

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102153863 A

(43) 申请公布日 2011. 08. 17

(21) 申请号 201010625077. X

(22) 申请日 2010. 12. 15

(30) 优先权数据

2009-283736 2009. 12. 15 JP

(71) 申请人 信越化学工业株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 盐原利夫 柏木努

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专  
利商标事务所 11038

代理人 任宗华

(51) Int. Cl.

C08L 83/04 (2006. 01)

C08K 3/36 (2006. 01)

H01L 33/56 (2010. 01)

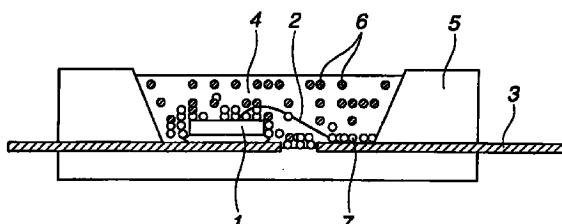
权利要求书 1 页 说明书 10 页 附图 1 页

(54) 发明名称

用于封装光学半导体元件和光学半导体器件  
的树脂组合物

(57) 摘要

一种包括二氧化硅基填料的树脂组合物，该  
二氧化硅基填料与可固化基础树脂的折光率差为  
 $\pm 0.03$ ，并具有不低于  $0.5\text{W/m}\cdot\text{K}$  导热率，和采用  
所述树脂组合物封装的发光二极管。树脂组合物  
优选通过能提供具有  $1.45\text{--}1.55$  折光率的固化产  
物的可固化有机硅树脂，和分散在其中的方晶石  
粉末制备。



1. 一种用于封装光学半导体元件的树脂组合物,其包括可固化树脂组合物和二氧化硅基填料,该二氧化硅基填料与可固化树脂组合物的固化产物的折光率差为±0.03,并具有至少0.5W/m·K的导热率。
2. 权利要求1中的树脂组合物,其进一步包括荧光物质。
3. 权利要求1中的树脂组合物,其中所述二氧化硅基填料的含量是5-150重量份,基于100重量份的可固化树脂组合物。
4. 权利要求1中的树脂组合物,其中所述二氧化硅基填料具有1.45-1.55的折光率。
5. 权利要求1中的树脂组合物,其中所述二氧化硅基填料具有方晶石结构。
6. 权利要求5中的树脂组合物,其中具有方晶石结构的所述二氧化硅基填料具有0.01-75μm的颗粒尺寸和0.8-1.0的球形度。
7. 权利要求1中的树脂组合物,其中可固化树脂组合物是可固化有机硅橡胶组合物。
8. 权利要求7中的树脂组合物,其中可固化树脂组合物是可加成固化有机硅橡胶组合物。
9. 一种光学半导体器件,其中光学半导体元件用权利要求1中树脂组合物的固化产物封装。

## 用于封装光学半导体元件和光学半导体器件的树脂组合物

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于封装光学半导体元件的树脂组合物。更具体地，本发明涉及一种用于封装光学半导体元件的树脂组合物，赋予固化产品具有好的透明度和热传导性，还涉及一种采用树脂组合物的固化产物封装的光学半导体器件。

### 背景技术

[0002] 任何用于涂敷和保护光学半导体元件例如发光二极管 (LED) 的树脂组合物，都要求提供透明的固化产物。通常使用包括环氧树脂如双酚 -A 型或脂环族环氧树脂和酸酐固化剂的组合物。（参见日本专利号 3241338 和 JP-A H7-25987）。

[0003] 然而，常规的透明环氧树脂由于其低的短波光透射性导致耐光性较差或由于光致降解而易于变色。为了解决这个问题，提出了一种涂敷和保护光学半导体元件的树脂组合物，该组合物包括在一个分子中含有至少两个碳 - 碳双键的含烯基的硅化合物，在一个分子中含有至少两个 SiH 基团的硅化合物，和硅氢化催化剂（参见 JP-A 2001-002922，和 WO2006/77667）。

[0004] 然而，该有机硅组合物的固化产物，尤其是具有折光率最多 1.45 的有机硅组合物的固化产物，具有缺点：当与常规的环氧树脂组合物相对比时，该固化产物具有大的气体渗透性，并因此允许在储存和操作环境中存在的硫化物气体透过。进而，透过有机硅固化产物的硫化物气体可以与 LED 组件的引线框基材的镀银表面反应，从而通过硫化反应将镀银改变成为硫化银，引起镀银表面变黑。

