



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년06월17일  
(11) 등록번호 10-1274418  
(24) 등록일자 2013년06월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C08L 83/04 (2006.01) C08G 77/04 (2006.01)  
C08G 77/08 (2006.01) H01L 23/29 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2011-7030736  
(22) 출원일자(국제) 2011년06월22일  
심사청구일자 2011년12월22일  
(85) 번역문제출일자 2011년12월22일  
(65) 공개번호 10-2012-0023125  
(43) 공개일자 2012년03월12일  
(86) 국제출원번호 PCT/JP2011/064263  
(87) 국제공개번호 WO 2011/162294  
국제공개일자 2011년12월29일  
(30) 우선권주장  
JP-P-2010-143719 2010년06월24일 일본(JP)  
(56) 선행기술조사문헌  
JP2010084118 A\*  
JP2001199989 A  
JP2010013503 A  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
세키스이가가쿠 고교가부시키가이샤  
일본 오사카후 오사카시 기타구 니시템마 2쵸메 4-4  
(72) 발명자  
다니카와, 미츠키  
일본 618-0021 오사카후 미시마군 시마모토초 하쿠야마 2-1 세키스이가가쿠 고교가부시키가이샤 내  
와타나베, 다카시  
일본 618-0021 오사카후 미시마군 시마모토초 하쿠야마 2-1 세키스이가가쿠 고교가부시키가이샤 내  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
박보현, 장수길

전체 청구항 수 : 총 10 항

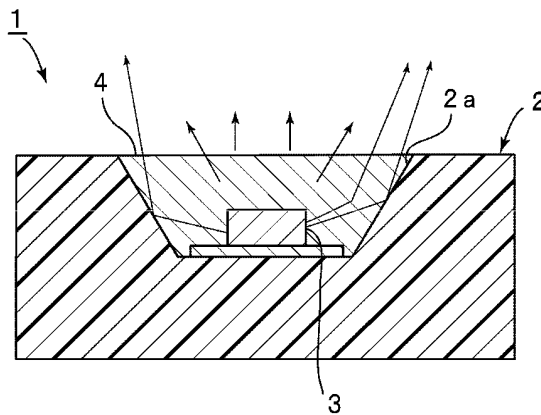
심사관 : 강신건

(54) 발명의 명칭 광 반도체 장치용 밀봉제 및 이를 이용한 광 반도체 장치

(57) 요약

본 발명은 고온 고습 하에서의 가혹한 환경에서 통전한 상태로 사용되더라도 광도가 저하되기 어려우며 밀봉제의 변색이 생기기 어려운 광 반도체 장치용 밀봉제를 제공한다. 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제는 규소 원자에 결합한 수소 원자를 갖지 않으며 규소 원자에 결합한 알케닐기 및 규소 원자에 결합한 아틸기를 갖는 제1 오르가노폴리실록산과, 규소 원자에 결합한 수소 원자 및 규소 원자에 결합한 아틸기를 갖는 제2 오르가노폴리실록산과, 백금의 알케닐 착체를 포함한다. 상기 백금의 알케닐 착체는 염화백금산 6수화물과 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물의 반응물이다. 밀봉제에서의 오르가노폴리실록산 전체의 규소 원자에 결합한 알케닐기의 수의 밀봉제에서의 오르가노폴리실록산 전체의 규소 원자에 결합한 수소 원자의 수에 대한 비는 1.0 이상 2.5 이하이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

**모리구치, 신타로**

일본 528-8585 시가켄 고우카시 미나쿠치초 이즈미  
1259 세키스이가가쿠 교교가부시킴가이사 내

**이누이, 오사무**

일본 618-0021 오사카후 미시마군 시마모토초 햅쿠  
야마 2-1 세키스이가가쿠 교교가부시킴가이사 내

**구니히로, 요시타카**

일본 618-0021 오사카후 미시마군 시마모토초 햅쿠  
야마 2-1 세키스이가가쿠 교교가부시킴가이사 내

**야마자키, 료스케**

일본 618-0021 오사카후 미시마군 시마모토초 햅쿠  
야마 2-1 세키스이가가쿠 교교가부시킴가이사 내

**오키, 아유코**

일본 618-0021 오사카후 미시마군 시마모토초 햅쿠  
야마 2-1 세키스이가가쿠 교교가부시킴가이사 내

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

광 반도체 장치에 이용되는 밀봉제로서,

규소 원자에 결합한 수소 원자를 갖지 않으며, 규소 원자에 결합한 알케닐기 및 규소 원자에 결합한 아릴기를 갖는 제1 오르가노폴리실록산과,

규소 원자에 결합한 수소 원자 및 규소 원자에 결합한 아릴기를 갖는 제2 오르가노폴리실록산과,

백금의 알케닐 착체를 포함하고,

상기 백금의 알케닐 착체가, 염화백금산 6수화물과, 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물을 반응시킴으로써 얻어지는 백금의 알케닐 착체이고,

밀봉제 중에서의 상기 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합한 알케닐기의 수의 밀봉제 중에서의 상기 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합한 수소 원자의 수에 대한 비가 1.0 이상 2.5 이하인 광 반도체 장치용 밀봉제.

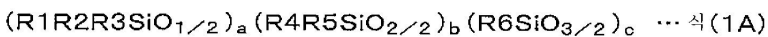
**청구항 2**

제1항에 있어서, 상기 제1 오르가노폴리실록산이 하기 식 (1A) 또는 하기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산이고,

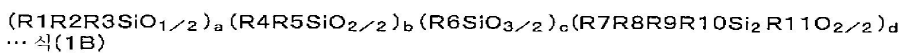
상기 제2 오르가노폴리실록산이 하기 식 (51A) 또는 하기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산이고,

상기 제1 오르가노폴리실록산에서의 하기 식 (X1)로부터 구해지는 아릴기의 함유 비율이 30 몰% 이상 70 몰% 이하이며,

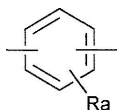
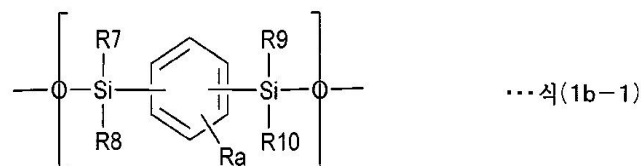
상기 제2 오르가노폴리실록산에서의 하기 식 (X51)로부터 구해지는 아릴기의 함유 비율이 30 몰% 이상 70 몰% 이하인 광 반도체 장치용 밀봉제.



상기 식 (1A) 중, a, b 및 c는 a/(a+b+c)=0 내지 0.50, b/(a+b+c)=0.40 내지 1.0 및 c/(a+b+c)=0 내지 0.50을 만족시키고, R1 내지 R6은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 알케닐기를 나타내며, 페닐기 및 알케닐기 이외의 R1 내지 R6은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.



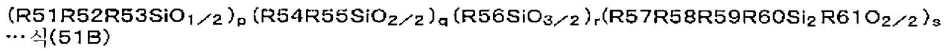
상기 식 (1B) 중, a, b, c 및 d는 a/(a+b+c+d)=0 내지 0.40, b/(a+b+c+d)=0.40 내지 0.99, c/(a+b+c+d)=0 내지 0.50 및 d/(a+b+c+d)=0.01 내지 0.40을 만족시키고, R1 내지 R6은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 알케닐기를 나타내며, 페닐기 및 알케닐기 이외의 R1 내지 R6은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다. 상기 식 (1B) 중, (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위는 하기 식 (1b-1)로 표시되는 구조 단위이다.



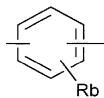
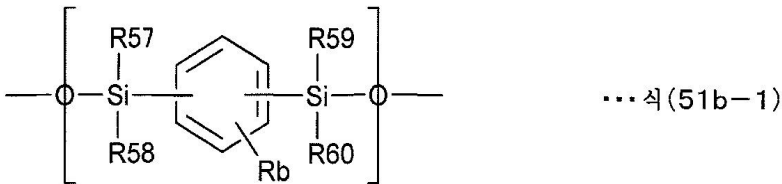
상기 식 (1b-1) 중, 는 식 (1B)에서의 R11에 해당하는 것이고, Ra는 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R7 내지 R10은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.



상기 식 (51A) 중, p, q 및 r은  $p/(p+q+r)=0.05$  내지  $0.50$ ,  $q/(p+q+r)=0.05$  내지  $0.50$  및  $r/(p+q+r)=0.20$  내지  $0.80$ 을 만족시키고, R51 내지 R56은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자를 나타내며, 페닐기 및 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자 이외의 R51 내지 R56은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.



상기 식 (51B) 중, p, q, r 및 s는  $p/(p+q+r+s)=0.05$  내지  $0.50$ ,  $q/(p+q+r+s)=0.05$  내지  $0.50$ ,  $r/(p+q+r+s)=0.20$  내지  $0.80$  및  $s/(p+q+r+s)=0.01$  내지  $0.40$ 을 만족시키고, R51 내지 R56은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자를 나타내며, 페닐기 및 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자 이외의 R51 내지 R56은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다. 상기 식 (51B) 중,  $(R57R58R59R60Si_2R61O_{2/2})$ 의 구조 단위는 하기 식 (51b-1)로 표시되는 구조 단위이다.



상기 식 (51b-1) 중,  $Rb$ 는 식 (51B)에서의 R61에 해당하는 것이고, Rb는 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R57 내지 R60은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.

아릴기의 함유 비율(몰%)=(평균 조성식이 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산의 1 분자당에 포함되는 아릴기의 평균 개수×아릴기의 분자량/평균 조성식이 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산의 수 평균 분자량)×100 ... 식 (X1)

아릴기의 함유 비율(몰%)=(평균 조성식이 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산의 1 분자당에 포함되는 아릴기의 평균 개수×아릴기의 분자량/평균 조성식이 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산의 수 평균 분자량)×100 ... 식 (X51)

**청구항 3**

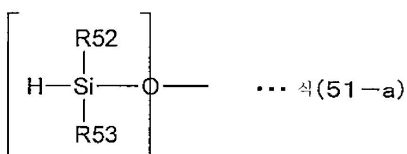
제2항에 있어서, 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산 및 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산 중 적어도 한쪽을 포함하는 광 반도체 장치용 밀봉제.

