

高分子与工业

LSI 用环氧塑封料研制与中试

孙忠贤 李刚 吴怡盛 黄英 刘新

(中国科学院化学研究所, 北京, 100080)

提要 本文叙述了 LSI 用环氧塑封料研究与中试的主要成果、技术要点及成果应用。

关键词 环氧塑封料, 有机硅改性剂, 低应力, 大规模集成电路

前言

环氧塑封料是由邻甲酚醛环氧树脂及其固化剂线性酚醛树脂等组份组成的模塑粉, 它在热的作用下联固化成为热固性塑料, 在注塑成型过程中将半导体芯片包埋在其中, 并赋予它一定结构外形, 成为塑料封装的半导体器件。用塑料封装方法生产晶体管、集成电路(IC)、大规模集成电路(LSI)、超大规模集成电路(VLSI)等在国内外已广泛采用并已成为主流。

电子材料是发展微电子工业的基础, 作为生产集成电路的主要结构材料——环氧塑封料随着芯片技术的发展也正在飞速的发展, 并且塑封料技术的发展将大大促进微电子工业的发展。目前国外 IC 芯片向高集成化、布线细微化、芯片大型化及表面安装技术发展, 与此相应的塑封料研究开发趋势是使材料具有高纯度、低应力、低膨胀、低 α 射线、高耐热等性能特征。目前国外 90% 的半导体器件采用塑封生产, 环氧塑封料年销售额 5 亿美元、产量 8~9 万 t, 环氧塑封 1M(集成度)(线宽 $1.2\mu\text{m}$)、4M($0.8\mu\text{m}$)、16M($0.5\mu\text{m}$) DRAM 存储器已商品化, 1994 年 $0.35\mu\text{m}$ 技术的 64M 存储器产品已投入试生产。

中国科学院化学研究所与中国华晶电子集团公司、上海华旭微电子公司、华越微电子有限公司 4 个单位紧密配合与协作下, 经过 5 年的艰苦努力, 现已按时完成了“八五”攻关合同所要求的内容, 达到了原定的各项技术指标, 并于 1995 年 10 月 23 日通过了部级鉴定及验收。

1 主要成果

(1) 研制成功了用于封装 LSI 的塑封料 KH 850-1、KH850-2, 性能特征是低应力、低铀含量, 各项物化指标均达到当前国际上广泛使用的同类产品的技术水平。华晶用 KH850-1、KH850-2 在新引进的 MOS 电路生产线上塑封 LSI 产品, 经可靠性考核试验结果全部合格, 即将实现塑封料国产化。主要产品性能见表 1。

(2) 解决了连续热混合等技术关键, 自行建造成功 LSI 用环氧塑封料中试线并于 1994 年 5 月 10 投产。规模为 500t/年, 经一年多试运行, 结果表明工艺流程设计合理, 技术设备先进, 完全可以满足 LSI 用料生产技术要求。

(3) 研制成功了有机硅改性剂, 确定了制备方法,

在国内首先建立了小批量生产的工艺和设备, 产品经使用表明它对降低塑封料的内应力效果十分明显。尚属国内首创。

(4) 我国首次进口环氧塑封料是在 1975 年。中国华晶电子集团公司从 80 年代初引进 IC 生产线, 连续 10 多年全部使用进口料, 耗费了大量外汇。 $5\mu\text{m}$ 技术用环氧塑封料在中国华晶公司引进 IC 生产线上使用成功, 于 1993 年实现国产化, 距今已经稳定使用 3 年, 取代了日本名牌产品, 开创了使用国产料的新局面。我国塑封料长期主要依赖进口的局面宣告结束。

(5) 化学所中试车间加强产品质量管理, 完善检测手段, 不断提高产品质量及开发新产品, 产品质量性能稳定, 一致性好, 受到使用厂家的一致好评。使用 KH407 系列产品的所有厂家, 塑封 IC 及分立器件产品均能月月通过例试考核, 特别是化学所荣获了华晶公司给的材质 4 步认定合格证书及质保体系优秀奖(1994、1995 连续 2 年)。

(6) 中国科学院“八五”重点科研项目—— $1\mu\text{m}$ 技术用环氧塑封料的前期研究课题小试取得成功。所制备的 VLSI 用环氧塑封料具有高纯度、高耐湿、低应力、低 α 射线等, 其各项主要技术指标达到国外同类产品技术水平, 经华晶中央研究所试用效果良好。

2 技术要点

2.1 低应力

2.1.1 低应力塑封料的制备方法 环氧塑封料应力, 主要包括两种: 一是材料固化收缩产生的应力; 二是管芯、引线框架与塑封料热膨胀系数不同而产生的应力。据研究, 后者占支配地位。随着芯片尺寸的大型化, 铝布线的微细化, 封装材料与管芯之间的热应力更加不



