表面を蛍光顕微鏡で観察し、25μmよりも大きいカーボンブラック凝集物の数を計測した。なお、25μmよりも大きいカーボンブラック凝集物とは、ある1つのカーボンブラック凝集物中の任意の2点を結んだ時の最大長さが25μmよりも大きいことを示す。評価結果を下記表1に、「カーボンブラック凝集物(粒径25μmを超える)の数」として示す。単位は、「個」である。さらに上記硬化物の表面を蛍光顕微鏡で観察して、カーボンブラック凝集物の最大粒子径を測定した。結果を表1に示す。単位はμmである。なお、カーボンブラック凝集物の最大粒子径とは、カーボン凝集物の粒子径の最大値である。カーボンブラック凝集物の粒子径は、あるカーボン凝集物中の任意の2点を結んだ時の最大長さを粒子径とすることで測定した。

[0087] (高温リーク特性)

実施例1～10、比較例1の封止用樹脂組成物を用いて半導体装置を作製し、半導体装置の電氣的信頼性として高温リーク特性を評価した。詳細を以下に示す。

まず、低圧トランスファー成形機(TOWA社製、Yシリーズ)を用いて、実施例1～10、比較例1の封止用樹脂組成物を、金型温度175℃、注入圧力6.9MPa、保圧時間90秒の条件で、樹脂組成物を注入成形して352ピンBGAを封止成形し、175℃で4時間後硬化した。次いで、100個の352ピンBGAについて、ADVANTEST社製の微少電流計8240Aを用いて、175℃におけるリーク電流を測定し、高温リーク特性の評価とした。評価基準は、以下の通りとした。

○: 100個の352ピンBGAすべてについて、リーク電流が検出されな

[0089] 表 1 に示す通り、実施例 1 ～ 10 の封止用樹脂組成物は、比較例 1 の封止用樹脂組成物と比べて、半導体装置としたときの電氣的信頼性に優れることが確認された。

[0090] この出願は、2018 年 2 月 6 日に出願された日本出願特願 2018-018871 号および 2018 年 2 月 6 日に出願された日本出願特願 2018-018872 号を基礎とする優先権を主張し、その開示の全てをここに取り込む。

請求の範囲

- [請求項1] エポキシ樹脂と、
硬化剤と、
無機充填材と、
カーボンブラック微粒子と、を含む半導体封止用樹脂組成物であり、
当該封止用樹脂組成物を、金型温度 175°C 、注入圧力 10MPa 、硬化時間 120 秒の条件で長さ 80mm 、幅 10mm 、厚さ 4mm に注入成形し、次いで、 175°C で 4 時間加熱処理して硬化物を得て、当該硬化物の表面を蛍光顕微鏡で観察した時、前記カーボンブラック微粒子の凝集物の最大粒子径は $50\mu\text{m}$ 以下である、半導体封止用樹脂組成物。
- [請求項2] 請求項1に記載の半導体封止用樹脂組成物であって、
前記カーボンブラック微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50% となる粒径 D_{50} は $0.01\mu\text{m}$ 以上 $25\mu\text{m}$ 以下である、半導体封止用樹脂組成物。
- [請求項3] 請求項1または2に記載の半導体封止用樹脂組成物であって、
当該半導体封止用樹脂組成物中のカーボンブラック微粒子の含有量は、当該半導体封止用樹脂組成物の固形分 100 質量部に対して、 0.10 質量部以上 2.0 質量部以下である、半導体封止用樹脂組成物。
- [請求項4] 基板上に搭載された半導体素子と、
前記半導体素子を封止する封止部材と、を備える半導体装置であって、
前記封止部材が、請求項1から3のいずれか1項に記載の半導体封止用樹脂組成物の硬化物で構成される、半導体装置。
- [請求項5] 請求項4に記載の半導体装置であって、
前記半導体素子は、ボンディングワイヤを介して、前記基板と接続

されており、

前記封止部材は、前記ボンディングワイヤを封止する、半導体装置
。

[請求項6] カーボンブラックと、無機充填材とを混合して混合物を得、前記混合物をジェットミル粉碎することで前記カーボンブラックを粉碎してカーボンブラック微粒子を得る工程と、

エポキシ樹脂と、硬化剤と、無機充填材と、前記カーボンブラック微粒子とを混合して半導体封止用樹脂組成物を得る工程と、を含む、
半導体封止用樹脂組成物の製造方法。

[請求項7] 前記混合物中の前記無機充填材の含有量は、前記カーボンブラック100質量部に対して、5質量部以上2000質量部以下である、請求項6に記載の半導体封止用樹脂組成物の製造方法。

[請求項8] 前記混合物中の前記カーボンブラックの凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} は、6 μm 以上500 μm 以下である、請求項6または7に記載の半導体封止用樹脂組成物の製造方法。

[請求項9] 前記 D_{50} をAとし、前記混合物中の前記無機充填材の体積基準粒度分布の累積頻度が50%となる粒径 D_{50} をBとしたとき、 A/B が0.1以上200以下である、請求項8に記載の半導体封止用樹脂組成物の製造方法。

[請求項10] 前記混合物中の前記無機充填材は、無機酸化物、無機窒化物、無機炭化物及び無機水酸化物からなる群より選択される1種以上である、請求項6から9のいずれか1項に記載の半導体封止用樹脂組成物の製造方法。

[請求項11] 前記混合物中の前記無機充填材のモース硬度が、2以上10以下である、請求項6から10のいずれか1項に記載の半導体封止用樹脂組成物の製造方法。

[請求項12] 前記混合物中の前記無機充填材は、シリカ、アルミナ及び水酸化ア

ルミニウムからなる群より選択される 1 種以上である、請求項 6 から 11 のいずれか 1 項に記載の半導体封止用樹脂組成物の製造方法。

[請求項13] 前記カーボンブラック微粒子の凝集物の体積基準粒度分布の累積頻度が 50%となる粒径 D_{50} は、 $0.01\ \mu\text{m}$ 以上 $25\ \mu\text{m}$ 以下である、請求項 6 から 12 のいずれか 1 項に記載の半導体封止用樹脂組成物の製造方法。