**청구항 4**

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 밀봉제 중에서, 상기 백금의 알케닐 착체에 의한 백금 원소의 함유량이 1 ppm 이상 300 ppm 이하인 광 반도체 장치용 밀봉제.

**청구항 5**

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 제2 오르가노폴리실록산이 하기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위를 포함하는 광 반도체 장치용 밀봉제.



상기 식 (51-a) 중, R52 및 R53은 각각 수소 원자, 페닐기 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.

**청구항 6**

제5항에 있어서, 상기 제2 오르가노폴리실록산의 전체 실록산 구조 단위 100 몰% 중, 상기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위의 비율이 5 몰% 이상인 광 반도체 장치용 밀봉제.

**청구항 7**

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 제1 오르가노폴리실록산이 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위를 포함하며,

상기 제1 오르가노폴리실록산의 전체 실록산 구조 단위 100 몰% 중, 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위의 비율이 30 몰% 이상인 광 반도체 장치용 밀봉제.

**청구항 8**

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 제2 오르가노폴리실록산이 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위를 포함하는 광 반도체 장치용 밀봉제.

**청구항 9**

광 반도체 소자와, 이 광 반도체 소자를 밀봉하도록 설치된 제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 광 반도체 장치용 밀봉제를 구비하는 광 반도체 장치.

**청구항 10**

광 반도체 소자와, 이 광 반도체 소자를 밀봉하도록 설치된 제7항에 기재된 광 반도체 장치용 밀봉제를 구비하는 광 반도체 장치.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 광 반도체 장치에 있어서 광 반도체 소자를 밀봉하기 위해 이용되는 광 반도체 장치용 밀봉제, 및 상기 광 반도체 장치용 밀봉제를 이용한 광 반도체 장치에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 발광 다이오드(LED) 장치 등의 광 반도체 장치는 소비 전력은 낮으면서 수명은 길다. 또한, 광 반도체 장치는 가혹한 환경 하에서도 사용될 수 있다. 따라서, 광 반도체 장치는 휴대 전화용 백 라이트, 액정 텔레비전용 백 라이트, 자동차용 램프, 조명 기구 및 간판 등의 폭넓은 용도로 사용되고 있다.

[0003] 광 반도체 장치에 이용되고 있는 발광 소자인 광 반도체 소자(예를 들면 LED)가 대기와 직접 접촉하면, 대기 중의 수분 또는 부유하는 먼지 등에 의해 광 반도체 소자의 발광 특성이 급속히 저하된다. 이 때문에, 상기 광 반도체 소자는 통상, 광 반도체 장치용 밀봉제에 의해 밀봉되어 있다.

[0004] 하기 특허문헌 1에는 광 반도체 장치용 밀봉제로서, 수소 첨가 비스페놀 A 글리시딜에테르와, 지환식 에폭시 단량체와, 잠재성 촉매를 포함하는 에폭시 수지 재료가 개시되어 있다. 이 에폭시 수지 재료는 열 양이온 중합에 의해 경화한다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

[0005] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 제2003-73452호 공보

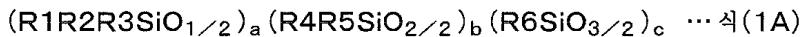
**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

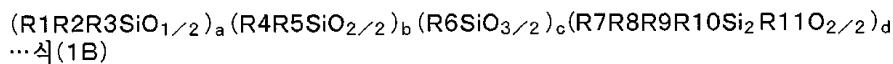
- [0006] 특허문헌 1에 기재된 바와 같은 종래의 광 반도체 장치용 밀봉체를 이용한 광 반도체 장치가, 고온 고습 하에서의 가혹한 환경에서 통전한 상태로 사용되면, 서서히 광도(밝기)가 저하된다는 문제가 있다.
- [0007] 또한, 종래의 광 반도체 장치용 밀봉체가 고온 고습 하에서의 가혹한 환경에서 통전한 상태로 사용되면, 밀봉체 자체가 변색한다는 문제도 있다.
- [0008] 본 발명은 광 반도체 장치에 이용되는 밀봉체로서, 고온 고습 하에서의 가혹한 환경에서 통전한 상태로 사용되더라도 광도가 저하되기 어렵고, 고온 고습 하에서의 가혹한 환경에서 통전한 상태로 사용되더라도 밀봉체의 변색이 생기기 어려운 광 반도체 장치용 밀봉체, 및 상기 광 반도체 장치용 밀봉체를 이용한 광 반도체 장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

**과제의 해결 수단**

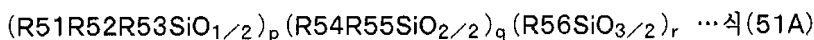
- [0009] 본 발명의 넓은 국면에 따르면, 광 반도체 장치에 이용되는 밀봉체로서, 규소 원자에 결합한 수소 원자를 갖지 않으며 규소 원자에 결합한 알케닐기 및 규소 원자에 결합한 아틸기를 갖는 제1 오르가노폴리실록산과, 규소 원자에 결합한 수소 원자 및 규소 원자에 결합한 아틸기를 갖는 제2 오르가노폴리실록산과, 백금의 알케닐 착체를 포함하고, 상기 백금의 알케닐 착체가, 염화백금산 6수화물과 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물을 반응시킴으로써 얻어지는 백금의 알케닐 착체이고, 밀봉체 중에서의 상기 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합한 알케닐기의 수의 밀봉체 중에서의 상기 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합한 수소 원자의 수에 대한 비 (규소 원자에 결합한 알케닐기의 수/규소 원자에 결합한 수소 원자의 수)가 1.0 이상 2.5 이하인 광 반도체 장치용 밀봉체가 제공된다.
- [0010] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉체의 어느 특정 국면에서는, 상기 제1 오르가노폴리실록산이 하기 식 (1A) 또는 하기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산이고, 상기 제2 오르가노폴리실록산이 하기 식 (51A) 또는 하기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산이고, 상기 제1 오르가노폴리실록산에서의 하기 식 (X1)로부터 구해지는 아틸기의 함유 비율이 30 몰% 이상 70 몰% 이하이며, 상기 제2 오르가노폴리실록산에서의 하기 식 (X51)로부터 구해지는 아틸기의 함유 비율이 30 몰% 이상 70 몰% 이하이다.



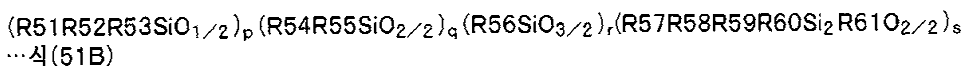
- [0011] 상기 식 (1A) 중, a, b 및 c는 a/(a+b+c)=0 내지 0.50, b/(a+b+c)=0.40 내지 1.0 및 c/(a+b+c)=0 내지 0.50을 만족시키고, R1 내지 R6은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 알케닐기를 나타내며, 페닐기 및 알케닐기 이외의 R1 내지 R6은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.



- [0013] 상기 식 (1B) 중, a, b, c 및 d는 a/(a+b+c+d)=0 내지 0.40, b/(a+b+c+d)=0.40 내지 0.99, c/(a+b+c+d)=0 내지 0.50 및 d/(a+b+c+d)=0.01 내지 0.40을 만족시키고, R1 내지 R6은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 알케닐기를 나타내며, 페닐기 및 알케닐기 이외의 R1 내지 R6은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R7 내지 R10은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R11은 탄소수 1 내지 8의 2가의 탄화수소기를 나타낸다.



- [0015] 상기 식 (51A) 중, p, q 및 r은 p/(p+q+r)=0.05 내지 0.50, q/(p+q+r)=0.05 내지 0.50 및 r/(p+q+r)=0.20 내지 0.80을 만족시키고, R51 내지 R56은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자를 나타내며, 페닐기 및 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자 이외의 R51 내지 R56은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.



- [0017] 상기 식 (51B) 중, p, q, r 및 s는 p/(p+q+r+s)=0.05 내지 0.50, q/(p+q+r+s)=0.05 내지 0.50, r/(p+q+r+s)=0.20 내지 0.80 및 s/(p+q+r+s)=0.01 내지 0.40을 만족시키고, R51 내지 R56은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자를 나타내며, 페닐기 및 규소 원자에

직접 결합하고 있는 수소 원자 이외의 R51 내지 R56은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R57 내지 60은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R61은 탄소수 1 내지 8의 2가의 탄화수소기를 나타낸다.

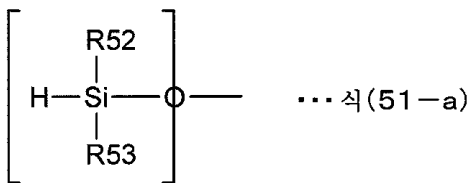
[0019] 아릴기의 함유 비율( 몰%)=(평균 조성식이 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산의 1 분자당에 포함되는 아릴기의 평균 개수×아릴기의 분자량/평균 조성식이 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산의 수 평균 분자량)×100 ... 식 (X1)

[0020] 아릴기의 함유 비율( 몰%)=(평균 조성식이 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산의 1 분자당에 포함되는 아릴기의 평균 개수×아릴기의 분자량/평균 조성식이 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산의 수 평균 분자량)×100 ... 식 (X51)

[0021] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 다른 특정 국면에서는, 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산 및 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산 중 적어도 한쪽이 포함된다.

[0022] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 다른 특정 국면에서는, 밀봉제 중에서 상기 백금의 알케닐 착체에 의한 백금 원소의 함유량이 1 ppm 이상 300 ppm 이하이다.

[0023] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 다른 특정 국면에서는, 상기 제2 오르가노폴리실록산은 하기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위를 포함한다.



[0024] 상기 식 (51-a) 중, R52 및 R53은 각각 수소 원자, 페닐기 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.

[0026] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 또 다른 특정 국면에서는, 상기 제2 실리콘 수지의 전체 실록산 구조 단위 100 몰% 중 상기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위의 비율이 5 몰% 이상이다.

