

研究简报

电子器件封装用聚硅氧烷树脂的合成*

李景展 林思聪 芮敏娟 雷雪莲 王大琦 姚素芳 卜木兰 徐马林
(南京大学化学系) (南京晶体管厂)

电子器件封装用的聚硅氧烷封装料一般都是由聚硅氧烷树脂、固化剂、着色剂、脱模剂以及无机填料等制成的聚硅氧烷模塑粉^[1-4]。这种模塑粉在工艺性能和工作性能上必须满足一系列苛刻的要求。聚硅氧烷模塑粉能否满足这些要求，关键在聚硅氧烷树脂。本文将简要报导一种适合于制造这类模塑粉的 NJ-7401 聚硅氧烷树脂的合成。

NJ-7401 聚硅氧烷树脂是以甲基三氯硅烷、二甲基二氯硅烷和苯基三氯硅烷等三种比较便宜的有机硅单体为原料，经水解、缩聚而制成的：



决定性能的是结构。对于甲基苯基聚硅氧烷树脂而言，其结构主要由 $\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_5/\text{Si}$ 、 $\text{C}_6\text{H}_5/\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_5$ 、水解缩聚和熟化的条件以及固化剂的种类等来决定。我们通过在一定条件下对 $\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_5/\text{Si}$ 及 $\text{C}_6\text{H}_5/\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_5$ 的优选，确定树脂的这两个比值应分别以 1.2 及 0.50 为宜。这种组成的树脂既可以用较简单的方法进行合成^[5-8]、与邻-苯二甲酸酐-碱式碳酸铅以及着色剂、脱模剂、无机填料等配合后可以制成模塑粉；而且制成的模塑粉其(i)结块温度适当 ($> 50^\circ\text{C}$)，既适于储存又利于封装；(ii)流动性较好、固化速度较快(3—5 分钟)，而且储存寿命可达半年以上；(iii)封装时容易脱模，制品表面光亮；(iv)用它封装后的小功率晶体管性能，完全满足小功率晶体管二级半导体的有关标准；经例行试验、寿命试验以及高温等考核后，其直流参数基本上没有变化。

NJ-7401 聚硅氧烷树脂的合成方法如下：

在装有电动搅拌器、温度计、迴流冷凝管和滴液漏斗的三颈瓶中加入 913 毫升水、228 毫升甲苯和 76 毫升丙酮。升温到 60°C 后，一边搅拌，一边从滴液漏斗中加入甲基三氯硅烷 37.4 克(0.25 克分子)、二甲基二氯硅烷 32.3 克(0.25 克分子)和苯基三氯硅烷 158.6 克(0.75 克分子)至 228 毫升甲苯中**。控制加入的速度，使反应温度维持在 $60-70^\circ\text{C}$ 。单体溶液加完后，继续搅拌 20 分钟。

* 1978 年 4 月 6 日收到。

** 甲基三氯硅烷、二甲基二氯硅烷和苯基三氯硅烷均为天津化学试剂厂出品。化学纯。重新蒸馏一次。

将水解产物倒入分液漏斗中, 静置分层。分去水层。有机层过滤后, 通过减压蒸馏在 155—160°C 于半小时左右蒸出其全部溶剂, 即得树脂。产率达 95% 以上。

树脂的一些性质如下表所示:

$\frac{\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_5}{\text{Si}}$	$\frac{\text{C}_6\text{H}_5}{\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_5}$	外观	① 软化点 (°C)	分子量	凝胶化 时间 (分/ 200°C)	HO% ④	储存 寿命 (月)	蒸馏水萃取液的电导率 ($1 \times 10^4 / \Omega$)		杂质含量⑤ (%)
								空 白	树 脂	
1.2	0.50	半性 透明 脆	55—65	1610② 1300— 1500③	1—3	4.9	>6	10.0—10.2	9.4—9.6	Na, Fe 无; Mn 0.01—0.03

① 毛细管法测得。

② 冰点降低法测得。

③ GPC 法测得。

④ 气相色谱法测得。

⑤ 由中型发射光谱仪测得。

致谢: 本文中聚硅氧烷树脂的分子量和硅-羟基含量系由中国科学院化学研究所代测, 并在工作中承该所张兴华同志热情帮助, 在此谨致谢忱。

参 考 文 献

- [1] I. G. J. Kookootsedes, F. J. Lockhart, *Mod. Plast.*, 45 (5), 150, (1968).
- [2] 高桥均, 高原修二, *工業材料*, 17 (3), 47 (1969).
- [3] 柳原光太郎, *電子材料*, 12 (3), 119 (1973).
- [4] *ラバーダイジェスト*, 23 (5), 109, (1971).
- [5] J. J. Zdaniewski, *Fr. Demande*, 2,147,296.
- [6] D. F. Merrill, *Ger. Offen.*, 2,005,762.
- [7] D. F. Merrill, *U. S. Pat.*, 3,759,867.
- [8] B. R. Trego, *Ger. Offen.*, 2,037,335.

THE PREPARATION OF THE SILICONE RESIN FOR ENCAPSULATION OF ELECTRONIC DEVICES

C. C. Li, Lin Sy-tsong, Ruey Min-jiuan and Lei Sheue-lian

(Department of Chemistry, Nanking University)

Wang Dah-chyi, Yao Sue-fang, Buu Moo-lan and Shyu Ma-lin

(Transistor Factory, Nanking)

ABSTRACT

The methylphenylsilicone resin, NJ-7401, has been prepared by cohydrolysis and copolycondensation of methyltrichlorosilane, dimethyldichlorosilane and phenyltrichlorosilane. The values of $\frac{\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_5}{\text{Si}}$ and $\frac{\text{C}_6\text{H}_5}{\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_5}$ of resin are 1.2 and 0.5 respectively. The resin is suitable for the preparation of molding powder for the encapsulation of electronic devices.