

半導体封止用成形材料の試験方法

Test Methods of Molding Compounds for Encapsulation of Semiconductor Devices

1. **適用範囲** この規格は、半導体素子保護のための封止に用いるエポキシ樹脂成形材料(以下、封止材という。)の試験方法について規定する。

2. **引用規格** 次に掲げる引用規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版を適用する。

JIS B 7502 マイクロメータ

JIS B 7503 ダイアルゲージ

JIS B 7507 ノギス

JIS B 7601 はかり

JIS K 0101 工業用水試験方法

JIS K 0121 原子吸光分析通則

JIS K 0127 イオンクロマトグラフ分析通則

JIS K 6911 熱硬化性プラスチック一般試験方法

JIS K 7210 プラスチック 熱可塑性プラスチックのメルトマスフローレイト(MFR)及びメルトボリュームフローレイト(MVR)の試験方法

JIS Z 8801-1 試験用ふるい 第1部：金属製網ふるい

JIS Z 8802 pH測定方法

3. **定義** この規格で用いる主な用語の定義は、次による。

- a) **スパイラルフロー** 成形時の封止材の流れ易さを表す数値。渦巻き状の溝を彫り込んだ試験金型を用いてトランスファ成形し、流れが止まったときの封止材の長さで表す。
- b) **溶融粘度** 加熱によって溶融状態にある封止材の粘度。規定温度に加熱した金型に充填した封止材に一定荷重をかけ、プランジャの降下距離と時間との関係から得られた粘度の最小値をいう。
- c) **ゲル化時間** 封止材を一定温度で加熱したとき、熱板法では溶融してから流動性又は粘着性を失うまでの時間。トルク計測法では増粘するまでの時間。
- d) **ばり(フラッシュ)** 成形用金型の上型と下型との合わせ目の隙間からはみ出した硬化物。
- e) **アセトン不溶分(ゲル化物)** 成形前の封止材をアセトンに溶解させ、標準ふるいでふるい分けしたときの残留物。
- f) **加圧吸水率** 一定時間飽和水蒸気中で加圧加熱処理したとき、処理前の成形品の質量に対する吸水による増加質量の比を百分率で表したものの。

4. 試料及び試験片の調製方法

4.1 試料の採取方法及び保管方法

4.1.1 **試料の採取方法** 試料は、品質が均一と見なすことができるロットからサンプリングし、密閉容器に入れる。

備考 結露に注意する。

4.1.2 **試料の保管条件** 試料の保管条件は、表1による。

4.2 **試験片の調製方法** 試験片は、4.2.1に規定する条件で、定められた形状及び寸法に成形し、気泡がなく表面が平滑なものに調製する。指定がある場合は、ポストキュアを行う。

4.2.1 **成形条件** 成形条件は、特に指定のない限り、次による。

- a) **金型温度** 金型温度は、170～180 とする。
- b) **トランスファ圧力** トランスファ圧力は、6～8 MPa とする。
- c) **硬化時間** 硬化時間は、45～120 秒とする。

4.2.2 **ポストキュア条件** ポストキュアの条件は、特に指定のない限り、次による。

- a) **温度** 温度は、170～180 とする。
- b) **時間** 時間は、4～8 時間とする。

4.2.3 **試験片の保管条件** 試験に使用するまでの試料及び試験片の保管は、特に指定のない限り表1に示す条件による。

冷蔵保管された試料の試験を行う場合には、試料温度が十分に常温に戻った後に行う。

表1 試料及び試験片の保管条件

試験項目	試 料			試 験 片		
	温度	相対湿度 %	時間 h	温度	相対湿度 %	時間 h
1. スパイラルフロー 2. 溶融粘度 3. ゲル化時間 4. ばり (フラッシュ) 5. アセトン不溶分 (ゲル化物) 6. 成形収縮率 7. 密度 8. 線膨脹係数及びガラス転移温度 9. 曲げ強さ及び曲げ弾性率 10. 体積抵抗率 11. 誘電率及び誘電正接 12. 熱伝導率 13. 加圧吸水率 14. イオン性不純物	23 ± 5	50 ± 15	24 以下	-	-	-
			72 以下	23 ± 5	50 ± 15	2 ~ 72

4.3 **試験の雰囲気** 試験の雰囲気は、温度 23 ± 5 ，相対湿度 (50 ± 15) % とする。

5. 試験方法

5.1 スパイラルフロー

5.1.1 装置

a) **トランスファプレス** 受渡当事者間の協定による成形温度、トランスファ圧力、トランスファ速度などの成

形条件を満足し、b) に規定する金型を使用できるもの。

b) **金型** 付図 1 に示す形状寸法の渦巻き状の流路をもつ金型。

参考 試験中は、金型の表面に離型剤及び表面処理剤を使用してはならない。

c) **はかり** 感量 0.1g 以上の精度をもつもの。

5.1.2 成形条件

a) **試料** 粉末状、顆粒状、タブレット又はタブレットを粉末状又は顆粒状に粉碎した試料を用いる。特に指定のない限り、試料の量は、成形終了時のカルの厚さが 1～3.5mm の範囲になるようにする。

b) **金型温度** 金型温度は、 170 ± 3 、 175 ± 3 又は 180 ± 3 とする。

c) **トランスファ圧力** トランスファ圧力は、 $6.0 \pm 0.22 \sim 12.0 \pm 0.22$ MPa とする。

d) **プランジャ速度** プランジャ速度は、無負荷のとき 15～60 mm/s とする。

e) **プランジャ直径** プランジャ直径は、30～50 mm とする。

f) **プレヒート** なしとする。

5.1.3 **方法** 次に示す手順に従って成形し、測定する。

a) 金型を規定温度 ± 3 に加熱する。

b) カルの厚さが 1～3.5 mm の範囲になるようあらかじめ決めた量の樹脂を 0.1 g の精度ではかりとる。

c) プランジャを上げ、樹脂をポットに投入し、すぐにトランスファ成形を開始する。

d) プランジャの動きが停止し、所定の硬化時間が経過したら金型を開き成形物を取り出す。

e) 成形物先端の光沢のある部分までの長さ、又は光沢のある部分の長さに、その先の密度の低い部分の長さの 1/2 を加えた数値を読み取る。

もし、カルの厚さが 1～3.5 mm の範囲になければ、この試験結果は採用せず、必要な投入量を調整して試験を繰り返す。また、著しいばりが発生したときは、金型の状態など試験状態を確認する。

5.1.4 **報告** 試験は 2 回以上行い、その平均値を求める。結果は、センチメートル (cm) 単位で表し、整数位で報告する。併せて、試料の状態、金型温度及び読み取り方法を報告する。

5.2 溶融粘度

5.2.1 装置

a) **試験機** 一定温度及び一定荷重で作動させる押し出し形の流れ試験機。その一般的な構造を付図 2 に示す。

備考 この試験機は、JIS K 7210 の参考試験と同等の試験機である。

b) **ピストン** ピストンは、金属製であって、断面積が 1.0 cm^2 のものとする。

c) **シリンダ** シリンダは、垂直に固定した金属製の円筒で、加熱できる構造のもの。ピストンとシリンダ内径とのクリアランスが 0.05 mm 以下となる寸法のもの。

d) **ダイ** ダイは、金属製であって、ノズル寸法が直径 0.5 mm で長さ 1.0 mm 又は直径 1.0 mm で長さ 10 mm のもの。

e) **タブレット成形機** タブレット金型を用いてタブレットを成形できる圧縮型成形機。

f) **タブレット金型** 直径 10.0 ± 1.0 mm の円柱状のタブレットを成形できるもの。

g) **はかり** 感量 0.1g 以上の精度をもつもの。

5.2.2 測定条件

a) **試料** 試料を規定量 ± 0.1 g 採取し、タブレット成形機及び金型を用いて常温で成形したタブレットを試料とする。

b) **シリンダ温度** シリンダ温度は、 170 ± 3 、 175 ± 3 又は 180 ± 3 とする。

5.2.3 方法 シリンダ温度を規定温度 ± 3 に加熱し、そのシリンダの試料そう入孔にタブレット状の試験片を入れ、 1.0 ± 0.1 MPaの圧力でピストンを加圧し、試料をダイのノズルから流出させ付図3の流動曲線を求める。その流動曲線から時間当たり最大のピストン変位量となるところの傾斜角度(θ)を求める。

5.2.4 計算 次の式によって熔融粘度を算出する。

$$\eta = \frac{\pi PR^4}{8L(\tan \theta \times S)}$$

ここに、 η : 熔融粘度 (Pa・s)

P : ピストンの圧力 (Pa)

R : ノズルの半径 (cm)