[0027] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 다른 특정 국면에서는, 상기 제1 오르가노폴리실록산은 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위를 포함한다.

[0028] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 또 다른 특정 국면에서는, 상기 제1 오르가노폴리실록산의 전체 실록산 구조 단위 100 몰% 중, 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위의 비율이 30 몰% 이상이다.

[0029] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 다른 특정 국면에서는, 상기 제2 오르가노폴리실록산은 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위를 포함한다.

[0030] 본 발명에 따른 광 반도체 장치는 광 반도체 소자와, 상기 광 반도체 소자를 밀봉하도록 설치되어 있으며 본 발명에 따라 구성된 광 반도체 장치용 밀봉제를 구비한다.

**발명의 효과**

[0031] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제는 규소 원자에 결합한 수소 원자를 갖지 않으며 규소 원자에 결합한 알케닐기 및 규소 원자에 결합한 아릴기를 갖는 제1 오르가노폴리실록산과, 규소 원자에 결합한 수소 원자 및 규소 원자에 결합한 아릴기를 갖는 제2 오르가노폴리실록산과, 염화백금산 6수화물 및 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물의 반응물인 백금의 알케닐 착체를 포함하기 때문에, 또한 상기 비(규소 원자에 결합한 알케닐기의 수/규소 원자에 결합한 수소 원자의 수)가 1.0 이상 2.5 이하이기 때문에, 밀봉체를 이용한 광 반도체 장치가 고습 하에서의 가혹한 환경에서 통전한 상태로 사용되더라도 광도가 저하되기 어렵다. 또한, 고온 고습 하에서의 가혹한 환경에서 통전한 상태로 사용되더라도 광 반도체 장치용 밀봉제의 변색이 생기기 어렵다.

**도면의 간단한 설명**

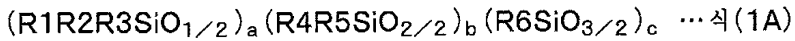
[0032] 도 1은 본 발명의 일 실시 형태에 따른 광 반도체 장치를 나타내는 정면 단면도이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0033] 이하, 본 발명의 상세를 설명한다.
- [0034] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉체는 제1 오르가노폴리실록산과, 제2 오르가노폴리실록산과, 백금의 알케닐 착체를 포함한다. 상기 백금의 알케닐 착체는 염화백금산 6수화물과, 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물의 반응물이다.
- [0035] 상기 제1 오르가노폴리실록산은 규소 원자에 결합한 수소 원자를 갖지 않으며 규소 원자에 결합한 알케닐기와 규소 원자에 결합한 아릴기를 갖는다. 상기 제2 오르가노폴리실록산은 규소 원자에 결합한 수소 원자와 규소 원자에 결합한 아릴기를 갖는다. 밀봉체 중에서의 상기 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합한 알케닐기의 수의 밀봉체 중에서의 상기 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합한 수소 원자의 수에 대한 비(규소 원자에 결합한 알케닐기의 수/규소 원자에 결합한 수소 원자의 수)는 1.0 이상 2.5 이하이다. 상기 제2 오르가노폴리실록산이 알케닐기를 갖는 경우에는, 상기 비에 있어서, 규소 원자에 결합한 알케닐기의 수에는 상기 제2 오르가노폴리실록산의 알케닐기도 포함된다.
- [0036] 상기 조성의 채용에 의해, 밀봉체를 이용한 광 반도체 장치가 가열과 냉각을 반복하여 받는 가혹한 환경에서 사용되더라도, 광 반도체 장치로부터 발해지는 빛의 밝기가 저하되기 어려워진다. 또한, 밀봉체 자체도 가혹한 환경에서 사용되더라도 변색하기 어려워진다.
- [0037] 가혹한 환경에서 사용되었을 때에, 광 반도체 장치로부터 발해지는 빛의 밝기의 저하를 보다 한층 억제하고, 또한 밀봉체의 변색을 보다 한층 억제하는 관점에서는 상기 비(규소 원자에 결합한 알케닐기의 수/규소 원자에 결합한 수소 원자의 수)는 바람직하게는 1.1 이상, 바람직하게는 1.8 이하이다.
- [0038] 또한, 종래의 광 반도체 장치용 밀봉체에서는 가열과 냉각을 반복하여 받는 가혹한 환경에서 사용되면, 밀봉체에 균열이 생기거나 밀봉체가 하우징재 등으로부터 박리되거나 할 수 있다. 또한, 발광 소자의 배면측에 도달한 빛을 반사시키기 위해, 발광 소자의 배면측, 온도급된 전극이 형성되어 있을 수 있다. 밀봉체에 균열이 생기거나 밀봉체가 하우징재로부터 박리되거나 하면, 온도급된 전극이 대기에 노출된다. 이 경우에는, 대기 중에 존재하는 황화수소 가스 또는 아황산 가스 등의 부식성 가스에 의해 온도급이 변색할 수 있다. 전극이 변색하면 반사율이 저하되기 때문에, 발광 소자가 발하는 빛의 밝기가 저하된다는 문제가 있다.
- [0039] 이러한 문제에 대하여 가스 배리어성이 우수하고 균열 및 박리가 생기기 어려운 밀봉체를 얻는 관점에서는, 상기 제1 오르가노폴리실록산은 식 (1A) 또는 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산인 것이 바람직하다. 가스 배리어성이 우수하고 균열 및 박리가 생기기 어려운 밀봉체를 얻는 관점에서는, 상기 제2 오르가노폴리실록산은 식 (51A) 또는 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산인 것이 바람직하다.
- [0040] 가스 배리어성이 보다 한층 우수하고 균열 및 박리가 보다 한층 생기기 어려운 밀봉체를 얻는 관점에서는, 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉체는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산 및 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산 중 적어도 한쪽을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0041] 상기 제1 오르가노폴리실록산 및 상기 제2 오르가노폴리실록산에서의 하기 식 (X)로부터 구해지는 아릴기의 함유 비율은 각각, 바람직하게는 30 몰% 이상, 보다 바람직하게는 35 몰% 이상, 바람직하게는 70 몰% 이하, 보다 바람직하게는 65 몰% 이하이다. 아릴기의 함유 비율이 상기 하한 이상 및 상기 상한 이하이면, 가스 배리어성이 보다 한층 높아지면서 밀봉체의 박리가 생기기 어려워진다.
- [0042] 아릴기의 함유 비율(몰%)=(상기 제1 오르가노폴리실록산 또는 상기 제2 오르가노폴리실록산의 1 분자당에 포함되는 아릴기의 평균 개수×아릴기의 분자량/상기 제1 오르가노폴리실록산 또는 상기 제2 오르가노폴리실록산의 수 평균 분자량)×100 ... 식 (X)
- [0043] (제1 오르가노폴리실록산)
- [0044] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉체에 포함되어 있는 제1 오르가노폴리실록산은, 규소 원자에 결합한 수소 원자를 갖지 않으며 규소 원자에 결합한 알케닐기와 규소 원자에 결합한 아릴기를 갖는다. 상기 제1 오르가노폴리실록산으로서, 규소 원자에 결합한 수소 원자를 갖는 오르가노폴리실록산은 제외된다. 상기 제1 오르가노폴리실록산은 규소 원자에 결합한 수소 원자를 갖지 않기 때문에, 상기 제2 오르가노폴리실록산과는 상이하다. 상기 알케닐기와 아릴기는 각각 규소 원자에 직접 결합하고 있다. 상기 아릴기로서는, 비치환 페닐기, 치환 페닐기, 비치환 페닐렌기 및 치환 페닐렌기를 들 수 있다. 또한, 상기 알케닐기의 탄소-탄소 이중 결합에서의 탄소 원자가 규소 원자에 결합하고 있을 수도 있고, 상기 알케닐기의 탄소-탄소 이중 결합에서의 탄소 원자와는 상이한 탄소 원자가 규소 원자에 결합하고 있을 수도 있다.

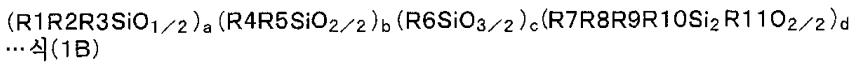


[0045] 가스 배리어성이 보다 한층 우수한 밀봉체를 얻는 관점에서는, 상기 제1 오르가노폴리실록산은 하기 식 (1A) 또는 하기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산인 것이 바람직하다. 다만, 상기 제1 오르가노폴리실록산으로서, 하기 식 (1A) 또는 하기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산 이외의 제1 오르가노폴리실록산을 이용할 수도 있다. 하기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산은 페닐렌기를 가질 수도 있고, 페닐렌기를 갖지 않을 수도 있다. 상기 제1 오르가노폴리실록산은 1종만이 사용될 수도 있고, 2종 이상이 병용될 수도 있다.



[0046]

[0047] 상기 식 (1A) 중, a, b 및 c는 a/(a+b+c)=0 내지 0.50, b/(a+b+c)=0.40 내지 1.0 및 c/(a+b+c)=0 내지 0.50을 만족시키고, R1 내지 R6은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 알케닐기를 나타내며, 페닐기 및 알케닐기 이외의 R1 내지 R6은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다. 또한, 상기 식 (1A) 중, (R4R5SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위 및 (R6SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 각각 알콕시기를 가질 수도 있고, 히드록시기를 가질 수도 있다.



[0048]

[0049] 상기 식 (1B) 중, a, b, c 및 d는 a/(a+b+c+d)=0 내지 0.40, b/(a+b+c+d)=0.40 내지 0.99, c/(a+b+c+d)=0 내지 0.50 및 d/(a+b+c+d)=0.01 내지 0.40을 만족시키고, R1 내지 R6은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 알케닐기를 나타내며, 페닐기 및 알케닐기 이외의 R1 내지 R6은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R7 내지 R10은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R11은 탄소수 1 내지 8의 2가의 탄화수소기를 나타낸다. 또한, 상기 식 (1B) 중, (R4R5SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위, (R6SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위, (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 각각 알콕시기를 가질 수도 있고, 히드록시기를 가질 수도 있다.