[0005] 近来，LED 变得比以前更亮，与提供给它们的电流的增加成比例。这导致从芯片产生的相当多的热量达到一个程度，以至只从引线框散热不足以保持接点温度低。引起的高温致使封装树脂和芯片接合树脂的降解，是造成 LED 寿命短的原因。

[0006] 已经提供了一种方法来解决上面提到的镀银表面的硫化问题，通过使用折光率至少 145 的有机硅固化产物，其具有相对小的气体渗透性。然而，该有机硅固化产物仍然会遭受变色，因为近来的发光元件想要高的发光效率，而伴随着高的发热。

[0007] 发光半导体器件如白 LED，通常由具有引线框的反射器冲模片垫和其上面支撑的发光元件组成，它被热固性树脂例如含有荧光物质的有机硅树脂封装。发光元件如 LED 产生强光和高热。光和热会降解接近元件的封装树脂，尽管热量通过引线框消散。这个现象是显而易见的，尤其是在存在荧光物质的元件表面上。与元件表面接触的封装树脂很容易劣化，因为它接收了强光和累积热量。

### 发明内容

[0008] 本发明的目的是提供一种用于封装光学半导体元件的树脂组合物，其赋予固化产物具有好的热传导性和高透明性，以及提供优异的消散作用，可以使从发光元件产生的热量不仅可通过引线框消散，还可从封装树脂的表面消散。另一个目的是提供采用树脂组合物封装的光学半导体器件。

[0009] 本发明人进行了细致的研究,发现如果封装光学半导体元件的树脂组合物是由可固化树脂组合物和特定的二氧化硅基填料形成,其中该二氧化硅基填料与所述可固化树脂组合物(不含填料)的固化产物的折光率差为±0.03且具有至少0.5W/m·K的导热率,则上述目的得以实现。

[0010] 因此,本发明提供了下列用于封装光学半导体元件的树脂组合物和采用树脂组合物封装的光学半导体器件。

[0011] [1] 一种用于封装光学半导体元件的树脂组合物,其包括可固化树脂组合物和二氧化硅基填料,所述二氧化硅基填料与所述可固化树脂组合物的固化产物的折光率差为±0.03,并具有至少0.5W/m·K的导热率。

[0012] [2][1]中的树脂组合物,其进一步包括荧光物质。

[0013] [3][1]或[2]中的树脂组合物,其中所述二氧化硅基填料的含量是5-150重量份,基于100重量份的可固化树脂组合物。

[0014] [4][1]到[3]任一项中的树脂组合物,其中所述二氧化硅基填料具有1.45-1.55的折光率。

[0015] [5][1]到[4]任一项中的树脂组合物,其中所述二氧化硅基填料具有方晶石结构。

[0016] [6][5]中的树脂组合物,其中具有方晶石结构的所述二氧化硅基填料具有0.01-75μm的颗粒尺寸和0.8-1.0的球形度。

[0017] [7][1]到[6]任一项中的树脂组合物,其中可固化树脂组合物是可固化有机硅橡胶组合物。

[0018] [8][7]中的树脂组合物,其中可固化树脂组合物是可加成固化的有机硅橡胶组合物。

[0019] [9]一种光学半导体器件,其中光学半导体元件被[1]到[8]中任一项所述的树脂组合物的固化产物封装。

#### 【0020】发明有益效果

[0021] 根据本发明,用于封装光学半导体元件的树脂组合物提供一种固化产物,其允许有效热消散,并防止因硫化反应导致的银变色而引起的反射性和亮度的劣化,并经受住热应力测试例如湿气吸收回流,和热冲击测试,因而保证长期可靠性。

#### 附图说明

[0022] 图1是截面示意图,表示一种属于本发明的LED器件的实施方案。

#### 具体实施方式

[0023] 根据本发明,用于封装光学半导体元件的树脂组合物由可固化树脂组合物和在其中引入的特定的二氧化硅基填料组成。

[0024] 本发明使用的可固化树脂组合物包括主要由脂环族环氧树脂组成的环氧树脂组合物、由环氧树脂和有机硅树脂的复合树脂组成的树脂组合物、和可缩合固化型或可热固化型有机硅橡胶组合物。其中优选的是由如下组分组成的可加成固化的有机硅橡胶组合物:

[0025] (A) 具有非共价双键的有机硅化合物；尤其是，在一个分子中具有两个或更多烯基的有机聚硅氧烷；

[0026] (B) 有机氢聚硅氧烷；

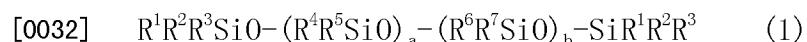
[0027] (C) 铂催化剂；

[0028] (D) 反应引发剂；和

[0029] (E) 硅烷偶联剂。

[0030] 组分 (A)

