



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103725249 A

(43) 申请公布日 2014. 04. 16

(21) 申请号 201310724714. 2

(22) 申请日 2013. 12. 24

(71) 申请人 烟台德邦先进硅材料有限公司

地址 264006 山东省烟台市开发区金沙江路  
98 号

(72) 发明人 陈维 庄恒冬 王建斌 陈田安

(74) 专利代理机构 北京轻创知识产权代理有限  
公司 11212

代理人 杨立

(51) Int. Cl.

C09J 183/07(2006. 01)

C09J 11/06(2006. 01)

H01L 33/56(2010. 01)

权利要求书2页 说明书5页

(54) 发明名称

一种高折射率 LED 封装硅胶

(57) 摘要

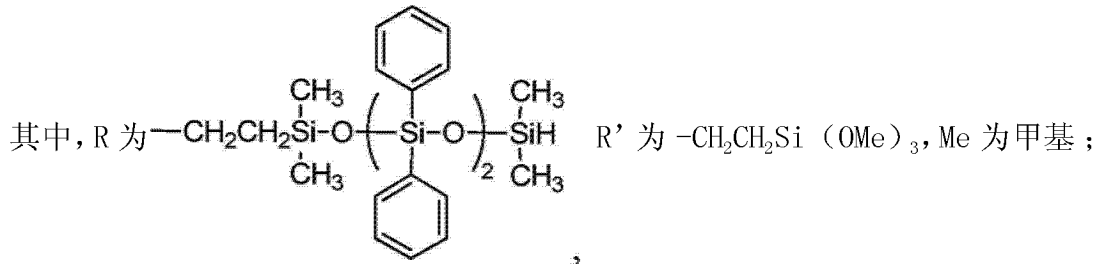
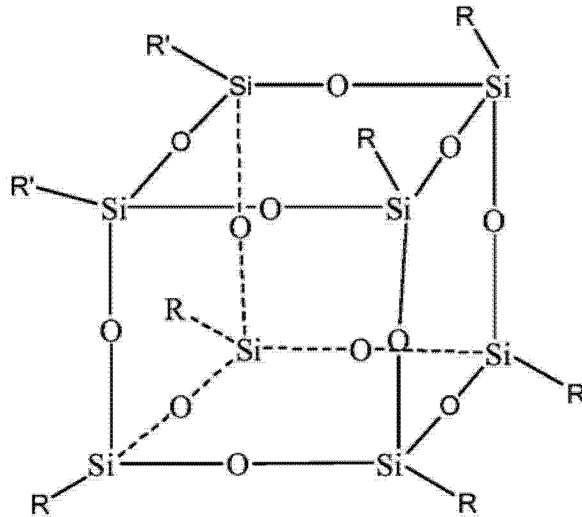
本发明涉及一种高强度、耐热性优异、对基材粘接性优异的高折射率 LED 封装硅胶其包括第一组分和第二组分,第一组分与第二组分的重量比为 1:1,其中,所述第一组分的各个组分及各个组分的重量份数:甲基苯基乙烯基硅树脂 50 ~ 60 份、甲基苯基乙烯基硅油 35 ~ 50 份、铂系催化剂 0.1 ~ 0.3 份、粘接剂 1 ~ 5 份;所述第二组分的各个组分及各个组分的重量份数:POSS 改性硅油 20 ~ 30 份、甲基苯基乙烯基硅树脂 30 ~ 50 份,甲基苯基乙烯基硅油 20 ~ 30 份,抑制剂 0.1 ~ 0.3 份;所述第一组分与所述第二组分在使用前分开。其具有高强度、耐热性优异、对基材粘接性优异等优点。

1. 一种高折射率 LED 封装硅胶,包括第一组分和第二组分,所述第一组分与所述第二组分的重量比为 1:1,其中,

所述第一组分的各个组分及各个组分的重量份数为:甲基苯基乙烯基硅树脂 50 ~ 60 份、甲基苯基乙烯基硅油 35 ~ 50 份、铂系催化剂 0.1 ~ 0.3 份;