[0050] 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B)는 평균 조성식을 나타낸다. 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B)에서의 탄화수소기는 직쇄상일 수도 있고 분지상일 수도 있다. 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중의 R1 내지 R6은 동일할 수도 있고 상이할 수도 있다. 상기 식 (1B) 중의 R7 내지 R10은 동일할 수도 있고 상이할 수도 있다.

[0051] 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중, (R4R5SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에서의 산소 원자 부분, (R6SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에서의 산소 원자 부분, (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에서의 산소 원자 부분은 각각, 실록산 결합을 형성하고 있는 산소 원자 부분, 알콕시기의 산소 원자 부분, 또는 히드록시기의 산소 원자 부분을 나타낸다.

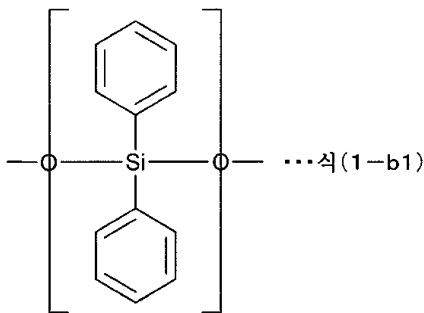
[0052] 또한, 일반적으로 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B)의 각 구조 단위에 있어서, 알콕시기의 함유량은 적고, 또한 히드록시기의 함유량도 적다. 이는 일반적으로, 제1 오르가노폴리실록산을 얻기 위해 알콕시실란 화합물 등의 유기 규소 화합물을 가수분해하고 중축합시키면, 알콕시기 및 히드록시기의 대부분은 실록산 결합의 부분 골격으로 변환되기 때문이다. 즉, 알콕시기의 산소 원자 및 히드록시기의 산소 원자의 대부분은 실록산 결합을 형성하고 있는 산소 원자로 변환된다. 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B)의 각 구조 단위가 알콕시기 또는 히드록시기를 갖는 경우에는, 실록산 결합의 부분 골격으로 변환되지 않은 미반응 알콕시기 또는 히드록시기가 미미하게 잔존해 있는 것을 나타낸다. 후술하는 식 (51A) 및 식 (51B)의 각 구조 단위가 알콕시기 또는 히드록시기를 갖는 경우에 관해서도 동일하다고 할 수 있다.

[0053] 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중 알케닐기로서는 비닐기, 알릴기, 부테닐기, 펜테닐기 및 헥세닐기 등을 들 수 있다. 가스 배리어성을 보다 한층 높이는 관점에서는, 상기 제1 오르가노폴리실록산에서의 알케닐기 및 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중의 알케닐기는 비닐기 또는 알릴기인 것이 바람직하고, 비닐기인 것이 보다 바람직하다.

[0054] 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B)에서의 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 메틸기, 에틸기, n-프로필기, n-부틸기, n-펜틸기, n-헥실기, n-헵틸기, n-옥틸기, 이소프로필기, 이소부틸기, sec-부틸기, t-부틸기, 이소펜틸기, 네오펜틸기, t-펜틸기, 이소헥실기 및 시클로헥실기를 들 수 있다. 상기 식 (1B)에서의 탄소수 1 내지 8의 2가의 탄화수소기로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 메틸렌기, 에틸

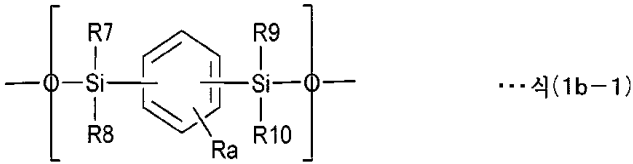
렌기, 프로필렌기, 부틸렌기, 펜틸렌기, 헥실렌기, 시클로헥실렌기 및 페닐렌기 등을 들 수 있다.

- [0055] 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산에서의 하기 식 (X1)로부터 구해지는 아릴기의 함유 비율은, 바람직하게는 30 몰% 이상, 바람직하게는 70 몰% 이하이다. 이 아릴기의 함유 비율이 30 몰% 이상이면, 가스 배리어성이 보다 한층 높아진다. 아릴기의 함유 비율이 70 몰% 이하이면, 밀봉제의 박리가 생기기 어려워진다. 가스 배리어성을 더 한층 높이는 관점에서는, 아릴기의 함유 비율은 35 몰% 이상인 것이 보다 바람직하다. 박리를 보다 한층 생기기 어렵게 하는 관점에서는, 아릴기의 함유 비율은 65 몰% 이하인 것이 보다 바람직하다.
- [0056] 아릴기의 함유 비율(몰%)=(평균 조성식이 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산의 1 분자당에 포함되는 아릴기의 평균 개수×아릴기의 분자량/평균 조성식이 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산의 수 평균 분자량)×100 ... 식 (X1)
- [0057] 상기 식 (1A)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산을 이용하는 경우에는, 상기 식 (X1)에서의 아릴기는 페닐기를 나타내고, 아릴기의 함유 비율은 페닐기의 함유 비율을 나타낸다.
- [0058] 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산을 이용하는 경우에는, 상기 식 (X1)에서의 아릴기는 페닐기와 페닐렌기를 나타내고, 아릴기의 함유 비율은 페닐기와 페닐렌기의 합계의 함유 비율을 나타낸다.
- [0059] 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산이 페닐렌기를 갖지 않는 경우에는, 상기 페닐기와 페닐렌기의 합계의 함유 비율은 페닐기의 함유 비율을 나타낸다.
- [0060] 상기 제1 오르가노폴리실록산은, 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위를 포함하는 것이 바람직하다. 상기 제1 오르가노폴리실록산의 전체 실록산 구조 단위 100 몰% 중, 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위의 비율은, 바람직하게는 5 몰% 이상, 보다 바람직하게는 10 몰% 이상, 더욱 바람직하게는 25 몰% 이상, 특히 바람직하게는 30 몰% 이상이다. 디페닐실록산 구조 단위의 비율이 많을수록, 또한 디페닐실록산 구조 단위의 비율이 30 몰% 이상이면, 밀봉제의 디스펜스성이 양호해지고, 복수의 광 반도체 장치로부터 추출되는 빛의 밝기가 더욱 높아진다. 상기 디페닐실록산 구조 단위의 비율은, 가장 바람직하게는 40 몰% 이상, 바람직하게는 60 몰% 이하이다. 상기 디페닐실록산 구조 단위의 비율이 상기 상한 이하이면, 밀봉제의 디스펜스성이 양호해지고, 반도체 장치로부터 추출되는 빛의 밝기가 보다 높아진다.
- [0061] 상기 디페닐실록산 구조 단위는 하기 식 (1-b1)로 표시되는 구조 단위인 것이 바람직하다. 또한, 하기 식 (1-b1)로 표시되는 구조 단위에 있어서, 말단의 산소 원자는 일반적으로 인접하는 규소 원자와 실록산 결합을 형성하고 있고, 인접하는 구조 단위와 산소 원자를 공유하고 있다. 따라서, 말단의 1개의 산소 원자를 「O<sub>1/2</sub>」로 한다.



- [0062]
- [0063] 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중, (R<sub>4</sub>R<sub>5</sub>SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 각각 상기 식 (1-b1)로 표시되는 구조 단위를 포함하는 것이 바람직하다. (R<sub>4</sub>R<sub>5</sub>SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 상기 식 (1-b1)로 표시되는 구조 단위만을 포함할 수도 있고, 상기 식 (1-b1)로 표시되는 구조 단위와 상기 식 (1-b1)로 표시되는 구조 단위 이외의 구조 단위를 포함할 수도 있다.
- [0064] 가스 배리어성을 보다 한층 높이는 관점에서는, 상기 식 (1B) 중 (R<sub>7</sub>R<sub>8</sub>R<sub>9</sub>Si<sub>2</sub>R<sub>10</sub>O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위는 하기 식 (1b-1)로 표시되는 구조 단위인 것이 바람직하다. 하기 식 (1b-1)로 표시되는 구조 단위는 페닐렌기를 갖고, 상기 페닐렌기는 치환 또는 비치환 페닐렌기이다. 본 명세서에 있어서, 「페닐렌기」의 용어에는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기가 벤젠환으로 치환된 치환 페닐렌기도 포함된다. 또한, 하기 식 (1b-1)로 표시되는 구조 단위에 있어서, 말단의 산소 원자는 일반적으로 인접하는 규소 원자와 실록산 결합을 형성하고 있고, 인접하는 구

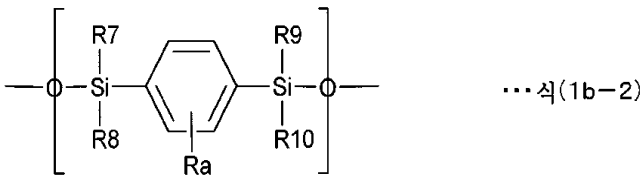
조 단위와 산소 원자를 공유하고 있다. 따라서, 말단의 1개의 산소 원자를 「O<sub>1/2</sub>」로 한다.



[0065]

[0066] 상기 식 (1b-1) 중, Ra는 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R7 내지 R10은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다. 상기 탄화수소기는 직쇄상일 수도 있고, 분지상일 수도 있다. 또한, 상기 식 (1b-1) 중의 벤젠환에 결합하고 있는 3개의 기의 결합 부위는 특별히 한정되지 않는다.

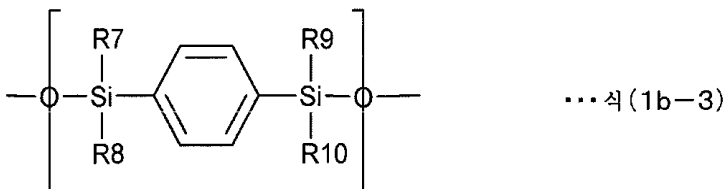
[0067] 상기 식 (1B) 중, (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위는 하기 식 (1b-2)로 표시되는 구조 단위인 것이 바람직하다. 하기 식 (1b-2)로 표시되는 구조 단위는 페닐렌기를 갖고, 상기 페닐렌기는 치환 또는 비치환 페닐렌기이다. 하기 식 (1b-2) 중의 벤젠환에 결합하고 있는 Ra의 결합 부위는 특별히 한정되지 않는다.