[0031] 组分 (A) 是有机聚硅氧烷，由如下通式 (1) 所示：



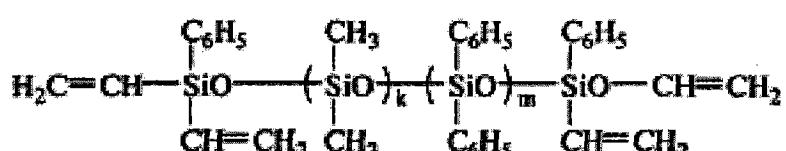
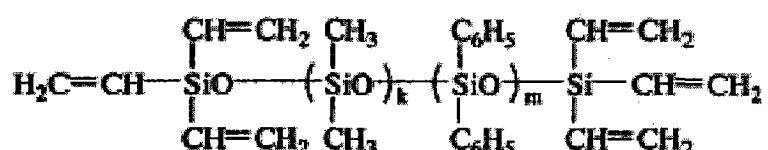
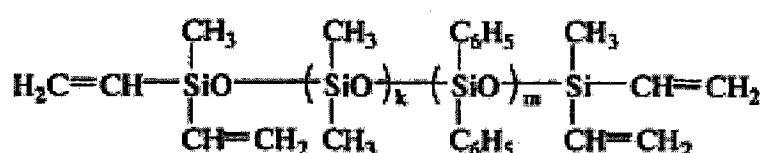
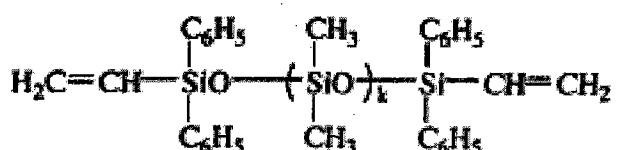
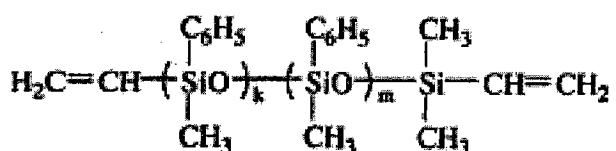
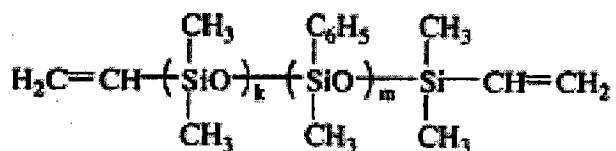
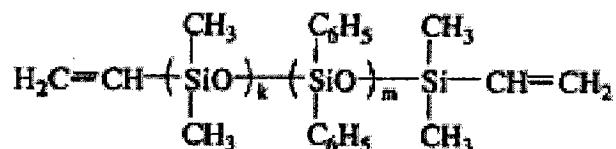
[0033] 其中， $R^1$  表示具有非共价双键的单价烃基， $R^2$  到  $R^7$  表示相同或不同的单价烃基，更特别地  $R^4$  到  $R^7$  每个表示不具有脂肪族不饱和键的单价烃基， $R^6$  和 / 或  $R^7$  表示脂肪族单价烃基， $a$  和  $b$  是由  $0 \leq a+b \leq 500$  定义的整数，优选  $10 \leq a+b \leq 500$ ； $0 \leq a \leq 500$ ，优选  $10 \leq a \leq 500$ ； $0 \leq b \leq 250$ ，优选  $0 \leq b \leq 150$ 。

[0034] 在上述式中， $R^1$  应该优选为脂肪族不饱和基团，如具有 2-6 个碳原子的烯基。 $R^2$  到  $R^7$  每个应该优选具有 1-20 个碳原子，优选 1-10 个碳原子。 $R^2$  到  $R^7$  的例子包括烷基、烯基、芳基或芳烷基。其中优选的是烷基、芳基和芳烷基，其不具有不同于烯基的脂肪族不饱和键。 $R^6$  和 / 或  $R^7$  应该优选是芳族单价烃基，如具有 6-12 个碳原子的芳基，包括苯基、甲苯基。

[0035] 上述式 (1) 所示的有机聚硅氧烷可以通过在环状二有机聚硅氧烷和二硅氧烷之间的碱性平衡反应得到，前者包括环状二苯基聚硅氧烷和环状甲基苯基聚硅氧烷作为主链成分，后者包括二苯基四乙烯基二硅氧烷和二乙烯基四苯基二硅氧烷作为端基成分。前述硅氧烷通常不包括硅烷醇基和氯。

[0036] 下面是上述式 (1) 表示的有机聚硅氧烷的代表性实例。

[0037]