L : ノズルの長さ (cm)

S : ピストンの断面積 (cm²)

$\tan \theta$: 付図3の流動曲線の最大傾斜部の傾き (cm/s)

π : 円周率 (3.14)

5.2.5 報告 試験は2回以上行い、その平均値を求める。結果は、パスカル秒 (Pa・s)の単位で表し、有効数字2桁以上で報告する。併せて、ノズルの寸法およびシリンダ温度を報告する。

5.3 ゲル化時間 ゲル化時間の測定は、熱板法、トルク計測法のいずれかによる。

5.3.1 熱板法

5.3.1.1 装置及び器具

- 熱板** 直径10 cm以上の金属製板で、表面温度を規定温度 ± 3 に保持できるもの。
- 温度計** 1 以上の感度の温度計。
- ストップウォッチ** 0.1秒まで読取りができるもの。
- 粉碎器具** 封止材タブレットを粉末状又は顆粒状に粉碎するのに適したもの。
- 金属製ヘラ** 受渡当事者間の協定によるもの。
- はかり** 感度0.1 g以上の精度をもつもの。

5.3.1.2 測定条件

- 試料** 試料は、粉末状又は顆粒状のものを使用する。タブレットは、粉碎して粉末状又は顆粒状にする。
- 熱板温度** 熱板温度は、 170 ± 3 、 175 ± 3 又は 180 ± 3 とする。

5.3.1.3 方法

方法は、次によって行う。

- 熱板を規定温度 ± 3 に加熱しておく。
- 試料0.5~2.0 gの範囲で使用する。
- 採取した試料を熱板に載せ、ストップウォッチでの時間読みを開始する。
- 金属製ヘラでかき混ぜ、試料に粘着性がなくなり熱板から、は(剥)がれるようになった時又は粘着性がなくなった時にストップウォッチを停止させる。この時間をゲル化時間とする。

5.3.1.4 報告 試験は2回以上行い、その平均値を求める。結果は、秒単位で表し整数位で報告する。併せて、熱板温度を報告する。

5.3.2 トルク計測法

5.3.2.1 装置及び器具

- トルク測定装置** 封止材のゲル化による粘度変化をトルク変化として測定できる測定装置。
- ダイ** 付図4に示す形状寸法の放射状の溝を設けた金型。

- c) **温度計** 1 以上の感度の温度計。
- d) **時計** 0.1 秒まで計れるもの。
- e) **はかり** 感量 0.1 g 以上の精度をもつもの。

5.3.2.2 測定条件

- a) **試料** 試料は粉末状，顆粒又はタブレットを使用する。
- b) **ダイ温度** ダイ温度は， 170 ± 3 ， 175 ± 3 又は 180 ± 3 とする。

5.3.2.3 方法

方法は，次によって行う。

- a) トルク測定装置のダイが規定の温度 ± 3 になっていることを表面温度計で確認する。
- b) 必要体積（金型のキャピティの容積）の 1.05 ~ 1.2 倍に相当する試料の質量を ± 0.1 g ではかる。
- c) ダイ金型が閉じた時点からトルクが 9.8 mN・m になるまでの時間をゲル化時間とする。ゲル化時間は 0.1 秒単位ではかる。

5.3.2.4 **報告** 試験は 2 回行い，その平均値を求める。結果は，秒単位で表し整数位で報告する。併せて，ダイ温度を報告する。

5.4 ばり

5.4.1 装置

- a) **トランスファプレス** 受渡当事者間の協定による成形温度，トランスファ圧力，トランスファ速度などの成形条件を満足し，b) に規定する金型を使用できるもの。
- b) **金型** 付図 5 に示す形状寸法の浅い溝を設けた金型。
- c) **寸法測定器** JIS B 7507 に規定するノギスで，最小読取り値 0.02 mm 又はこれと同等以上の精度をもつもの。
- d) **はかり** 感量 0.1 g 以上の精度をもつもの。

5.4.2 成形条件

- a) **試料** 試料は，粉末状，顆粒状又はタブレットを使用する。
- b) **金型温度** 金型温度は， 170 ± 3 ， 175 ± 3 又は 180 ± 3 とする。
- c) **トランスファ圧力** トランスファ圧力は， $6.0 \pm 0.3 \sim 12.0 \pm 0.3$ MPa とする。
- d) **トランスファ時間** トランスファ時間は，20 秒以内とする。

5.4.3 方法

次に示す手順に従って成形し，測定する。

- a) 金型を規定温度 ± 3 に加熱する。
- b) カルの厚さが 4 ± 2 mm になるようあらかじめ決めた量の試料を 0.1 g の精度ではかりとる。
- c) プランジャを上げ，樹脂をポットに投入し，すぐにトランスファを開始する。
- d) プランジャの動きが停止し，所定の硬化時間が経過したら金型を開き，金型の溝に流れたばりの先端までの長さを 0.1mm 単位で読み取る。

5.4.4 **報告** 試験は 1 回行い，受渡当事者間の協定による溝の，ばりの長さの平均値を求める。結果は，ミリメートル (mm) 単位で表し小数第 1 位まで報告する。併せて，金型温度を報告する。

5.5 アセトン不溶分（ゲル化物）

5.5.1 装置及び器具

- a) **ふるい** JIS Z 8801-1 に規定する目開き 150 μ m 又は 212 μ m のもの。
- b) **容器** アセトンに不溶な容器。
- c) **溶解装置** マグネチックスターラ，振とう機などの，試料を十分に分散させアセトンに溶解させることができる適切な装置。

d) **はかり** 感量 0.1 mg 以上の精度をもつもの。

5.5.2 **アセトン** 試験結果に影響をあたえる異物を含まない試薬級のもの。

参考 アセトンは、JIS K 8034 アセトン(試薬)に規定されているもので、一般的に試薬として販売されている不純物含有量の少ないものを使用するのが望ましい。

5.5.3 **試料** 粉末状、顆粒状又はタブレット状の材料を使用する。

5.5.4 **方法** 方法は、次によって行う。

- a) 試料 100 ± 5 g を容器にとる。
- b) 約 200 cm^3 のアセトンを加える。
- c) 溶解装置に容器を装着後、試料がアセトンに十分溶解する時間で溶解させる。
- d) 容器内の内容物をふるい上に移す。
- e) ふるい上の残留物の減少が目視で認められなくなるまでアセトンで洗う。
- f) 乾燥後、残留物の質量を 0.1 mg まではかる。

5.5.5 **報告** 試験は 1 回行う。結果は、質量百万分率 (ppm) の単位で表し整数位で、質量百分率 (%) の単位で表し小数第 4 位まで又はミリグラム (mg) の単位で表し小数第 1 位まで報告する。必要により、使用したふるいの目開きを報告する。

5.6 成形収縮率

5.6.1 装置

- a) **トランスファプレス** 受渡当事者間の協定による成形温度、トランスファ圧力、トランスファ速度などの成形条件を満足し、b) に規定する金型を使用できるもの。
- b) **金型** 付図 6-a) 又は付図 6-b) に示す形状寸法に成形できるもの。
- c) **寸法測定器** JIS B 7502 に規定するマイクロメータ、ノギス又はこれと同等以上の精度をもつもの。

5.6.2 **方法** 方法は、次によって行う。

- a) **試験片の調製** 5.6.1 a) に規定する成形条件で、付図 6 a) 又は付図 6 b) に示す形状・寸法に成形する。
- b) **測定方法** 金型温度 23 ± 5 のときの試験片に対応するキャピティ部の長さを 5.6.1 に規定する測定器で 0.01 mm まで測定する ($D_1 \sim D_4$ 又は D)。その金型を用いて成形を行い、成形後直ちに試験片を金型から取り出し、 23 ± 5 まで冷却する。

冷却後試験片の長さを 5.6.1 で規定する測定器で 0.01 mm まではかる ($d_1 \sim d_4$ 又は d)。

c) **計算** つぎの式によって、成形収縮率を算出する。

1) 付図 6-a の金型を用いた場合

$$MS = \frac{1}{4} \left(\frac{D_1 - d_1}{D_1} + \frac{D_2 - d_2}{D_2} + \frac{D_3 - d_3}{D_3} + \frac{D_4 - d_4}{D_4} \right) \times 100$$

ここに、 MS : 成形収縮率 (%)