[0068]

[0069] 상기 식 (1b-2) 중, Ra는 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R7 내지 R10은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.

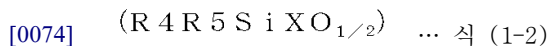
[0070] 상기 식 (1B) 중, (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위는 하기 식 (1b-3)으로 표시되는 구조 단위인 것이 보다 바람직하다. 하기 식 (1b-3)으로 표시되는 구조 단위는 페닐렌기를 갖고, 상기 페닐렌기는 비치환 페닐렌기이다.



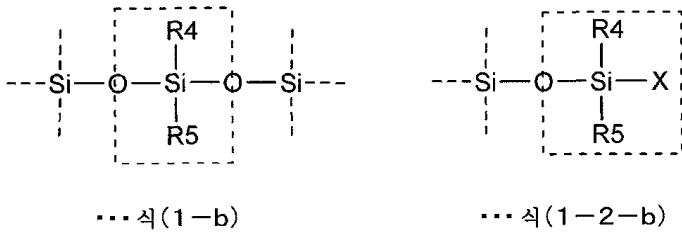
[0071]

[0072] 상기 식 (1b-3) 중, R7 내지 R10은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.

[0073] 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산에 있어서, (R4R5SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위(이하, 이관능 구조 단위라고도 함)는 하기 식 (1-2)로 표시되는 구조, 즉 이관능 구조 단위 중의 규소 원자에 결합한 산소 원자의 1개가 히드록시기 또는 알콕시기를 구성하는 구조를 포함할 수도 있다.



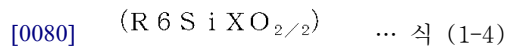
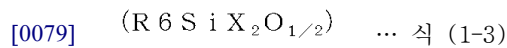
[0075] (R4R5SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (1-b)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함하고, 추가로 하기 식 (1-2-b)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함할 수도 있다. 즉, R4 및 R5로 표시되는 기를 가지며 알콕시기 또는 히드록시기가 말단에 잔존해 있는 구조 단위도, (R4R5SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에 포함된다. 구체적으로는, 알콕시기가 실록산 결합의 부분 골격으로 변환된 경우에는, (R4R5SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (1-b)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 나타낸다. 미반응 알콕시기가 잔존해 있는 경우, 또는 알콕시기가 히드록시기로 변환된 경우에는, 잔존 알콕시기 또는 히드록시기를 갖는 (R4R5SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (1-2-b)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 나타낸다.



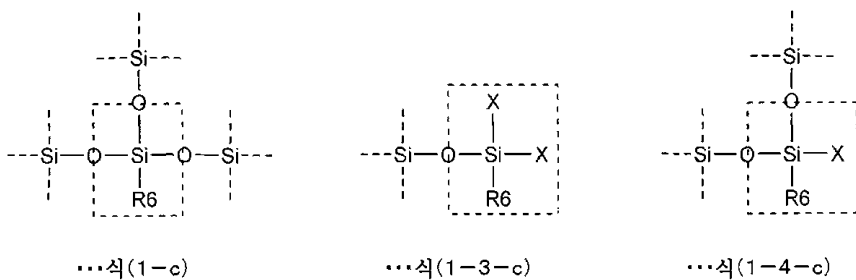
[0076]

[0077] 상기 식 (1-2) 및 (1-2-b) 중, X는 OH 또는 OR을 나타내고, OR은 직쇄상 또는 분지상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기를 나타낸다. 상기 식 (1-b), (1-2) 및 (1-2-b) 중의 R4 및 R5는 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B) 중의 R4 및 R5와 동일한 기이다.

[0078] 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산에 있어서, (R6SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위(이하, 삼관능 구조 단위라고도 함)는 하기 식 (1-3) 또는 하기 식 (1-4)로 표시되는 구조, 즉 삼관능 구조 단위 중의 규소 원자에 결합한 산소 원자의 2개가 각각 히드록시기 또는 알콕시기를 구성하는 구조, 또는 삼관능 구조 단위 중의 규소 원자에 결합한 산소 원자의 1개가 히드록시기 또는 알콕시기를 구성하는 구조를 포함할 수도 있다.



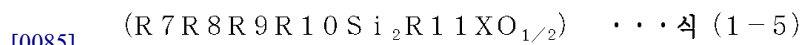
[0081] (R6SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (1-c)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함하고, 추가로 하기 식 (1-3-c) 또는 하기 식 (1-4-c)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함할 수도 있다. 즉, R6으로 표시되는 기를 가지며 알콕시기 또는 히드록시기가 말단에 잔존해 있는 구조 단위도, (R6SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에 포함된다.



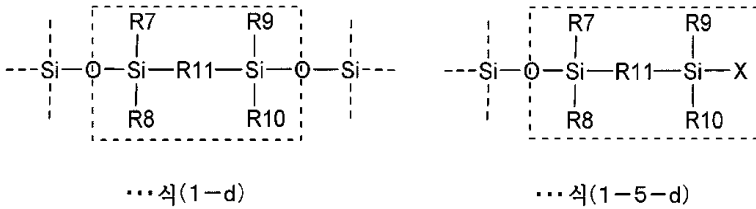
[0082]

[0083] 상기 식 (1-3), (1-3-c), (1-4) 및 (1-4-c) 중, X는 OH 또는 OR을 나타내고, OR은 직쇄상 또는 분지상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기를 나타낸다. 상기 식 (1-c), (1-3), (1-3-c), (1-4) 및 (1-4-c) 중의 R6은 상기 식 (1A) 또는 상기 식 (1B) 중의 R6과 동일한 기이다.

[0084] 상기 식 (1B)로 표시되는 제1 오르가노폴리실록산에 있어서, (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (1-5)로 표시되는 구조, 즉 (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위 중의 규소 원자에 결합한 산소 원자의 1개가 히드록시기 또는 알콕시기를 구성하는 구조를 포함할 수도 있다.



[0086] (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (1-d)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함하고, 추가로 하기 식 (1-5-d)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함할 수도 있다. 즉, R7, R8, R9, R10 및 R11로 표시되는 기를 가지며 알콕시기 또는 히드록시기가 말단에 잔존해 있는 구조 단위도, (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에 포함된다.



- [0087]
- [0088] 상기 식 (1-5) 및 (1-5-d) 중, X는 OH 또는 OR을 나타내고, OR은 직쇄상 또는 분지상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기를 나타낸다. 상기 식 (1-d), (1-5) 및 (1-5-d) 중의 R7 내지 R11은 상기 식 (1B) 중의 R7 내지 R11과 동일한 기이다.
- [0089] 상기 식 (1-b) 내지 (1-d), 상기 식 (1-2) 내지 (1-5), 및 상기 식 (1-2-b), (1-3-c), (1-4-c) 및 (1-5-d)에 있어서, 직쇄상 또는 분지상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 메톡시기, 에톡시기, n-프로폭시기, n-부톡시기, 이소프로폭시기, 이소부톡시기, sec-부톡시기 및 t-부톡시기를 들 수 있다.
- [0090] 상기 식 (1A) 중,  $a/(a+b+c)$ 의 하한은 0, 상한은 0.50이다.  $a/(a+b+c)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제의 내열성을 보다 한층 높일 수 있으면서 밀봉제의 박리를 보다 한층 억제할 수 있다. 상기 식 (1A) 중,  $a/(a+b+c)$ 의 바람직한 상한은 0.45, 보다 바람직한 상한은 0.40이다. 또한, a가 0이어서  $a/(a+b+c)$ 가 0인 경우, 상기 식 (1A) 중,  $(R1R2R3SiO_{1/2})$ 의 구조 단위는 존재하지 않는다.
- [0091] 상기 식 (1A) 중,  $b/(a+b+c)$ 의 하한은 0.40, 상한은 1.0이다.  $b/(a+b+c)$ 가 상기 하한을 만족시키면, 밀봉제의 경화물이 너무 단단해지지는 않아 밀봉제에 균열이 생기기 어려워진다.  $b/(a+b+c)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제의 가스 배리어성이 보다 한층 높아진다. 상기 식 (1A) 중,  $b/(a+b+c)$ 의 바람직한 하한은 0.50이다.
- [0092] 상기 식 (1A) 중,  $c/(a+b+c)$ 의 하한은 0, 상한은 0.50이다.  $c/(a+b+c)$ 가 상기 하한을 만족시키면, 밀봉제의 내열성이 높아지고, 고온 환경 하에서 밀봉제의 경화물의 두께가 감소하기 어려워진다.  $c/(a+b+c)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제로서의 적절한 점도를 유지하는 것이 용이하고, 밀착성을 보다 한층 높일 수 있다. 상기 식 (1A) 중,  $c/(a+b+c)$ 의 바람직한 상한은 0.45, 보다 바람직한 상한은 0.40, 더욱 바람직한 상한은 0.35이다. 또한, c가 0이어서  $c/(a+b+c)$ 가 0인 경우, 상기 식 (1A) 중,  $(R6SiO_{3/2})$ 의 구조 단위는 존재하지 않는다.
- [0093] 상기 식 (1B) 중,  $a/(a+b+c+d)$ 의 하한은 0, 상한은 0.40이다.  $a/(a+b+c+d)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제의 내열성을 보다 한층 높일 수 있으면서 밀봉제의 박리를 보다 한층 억제할 수 있다. 또한, a가 0이어서  $a/(a+b+c+d)$ 가 0인 경우, 상기 식 (1B) 중,  $(R1R2R3SiO_{1/2})$ 의 구조 단위는 존재하지 않는다.
- [0094] 상기 식 (1B) 중,  $b/(a+b+c+d)$ 의 하한은 0.40, 상한은 0.99이다.  $b/(a+b+c+d)$ 가 상기 하한을 만족시키면, 밀봉제의 경화물이 너무 단단해지지는 않아 밀봉제에 균열이 생기기 어려워진다.  $b/(a+b+c+d)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제의 가스 배리어성이 보다 한층 높아진다.
- [0095] 상기 식 (1B) 중,  $c/(a+b+c+d)$ 의 하한은 0, 상한은 0.50이다.  $c/(a+b+c+d)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제로서의 적절한 점도를 유지하는 것이 용이하고, 밀착성을 보다 한층 높일 수 있다. 또한, c가 0이어서  $c/(a+b+c+d)$ 가 0인 경우, 상기 식 (1B) 중,  $(R6SiO_{3/2})$ 의 구조 단위는 존재하지 않는다.
- [0096] 상기 식 (1B) 중,  $d/(a+b+c+d)$ 의 하한은 0.01, 상한은 0.40이다.  $d/(a+b+c+d)$ 가 상기 하한 및 상한을 만족시키면, 부식성 가스에 대하여 높은 가스 배리어성을 갖고, 가혹한 환경 하에서 사용되더라도 균열 또는 박리가 생기기 어려운 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻을 수 있다. 부식성 가스에 대하여 보다 한층 높은 가스 배리어성을 갖고, 가혹한 환경 하에서 사용되더라도 균열 또는 박리가 보다 한층 생기기 어려운 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻는 관점에서는, 상기 식 (1B) 중  $d/(a+b+c+d)$ 의 바람직한 하한은 0.03, 보다 바람직한 하한은 0.05, 바람직한 상한은 0.35, 보다 바람직한 상한은 0.30이다.
- [0097] 상기 제1 오르가노폴리실록산에 대하여 테트라메틸실란(이하, TMS)을 기준으로  $^{29}Si$ -핵자기 공명 분석(이하, NMR)을 행하면, 치환기의 종류에 따라 약간의 변동은 보이지만, 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중의  $(R1R2R3SiO_{1/2})_a$ 로 표시되는 구조 단위에 상당하는 피크는 +10 내지 -5 ppm 부근에 나타나고, 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중의  $(R4R5SiO_{2/2})_b$  및 상기 식 (1-2)의 이관능 구조 단위에 상당하는 각 피크는 -10 내지 -50 ppm