[0038] 其中,  $k$  和  $m$  是满足  $0 \leq k+m \leq 500$  的整数, 优选  $0 < k+m \leq 250$ ,  $0 \leq m/(k+m) \leq 0.5$ 。

[0039] 作为组分(A),上述式(1)表示的直链结构的有机聚硅氧烷根据需要可以和包含三官能硅氧烷单元或四官能化硅氧烷单元的三维网状结构的有机聚硅氧烷组合使用。

[0040] 组分(A)中烯基等非共价双键的含量应该是1-50mol%，优选2-40mol%，更优选5-30mol%，基于单价烃基( $R^1$ 到 $R^7$ )的总量。含量低于1mol%时，不能得到所需固化产物。含量高于50mol%时，所得固化产物在机械性能上差。

[0041] 组分(A)中芳香基团的含量应该是0-95mol%，优选10-90mol%，更优选

20–80mol%，基于单价烃基 ( $R^1$  到  $R^7$ ) 的总量。树脂中合适的芳香基团的含量有助于好的力学性能和好的加工性能。而且，芳香基团帮助控制折光率。

[0042] 组分 (B)

[0043] 组分 (B) 是在一个分子中具有两个或更多连接到硅原子的氢原子（即 SiH 基）的有机氢聚硅氧烷。它具有在 SiH 基和组分 (A) 中的非共价双键例如烯基（典型地是乙烯基）之间的加成反应方面作为交联剂的作用。该加成反应得到所述固化产物。

[0044] 有机氢聚硅氧烷可具有一个或多个芳香族烃基，以使它与具有高折光率的组分 (A) 相容性很高，并且它产生透明的固化产物。因此，组分 (B) 可部分或全部由具有一个或更多个芳香族单价烃基的有机氢聚硅氧烷组成。

[0045] 有机氢聚硅氧烷可具有任何的分子结构，如线形、环状、支化和三维网状结构。此外，它在一个分子中可具有 2–1000，优选 2–300 个硅原子。硅原子的数量代表聚合度。

[0046] 有机氢聚硅氧烷的典型实例如下所示：

[0047] 1,1,3,3– 四甲基二硅氧烷，

[0048] 1,3,5,7– 四甲基环四硅氧烷，

[0049] 三(二甲基氢甲硅烷氧基)甲基硅烷，

[0050] 三(二甲基氢甲硅烷氧基)苯基硅烷，

[0051] 1– 缩水甘油氧基丙基 –1,3,5,7– 四甲基环四硅氧烷，

[0052] 1,5– 缩水甘油氧基丙基 –1,3,5,7– 四甲基环四硅氧烷，

[0053] 1– 缩水甘油氧基丙基 –5– 三甲基甲硅烷基乙基 –1,3,5,7– 四甲基 – 环四硅氧烷，

[0054] 具有两个末端以三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢聚硅氧烷，

[0055] 具有两个末端以三甲基甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷 – 甲基氢硅氧烷共聚物，

[0056] 具有两个末端以二甲基氢甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷，

[0057] 具有两个末端以二甲基氢甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷 – 甲基氢硅氧烷共聚物，

[0058] 具有两个末端以三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢硅氧烷 – 二苯基硅氧烷共聚物，

[0059] 具有两个端基以三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢硅氧烷 – 二苯基硅氧烷 – 二甲基硅氧烷共聚物，

