

团 体 标 准

T/CEMIA XXX—2022

片式电阻器用低温固化包封浆料

Low temperature curable encapsulation paste for chip resistors

(征求意见稿)

2022-XX-XX 发布

2022-XX-XX 实施

中国电子材料行业协会 发布

前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国电子材料行业协会提出并归口。

本文件起草单位：西安宏星电子浆料科技股份有限公司、广东风华高新科技股份有限公司、中国振华集团云科电子有限公司、陕西华经微电子股份有限公司。

本文件主要起草人：饶龙来、赵科良、赵莹、张艳萍、姚威龙、曹秀华、袁志勇、谢强、罗彦军、赵云龙、甘建峰、南阳。

片式电阻器用低温固化包封浆料规范

1 范围

本文件规定了片式电阻器用低温固化包封浆料的技术要求和检验方法，并规定了术语和定义、检验规则及包装、标志、运输、贮存。

本文件适用于由功能填料、有机载体以及添加剂组成的能满足印刷特性的片式电阻器用低温固化包封浆料（以下简称低温固化包封浆料）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本规范必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6739—2006	色漆和清漆 铅笔法测定漆膜硬度
SJ/T 11512—2015	集成电路用电子浆料性能试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 低温固化包封浆料性能应符合表 1 的规定。

表1 低温固化包封浆料性能

性能	外观	细度 μm	黏度 ^{1,2} $\text{Pa}\cdot\text{s}$
参数指标	色泽均一、无沉淀的黑色膏状体	≤ 15	30~120
注1：黏度在 $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、14#转子、转速10r/min条件下测得。 注2：黏度范围内的具体数值由供需双方协商确定。			

4.2 低温固化包封浆料固化膜性能应符合表 2 的规定。

表2 低温固化包封浆料固化膜性能

性能	固化膜 外观	铅笔硬度 H	击穿电压 ¹ V_{bc}	绝缘电阻 Ω	吸水率 %	耐水煮 (16h)	耐酸 ² (2h)
参数指标	平整、致密、 无异物	≥ 4	> 700	$> 10^{12}$	≤ 1.4	无开裂、起皮、 脱落	无开裂、起皮、 脱落
注1：击穿电压和绝缘电阻数据在固化膜膜厚 $30\mu\text{m}\pm 1\mu\text{m}$ 厚度下测得。 注2：耐酸在5%稀硫酸溶液中测试，测试温度 $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。							

5 检验方法

5.1 检验环境条件

检验应在标准大气条件下进行。

- a) 温度：15℃～35℃；
- b) 相对湿度：35%～75%；
- c) 大气压强：86kPa～106kPa。

5.2 固化膜测试样片的制备

固化膜测试样片的制备按照附录A的规定进行。待检验的固化膜样片应置于干燥洁净的塑料袋或干燥器中密封保存。

固化膜外观、铅笔硬度的印刷制备图形见图B. 1；击穿电压、绝缘电阻的印刷制备图形见图B. 2；吸水率的印刷制备图形见图B. 3；水煮、耐酸的印刷制备图形见图B. 4。

5.3 外观

自然光下目视，对浆料的颜色与状态进行检验。如浆料外观为“色泽均一、无沉淀的黑色膏状体”，则判定合格。

5.4 细度

按照 SJ/T 11512—2015 中 101 规定的方法进行。

5.5 浆料黏度

将低温固化包封浆料置于 25℃±2℃、50%RH±5%RH 的恒温恒湿间中，平衡 24h～48h。

按照 SJ/T 11512—2015 中 102 规定的方法进行。

5.6 固化膜外观

用放大250倍的显微镜观测图B. 1中的A区图形，如固化膜表面“平整、致密、无异物”，则判定合格。

5.7 铅笔硬度

按照GB/T 6739-2006 中规定的方法进行，测试图形见图B. 1中的A区图形。

5.8 击穿电压

按照SJ/T 11512-2015中403规定的方法进行。

5.9 绝缘电阻

按照SJ/T 11512-2015中404规定的方法进行。

5.10 吸水率

5.10.1 测量仪器:

HAST试验箱, 温度精度 $\pm 3^{\circ}\text{C}$, 相对湿度精度 $\pm 5\%$ 。

电子天平(分辨率 0.1mg, 最大量程 250g)。

5.10.2 测试程序:

a) 选取10片基片为一组, 称量总质量记为 m ;

b) 按照A.2的规定制成固化膜检验样品, 印刷测试图形见图B.3, 印刷后的固化膜基片称量质量记为 m_1 ;

c) 将固化膜基片平铺放入HAST试验箱, 开启HAST试验箱, 设置温度、相对湿度、压力条件;

d) 待 HAST 试验箱内温度达到 120°C 、相对湿度达到 85%后(或按供需双方商定条件), 继续测试 5h;

e) 试验完毕后, 待HAST试验箱降温、降湿、降压后, 将10片固化膜基片取出, 称量总质量记为 m_2 ;

f) 按照式(1)计算固化膜基片的吸水率 ω (%):

$$\omega = \frac{m_2 - m_1}{m_1 - m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω —固化膜基片吸水率, %;

m —基片的总重量, g;

m_1 —试验前的固化膜基片总重量, g;

m_2 —试验后的固化膜基片总重量, g。

5.11 水煮

5.11.1 试验仪器:

小型电陶炉, 温度精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$;

5.11.2 测试程序:

a) 开启小型电陶炉, 将烧杯中的超纯水加热至微沸;

b) 将5片制备好的固化膜基片, 置于微沸的烧杯中, 水煮16小时后, 取出、风干;

c) 将3M(600)胶带粘贴在图B.4测试图形上, 进行垂直撕拉;

d) 目检固化膜基片的测试图形, 如5片均无开裂、起皮、脱落, 则判定合格。

5.12 耐酸

5.12.1 试验仪器:

烘箱，温度精度为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ；

5.12.2 测试程序：

- a) 将 5 片制备好的固化膜基片，放入装有 5%浓度硫酸溶液的烧杯中，然后放入 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ （或按供需双方商定温度）的恒温箱中，放置 2h；
- b) 取出样品后，用去离子水清洗表面；
- c) 待固化膜表面干燥后，将 3M（600）胶带粘贴在图 B.4 测试图形上，进行垂直撕拉；
- d) 目检固化膜基片的测试图形，如 5 片均无开裂、起皮、脱落，则判定合格。

5.13 等效检验

允许采用等效检验方法，但在出现争议时应以本文件规定的方法为基准方法。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为逐批检验和型式检验。

6.2 检验项目

逐批检验项目按表 3 中 1~7 项规定的顺序和要求进行；型式检验项目按表 3 中 1~10 项规定的顺序和要求进行。

表 3 检验项目

序号	检验项目	技术要求	检验方法	样品数量	允许不合格品数
1	外观	4.1	5.3	——	——
2	细度	4.1	5.4	1g~2g	——
3	浆料黏度	4.1	5.5	8g~10g	——
4	固化膜外观	4.2	5.6	3 个	0
5	铅笔硬度	4.2	5.7	5 个	0
6	击穿电压	4.2	5.8	5 个	0
7	绝缘电阻	4.2	5.9	5 个	0
8	吸水率	4.2	5.10	5 个	0
9	水煮	4.2	5.11	5 个	0
10	耐酸	4.2	5.12	5 个	0

6.3 逐批检验

6.3.1 组批

同一批原料，相同生产条件下的产品为一批。

6.3.2 抽样

每批产品进行充分搅拌后，随机抽取45g~55g样品，样品应置于取样罐中加盖密封。

6.3.3 结果判定

逐批检验项目全部合格时，则判定该批产品合格；有任意一项不合格时，则判定该批产品不合格。

6.4 型式检验

6.4.1 通则

有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 主要原材料、工艺等发生改变；
- b) 产品停产后，恢复生产时；
- c) 交收检验结果与上次交收有差异时；
- d) 关键工艺设备大修或更新之后；
- e) 正常生产时每12个月进行一次。

6.4.2 抽样

应在逐批检验合格的批次中，随机抽取不少于200g样品，样品应置于取样罐中加盖密封。

6.4.3 结果判定

型式检验项目全部合格时，则判定型式检验合格；有任意一项不合格时，则判定型式检验不合格。

7 包装、标志、运输、贮存

7.1 包装

产品采用复合包装。内包装为带有密封盖的专用包装罐。包装罐材质应耐腐蚀，不易破损。瓶口加密封带。一层外包装为泡沫箱，二层外包装为纸箱。内外层包装之间填充缓冲物及低温冰袋。

包装规格可按50g、100g、500g、1000g、2000g，或按需方要求而定。

7.2 标志

在检验合格的产品上应贴上标签，标签上注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品规格批号；
- d) 产品净重、瓶重；
- e) 保质期；

f) 产品合格章。

7.3 运输

产品在运输过程中，应保持在10℃以下的低温环境中，且应避免产品受污染和包装机械破损。

7.4 贮存

产品应储存在温度为 -15℃~10℃，相对湿度为20%~80%，洁净、无腐蚀性气体的冰箱或冷柜内。

产品自生产之日起储存期为3个月。

附录 A

(规范性)

固化膜及测试样片的制备

A.1 概述

本附录详述了本文件所包含的浆料固化膜检验样片的制备程序。

A.2 设备和材料

A.2.1 设备:

印刷机;

干燥炉或烘箱,精度为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$;

烧结炉,精度为 $\pm 5^{\circ}\text{C}$;