$d_1 \sim d_4$: 試験片の外径

$D_1 \sim D_4$: 対応する金型のキャピティの内径

2) 付図 6-b の金型を用いた場合

$$MS = \frac{D - d}{D} \times 100$$

ここに、 MS : 成形収縮率 (%)

d : 試験片の長さ

D : 対応する金型のキャビティの長さ

5.6.3 **報告** 試験は2個以上行う。結果は、その平均値を百分率(%)で表し小数第2位まで報告する。必要により、用いた金型の種類を報告する。

5.7 密度

5.7.1 装置及び器具

- a) **温度計** 1 単位で目盛表示があるもの。
- b) **金属細線** 直径0.1 mm 下のもの。
- c) **容器** 透明な容器。
- d) **容器架台** 浮力を測定するのに適した容器の架台。
- e) **はかり** 感量0.1 mg 以上の精度をもつもの。
- f) **浸せき液** 試験に使用前、煮沸して空気を追い出した蒸留水又は脱イオン水。

5.7.2 **試験片** 質量1~10 gの板状又はブロック状の、気泡がなく、表面が滑らかな成形品。指定がある場合は、ポストキュアを行ったもの。

5.7.3 **方法** 方法は、次によって行う(付図7参照)

- a) 試験片の質量を 23 ± 5 の空気中で、1 mg まで正確にはかる(M)。
- b) 浸せき液(水)を容器に入れ、 23 ± 5 に保つ。
- c) この容器を、はかり皿に触れないように置いた架台に載せる。
- d) 試験片を金属細線の一端で結び、この部分を浸せき液に浸す。
- e) 金属細線の他端を、試験片の底部が容器の底から浮いた状態になるように、はかりにつるす。この状態での「未補正質量」^{注)}を、1 mg までのはかる(M_1)。
- f) 金属細線を試験片から外し、これをe)のときと同じ状態にして、金属細線だけをつるした状態での「未補正質量」を質量を1 mg まで正確にはかる(c)。

5.7.4 **計算** 次の式によって密度を算出する。

$$d = \frac{M}{M - M_1 + c} \times d_w$$

ここに、 d : 試験片の密度 (g/cm^3)

M : 試験片の空気中における質量 (g)

M_1 : 試験片を金属細線で浸せき液につり下げたときの「未補正質量」(g)

c : 金属細線だけを浸せき液につり下げたときの「未補正質量」(g)

d_w : 浸漬液(水)の測定温度における密度 (g/cm^3)、ちなみに、 23 における蒸留水の密度は、 0.9976 (g/cm^3) である。

注)「未補正質量」とは、浸漬液による浮力を受けた状態で測定された見かけの質量値を意味する。参照：JIS K7112 (プラスチック - 非発泡プラスチックの密度及び比重の測定方法)

5.7.5 **報告** 試験は1回行う。結果は、グラム毎立方センチメートル (g/cm^3) の単位で表し小数第2位まで報告する。

5.8 線膨張係数及びガラス転移温度

5.8.1 装置

- a) **成形機** トランスファプレス
- b) **成形金型** 断面積 $10 \sim 50 \text{ mm}^2$ の台形，円形又は方形で，長さ $15 \sim 30 \text{ mm}$ の角柱又は円柱の試験片がとれる金型。
- c) **寸法測定器** JIS B 7502 に規定するマイクロメータ，又はこれと同等以上の精度をもつもの。
- d) **熱機械分析装置** TMA (Thermal Mechanical Analysis) 装置又はこれと同等以上の装置。

5.8.2 測定条件

- a) **試験片** 断面積 $10 \sim 50 \text{ mm}^2$ の台形，円形又は方形で，長さ $10 \sim 30 \text{ mm}$ の角柱又は円柱の端面を平滑に仕上げたもの。
- b) **荷重** 荷重は， 0.05 N 又は 0.1 N とする。
- c) **昇温速度** 昇温速度は， 2 /分 ， 5 /分 又は 10 /分 とする。

5.8.3 方法

方法は，次によって行う。

- a) 試験片の長さをマイクロメータで 0.01 mm まではかる。
- b) 試験片を TMA 試料ホルダに置き，規定の荷重及び昇温速度で $250 \text{ }^\circ\text{C}$ 以上まで加熱する。
- c) 温度及び寸法変化量を記録する。

5.8.4 作図

得られた温度と寸法変化量から付図 8 の温度 - 変位曲線を作図し，2 本の接線を引きその交点を求める。

5.8.5 計算

- a) **線膨張係数** 次の式によって線膨張係数 α_1 及び α_2 を計算する。

$$\alpha_1 = \frac{\Delta L_1}{L \times \Delta T_1}$$

$$\alpha_2 = \frac{\Delta L_2}{L \times \Delta T_2}$$

ここに， α_1 ：ガラス転移温度以下での線膨張係数 (1/)

α_2 ：ガラス転移温度以上での線膨張係数 (1/)

L ：試験片の初期の長さ (mm)

T_1 ： $60 \sim 90$ の温度範囲とする。

T_2 ： $220 \sim 250$ の温度範囲とする。

L_1 ： T_1 における長さの変化量 (mm)

L_2 ： T_2 における長さの変化量 (mm)

ただし， T_1 及び T_2 は，受渡当事者間で取り決めた条件でもよい。

- b) **ガラス転移温度 (T_g)** 接線の交点から垂線を下ろした温度をガラス転移温度 T_g とする。

5.8.6 報告

試験は 1 回行う。ガラス転移温度は， で表し整数位で，線膨張係数は，1/ の単位で表し有効数字 2 桁まで報告する。

5.9 曲げ強さ及び曲げ弾性率

5.9.1 装置及び器具

- a) **成形機** トランスファプレス

- b) **成形金型** 付図 6-b) に示す，長さ (L) 80 mm 以上，高さ (h) $4 \pm 0.2 \text{ mm}$ ，幅 (W) $10 \pm 0.5 \text{ mm}$ の試験片，又は長さ (L) 127 mm 以上，高さ (h) $6.5 \pm 0.2 \text{ mm}$ ，幅 (W) $12.6 \pm 0.5 \text{ mm}$ の試験片を成形できる金型。

c) 試験機

- 1) **本体** クロスヘッド速度を一定に保持できる適切な材料試験機。この場合、その材料試験機の標準荷重に対して許容誤差が $\pm 1\%$ で、破断時の荷重がその容量の15%以上、85%以下に相当するもの。
- 2) **加圧くさび治具** 付図9に示す、先端に $R5 \pm 0.1$ mmの丸みをもった金属製のもの。
- 3) **支点治具** 付図9に示す、先端に $R2 \pm 0.2$ mmの丸みをもち、支点間距離を適切に調整できる金属製のもの。
- d) **寸法測定器** JIS B 7502に規定するマイクロメータ、又はこれと同等以上の精度をもつもの。

5.9.2 測定条件

- a) **試験片** 付図6-b)に示す、長さ(L) 80 mm以上、高さ(h) 4 ± 0.2 mm、幅(W) 10 ± 0.5 mmの試験片、又は長さ(L) 127 mm以上、高さ(h) 6.5 ± 0.2 mm、幅(W) 12.6 ± 0.5 mmの成形品。指定がある場合は、ポストキュアを行ったもの。
- b) **支点間距離(L_v)** 64.0 ± 0.5 mm 又は 100.0 ± 1.0 mm
- c) **クロスヘッド速度(S)** 1.5 ± 0.2 mm/min, 2.0 ± 0.2 mm/min 又は 3.0 ± 0.4 mm/min

5.9.3 方法

方法は、次によって行う。

- a) 試験片の高さおよび幅を、寸法測定器を用いてそれぞれ0.01 mmまで正確にはかる。
- b) 試験片を規定の支点間距離(L_v)で支える。
- c) 付図9に示すように支点間距離の中央加圧くさびで荷重を加え、試験片が破断したときの荷重(P)を1 Nまで測定する。
- d) 試験片の破断した箇所が、支点間距離を3等分したときの中央部ではない場合には、これを採用しないで再試験する。
- f) 荷重 - たわみ曲線を作図する(付図10参照)。

5.9.4 計算

5.9.4.1 曲げ強さ

次の式によって算出する。

$$\sigma = \frac{3PL_v}{2Wh^2}$$

ここに、 σ : 曲げ強さ (Pa)

P : 試験片が破断したときの荷重 (N)

L_v : 支点間距離 (mm)

W : 試験片の幅 (mm)

h : 試験片の高さ (mm)

5.9.4.2 曲げ弾性率

次の式によって算出する。

$$E = \frac{L_v^3}{4Wh^3} \times \frac{F}{Y}$$

ここに、 E : 曲げ弾性率 (Pa)

L_v : 支点間距離 (mm)

W : 試験片の幅 (mm)

h : 試験片の高さ (mm)

F/Y : 荷重 - たわみ曲線の直線部分のこう配 (N/mm)

- 5.9.5 報告** 試験は2回以上行う。曲げ強さは、平均値をメガパスカル (MPa) の単位で表し整数位で報告する。曲げ弾性率は、平均値をギガパスカル (GPa) の単位で表し整数位で報告する。