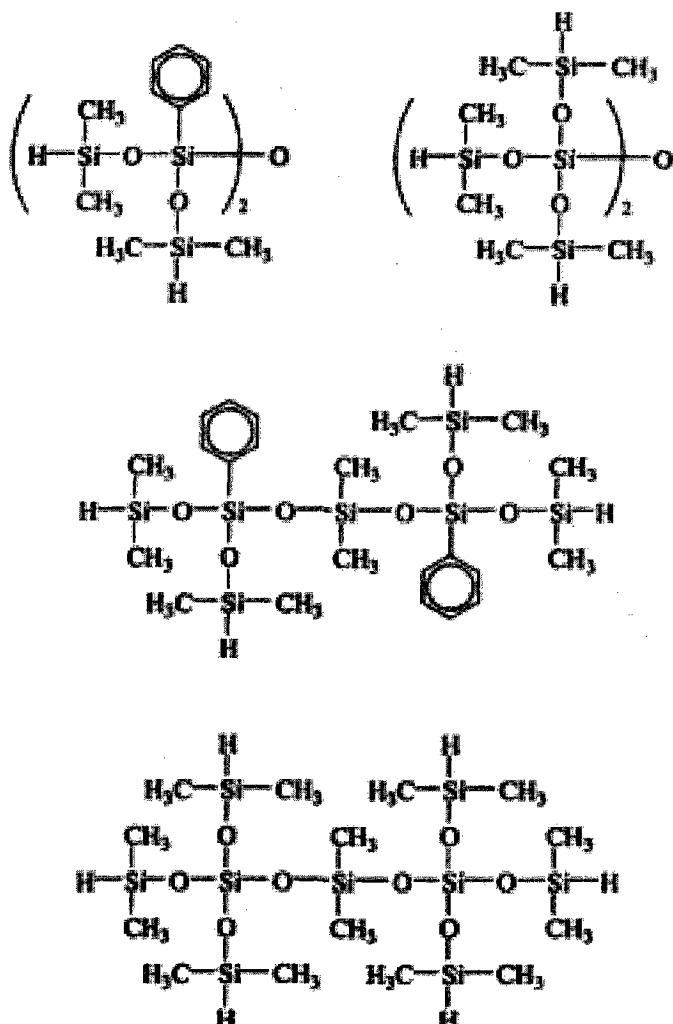
[0060] 三甲氧基硅烷聚合物，

[0061] 由  $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$  单元和  $SiO_{4/2}$  单元组成的共聚物，和

[0062] 由  $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$  单元、 $SiO_{4/2}$  单元和  $(C_6H_5)SiO_{3/2}$  单元组成的共聚物。

[0063] 有机氢聚硅氧烷的其它实例是由如下所示的结构单元构成的物质。

[0064]



[0065] 有机氢聚硅氧烷应优选以一定量引入到树脂组合物中,这个量基于组分 (A) 中每个非共价双键(典型地是烯基)计足以在细分 (B) 中提供 0.7-3.0 个 SiH 基。

[0066] 组分 (C)

[0067] 组分 (C) 是铂催化剂,包括氯铂酸、醇改性氯铂酸和螯合结构铂配合物。它们可以单独或互相组合使用。

[0068] 组分 (C) 应该以对固化有效的催化量使用,优选以铂计算为 0.1-500ppm,更优选 0.5-100ppm,基于 100 重量份组分 (A) 和 (B) 的总重量。

[0069] 组分 (D)

[0070] 组分 (D) 是反应抑制剂(固化调节剂),其可赋予组合物储存稳定性。任何反应抑制剂都可使用,只要它们可以阻止储存时的固化进行即可。反应抑制剂的实例包括乙炔醇或其衍生物、三烯丙基异氰尿酸酯或其衍生物、马来酸烷基酯、氢过氧化物四甲基乙二胺、苯并三唑以及它们的混合物。乙炔醇或其衍生物和三烯丙基异氰尿酸酯或其衍生物是优选的,因为它们不损害组合物的可固化性,并赋予组合物优异的储存稳定性。

[0071] 反应抑制剂的量为 1-10,000ppm,优选 5-5,000ppm,基于可加成固化有机硅橡胶组合物的总量。

[0072] 组分 (E)

[0073] 组分 (E) 是硅烷偶联剂,其可以任选引入以赋予粘合性。硅烷偶联剂的实例包括:

[0074] 乙烯基三甲氧基硅烷, 乙烯基三乙氧基硅烷, 2-(3,4-环氧环己基)乙基三甲氧基硅烷, 3-缩水甘油氧基丙基三甲氧基硅烷, 3-缩水甘油氧基丙基甲基二乙氧基硅烷, 3-缩水甘油氧基丙基三乙氧基硅烷, 3-甲基丙烯酰氧基丙基甲基二甲氧基硅烷, 3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷, 3-甲基丙烯酰氧基丙基甲基二乙氧基硅烷, 3-甲基丙烯酰氧基丙基三乙氧基硅烷, N-2(乙氨基)3-氨基丙基甲基二甲氧基硅烷, N-2(乙氨基)3-氨基丙基三甲氧基硅烷, N-2(乙氨基)3-氨基丙基三乙氧基硅烷, 3-氨基丙基三甲氧基硅烷, 3-氨基丙基三乙氧基硅烷, N-苯基-3-氨基丙基三甲氧基硅烷和3-巯基丙基三甲氧基硅烷。附加示例包括三甲氧基硅烷和四甲氧基硅烷, 及其低聚物。这些硅烷偶联剂可以单独或互相组合使用。

[0075] 硅烷偶联剂的量应该是不高于 10wt%, 优选不高于 5wt%, (都包括 0), 基于可加成固化的有机硅橡胶组合物的总量。如果引入硅烷偶联剂, 其量优选 0.1wt% 或更高。