부근에 나타나고, 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중의  $(R6SiO_{3/2})_c$ , 및 상기 식 (1-3) 및 상기 식 (1-4)의 삼관능 구조 단위에 상당하는 각 피크는 -50 내지 -80 ppm 부근에 나타나고, 상기 식 (1B) 중의  $(R7R8R9R10Si_2R11O_{2/2})_d$  및 상기 식 (1-5)의 구조 단위에 상당하는 피크는 0 내지 -5 ppm 부근에 나타난다.

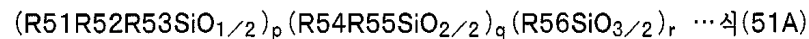
[0098] 따라서,  $^{29}Si$ -NMR을 측정하여 각각의 시그널의 피크 면적을 비교함으로써 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중의 각 구조 단위의 비율을 측정할 수 있다.

[0099] 단, 상기 TMS를 기준으로 한  $^{29}Si$ -NMR의 측정으로 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중의 구조 단위의 분간이 가지 않는 경우에는  $^{29}Si$ -NMR의 측정 결과뿐만 아니라,  $^1H$ -NMR의 측정 결과를 필요에 따라 이용함으로써, 상기 식 (1A) 및 상기 식 (1B) 중의 각 구조 단위의 비율을 분간할 수 있다.

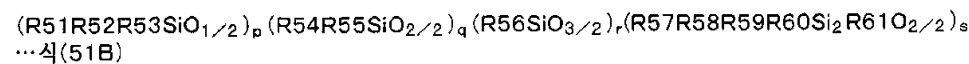
[0100] (제2 오르가노폴리실록산)

[0101] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉체에 포함되어 있는 제2 오르가노폴리실록산은, 규소 원자에 결합한 수소 원자와 규소 원자에 결합한 아틸기를 갖는다. 상기 수소 원자와 아틸기는 각각 규소 원자에 직접 결합하고 있다. 상기 아틸기로서는, 비치환 페닐기, 치환 페닐기, 비치환 페닐렌기 및 치환 페닐렌기를 들 수 있다.

[0102] 가스 배리어성이 보다 한층 우수한 밀봉체를 얻는 관점에서는, 상기 제2 오르가노폴리실록산은 하기 식 (51A) 또는 하기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산인 것이 바람직하다. 다만, 상기 제2 오르가노폴리실록산으로서, 하기 식 (51A) 또는 하기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산 이외의 제2 오르가노폴리실록산을 이용할 수도 있다. 하기 식 (51B)로 표시되는 오르가노폴리실록산은 페닐렌기를 가질 수도 있고, 페닐렌기를 갖지 않을 수도 있다. 상기 제2 오르가노폴리실록산은 1종만이 사용될 수도 있고, 2종 이상이 병용될 수도 있다.



[0104] 상기 식 (51A) 중, p, q 및 r은  $p/(p+q+r)=0.05$  내지 0.50,  $q/(p+q+r)=0.05$  내지 0.50 및  $r/(p+q+r)=0.20$  내지 0.80을 만족시키고, R51 내지 R56은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자를 나타내며, 페닐기 및 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자 이외의 R51 내지 R56은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다. 또한, 상기 식 (51A) 중,  $(R54R55SiO_{2/2})$ 로 표시되는 구조 단위 및  $(R56SiO_{3/2})$ 로 표시되는 구조 단위는 각각 알콕시기를 가질 수도 있고, 히드록시기를 가질 수도 있다.

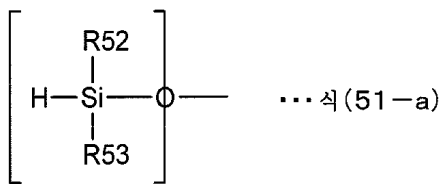


[0106] 상기 식 (51B) 중, p, q, r 및 s는  $p/(p+q+r+s)=0.05$  내지 0.50,  $q/(p+q+r+s)=0.05$  내지 0.50,  $r/(p+q+r+s)=0.20$  내지 0.80 및  $s/(p+q+r+s)=0.01$  내지 0.40을 만족시키고, R51 내지 R56은 적어도 1개가 페닐기를 나타내고, 적어도 1개가 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자를 나타내며, 페닐기 및 규소 원자에 직접 결합하고 있는 수소 원자 이외의 R51 내지 R56은 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R57 내지 R60은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R61은 탄소수 1 내지 8의 2가의 탄화수소기를 나타낸다. 또한, 상기 식 (51B) 중,  $(R54R55SiO_{2/2})$ 로 표시되는 구조 단위,  $(R56SiO_{3/2})$ 로 표시되는 구조 단위,  $(R57R58R59R60Si_2R61O_{2/2})$ 로 표시되는 구조 단위는 각각 알콕시기를 가질 수도 있고, 히드록시기를 가질 수도 있다.

[0107] 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B)는 평균 조성식을 나타낸다. 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B)에서의 탄화수소기는 직쇄상일 수도 있고 분지상일 수도 있다. 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의 R51 내지 R56은 동일할 수도 있고 상이할 수도 있다. 상기 식 (51B) 중의 R57 내지 R60은 동일할 수도 있고 상이할 수도 있다.

[0108] 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중,  $(R54R55SiO_{2/2})$ 로 표시되는 구조 단위에서의 산소 원자 부분,  $(R56SiO_{3/2})$ 로 표시되는 구조 단위에서의 산소 원자 부분,  $(R57R58R59R60Si_2R61O_{2/2})$ 로 표시되는 구조 단위에서의 산소 원자 부분은 각각, 실록산 결합을 형성하고 있는 산소 원자 부분, 알콕시기의 산소 원자 부분, 또는 히드록시기의 산소 원자 부분을 나타낸다.

- [0109] 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B)에서의 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 메틸기, 에틸기, n-프로필기, n-부틸기, n-펜틸기, n-헥실기, n-헵틸기, n-옥틸기, 이소프로필기, 이소부틸기, sec-부틸기, t-부틸기, 이소펜틸기, 네오펜틸기, t-펜틸기, 이소헥실기, 시클로헥실기, 비닐기 및 알릴기를 들 수 있다.
- [0110] 상기 식 (51B)에서의 탄소수 1 내지 8의 2가의 탄화수소기로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 메틸렌기, 에틸렌기, 프로필렌기, 부틸렌기, 펜틸렌기, 헥실렌기, 시클로헥실렌기 및 페닐렌기 등을 들 수 있다.
- [0111] 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산에서의 하기 식 (X51)로부터 구해지는 아릴기의 함유 비율은, 바람직하게는 30 몰% 이상, 바람직하게는 70 몰% 이하이다. 이 아릴기의 함유 비율이 30 몰% 이상이면, 가스 배리어성이 보다 한층 높아진다. 아릴기의 함유 비율이 70 몰% 이하이면, 밀봉제의 박리가 생기기 어려워진다. 가스 배리어성을 더 한층 높이는 관점에서는, 아릴기의 함유 비율은 35 몰% 이상인 것이 보다 바람직하다. 박리를 보다 한층 생기기 어렵게 하는 관점에서는, 아릴기의 함유 비율은 65 몰% 이하인 것이 보다 바람직하다.
- [0112] 아릴기의 함유 비율(몰%)=(평균 조성식이 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산의 1 분자당에 포함되는 아릴기의 평균 개수×아릴기의 분자량/평균 조성식이 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산의 수 평균 분자량)×100 ... 식 (X51)
- [0113] 상기 식 (51A)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산을 이용하는 경우에는, 상기 식 (X51)에서의 아릴기는 페닐기를 나타내고, 아릴기의 함유 비율은 페닐기의 함유 비율을 나타낸다.
- [0114] 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산을 이용하는 경우에는, 상기 식 (X51)에서의 아릴기는 페닐기와 페닐렌기를 나타내고, 아릴기의 함유 비율은 페닐기와 페닐렌기의 합계의 함유 비율을 나타낸다.
- [0115] 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산이 페닐렌기를 갖지 않는 경우에는, 상기 페닐기와 페닐렌기의 합계의 함유 비율은 페닐기의 함유 비율을 나타낸다.
- [0116] 밀봉제의 경화성을 높이고 열사이클에서의 균열 및 박리를 보다 한층 억제하는 관점에서는, 상기 제2 오르가노폴리실록산은 하기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위를 포함하는 것이 바람직하다. 또한, 하기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위에 있어서, 말단의 산소 원자는 일반적으로 인접하는 규소 원자와 실록산 결합을 형성하고 있고, 인접하는 구조 단위와 산소 원자를 공유하고 있다. 따라서, 말단의 1개의 산소 원자를 「O<sub>1/2</sub>」로 한다.