5.10 体積抵抗率

5.10.1 装置

- a) **電極** 付図 11 に示す形状の導電性ペイント、金属はく又は導電性ゴム。
- b) **絶縁抵抗測定器** JIS K 6911 に規定するもの。
- c) **寸法測定器**
 - 1) **マイクロメータ** JIS B 7502 に規定するマイクロメータ、又はこれと同等以上の精度をもつもの。
 - 2) **ノギス** JIS B 7507 に規定するノギスで、最小読取り値 0.02 mm 又はこれと同等以上の精度をもつもの。

5.10.2 **試験片** 直径 50 mm 又は 100 mm、厚さ 1~3 mm の円板に成形したもの。

5.10.3 **方法** 方法は、次によって行う。

- a) 試験片の厚さを外側マイクロメータで 0.01 mm まで正確にはかる。
- b) 試験片に付図 11 に示す電極を形成する。その際、電極は試験片に密着させる。
- c) 主電極内円の外径をノギスで 0.1 mm までのはかる。
- d) 電極を付図 12 に示す回路に接続する。
- e) この回路に電圧 500 V を印加し、1 分後の電流値を測定する。

5.10.4 **計算** 次の式によって体積抵抗率を算出する。

$$R_V = \frac{500}{I_V}$$

$$\rho_V = \frac{\pi d^2}{4t} \times R_V$$

ここに、 I_V : 測定された電流値 (A)

ρ_V : 体積抵抗率 (Ωm)

d : 主電極の内円の外径 (m)

t : 試験片の厚さ (m)

R_V : 体積抵抗 (Ω)

π : 円周率 (3.14)

5.10.5 **報告** 試験は 1 回行う。結果は、オームメートル (Ωm) 又は (Ωcm) の単位で表し、有効数字 1 桁以上で報告する。

5.11 **誘電率及び誘電正接** 誘電率及び誘電正接の測定は、JIS K 6911 の 5.14 (誘電率及び誘電正接) に規定するブリッジ法又は電圧上昇比率法 (Qメータ法) による。

5.11.1 装置

- a) **自動読取り測定装置又はQメータ** 測定装置は、誘電率及び誘電正接いずれも $\pm 5\%$ の精度をもつもの。
- b) **寸法測定器**
 - 1) **マイクロメータ** JIS B 7502 に規定する外側マイクロメータ又はこれと同等以上の精度をもつもの。
 - 2) **ノギス** JIS B 7507 に規定するノギスで、最小読取り値 0.02 mm 又はこれと同等以上の精度をもつもの。

5.11.2 **試験片** 直径 50 mm 又は 100 mm、厚さ 1~3 mm の円板に成形したもの。

使用する装置で指定されている場合には、指定された大きさの金属はく又は導電性ペイントの電極を装着する。

5.11.3 **方法** 方法は、次によって行う。

- a) 試験片の厚さを外側マイクロメータで 0.01 mm まで正確にはかる。
- b) 試験片に付図 13 に示す電極を形成する。その際、電極は試験片に密着させる。
- c) 主電極内円の外径をノギスで 0.1 mm までのはかる。

- d) 電極を付図 14 に示す回路に接続する。
 e) 使用する装置が指定する方法に基づいて測定する。

- 1)ブリッジ法は、JIS K 6911 の 5.14.1 による。
- 2) 電圧上昇法は、JIS K 6911 の 5.14.2 による。

5.11.4 **計算** 使用する装置が指定した方法に基づいて計算する。装置に Q メータを用いている場合には、JIS K 6911 の 5.14.3(5)に基づいて計算する。

5.11.5 **報告** 試験は 1 回行う。誘電率は小数第 1 位まで、誘電正接は小数第 3 位まで報告する。併せて、測定時の周波数を報告する。

5.12 熱伝導率

5.12.1 **装置** 装置は、熱伝導率を 0.4 ~ 10 W/m²·K の範囲において精度 ±5 % 以内で測定できるもの。

5.12.2 **試験片** 使用する装置が指定する形状の試験片を用いる。

5.12.3 **方法** 使用する装置が指定した方法に従い測定する。

5.12.4 **報告** 試験は 1 回行う。結果は、ワット毎メートルケルビン (W/m²·K) の単位で表し小数第 1 位まで報告する。

5.13 加圧吸水率

5.13.1 装置

- a) **プレッシャークッカー** 2 ~ 3 気圧 (121 ~ 133) の飽和水蒸気の雰囲気中で、連続 24 時間の加圧が可能な装置。
- b) **デシケータ** 乾燥剤入りのもの。
- c) **恒温槽** 指定された温度に設定し保持できるもの。
- d) **はかり** 感量 1 mg 以上の精度をもつもの。

5.13.2 **試験片** 直径 50 ± 1 mm , 厚さ 3 ± 0.2 mm の円板に成形したものをを用いる。

5.13.3 **方法** 方法は、次によって行う。

- a) 50 ± 2 に保った恒温槽中で 24 ± 1 時間、試験片の前処理を行う。
- b) 前処理後の試験片をデシケータ中で 23 ± 5 まで冷却し、その質量を 1 mg まで正確にはかる (M_1)。
- c) 蒸留水を使用したプレッシャークッカーで一定温度、一定圧力、一定時間の処理を行う。
- d) 取り出し後、試験片を 23 ± 5 の水中で 30 分間冷却し、乾燥した清浄なガーゼなどでふき、1 分間以内にその質量を 1 mg まで正確にはかる (M_2)。

5.13.4 **計算** 次の式によって加圧吸水率を算出する。

$$A = \frac{M_2 - M_1}{M_1} \times 100$$

ここに、 A : 加圧吸水率 (%)

M_1 : 加圧吸水前の試験片の質量 (g)

M_2 : 加圧吸水後の試験片の質量 (g)

5.13.5 **報告** 試験は、1 個の試験片で行う。結果は、百分率 (%) の単位で表し、小数第 1 位まで報告する。併せて、加圧処理圧力 (温度) 及び時間を報告する。

5.14 イオン性不純物

5.14.1 装置及び器具

- a) **成形プレス** 適切な金型を装備し、封止材を成形できるもの。
- b) **恒温槽** 規定の温度に設定し保持できるもの。
- c) **粉碎装置** 粉碎装置は、過度の局部発熱を起こさず、封止材を汚染させないもの。
- d) **ふるい** JIS Z 8801 に規定する目開き 150 μm 又は 212 μm のもの。
- e) **抽出容器** ふっ素樹脂加工した耐圧容器。
- f) **はかり** 感量 0.1 g 以上の精度をもつもの。
- g) **分析装置**
 - 1) 電気伝導率計
 - 2) pH 計
 - 3) フレーム光度計
 - 4) フレーム原子吸光分析装置
 - 5) イオンクロマトグラフ
 - 6) ICP

5.14.2 試薬

- a) **純水** 23 での電気伝導率が 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下の蒸留水又は脱イオン水。
- b) **標準液** 各項目において規定された試薬。

5.14.3 試料の調整

- a) 封止材は、4.2.1 で規定する成形条件で成形し硬化させる。
- b) 成形品を、粉碎装置を使用して粉碎する。
- c) 粉碎物をふるいでふるい分け、通り抜けたものを集めてこれを抽出処理に用いる。
- d) 集めた粉碎物を 5 ± 0.1 g 採取し、これを抽出容器に入れる。これに純水 50 ± 1 cm^3 を加える⁽¹⁾。
また、同時に空試験用として純水だけを入れた抽出容器を用意する。
- e) 規定の温度の恒温槽に入れ規定時間加熱する。
- f) 加熱後、恒温槽から抽出容器を取り出し常温まで冷却する。
- g) 冷却後、抽出容器を開け抽出液を回収して試料とする⁽²⁾。

注 (1) 粉碎物の濡れを向上させるため(湿潤強化)、試薬特級メタノール又はエタノールを容積分率 10 % 添加してもよい。

(2) 抽出液の量が最初に使用した純水に対して減少していることが確認された場合は、その抽出液を試料として採用しない。また、抽出処理前後の抽出容器の質量をはかることは、減少を明確に確認する良好な方法である。

備考 フレーム光度法、原子吸光法及びイオンクロマトグラフ法を用いる場合、試料内に固形物が混入しないようにすることが重要である。そのため抽出液を回収するとき、ろ過材又はろ紙を用いて固形物と分離することを推奨する。