#### [0076] 组分 (F)

[0077] 本发明的树脂组合物中, 将组分 (F) 引入该可固化树脂组合物, 尤其是由组分 (A) 到 (E) 组成的可加成固化型有机硅橡胶组合物中。组分 (F) 是二氧化硅基填料, 其与树脂组合物、尤其是可加成固化型有机硅橡胶组合物的固化产物的折光率差为 ±0.03, 且具有最多达到 0.5W/m·K, 优选 0.5-2.0W/m·K 的热导率。

[0078] 上面提到的可固化组合物, 尤其是可加成固化型有机硅橡胶组合物, 产生固化产物, 该固化产物的折光率随着连接到硅原子上的烷基如甲基与芳基如苯基的比值而改变。该固化产物具有大约 1.4-1.6 的折光率。因此, 该二氧化硅基填料应优选具有 1.45-1.55 的折光率, 从而满足上面提到的差 ±0.03 的要求。

[0079] 该二氧化硅基填料的实例包括二氧化硅粉末如方晶石、鳞石英、石英、和热液石英, 和硅-金属复合氧化物如硅铝酸盐。该二氧化硅基填料应该是粉末的形式, 其具有 0.01-75 μm 颗粒尺寸和平均颗粒直径 1-30 μm, 优选 0.5-25 μm, 更优选 1-15 μm。该粉末可以具有从不规则(像粉碎的)到球形的任意形状。它应该优选是球形度 0.8-1.0 的球形。顺便提及, 该颗粒尺寸是通过采用激光束衍射方法的颗粒尺寸分布测量装置来测量。平均颗粒直径由累积重均值 D50(或中值粒径)表示, 通过采用激光束衍射方法的颗粒尺寸分布测量装置来测量。球形度由 A/B 的比例表示, 其中 A 是 SEM(扫描电子显微镜)观测中粉末最长的长轴, B 是粉末最短的短轴。

[0080] 在上述二氧化硅基填料中, 球形方晶石是尤其优选的。方晶石通常以不规则颗粒(像粉碎的)形式得到。然而, 球形方晶石可以通过 JP-A2008-162849 公开的方法由熔凝硅石制得。该方法可将熔凝硅石转变为方晶石, 同时保持其形状和颗粒尺寸分布。

[0081] 该二氧化硅基填料应优选以 5-150 重量份, 优选 10-100 重量份的量加入, 基于 100 重量份的上面提到的可固化树脂组合物。量少于 5 重量份时, 不能充分产生热消散效果。量高于 150 重量份时, 由于增加的粘度, 它有损可加工性。

[0082] 本发明的封装光学半导体元件用树脂组合物可用于封装 LED 元件, 尤其是蓝光、白光和紫光的那些。当引入有选自下面列举的任何已知的荧光粉末时蓝光 LED 可发射出白光。

[0083] 石榴石, 以式  $A_3B_{50}O_{12}:M$ (其中, A 表示选自由 Y、Gd、Tb、La、Lu、Se 和 Sm 细成的组中的至少一种元素, B 表示选自由 Al、Ga 和 In 组成的组中的至少一种元素, M 表示选自由

Ce、Pr、Eu、Cr、Nd 和 Er 组成的组中的至少一种元素。) 表示。这适合于黄光发射。

[0084] 荧光物质,以  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$  和 / 或  $(\text{Y}, \text{Gd}, \text{Tb})_3(\text{Al}, \text{Ga})_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$  表示。这适合于白光反射。

[0085] 其它荧光物质,以  $\text{CaGa}_2\text{S}_4:\text{Ce}^{3+}$ ,  $\text{SrGa}_2\text{S}_4:\text{Ce}^{3+}$ ,  $\text{YAiO}_3:\text{Ce}^{3+}$ ,  $\text{YGaO}_3:\text{Ce}^{3+}$ ,  $\text{Y}(\text{Al}, \text{Ga})\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$ , 和  $\text{Y}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}^{3+}$  表示。

[0086] 混色光通过掺杂了稀土元素的铝酸盐或正硅酸盐来制得。本发明的树脂组合物可以用这些荧光物质中的一种以 1-50 重量份的量引入,基于 100 重量份的树脂组合物,来将蓝光转变为白光。