所述第二组分的各个组分及各个组分的重量份数为:POSS 改性硅油 20 ~ 30 份、甲基苯基乙烯基硅树脂 30 ~ 50 份,甲基苯基乙烯基硅油 20 ~ 30 份,抑制剂 0.1 ~ 0.3 份;

所述 POSS 改性硅油的结构式为



所述甲基苯基乙烯基硅树脂的分子式为:  $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_a (\text{ViPhSiO}_{3/2})_3$ , 其中, Me 为甲基, Vi 为乙烯基, Ph 为苯基, a 值的范围是 1 ~ 3;

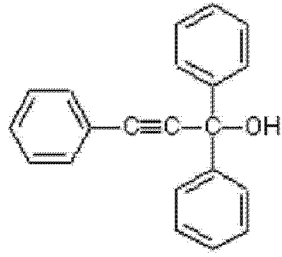
所述甲基苯基乙烯基硅油的分子式为:  $(\text{ViMe}_2\text{PhSiO}_{1/2})_2 (\text{MePhSiO})_b$ , 其中, Me 为甲基, Vi 为乙烯基, Ph 为苯基, b 值的范围是 20 ~ 50。

2. 根据权利要求 1 所述的高折射率 LED 封装硅胶,所述铂系催化剂选自铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物、铂-烯炔配合物中的任意一种。

3. 根据权利要求 1 所述的高折射率 LED 封装硅胶,所述铂系催化剂为铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物,铂含量为 3000 ~ 7000ppm。

4. 根据权利要求 1 至 3 任一所述的高折射率 LED 封装硅胶,所述抑制剂为乙炔基环己醇、1,1,3-三苯基-2-丙炔-1-醇中的任意一种。

5. 根据权利要求 1 至 3 任一所述的高折射率 LED 封装硅胶,所述抑制剂为 1,1,3-三苯基-2-丙炔-1-醇,其结构式为:



## 一种高折射率 LED 封装硅胶

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种 LED 封装硅胶,特别是一种高强度、耐热性优异、对基材粘接性优异的高折射率 LED 封装硅胶。

### 背景技术

[0002] 随着 LED 应用越来越广泛,对 LED 封装材料的要求也越来越高。高端 LED 目前所用封装材料主要是有机硅材料,因为有机硅材料耐热性高于环氧,而且内应力小,耐冲击性能好,不黄变,因此被广泛用于 LED 封装领域。

[0003] 随着 LED 应用技术的发展,半导体装置的高密度化与高集成化,封装的小型化与薄行化,尤其是大功率 LED 照明光源的发展,极高的发热量对封装材料强度、耐热性、对基材粘接性要求也相应提高。

[0004] 目前有机硅材料提高耐热性的方法比较多,其中之一就是在结构中引入笼形八聚硅倍半氧烷即 POSS 结构,未经改性的 POSS 由于相容性、反应活性等问题难于直接加入配方中参与反应,所以含有 POSS 结构的单体只有经过改性才能够加入到高折射率有机硅材料中,大量的如 POSS 改性甲基苯基乙烯基硅油,POSS 改性甲基苯基含氢硅油,这样的改性,提高了含有 POSS 结构的聚合物与配方中其他组分的相容性,而且 POSS 结构的引入提高了 LED 封装硅胶耐热性,然后加入一些含有烷氧基的粘接剂,促进对 LED 基材的粘接性。大部分配方都是通过对 POSS 的改性与粘接剂的加入解决 LED 封装硅胶的耐热性与对基材的附着力。

### 发明内容

[0005] 为解决现有技术的不足,本发明所要解决的技术问题是通过在高折射率 LED 封装硅胶中只加入一种笼形八乙烯基聚硅倍半氧烷,既是含多个硅氢基的交联剂,提高了交联密度,又含烷氧基促进对基材的粘接,而且引入 POSS 结构提高了耐热性问题,并且无色透明与配方中其他原料相容性优异,透光率达 99% 以上。

