

高性能無機陰イオン交換体 IXE - 700Fシリーズ

機能製品研究所 高機能製品グループ 大野 康晴

1 はじめに

無機イオン交換体「IXE(イグゼ)」は、優れたイオン交換特性と耐熱性を兼ね備えた材料です。「IXE」は、半導体封止材料等に添加することで信頼性を向上させることができます^{1)~2)}。

新たに開発したIXE - 700Fシリーズは、高温域でのイオン交換性能が特に優れているため、耐熱性が要求される半導体封止材料に適しています。

近年、環境への配慮から重金属の使用を抑える動きが加速されています。IXE - 700Fシリーズは、重金属フリーを実現した環境にやさしい材料でもあります。

2 無機イオン交換体「IXE」とは

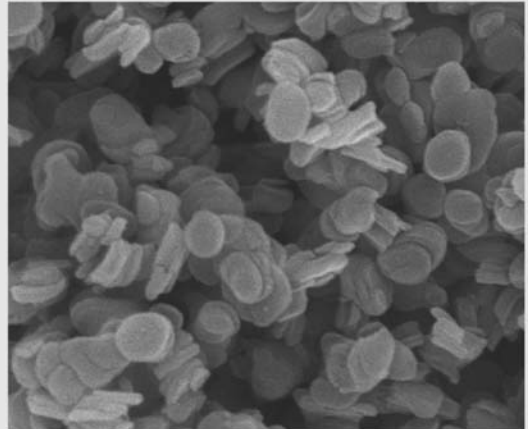
無機イオン交換体「IXE」は以下のような特長があるため、IC封止材など電子材料の信頼性向上に特に有用です。

1. 耐熱性に優れ、100 以上でも使用可能です。
2. イオン選択性が高く、特定イオンを分離できます。
3. 水分がほとんど無い条件下でも効果があります。
4. 耐放射線性が高く、強い放射線下でも劣化しません。
5. 有機薬品および溶融樹脂に対する耐久性に優れています。
6. 耐酸化性が高く、酸化性雰囲気で使用できます。
7. 高温下でのガス吸着性能があります。

3 IXE - 700Fシリーズの特長

IXE - 700Fシリーズの特長を以下に、また、それぞれの代表品質を表1に示します。

1. 重金属を含まない、環境に配慮したグレードです。
2. 微粒子であるため(図1)、液状、フィルム状、狭ピッチ配線用などの様々な形態の封止材に使用可能です。
3. 600 以上の耐熱性を持ち、添加した封止材の高温保管特性の向上が期待できます。
4. 優れた陰イオン交換性を有し、幅広いpH領域で使用可能です。
5. IXE - 710Fと720Fは吸湿性が低く、添加した封止材の物性に悪影響を与えません。



1 μm

図1 IXE-710Fの電子顕微鏡写真

表1 IXE-700Fシリーズの代表品質

項目	IXE-700F	IXE-710F	IXE-720F
外 観	白色粉末	白色粉末	白色粉末
主 成 分	Al, Mg系	Al, Mg系	Al, Mg系
平均粒径(μm)	1.5	1.5	1.5
水分(150°C, 2hr)	2.0%以下	2.0%以下	2.0%以下
耐 熱 性	600°C	600°C	600°C
総イオン交換容量(meq/g)	4.5	3.1	2.7

総イオン交換容量: 0.1N-HClにおけるCl⁻イオン交換容量。

4 IXE - 700Fシリーズの各種性能

4.1 イオン交換性

4.1.1 高温でのイオン交換性

Cl⁻イオンを吸着させたIXEの熱水抽出試験結果を表2に示します。

IXE - 700Fシリーズは270 °Cでも吸着したCl⁻イオンを放出しません。このことより、IXEを添加した封止材の、高温保管特性の向上が期待できます。

実際の封止材においても、IXE - 700Fシリーズを添加することで、高温保管特性の向上が確認されています。

表2 高温下での熱水抽出試験結果

加熱温度	IXE-700F	IXE-710F	IXE-720F
200°C	≤0.2ppm	≤0.2ppm	≤0.2ppm
270°C	≤0.2ppm	≤0.2ppm	≤0.2ppm