[0087] 本发明的封装光学半导体元件用树脂组合物可以不损害光学半导体器件性能的量含有下面列举的各种添加剂。

[0088] 抗氧化剂 :BHT 和维生素 B

[0089] 抗变色剂 :有机磷物质

[0090] 抗光降解剂 :受阻胺

[0091] 反应性稀释剂 :乙烯基醚,乙烯基酰胺,环氧树脂,氧杂环丁烷,邻苯二甲酸烯丙基酯和己二酸乙烯基酯

[0092] 增强二氧化硅 :热解法二氧化硅和沉淀二氧化硅

[0093] 阻燃性提高剂

[0094] 荧光物质

[0095] 有机溶剂

[0096] 着色剂

[0097] 封装光学半导体元件用树脂组合物可通过均匀混合上述组分制得。树脂组合物可以以双组分体系形式制备和储存,当使用时,将它们混合。在这种情况下,组分 (B) 和 (C) 被分开储存。当该组合物中引入反应抑制剂时,该树脂组合物可以以单组分体系形式制备。

[0098] 本发明的树脂组合物被用于封装各种光学半导体元件,不做特别限制。它们包括,例如发光二极管,光敏晶体管,光敏二极管,CCD,太阳能电池组件,EPROM 和光电耦合器。发光二极管是最适合的。

[0099] 封装或密封可以个人半导体中采用的通常方法来实现。封装后,树脂组合物在室温到约 200°C 固化数十秒到几天,优选在 80°C 到 180°C 固化 1 分钟到 10 小时。

[0100] 图 1 显示的是 LED 发光器件的一个实例,它用本发明的树脂组合物封装。LED 由 (1) LED 芯片、(2) 导线、(3) 镀银引线框、(4) 树脂组合物的固化产物、(5) 模型组件、(6) 二氧化硅基填料和 (7) 荧光物质组成。

[0101] 光学半导体器件,它的光学半导体元件用本发明的树脂组合物的固化产物覆盖和保护,表现出好的耐热性、耐湿气性和耐光性,因而使得它的基材表面保持不会因环境影响引起的变色。因而,本发明提供了一种高度可靠的光学半导体器件,这对工业是个巨大的贡献。

[0102] 实施例

[0103] 本发明将通过下面的实施例和对比例做更详细的说明,但并不用于限定其范围。顺带提及,物理性质是通过下面的方法测量。

[0104] 粘度 :根据 JIS K 6249 测量

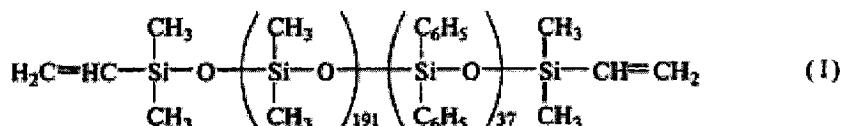
[0105] 折光率：将有机硅组合物旋转涂覆在硅片上，以形成大约  $10 \mu\text{m}$  厚的薄膜，在  $150^\circ\text{C}$  下固化 4 小时。固化膜的折光率通过棱镜耦合器（Metricon 有限公司；2010 型）测试。

[0106] 有机硅组合物的制备

[0107] 有机硅组合物通过充分搅拌下述组分制得：

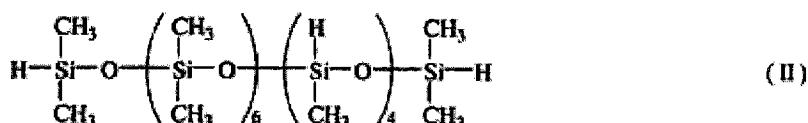
[0108] 100 重量份的乙烯基封端的二甲基二苯基聚硅氧烷，其具有  $3\text{Pa} \cdot \text{s}$  的粘度，以下述式 (I) 表示：

[0109]



[0110] 2.5 重量份的甲基氢聚硅氧烷，其具有  $15\text{mPa} \cdot \text{s}$  的粘度，以下述式 (II) 表示：

[0111]



[0112] 0.03 重量份用 2-乙基己醇改性的氯铂酸的溶液，

[0113] 0.05 重量份乙炔基环己醇，和

[0114] 7 重量份 3-缩水甘油氨基丙基三甲氧基硅烷。

[0115] 该有机硅组合物的固化产物具有 1.51 的折光率。

[0116] 实施例 1 和 2

[0117] 实施例 1 中，100 重量份的上述有机硅组合物与 30 重量份的具有 1.53 折光率和  $5 \mu\text{m}$  平均颗粒直径的方晶石粉末和 5 重量份的 YAG（荧光物质）混合。所得组合物用于封装图 1 所示的 LED 组件。

[0118] 实施例 2 中，重复前面的步骤，除了将方晶石粉末的量改为 50 重量份。

[0119] 实施例 3 和 4

[0120] 实施例 3 中，100 重量份的上述有机硅组合物与 10 重量份的具有 1.53 折光率的方晶石粉末和 5 重量份的 YAG 混合。所得组合物被用于封装 LED 组件。