また、測定に使用する抽出液は一回の処理で得ることも精度面において重要である。

5.14.4 測定

- a) **電気伝導率** JIS K 0101 の 12. (電気伝導率) の方法に従って測定する。
- b) **pH** JIS Z 8802 (pH 測定方法) によって測定する。
- c) **イオン性不純物**
 - 1) **ナトリウムイオン** JIS K 0101 の 47. (ナトリウム定量方法) 又は同等以上の精度をもつ定量方法によって測定する。

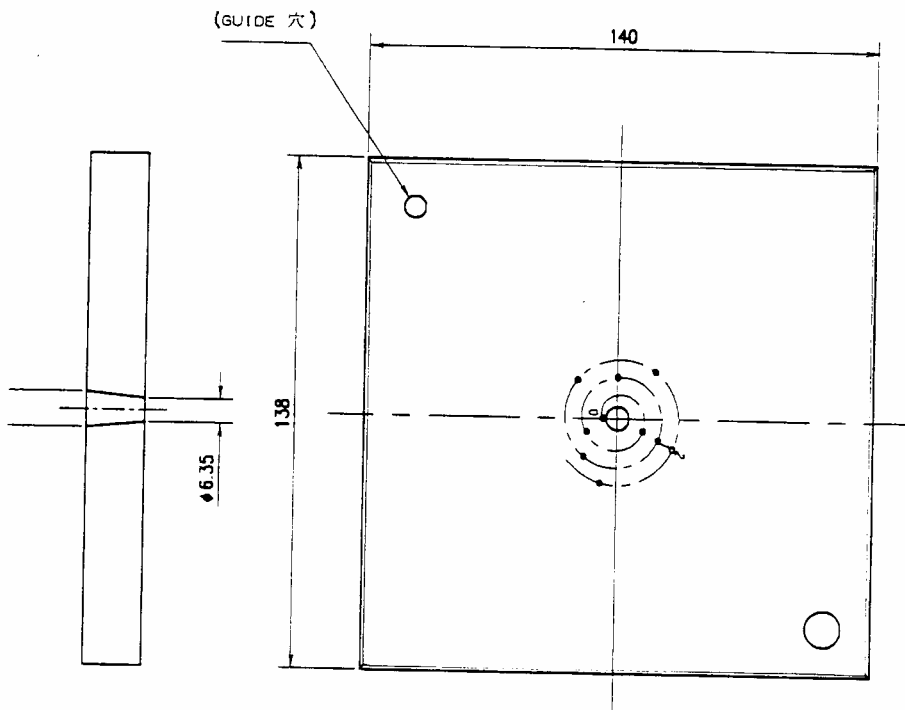
- 2) **カリウムイオン** JIS K 0101 の **48.**(カリウム定量方法)又は同等以上の精度をもつ定量方法によって測定する。
- 3) **塩化物イオン** JIS K 0101 の **32.**(塩化物イオン定量方法)又は同等以上の精度をもつ定量方法によって測定する。
- 4) **臭化物イオン** JIS K 0101 の **34.**(臭化物イオン定量方法)又は同等以上の精度をもつ定量方法によって測定する。

5.14.5 計算

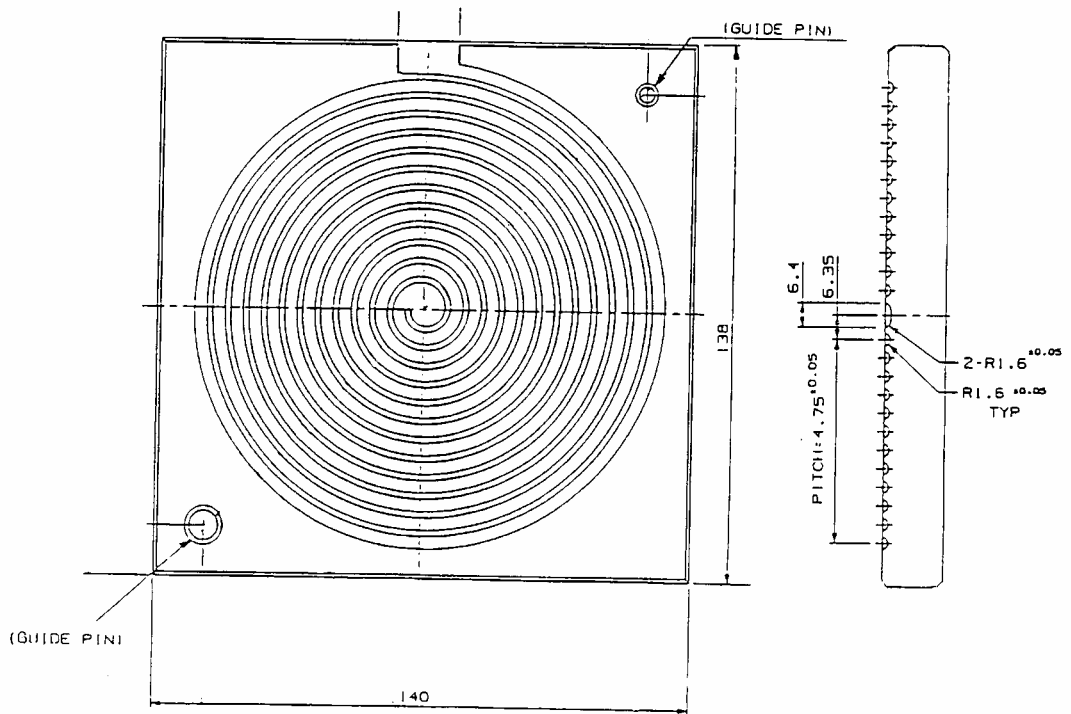
- a) 5.14.4 の測定で用いた各 JIS の規定に従って計算する。
- b) 各イオンの濃度は、実測値を 10 倍した値とする。
- c) アルコールを使用した場合は、添加量に応じた補正を行う。

5.14.6 報告

- a) 試験は 1 回行う。電気伝導率は、ミリジーメンス毎メートル (mS/m) の単位で表し整数位で、pH は、小数第 1 位まで、イオン性不純物は、質量百万分率 (ppm) の単位で表し整数位で報告する。
- b) 空試験の測定値を併記する。
- c) 測定に使用した分析装置及び使用したふるいの目開きを報告する。

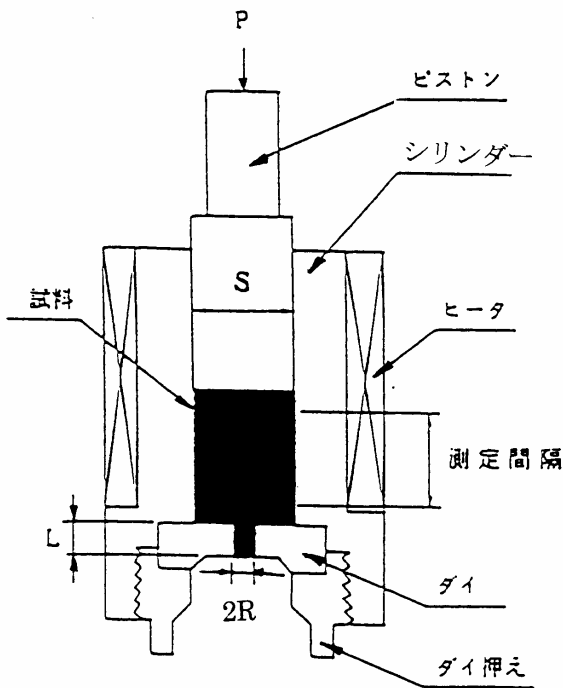


a) 上型 ハードクロムめっきのラッピング処理



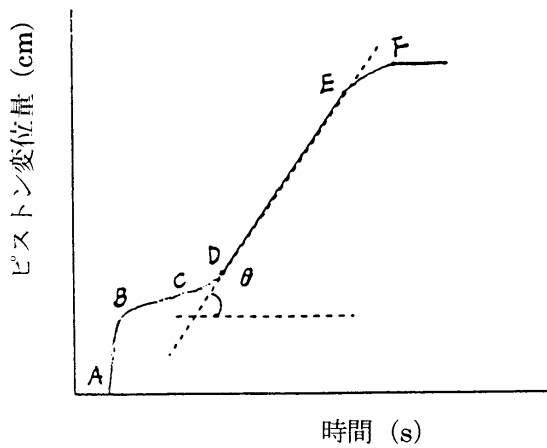
b) 下型 ハードクロムめっきのラッピング処理

付図1 スパイラルフロー金型



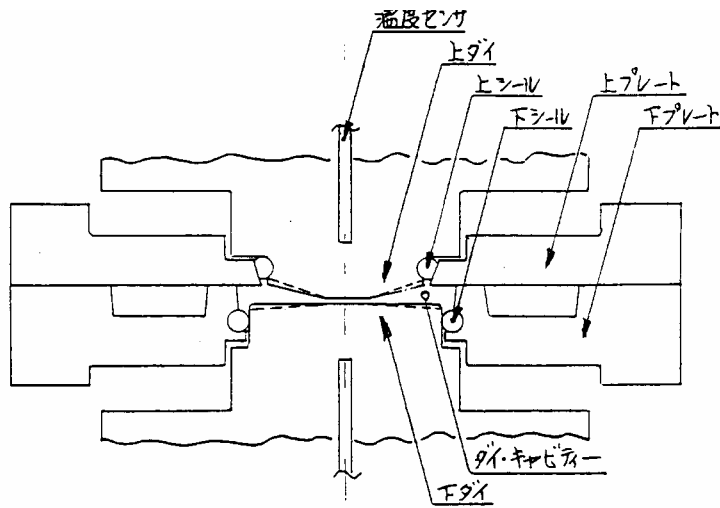
P : ピストンの圧力 (Pa)
 R : ノズルの半径 (cm)
 L : ノズルの長さ (cm)
 S : ピストンの断面積 (cm²)