- ◆IXEを0.1N-HClに浸漬し、Cl⁻イオンを1meq/g吸着させる。
- ◆IXE 2.5gをイオン交換水50mlに添加し、テフロン製耐圧容器に密閉し、200°Cまたは270°Cで100hr加熱。
- ◆冷却後、0.1μmメンブレンフィルターで濾過し、抽出液中のCl⁻イオン濃度をイオンクロマトグラフィーで測定。

4.1.2 中性領域でのイオン交換性

半導体の封止用にエポキシ系材料が多く使用されています。エポキシ系材料は一般に弱酸性から中性を示しますので、中性領域で低濃度のハロゲン化物イオンを効率よくキャッチできることが重要です。

IXE-700Fシリーズのイオン交換性を表3に示します。中性領域でもイオン交換特性に優れており、電子材料用途に有用なことがわかります。

表3 中性でのイオン交換性

項目	IXE-700F	IXE-710F	IXE-720F
総イオン交換容量 (meq/g)	4.5	3.1	2.7
中性イオン交換容量 (meq/g)	1.5	1.3	2.0
中性イオン交換率	75%	70%	95%
分配係数 K _d	1.5 × 10 ²	1.1 × 10 ²	1.1 × 10 ³

- ◆総イオン交換容量：0.1N-HClにおけるCl⁻イオン交換容量。
- ◆中性イオン交換容量：0.1N-NaClにおけるCl⁻イオン交換容量。
- ◆中性イオン交換率：IXE・1.0g/0.02N-NaCl・50mlでのCl⁻イオン吸着率。
- ◆分配係数： $(C_0 - C) \times V / (C \times m)$ (ml/g) (中性イオン交換率測定時)
(C₀：原液イオン濃度、C：試験液濃度、V：試験溶液体積、m：IXE重量)

また、IXE-700Fシリーズを添加した封止材用樹脂のプレッシャークッカーテスト(PCT)後の分析結果を表4に示します。

表4 IXE添加エポキシ樹脂のPCT結果

		ブランク	IXE-700F	IXE-710F	IXE-720F
封止材A	pH	4.2	4.6	4.5	4.6
	Cl ⁻ (ppm)	40	14	15	16
封止材B	pH	6.8	6.8	6.7	6.8
	Cl ⁻ (ppm)	41	36	37	18

- ◆封止材用エポキシ樹脂A、BにそれぞれIXEを2重量%添加して170°Cで硬化。
- ◆硬化後のサンプルを16メッシュ(1.0mm)以下に粉碎し、試料5g/純水50mlでPCT(125°C/100hr)を実施。

樹脂の抽出液のpHが酸性の封止材Aでは、すべてのIXEでCl⁻イオンの溶出が抑えられています。

一方、抽出液のpHが中性付近の封止材Bにおいては、中性イオン交換率の最も優れるIXE-720Fを添加することにより、Cl⁻イオンの溶出が抑えられており、信頼性の向上が期待できます。

4.2 吸湿性

IXE-700Fシリーズの吸湿性を表5に示します。IXE-710Fおよび720Fは高湿下に放置しても、吸湿は抑えられています。

また、IXE-700Fシリーズを封止材用エポキシ樹脂に添加して、吸水率及び耐半田性を評価した結果を表6に示します。IXE-710Fおよび720Fを添加したエポキシ樹脂は、吸水率が低く、耐半田性に優れています。

表5 高湿下での吸湿性

	IXE-700F	IXE-710F	IXE-720F
吸湿率 (%)	2.5%	5.5%	7.0%

- ◆サンプルを150°Cで2時間加熱後、デシケーター中で放冷。
- ◆35°C、90%RHで保持し、24hr後の吸湿量を測定。

表6 IXE添加エポキシ樹脂の物性評価結果

項目	IXE-700F	IXE-710F	IXE-720F
吸水率	11%	0%	1%
耐半田性	△(やや不良)	○(良好)	○(良好)

- ◆封止材用エポキシ樹脂にIXEを2重量%添加して170°Cで硬化。
- ◆85°C、85%RHの環境下で72hr処理後の重量増加を測定することで吸水率を評価。
- ◆吸水試験後のサンプルを260°Cの半田槽に10秒間浸漬し、クラックの有無で耐半田性を評価。

参考文献

- 1) 山本則幸, 表面実装技術, 3, 65(1997)
- 2) 山本則幸, 加藤秀樹, 遊佐文雄, 飯沼知久, 日本イオン交換学会誌, 7, 37(1996)