膜厚测试仪,精度为 $\pm 0.1\mu\text{m}$ 。

A.2.2 材料:

基片,96% Al_2O_3 的陶瓷基片或供需双方商定的基体;

网版,250目~400目丝网。

注:“目”指每平方英寸面积内网孔的个数。

A.3 固化膜检验样片的制备

A.3.1 固化膜外观和铅笔硬度样片的制备

A.3.1.1 用调浆刀将抽取的低温固化包封浆料搅拌均匀,取适量试样,置于250目丝网或400目丝网(丝网乳胶膜厚为: $20\mu\text{m}\pm 3\mu\text{m}$)网版上,用橡胶刷将低温固化包封浆料漏印在96% Al_2O_3 试验基片上(基片表面粗糙度为: $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$),制备成规定的测试图形,测试图形见图B.1。

A.3.1.2 将该印刷膜自然流平(10min~15min)、烘干($150^{\circ}\text{C}\sim 170^{\circ}\text{C}$,10min~15min)、固化($200^{\circ}\text{C}\sim 220^{\circ}\text{C}$,30min~40min)。固化后,使用膜厚仪测试图B.1中A区膜厚,选取膜厚 $10\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 样片作为测试样片。

A.3.2 击穿电压和绝缘电阻样品制备

A.3.2.1 取适量引出端电极浆料,在基片上印刷下电极图形 $5\text{mm}\times 5\text{mm}$,作为引出端电极,见图B.2(a)。印刷后静置、烘干、固化,固化温度 $200^{\circ}\text{C}\sim 220^{\circ}\text{C}$,固化时间30min~40min。

A.3.2.2 用调浆刀将试样沿同一方向搅拌10min,使检测试样混合均匀。

A.3.2.3 取适量试样置于网板上,在引出端电极上印刷特定几何图形的介质层,见图B.2(b)。印刷后,静置10min~15min,在 $150^{\circ}\text{C}\sim 170^{\circ}\text{C}$ 条件下烘干10min~15min进行固化,固化温度 $200^{\circ}\text{C}\sim 220^{\circ}\text{C}$,

固化时间 30min~40min。为了达到要求的固化膜厚，可进行多次印刷-烘干-固化-测量膜厚的步骤，直至达到膜厚 $30\mu\text{m}\pm 1\mu\text{m}$ 。

A. 3. 2. 4 在印好的介质层上，反向印刷与下电极相同的 $5\text{mm}\times 5\text{mm}$ 图形作为上电极，见图 B. 2 (c)。

印刷后静置、烘干、固化，固化温度与时间按具体电极浆料要求执行，即形成一个电容器样品。

A. 3. 3 吸水率样片制备

A. 3. 3. 1 用调浆刀将抽取的低温固化包封浆料搅拌均匀，取适量试样，置于 250 目丝网或 400 目丝网（丝网乳胶膜厚为： $20\mu\text{m}\pm 3\mu\text{m}$ ）网版上，用橡胶刷将低温固化包封浆料漏印在 $96\%\text{Al}_2\text{O}_3$ 试验基片上（基片表面粗糙度为： $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ ），制备成规定的测试图形，测试图形见图 B. 3。

A. 3. 3. 2 将该印刷膜自然流平（10min~15min）、烘干（ $150^\circ\text{C}\sim 170^\circ\text{C}$ ，10min~15 min）、固化（ $200^\circ\text{C}\sim 220^\circ\text{C}$ ，30min~40min）。使用膜厚仪测试图 B. 3 膜厚，选取膜厚 $10\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 样片作为测试样片。

A. 3. 4 耐水煮和耐酸样片制备

A. 3. 4. 1 用调浆刀将抽取的低温固化包封浆料搅拌均匀，取适量试样，置于 250 目丝网或 400 目丝网（丝网乳胶膜厚为： $20\mu\text{m}\pm 3\mu\text{m}$ ）网版上，用橡胶刷将低温固化包封浆料漏印在 $96\%\text{Al}_2\text{O}_3$ 试验基片上（基片表面粗糙度为： $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ ），制备成规定的测试图形，测试图形见图 B. 4。

A. 3. 4. 2 将该印刷膜自然流平（10min~15min）、烘干（ $150^\circ\text{C}\sim 170^\circ\text{C}$ ，10min~15min）、固化（ $200^\circ\text{C}\sim 220^\circ\text{C}$ ，30min~40min）。使用膜厚仪测试图 B. 4 中 B 区膜厚，选取膜厚 $10\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 样片作为测试样片。

附录 B

(资料性)