付図2 溶融粘度測定用シリンダー部構造

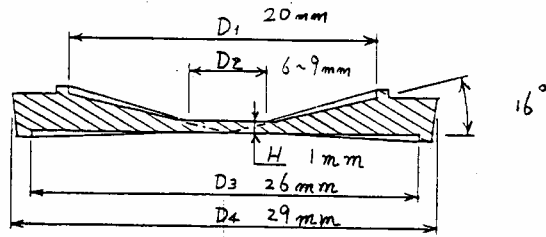


A : 始動点
 B : ピストン接触点
 C~D : 初期流出曲線
 D~E : 流出曲線 (溶融粘度計算領域)
 F : 流出停止点
 tan θ : 接線の傾き

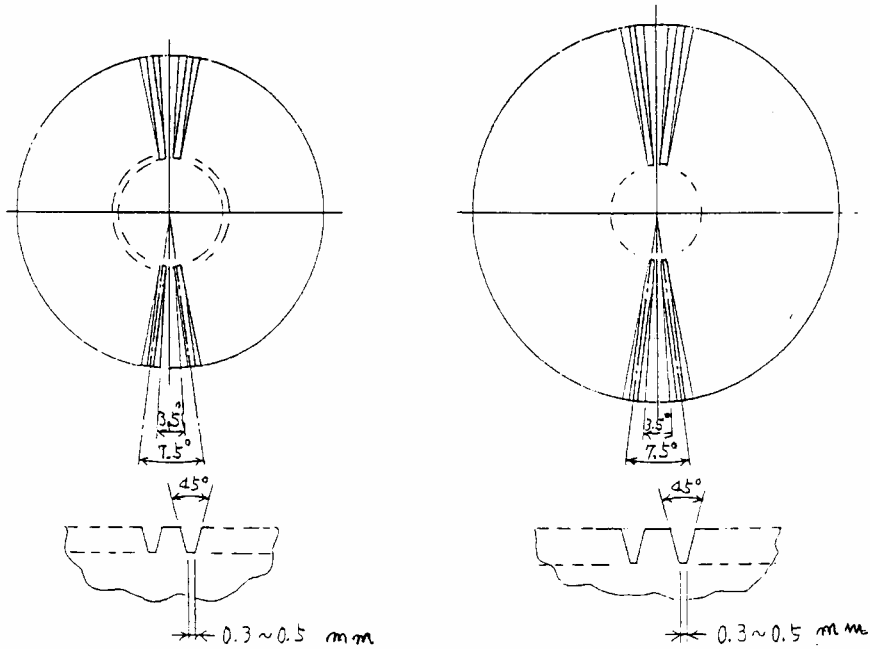
付図3 流動曲線図



a) 測定部形状及び各部名称

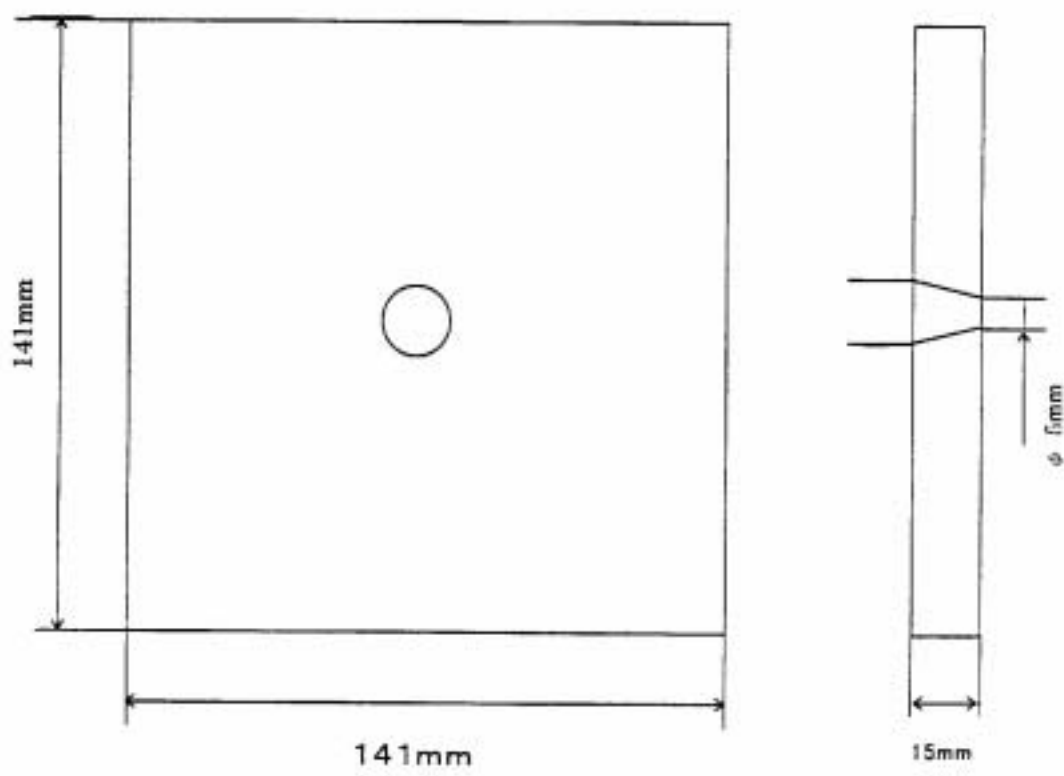


b) ダイキャピタリーの形状

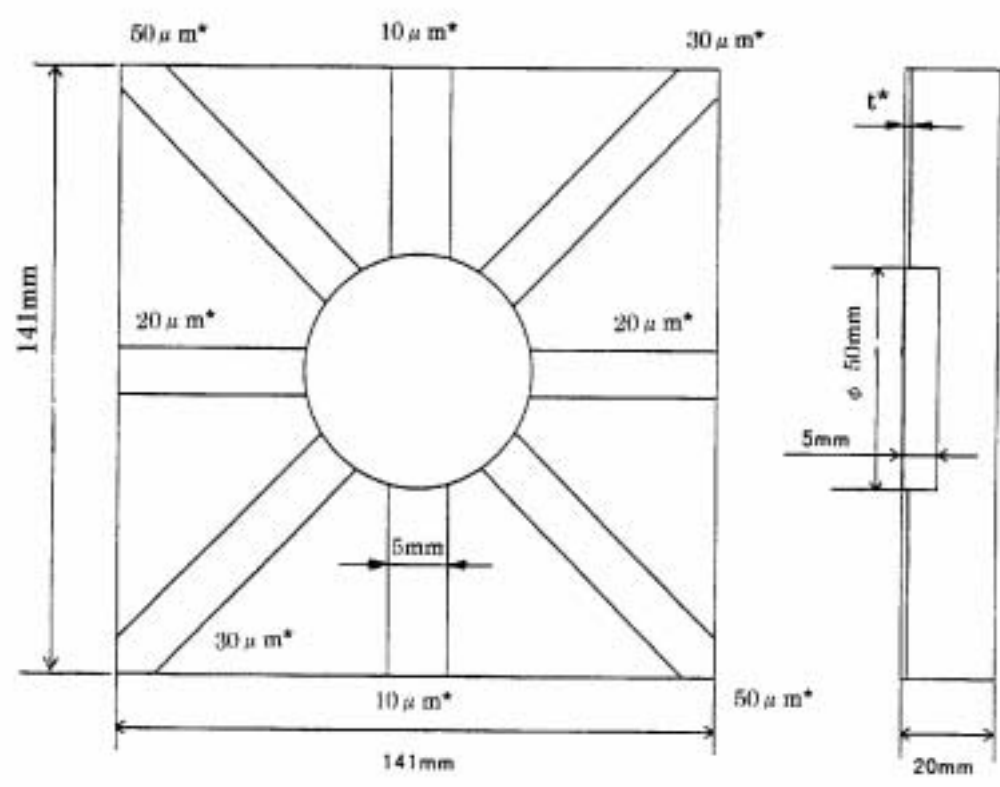


c) 上ダイ表面の溝の形状 (溝 48 本) d) 下ダイ表面の溝の形状 (溝 48 本)