孙忠贤 中国科学院化学研究所研究员。1964 年毕业于长春化学学院高分子化学专业。多年来主要从事环氧塑封料的研究, 是国家“七五”“八五”科技攻关塑封料项目负责人, 研制成功了用于塑封晶体管、集成电路、大规模集成电路的塑封料, 目前从事超大规模集成电路用环氧塑封料的研究。

表 1 KH407、KH850 系列主要产品性能

项目	KH407-1	KH407-3	KH407-5	KH850-2
螺旋流动长度 / m	0.60~0.90	0.60~0.90	0.35~0.60	0.70~0.90
凝胶化时间 / s	16~22	15~22	28~35	15~22
熔融粘度 / Pa·s	20~75	20~75	150~300	30~75
密度 / g·cm ⁻³	1.83	2.05	2.2	1.8
弯曲强度 / MPa	142	142	142	120
玻璃化温度 / ℃	163	163	160	174
线膨胀系数 $\alpha_1 \times 10^{-5} / \text{℃}$	1.8	2.5	2.3	1.8
$\alpha_2 \times 10^{-5} / \text{℃}$	5.6	6.3	6.5	7.1
导热系数 J / (s·m·℃)	0.88	1.50	1.67	0.92
体积电阻率 $\times 10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$	17	6.9	3	1.1
介电常数 (1MHz)	4.4	4.6	4.5	4.2
介质损耗 (1MHz) $\times 10^{-2}$	1.1	1.3	1.3	1.1
燃烧性	FV-O	FV-O	FV-O	FV-O
pH	3.5~6	3.5~6	3.5~6	3.5~5.5
电导率 $\mu\text{S} / \text{cm}$	<15	<15	<15	<15
$\text{Na}^+ \times 10^{-6}$	<5	<5	<5	<5
$\text{Cl}^- \times 10^{-6}$	<5	<5	<5	<5
铀含量 $\times 10^{-9}$				<50

容忽视,热应力会造成如下后果,钝化膜开裂、芯片开裂、铝布线滑动、键合丝断丝,甚至封装材料本身发生开裂或裂纹,使塑封器件的可靠性下降,甚至完全失效。

减小弹性模量和塑封料与插入物的热膨胀系数之差,或降低 T_g 都可以降低热应力,但降低 T_g 是不可取的,因为 T_g 降低会使塑封料在高温下机械性能和电性能下降。

降低热膨胀系数,主要方法是增加填料用量。因为环氧树脂的 α 大约是 $6 \times 10^{-5} / \text{℃}$,而熔融二氧化硅的 α 是 $6 \times 10^{-7} / \text{℃}$,两者相差 100 倍。但是,填料的增加是有限度的,过多加入填料,会造成塑封料使用时熔融粘度增加,影响成形性。使用球形硅粉,可以多加 10% 的填料,内应力降低 40% 以上,但价格昂贵,国内没有现成产品。

为了降低弹性模量,可以把增韧剂和基础树脂共混并均匀分散在其中,形成所谓“海岛结构”,既可以降低弹性模量,又可以避免 T_g 降低,但是,随着弹性模量的下降,会产生塑封料强度下降的副作用。使塑封料强度下降的原因主要是增韧剂与树脂之间发生了剥离现象。有机硅作为改性剂,在塑封料熔融成型时,可能使成型品外观和模具遭到污染,从而使集成电路打印性变差。

化学所研制出有机硅改性剂,并且解决了成型过程中易出现的污染模具及打印性变差的问题。经测试,硅橡胶微粒粒径达到 $0.5 \sim 0.7 \mu\text{m}$,环氧塑封料的弹性模量和线膨胀系数较原来未加改性剂的都有明显下降,并且 T_g 没有下降,从而研制出 $3 \mu\text{m}$ 技术用环氧

塑封料配方和制备工艺条件,并且在我们的环氧塑封料中试线上制备出合格产品。

2.1.2 应力测试系统的建立 我们采用钢筒法测试应力,这种测定装置是由一只已知热膨胀系数的圆筒,和一只贴在其内壁上的应变仪组成的。测定前,这钢筒经油压校正,然后用塑封料模塑在这钢圆筒上,形成一圆套环,模塑后,将此套环冷却至室温,并测定所造成的压缩,作为这套环四周的变形,计算出应力。经过多次试验表明,这种方法是可行的。

2.2 α 射线测试系统的建立

封装材料中的放射性(U,Th)等放出的 α 射线,会使集成电路中存储的信息破坏,使集成电路不能正常工作。这种现象被称为软误差。集成度越高,软误差问题表现得越尖锐。 α 射线的主要来源是二氧化硅填料。我们建立了分离浓缩荧光光度测定法,可以分析到 0.2×10^{-9} 的铀含量。测试步骤如下。