[0006] 一种高折射率 LED 封装硅胶,包括第一组分和第二组分,所述第一组分与所述第二组分的重量比为 1:1,其中,

[0007] 所述第一组分的各个组分及各个组分的重量份数为:甲基苯基乙烯基硅树脂 50 ~ 60 份、甲基苯基乙烯基硅油 35 ~ 50 份、铂系催化剂 0.1 ~ 0.3 份;

[0008] 所述第二组分的各个组分及各个组分的重量份数为:POSS 改性硅油 20 ~ 30 份、甲基苯基乙烯基硅树脂 30 ~ 50 份,甲基苯基乙烯基硅油 20 ~ 30 份,抑制剂 0.1 ~ 0.3 份;

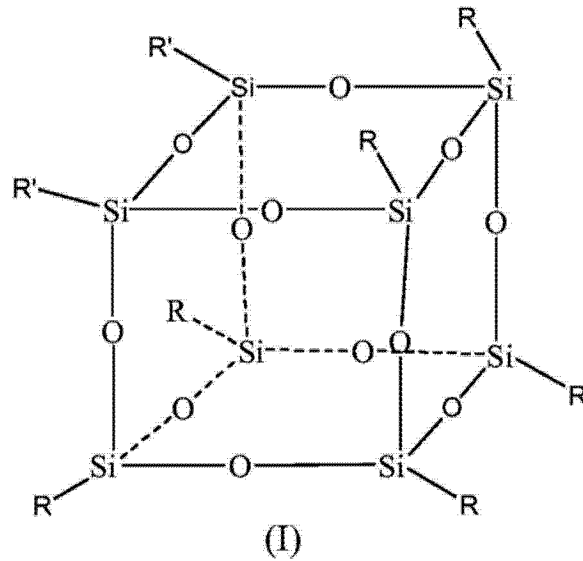
[0009] 所述第一组分与所述第二组分在使用前分开,使用时混合。

[0010] 本技术方案所提供的高折射率的 LED 封装硅胶由所述第一组分 A、第二组分 B 组成,A 组分在反应中提供提高强度的树脂、乙烯基、催化剂与粘接剂,B 组分提供提高交联密度及硬度、耐热性的兼具交联剂与粘接剂的含有 POSS 结构的硅油、乙烯基及抑制剂,本技术方案所提供的高折射率的 LED 封装硅胶,除了甲基苯基乙烯基硅树脂以外,还加入含有 6 个硅氢基与 2 个烷氧基的 POSS 改性硅油,既提高了交联密度,又增加了对基材的粘接性以

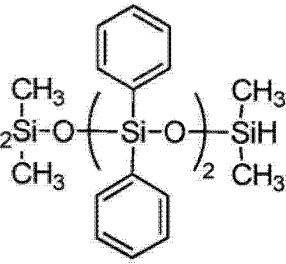
及耐热性。

[0011] 所述 POSS 改性硅油的结构式为下式 (I) :

[0012]



[0013] 其中, R 为  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}-\left(\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}\right)_2-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{H}$  R' 为  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$ , Me 为甲基。



[0014] 所述改性的 POSS 含有 6 个硅氢基,可作为一种交联剂参与交联反应;当改性后的 POSS 结构中又同时含有烷氧基时,可以进一步提高反应物对基材的粘接性,且与其他组分相容性优异,透光率高。

[0015] 所述的甲基苯基乙烯基硅树脂的分子式为:  $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_a (\text{ViPhSiO}_{3/2})_3$ , 其中, Me 为甲基, Vi 为乙烯基, Ph 为苯基, a 值的范围是 1 ~ 3。