付図4 密閉ダイ式硬化試験機 (コンプレート型) の測定部とダイキャピタリーの形状



a) 上型

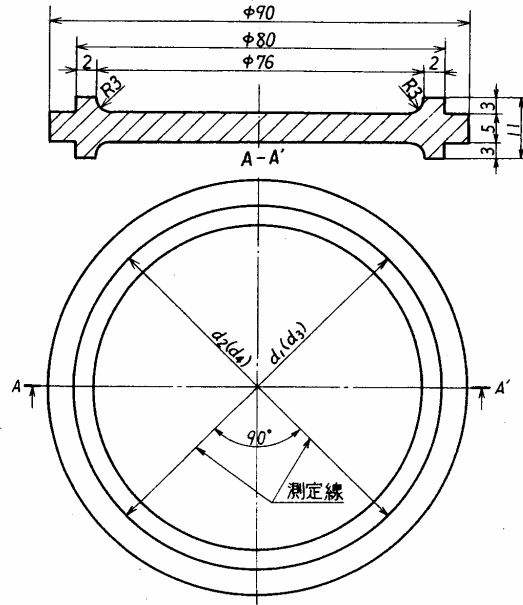


b) 下型

注* 溝の深さ 縮尺:乱尺

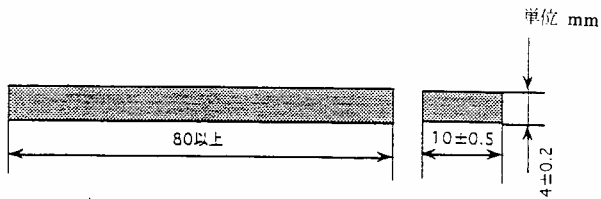
付図5 バリ金型 (参考)