片式电阻器用低温固化包封浆料的测试图形

B.1 片式电阻器用低温固化包封浆料固化膜外观和铅笔硬度测试图形如图 B.1 所示：

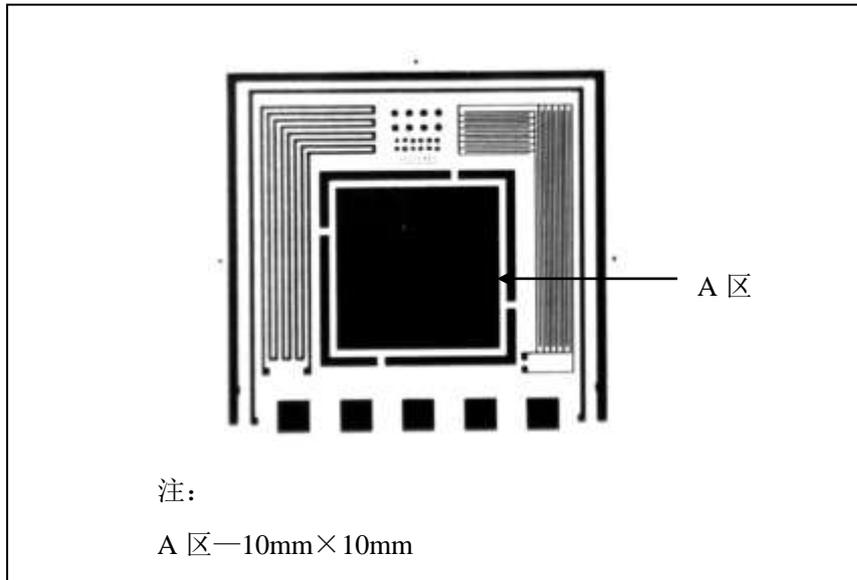


图 B.1 固化膜外观和铅笔硬度印刷网版示意图

B.2 片式电阻器用低温固化包封浆料击穿电压和绝缘电阻测试图形如图 B.2 所示：

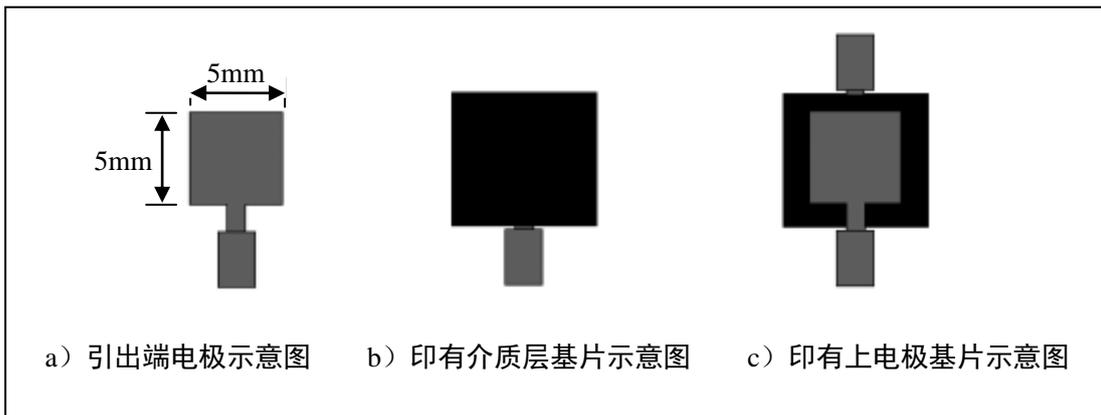


图 B.2 击穿电压和绝缘电阻印刷网板示意图

B.3 片式电阻器用低温固化包封浆料吸水率测试图形如图 B.3 所示：



图 B.3 吸水率印刷网版示意图

B.4 片式电阻器用低温固化包封浆料耐水煮和耐酸测试图形如图 B.4 所示：

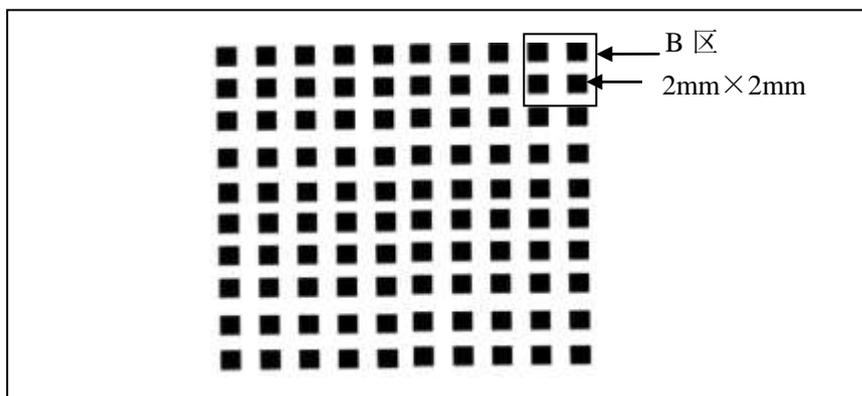


图 B.4 耐水煮和耐酸网版印刷示意图