[0016] 所述的甲基苯基乙烯基硅油的分子式为:  $(\text{ViMe}_2\text{PhSiO}_{1/2})_2 (\text{MePhSiO})_b$ , 其中, Me 为甲基, Vi 为乙烯基, Ph 为苯基, b 值的范围是 20 ~ 50。

[0017] 甲基苯基乙烯基硅油的加入提供了可以提高折射率的苯基、可以参与反应的乙烯基,并降低了体系的粘度。

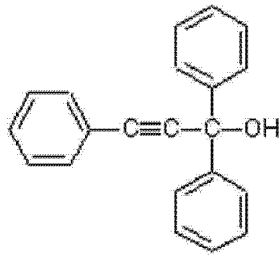
[0018] 优选的,所述铂系催化剂选自铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物、铂-烯炔配合物中的任意一种。

[0019] 优选的,所述铂系催化剂为铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物,铂含量为 3000 ~ 7000ppm。

[0020] 优选的,所述抑制剂为乙炔基环己醇、1, 1, 3- 三苯基 -2- 丙炔 -1- 醇中的任意一种。

[0021] 优选的,所述抑制剂为 1, 1, 3- 三苯基 -2- 丙炔 -1- 醇,其结构式为:

[0022]



### 具体实施方式

[0023] 以下对本发明的原理和特征进行描述,所举实例只用于解释本发明,并非用于限定本发明的范围。

#### [0024] 实施例 1

[0025] A 组分:称取甲基苯基乙烯基硅树脂 50g, 甲基苯基乙烯基硅油 49.9g, 催化剂铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物 0.1g, 铂含量 7000ppm, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 A 组分;

[0026] B 组分:称取上述含硅氢基和烷氧基的 POSS 改性硅油(结构式 I) 25g, 甲基苯基乙烯基硅树脂 40g, 甲基苯基乙烯基硅油 34.9g, 抑制剂 1, 1, 3- 三苯基 -2- 丙炔 -1- 醇 0.1g, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 B 组分;

[0027] 使用时, 将所述 A 组分、B 组分按重量比为 1:1 的配比混合均匀, 真空脱泡 20 分钟, 点胶或灌胶于待封装件上, 先在 120℃ 加热 1 小时, 再在 150℃ 加热 4 小时, 即可。

#### [0028] 实施例 2

[0029] A 组分:称取甲基苯基乙烯基硅树脂 50g, 甲基苯基乙烯基硅油 49.9g, 催化剂铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物 0.1g, 铂含量 7000ppm, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 A 组分;

[0030] B 组分:称取上述含硅氢基和烷氧基的 POSS 改性硅油(结构式 I) 20g, 甲基苯基乙烯基硅树脂 30g, 甲基苯基乙烯基硅油 49.9g, 抑制剂 1, 1, 3- 三苯基 -2- 丙炔 -1- 醇 0.1g, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 B 组分;

[0031] 使用时, 将所述 A 组分、B 组分按重量比为 1:1 的配比混合均匀, 真空脱泡 20 分钟, 点胶或灌胶于待封装件上, 先在 120℃ 加热 1 小时, 再在 150℃ 加热 4 小时, 即可。

#### [0032] 实施例 3

[0033] A 组分:称取甲基苯基乙烯基硅树脂 50g, 甲基苯基乙烯基硅油 49.9g, 催化剂铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物 0.1g, 铂含量 7000ppm, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 A 组分;

[0034] B 组分:称取上述含硅氢基和烷氧基的 POSS 改性硅油(结构式 I) 30g, 甲基苯基乙烯基硅树脂 50g, 甲基苯基乙烯基硅油 19.9g, 抑制剂 1, 1, 3- 三苯基 -2- 丙炔 -1- 醇 0.1g, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 B 组分;

[0035] 使用时, 将所述 A 组分、B 组分按重量比为 1:1 的配比混合均匀, 真空脱泡 20 分钟, 点胶或灌胶于待封装件上, 先在 120℃ 加热 1 小时, 再在 150℃ 加热 4 小时, 即可。