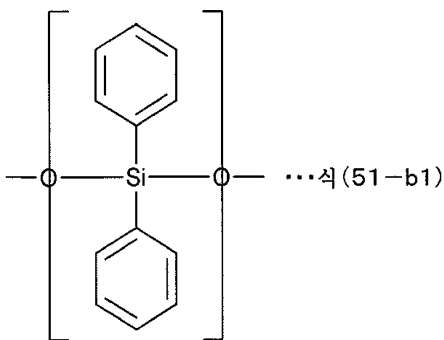


- [0117]
- [0118] 상기 식 (51-a) 중, R52 및 R53은 각각 수소 원자, 페닐기 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다. R52 및 R53은 각각 페닐기 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0119] 밀봉제의 경화성을 높이고 열사이클에서의 균열 및 박리를 보다 한층 억제하는 관점에서는, 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의 (R51R52R53SiO<sub>1/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 각각, R51이 규소 원자에 결합한 수소 원자를 나타내고, R52 및 R53이 페닐기 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내는 구조 단위를 포함하는 것이 바람직하다.
- [0120] 즉, 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중, (R51R52R53SiO<sub>1/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 상기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위를 포함하는 것이 바람직하다. (R51R52R53SiO<sub>1/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는, 상기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위만을 포함할 수도 있고, 상기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위와 상기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위 이외의 구조 단위를 포함할 수도 있다.
- [0121] 밀봉제의 경화성을 높이고 열사이클에서의 균열 및 박리를 보다 한층 억제하는 관점에서는, 상기 제2 오르가노폴리실록산의 전체 실록산 구조 단위 100 몰% 중 상기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위의 비율은, 바람직하게는 5 몰% 이상, 보다 바람직하게는 10 몰% 이상, 바람직하게는 50 몰% 이하, 보다 바람직하게는 45 몰% 이하이다.

[0122] 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의 전체 구조 단위 100 몰% 중, R51이 규소 원자에 결합한 수소 원자를 나타내고, R52 및 R53이 수소 원자, 페닐기 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내는 구조 단위(상기 식 (51-a)로 표시되는 구조 단위)의 비율은, 바람직하게는 5 몰% 이상, 보다 바람직하게는 10 몰% 이상, 바람직하게는 50 몰% 이하, 보다 바람직하게는 45 몰% 이하이다.

[0123] 상기 제2 오르가노폴리실록산은 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위를 포함하는 것이 바람직하다. 상기 제2 오르가노폴리실록산의 전체 실록산 구조 단위 100 몰% 중, 1개의 규소 원자에 2개의 페닐기가 결합한 디페닐실록산 구조 단위의 비율은, 바람직하게는 5 몰% 이상, 보다 바람직하게는 10 몰% 이상, 더욱 바람직하게는 20 몰% 이상이다. 디페닐실록산 구조 단위의 비율이 많을수록, 또한 디페닐실록산 구조 단위의 비율이 20 몰% 이상이면, 밀봉제의 디스펜스성이 양호해지고, 복수의 광 반도체 장치로부터 추출되는 빛의 밝기가 더욱 높아진다. 상기 디페닐실록산 구조 단위의 비율은 바람직하게는 60 몰% 이하이다. 상기 디페닐실록산 구조 단위의 비율이 상기 상한 이하이면, 밀봉제의 디스펜스성이 양호해지고, 반도체 장치로부터 추출되는 빛의 밝기가 보다 높아진다.

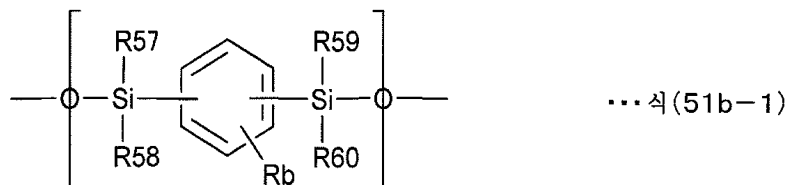
[0124] 상기 디페닐실록산 구조 단위는 하기 식 (51-b1)로 표시되는 구조 단위인 것이 바람직하다. 또한, 하기 식 (51-b1)로 표시되는 구조 단위에 있어서, 말단의 산소 원자는 일반적으로 인접하는 규소 원자와 실록산 결합을 형성하고 있고, 인접하는 구조 단위와 산소 원자를 공유하고 있다. 따라서, 말단의 1개의 산소 원자를 「O<sub>1/2</sub>」로 한다.



[0125]

[0126] 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중, (R<sub>4</sub>R<sub>5</sub>SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 각각, 상기 식 (51-b1)로 표시되는 구조 단위를 포함하는 것이 바람직하다. (R<sub>4</sub>R<sub>5</sub>SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 상기 식 (51-b1)로 표시되는 구조 단위만을 포함할 수도 있고, 상기 식 (51-b1)로 표시되는 구조 단위와 상기 식 (51-b1)로 표시되는 구조 단위 이외의 구조 단위를 포함할 수도 있다.

[0127] 가스 배리어성을 보다 한층 높이는 관점에서는, 상기 식 (51B) 중, (R<sub>5</sub>R<sub>7</sub>R<sub>5</sub>R<sub>5</sub>R<sub>5</sub>R<sub>6</sub>O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위는 하기 식 (51b-1)로 표시되는 구조 단위인 것이 바람직하다. 하기 식 (51b-1)로 표시되는 구조 단위는 페닐렌기를 갖고, 상기 페닐렌기는 치환 또는 비치환 페닐렌기이다.

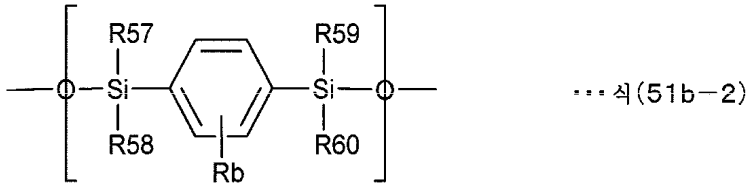


[0128]

[0129] 상기 식 (51b-1) 중, Rb는 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R57 내지 R60은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다. 상기 탄화수소기는 직쇄상일 수도 있고 분지상일 수도 있다. 또한, 상기 식 (51b-1) 중의 벤젠환에 결합하고 있는 3개의 기의 결합 부위는 특별히 한정되지 않는다.

[0130] 상기 식 (51B) 중, (R<sub>5</sub>R<sub>7</sub>R<sub>5</sub>R<sub>5</sub>R<sub>5</sub>R<sub>6</sub>O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위는 하기 식 (51b-2)로 표시되는 구조 단위인 것이 바람직하다. 하기 식 (51b-2)로 표시되는 구조 단위는 페닐렌기를 갖고, 상기 페닐렌기는 치환 또는 비치환 페닐렌기이다. 하기 식 (51b-2) 중의 벤젠환에 결합하고 있는 Rb의 결합 부위는 특별히 한정되지 않는다.

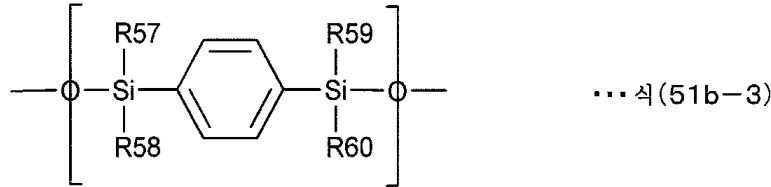




[0131]

[0132] 상기 식 (51b-2) 중, Rb는 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타내고, R57 내지 R60은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.

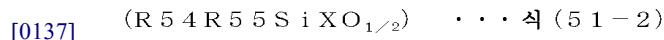
[0133] 상기 식 (51B) 중, (R57R58R59R60Si<sub>2</sub>R61O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위는 하기 식 (51b-3)으로 표시되는 구조 단위인 것이 보다 바람직하다. 하기 식 (51b-3)으로 표시되는 구조 단위는 페닐렌기를 갖고, 상기 페닐렌기는 비치환 페닐렌기이다.



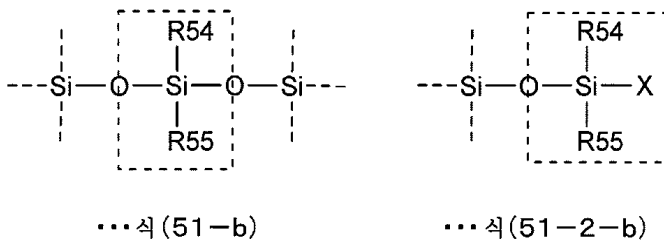
[0134]

[0135] 상기 식 (51b-3) 중, R57 내지 R60은 각각 탄소수 1 내지 8의 탄화수소기를 나타낸다.

[0136] 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산에 있어서, (R54R55SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위(이하, 이관능 구조 단위라고도 함)는 하기 식 (51-2)로 표시되는 구조, 즉 이관능 구조 단위 중의 규소 원자에 결합한 산소 원자의 1개가 히드록시기 또는 알콕시기를 구성하는 구조를 포함할 수도 있다.



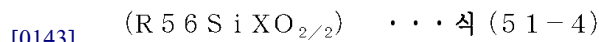
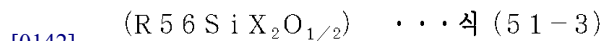
[0138] (R54R55SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (51-b)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함하고, 추가로 하기 식 (51-2-b)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함할 수도 있다. 즉, R54 및 R55로 표시되는 기를 가지며 알콕시기 또는 히드록시기가 말단에 잔존해 있는 구조 단위도, (R54R55SiO<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에 포함된다.