[0121] 实施例 4 中，重复前面的步骤，除了将方晶石粉末的量改为 80 重量份。

[0122] 对比例 1

[0123] 上述有机硅组合物被单独用于封装 LED 组件。

[0124] 对比例 2 和 3

[0125] 100 重量份的上述有机硅组合物与 5 重量份的 YAG 和 10 重量份或 50 重量份的具有 1.46 折光率的球形二氧化硅填料混合。所得组合物被用于封装 LED 组件。

[0126] 被上面提到的液态有机硅组合物封装的 LED 组件在  $150^\circ\text{C}$  下保持 4 小时，以使该有机硅组合物固化。进而得到用于评估的发光二极管。样品被允许在  $85^\circ\text{C}$  和 60% RH 下放置 168 小时，然后在  $260^\circ\text{C}$  下通过红外回流炉三次。在显微镜下测量固化树脂的缺陷（例如剥落和破裂）。使用 120mA 来测定没有剥落和破裂的 10 个样品的光发射。LED 的性能（热产生和热消散）通常以 LED 芯片 PN 结的温度 ( $T_j$ ) 来表述。这个温度越低，热消散越好。结温度 ( $T_j$ )，在施加电流时，通过使用 LED 耐热测试装置 (Hitachi High-Technologies

Corporation 制造) 来测试。已经进行了光发射测试的 LED 样品通过在 -40°C 下 30 分钟和 120°C 下 30 分钟 (500 个循环) 来测试热冲击性。热冲击测试后, 采用上面提到的同样的方式在显微镜下测量样品的缺陷 (例如剥落和破裂)。另外, 样品被允许在 2% 硫化氢的气氛中放置 48 小时, 然后在显微镜下对样品在组件上的镀银的变色进行测试。

[0127] 固化产物表面上的灰尘粘合的评价:

[0128] 固化产物表面的粘性通过接触来评价。然后, 将固化产物放进商业可获得的具有平均颗粒尺寸 5 μm 的银粉末中。固化产物拿出后, 向固化产物吹气, 来判断银粉是否被从那里吹走。

[0129] 实施例 1-4 的样品在回流测试和热冲击测试中没有表现出缺陷 (例如树脂剥落和破裂), 他们也没有受到一点 (non-mitting) 的缺陷的问题。相比而言, 对比例 1 中的样品在回流测试中遭受了树脂破裂。对比例 2 和 3 中样品遭受了树脂剥离的问题, 尽管他们没有遭受树脂破裂, 并且一些样品变得不能发光。

[0130] 表 1

[0131]

		实施例				对比例		
		1	2	3	4	1	2	3
加入填料量 (pbw)		30	50	10	80	0	10	50
加入 YAG 量 (pbw)		5	5	5	5	0	5	5
表面上灰尘		无	无	无	无	无	无	无
回流测试	发生剥离	0/50	0/50	0/50	0/50	0/50	40/50	45/50
	发生破裂	0/50	0/50	0/50	0/50	50/50	0/50	0/50
热冲击测试	发生剥离	0/50	0/50	0/50	0/50	0/50	40/50	40/50
	发生破裂	0/50	0/50	0/50	0/50	50/50	0/50	0/50
发光测试	不发光	0/50	0/50	0/50	0/50	25/50	10/50	5/50
在组件中镀银的变色		无	无	轻微变色	无	变色	轻微变色	无

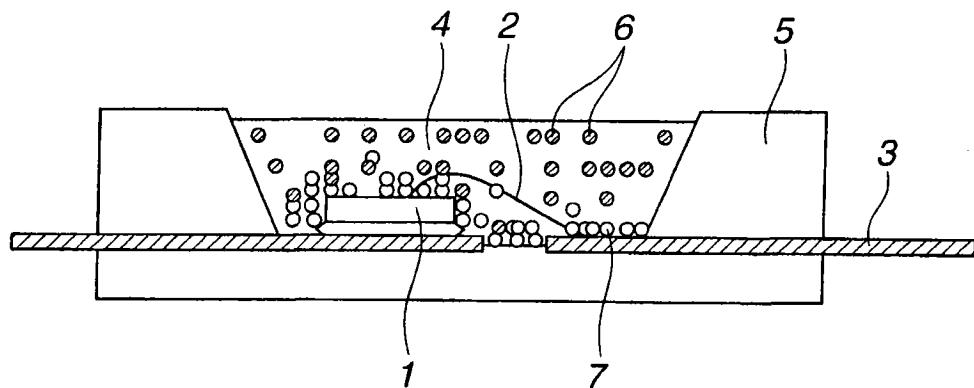


图 1