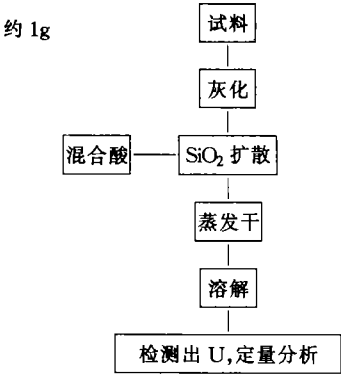


表 2 部分国内外硅微粉及塑封料的铈含量测试结果

样品	KH 850-1	KH 850-2	HC- 10-II	MP- 1275T	95- 13-1	MP150 SG-164
铈 $\times 10^{-9}$	15.95	15.95	42.33	57.60	1.83	7.06

测试仪器为 JU-1 型激光铈分析仪。

以上结果表明,测试的国内的几家熔融硅微粉铈含量都在 50×10^{-9} 以下,用国产硅粉制备的 KH850-1 和 KH850-2 的铈含量达到了进口料的水平。

2.3 1μm 技术用料的研究

技术关键是使有机硅粒子直径非常小且能均匀的分散在环氧树脂中,为此目的合成了高分子分散剂。通过两相高分子体系的形态结构与性能间的关系研究,找到了有机硅改性剂加入到环氧树脂的方法。有机硅粒径达到 0.1~0.2μm,可有效地降低塑封料的弹性模量,降低内应力。见表 3。

表 3 新型有机硅改性剂改性的环氧塑封料的主要物理力学性能

技术性能指标	环氧塑封料		
	3μm 料	1μm 料	EME-6300(1μm)
弯曲模量 / $\times 10^4$ MPa	1.23	0.959	1.01
弯曲强度 / MPa	121	135	108
玻璃化温度 $T_g / ^\circ\text{C}$	175	197	172
线膨胀系数 $\alpha_1 \times 10^{-5} / ^\circ\text{C}$	1.90	1.68	1.80

3 成果应用

在华晶公司实现塑封料国产化前必须经过 4 步认定:第一步材质认定,华晶派技术人员到化学所将国产料与进口料同时进行性能测试,结果表明 KH407 产品完全能达到日本名牌产品的性能指标;随后 3 步认定是工艺试验、扩批试验和生产性试验,在华晶所属的 4 个单位进行,封装产品有 IC、TO-92、TO-220,每种产品作 3 个批量,数量依次增加,产品考核标准有 B 组试验和 C 组试验,这样排列组合,华晶做了大量考核工作,

历时一年多时间,所有考核均一次通过,最终结论是 4 步认定合格。

华晶技术部认为 KH407 与进口料质量相当,可以逐步替代进口料实现国产化。

KH407 产品经受住这样严格的考核,表明材料性能是令人信服的。华晶首先在生产线上使用,带动很多单位。现在上海、南京、江阴、南通、珠海、新会、吉林等全国各地都有厂家使用此产品。

4 经济效益

化学所特别注重把攻关所取得的科技成果转化为主生产力,使科研、生产步入了良性循环的轨道,并取得了十分显著的经济效益。在完成“八五”攻关任务的同时,91~95 年生产塑封料 760t,销售额 2733 万元,上缴国家税收 147 万元,创造的利税是国家拨款的 2 倍。

这些塑封料用于塑封 IC 已生产 1.5 亿多块,塑封晶体管 7 亿只左右,较与使用进口料相比,760t 国产塑封料可为企业节约大量资金,为国家节约大量外汇。如华晶公司塑封料国产化后仅 1995 年上半年节资 135 万元,获得了可观的社会效益。

5 前景展望

预计到“九五”末期塑封料年需要量可达 8000~9000t,其中 IC 用塑封料 1500t,LSI、VLSI 用塑封料 2000t,分立器件用塑封料 6000t。国家批准的 908 工程计划已经开始实施,2 年后将建成投产,需要 1.2~0.8μm 技术用料已迫在眉睫。所以此项技术的中试攻关必须尽快上马,生产出大批量高性能、高质量、高水平的塑封料,满足 908 工程等项目要求。

随着芯片技术急遽发展,不断更新换代,材料研究开发必须要超前。如首钢日电即将采用 0.5μm 技术生产 VLSI,所以现在应立即着手 0.5~0.35μm 技术用塑封料的研制开发工作,争取早日达到国际先进水平。

在完成“八五”攻关任务的基础上,我们还进行了 1.2~0.8μm 技术用环氧塑封料的探索性工作,并获得了好的结果,该项目研究的目的是为 908 工程配套。我们将与承担 908 工程项目的中国华晶电子集团公司和上海华旭微电子有限公司继续合作,争取“九五”攻关,为我国微电子工业的发展作出新的贡献。

Research and Medium Scale Production of Epoxy Moulding Compound for LSI

Sun Zongxian, Li Gang, Wu Yisheng, Huang Ying, Liu Xin
(Institute of Chemistry, Academia Sinica, Beijing, 100080)

Summary The main achievement, technical information of Research and Medium Scale Production of Epoxy Moulding Compound for LSI are introduced.

Key words Epoxy moulding compound, Silastic modifier, Low stress, LSI