単位 mm



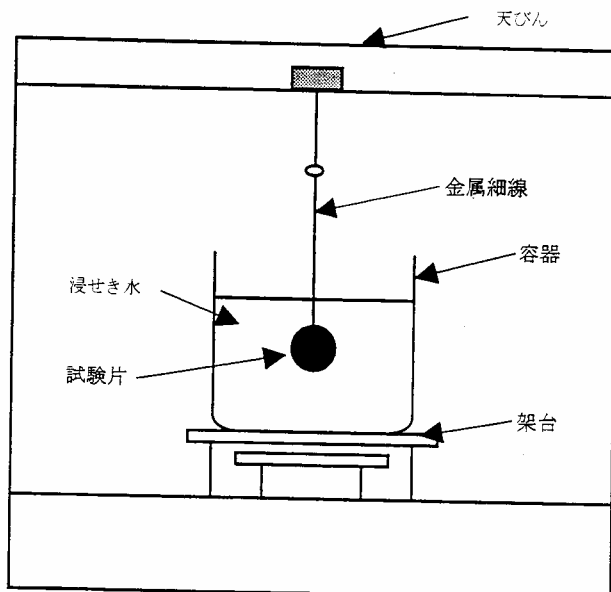
備考 (d_3) 及び d_4 は、裏面寸法を示す。

付図 6-a) 成形収縮率測定用試験片

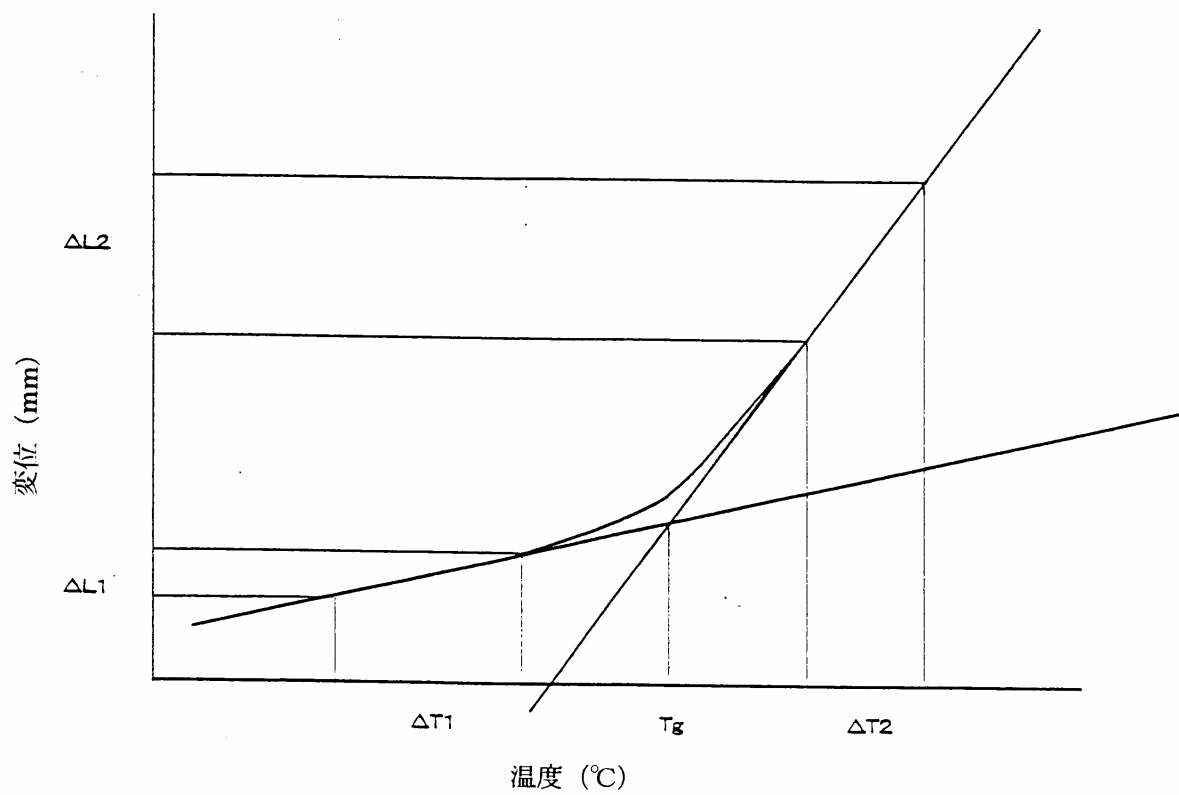


付図 6 成形収縮率及び曲げ強さ測定用試験片

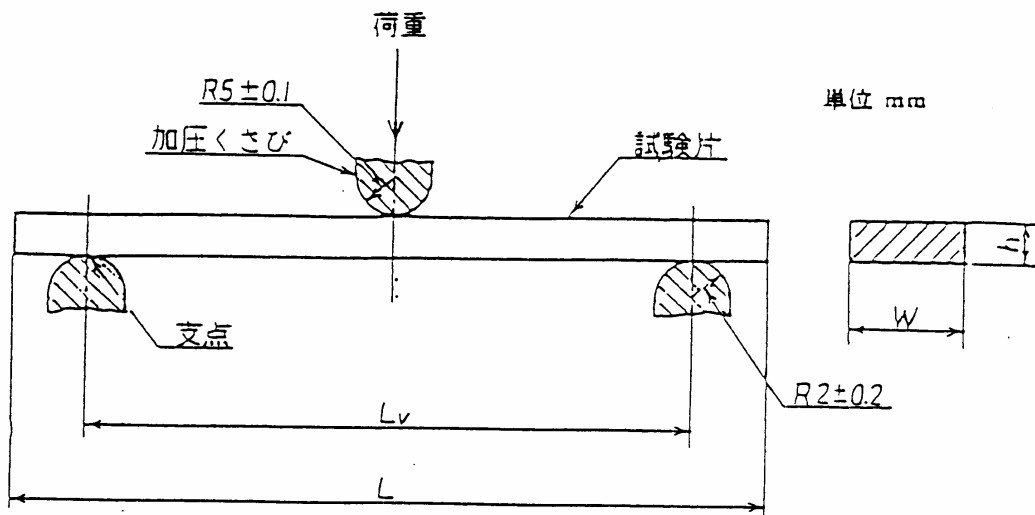
付図 6-b) 成形収縮率及び曲げ強さ測定試験片



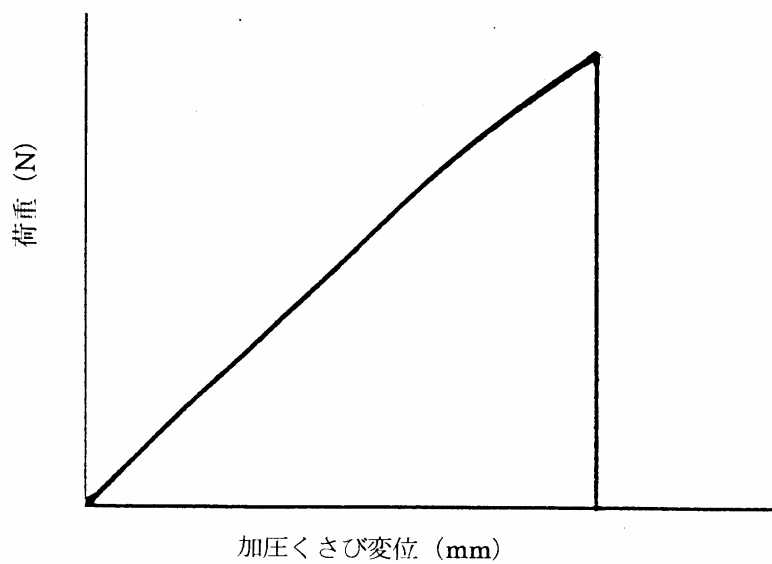
付図 7 密度測定方法



付図8 温度-変位曲線

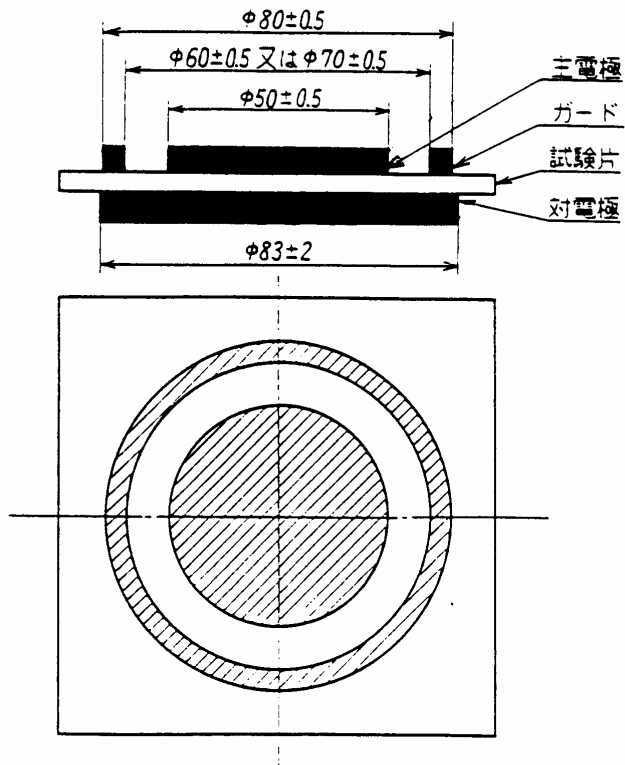


付図9 曲げ強さ試験方法

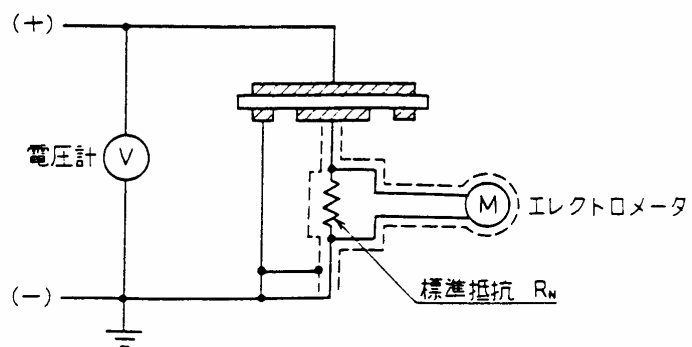


付図10 荷重-たわみ曲線

単位 mm

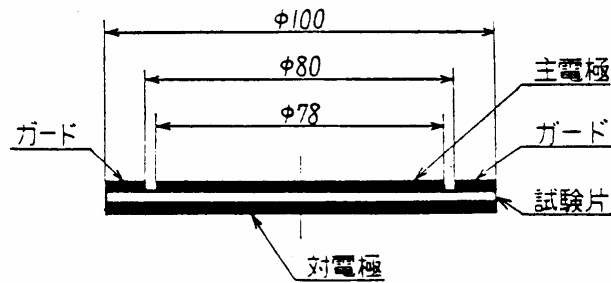


付図 1 1 体積抵抗率試験の電極配置

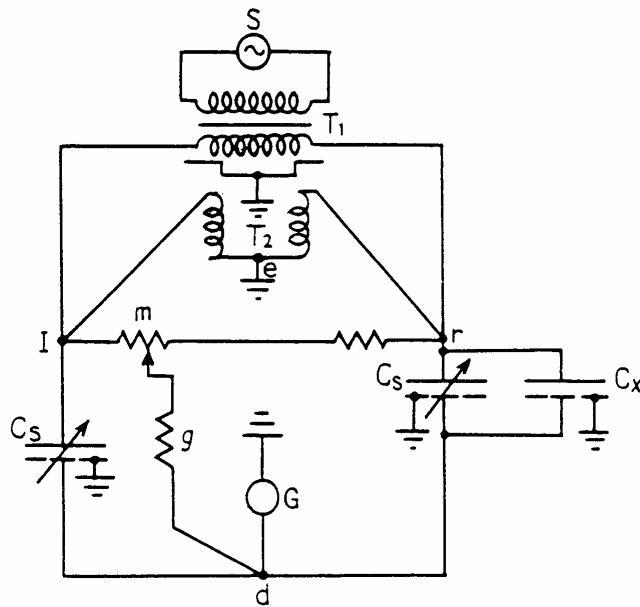


付図 1 2 体積抵抗率試験の接続回路

単位 mm



付図1 3 誘電率及び誘電正接試験の電極配置



付図 1 4 誘電率及び誘電正接試験の接続回路
(変成器ブリッジ法測定回路)

附属書（参考） 熱時硬さ

この参考は、本体に関連する試験方法を参考として記述するものであり、規定の一部ではない。

1. 定義

1.1 **熱時硬さ** 金型を開いた直後に測定した成形物の表面硬さ。硬化度の尺度とする。

2. **置装** 装置は、次のとおりとする。

a) **硬さ計** 硬さ計は、次のいずれかとする。

- バーコル硬さ計 JIS K 6911 の 5.16.2 に規定するバーコル硬さ計。
- ショアD硬さ計 JIS Z 2246 に規定するもの。
- デュロメータ JIS K 7215 に規定するもの。

b) **トランスファプレス** 受渡し当事者間の協定による成形温度，トランスファ圧力，トランスファ速度などの成形条件を満足し，c) に規定する金型を使用できるもの。

c) **金型** 3. に規定する試料の寸法を満足できる金型。

3. **試料** 厚さ 1.5 mm 以上，長さ及び幅が周辺から 3 mm 以上内側の範囲で 2～5 か所の測定ができるもの。

4. **方法** 型開き後ただちに，規定の硬さ計を用いて成形品の硬さを 2～5 か所測定する。

測定にあたっては，試料がしっかりした水平面におかれた状態にあり，また各々の測定点は 3 mm 以上離れていなくてはならない。各点での硬さ計の値を読み，その平均値を熱時硬さとする。

5. **報告** 次の事項を報告する。

a) 測定値の平均値

b) 硬さ計の種類及び形式

c) 成形条件（受渡当事者間の協定で取り決めた条件）

封止樹脂技術委員会			
	氏名	所属	
(委員)	赤坂 嘉之	住友ペークライト株式会社	
	新谷 修一	東レ株式会社	
	市川 雅哉	松下電工株式会社	
	内田 健	京セラケミカル株式会社	
	尾形 正次	日立化成工業株式会社	
	小畑 洋介	松下電工株式会社	
	萱場 啓司	東レ株式会社	
	佐藤 友康	日立化成工業株式会社	
	松原 郁也	信越化学工業株式会社	
	吉井 正樹	日立化成工業株式会社	
	吉田 哲夫	信越化学工業株式会社	
	(協力)	神山 博克	日東エレクトロニクス九州
		田端 晴夫	日東電工株式会社
(事務局)	中島 和秀	電気機能材料工業会	
	松永 文昭	同上	
	山岡 礼次郎	同上	
	吉田 芳郎	同上	

(注：名前記載：五十音順，敬称略)