#### [0036] 对比实施例 1

[0037] A 组分:称取甲基苯基乙烯基硅树脂 50g, 甲基苯基乙烯基硅油 49.9g, 催化剂

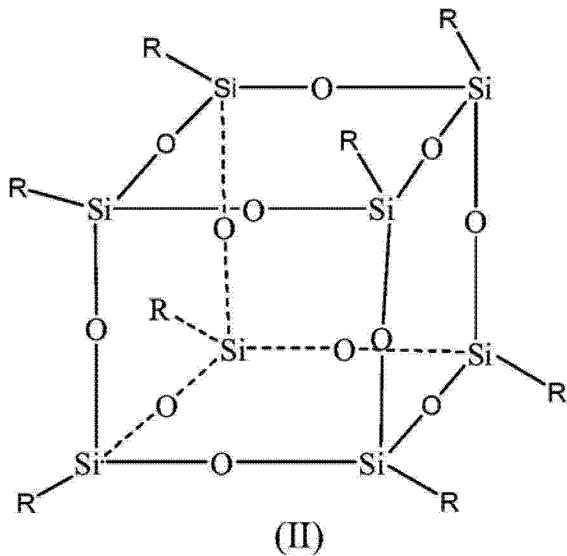
铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物 0.1g, 铂含量 7000ppm, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 A 组分;

[0038] B 组分: 称取甲基苯基含氢硅油 25g, 甲基苯基乙烯基硅树脂 40g, 甲基苯基乙烯基硅油 34.9g, 抑制剂 1, 1, 3-三苯基-2-丙炔-1-醇 0.1g, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 B 组分。

[0039] 对比实施例 2

[0040] A 组分: 称取甲基苯基乙烯基硅树脂 50g, 甲基苯基乙烯基硅油 49.9g, 催化剂铂-甲基苯基聚硅氧烷配合物 0.1g, 铂含量 7000ppm, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 A 组分;

[0041] B 组分: 称取不含烷氧基只含硅氢基的 POSS 改性硅油 25g, 其结构式为式 (II):



[0042] 甲基苯基乙烯基硅树脂 40g, 甲基苯基乙烯基硅油 34.9g, 抑制剂 1, 1, 3-三苯基-2-丙炔-1-醇 0.1g, 依次加入混合搅拌均匀, 即得所述 B 组分。

[0043] 将实施例 1、2、3 和对比实施例 1、2 的 A、B 组分按重量比 1:1 的比例称量, 然后混合均匀, 脱泡 30 分钟。

[0044] 测试一: 根据 GB/T7124-2008 胶粘剂拉伸剪切强度要求制作 45# 钢试片, 用拉力机测试制作试片的剪切强度, 测试方法根据 GB/T7124-2008。

[0045] 测试二: 用热重分析仪测试固化后的热失重, 固化条件: 先在 120°C 加热 1 小时, 再在 150°C 加热 4 小时。

[0046] 对比数据见表 1

[0047] 表 1 性能指标表

[0048]

性能指标 \ 样品	实施例 1	实施例 2	实施例 3	对比实施例 1	对比实施例 2
剪切强度 (MPa)	3.5	3.3	3.9	0.81	0.78
350°C 热失重 (%)	0.71	0.77	0.64	1.20	0.76

[0049]

[0050] 通过表 1 中 350℃热失重分析, 实施例 1、2、3、对比实施例 2 与对比实施例 1 比较可以看出, 配方中引入 POSS 结构, 其耐热性提高明显; 实施例 1、2、3 与对比实施例 2 剪切强度比较可以看出, 烷氧基的直接引入粘提高了剪切强度, 也就是提高了对基材的附着力。

[0051] 以上所述仅为本发明的较佳实施方式, 并不用以限制本发明, 凡在本发明的精神和原则之内, 所作的任何修改、等同替换、改进等, 均应包含在本发明的保护范围之内。