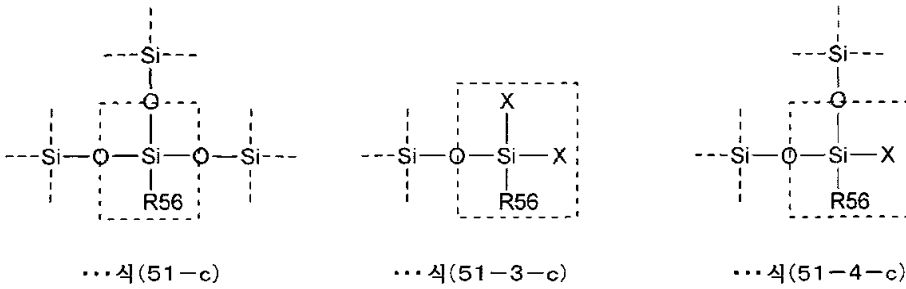
[0139]

[0140] 상기 식 (51-2) 및 상기 식 (51-2-b) 중, X는 OH 또는 OR을 나타내고, OR은 직쇄상 또는 분지상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기를 나타낸다. 상기 식 (51-b), (51-2) 및 (51-2-b) 중의 R54 및 R55는 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B) 중의 R54 및 R55와 동일한 기이다.

[0141] 상기 식 (51A) 또는 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산에 있어서, (R56SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위(이하, 삼관능 구조 단위라고도 함)는 하기 식 (51-3) 또는 하기 식 (51-4)로 표시되는 구조, 즉 삼관능 구조 단위 중의 규소 원자에 결합한 산소 원자의 2개가 각각 히드록시기 또는 알콕시기를 구성하는 구조, 또는 삼관능 구조 단위 중의 규소 원자에 결합한 산소 원자의 1개가 히드록시기 또는 알콕시기를 구성하는 구조를 포함할 수도 있다.

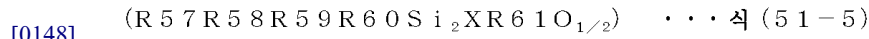


[0144] (R56SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (51-c)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함하고, 추가로 하기 식 (51-3-c) 또는 하기 식 (51-4-c)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함할 수도 있다. 즉, R56으로 표시되는 기를 가지며 알콕시기 또는 히드록시기가 말단에 잔존해 있는 구조 단위도, (R56SiO<sub>3/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에 포함된다.

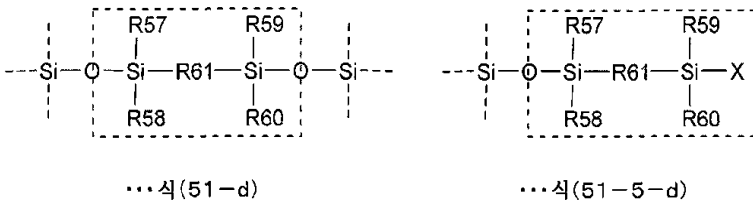


[0145] 상기 식 (51-3), (51-3-c), (51-4) 및 (51-4-c) 중, X는 OH 또는 OR을 나타내고, OR은 직쇄상 또는 분지상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기를 나타낸다. 상기 식 (51-c), (51-3), (51-3-c), (51-4) 및 (51-4-c) 중의 R56은 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의 R56과 동일한 기이다.

[0147] 상기 식 (51B)로 표시되는 제2 오르가노폴리실록산에 있어서, (R57R58R59R60Si<sub>2</sub>R61O<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (51-5)로 표시되는 구조, 즉 (R57R58R59R60Si<sub>2</sub>R61O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위 중의 규소 원자에 결합한 산소 원자의 1개가 히드록시기 또는 알콕시기를 구성하는 구조를 포함할 수도 있다.



[0149] (R57R58R59R60Si<sub>2</sub>R61O<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위는 하기 식 (51-d)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함하고, 추가로 하기 식 (51-5-d)로 표시되는 구조 단위의 파선으로 둘러싸인 부분을 포함할 수도 있다. 즉, R57, R58, R59, R60 및 R61로 표시되는 기를 가지며 알콕시기 또는 히드록시기가 말단에 잔존해 있는 구조 단위도, (R57R58R59R60Si<sub>2</sub>R61O<sub>2/2</sub>)로 표시되는 구조 단위에 포함된다.



[0150] 상기 식 (51-5) 및 상기 식 (51-5-d) 중, X는 OH 또는 OR을 나타내고, OR은 직쇄상 또는 분지상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기를 나타낸다. 상기 식 (51-d), (51-5) 및 (51-5-d) 중의 R57 내지 R61은 상기 식 (51B) 중의 R57 내지 R61과 동일한 기이다.

[0152] 상기 식 (51-b) 내지 (51-d), 식 (51-2) 내지 (51-5), 및 상기 식 (51-2-b), (51-3-c), (51-4-c) 및 (51-5-d)에 있어서, 직쇄상 또는 분지상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 메톡시기, 에톡시기, n-프로폭시기, n-부톡시기, 이소프로폭시기, 이소부톡시기, sec-부톡시기 및 t-부톡시기를 들 수 있다.

[0153] 상기 식 (51A) 중, p/(p+q+r)의 하한은 0.05, 상한은 0.50이다. p/(p+q+r)이 상기 상한을 만족시키면, 밀봉체의 내열성을 보다 한층 높일 수 있으면서 밀봉체의 박리를 보다 한층 억제할 수 있다. 상기 식 (51A) 중, p/(p+q+r)의 바람직한 하한은 0.10, 보다 바람직한 상한은 0.45이다.

[0154] 상기 식 (51A) 중, q/(p+q+r)의 하한은 0.05, 상한은 0.50이다. q/(p+q+r)이 상기 하한을 만족시키면, 밀봉체의 경화물이 너무 단단해지지 않아 밀봉체에 균열이 생기기 어려워진다. q/(p+q+r)이 상기 상한을 만족시키면, 밀봉체의 가스 배리어성이 보다 한층 높아진다. 상기 식 (51A) 중, q/(p+q+r)의 바람직한 하한은 0.10, 보다 바람직한 상한은 0.45이다.

- [0155] 상기 식 (51A) 중,  $r/(p+q+r)$ 의 하한은 0.20, 상한은 0.80이다.  $r/(p+q+r)$ 이 상기 하한을 만족시키면, 밀봉제의 경도가 상승하고, 흡집 및 먼지의 부착을 방지할 수 있고, 밀봉제의 내열성이 높아져, 고온 환경 하에서 밀봉제의 경화물의 두께가 감소하기 어려워진다.  $r/(p+q+r)$ 이 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제로서의 적절한 점도를 유지하는 것이 용이하고, 밀착성을 보다 한층 높일 수 있다.
- [0156] 상기 식 (51B) 중,  $p/(p+q+r+s)$ 의 하한은 0.05, 상한은 0.50이다.  $p/(p+q+r+s)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제의 내열성을 보다 한층 높일 수 있으면서 밀봉제의 박리를 보다 한층 억제할 수 있다.
- [0157] 상기 식 (51B) 중,  $q/(p+q+r+s)$ 의 하한은 0.05, 상한은 0.50이다.  $q/(p+q+r+s)$ 가 상기 하한을 만족시키면, 밀봉제의 경화물이 너무 단단해지지는 않아 밀봉제에 균열이 생기기 어려워진다.  $q/(p+q+r+s)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제의 가스 배리어성이 보다 한층 높아진다.
- [0158] 상기 식 (51B) 중,  $r/(p+q+r+s)$ 의 하한은 0.20, 상한은 0.80이다.  $r/(p+q+r+s)$ 가 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제로서의 적절한 점도를 유지하는 것이 용이하고, 밀착성을 보다 한층 높일 수 있다.
- [0159] 상기 식 (51B) 중,  $s/(p+q+r+s)$ 의 하한은 0.01, 상한은 0.40이다.  $s/(p+q+r+s)$ 가 상기 하한 및 상한을 만족시키면, 부식성 가스에 대하여 높은 가스 배리어성을 갖고, 가혹한 환경 하에서 사용되더라도 균열 또는 박리가 생기기 어려운 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻을 수 있다. 부식성 가스에 대하여 보다 한층 높은 가스 배리어성을 갖고, 가혹한 환경 하에서 사용되더라도 균열 또는 박리가 보다 한층 생기기 어려운 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻는 관점에서는, 상기 식 (51B) 중  $s/(p+q+r+s)$ 의 바람직한 하한은 0.03, 보다 바람직한 하한은 0.05, 바람직한 상한은 0.35, 보다 바람직한 상한은 0.30이다.
- [0160] 상기 제2 오르가노폴리실록산에 대하여 테트라메틸실란(이하, TMS)을 기준으로  $^{29}\text{Si}$ -핵자기 공명 분석(이하, NMR)을 행하면, 치환기의 종류에 따라 약간의 변동은 보이지만, 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의  $(\text{R51R52R53SiO}_{1/2})_p$ 로 표시되는 구조 단위에 상당하는 피크는 +10 내지 -5 ppm 부근에 나타나고, 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의  $(\text{R54R55SiO}_{2/2})_q$  및 상기 식 (51-2)의 이관능 구조 단위에 상당하는 각 피크는 -10 내지 -50 ppm 부근에 나타나고, 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의  $(\text{R56SiO}_{3/2})_r$ , 및 상기 식 (51-3) 및 상기 식 (51-4)의 삼관능 구조 단위에 상당하는 각 피크는 -50 내지 -80 ppm 부근에 나타나고, 상기 식 (51B) 중의  $(\text{R57R58R59R60Si}_2\text{R61O}_{2/2})$  및 상기 식 (51-5)의 구조 단위에 상당하는 피크는 0 내지 -5 ppm 부근에 나타난다.
- [0161] 따라서,  $^{29}\text{Si}$ -NMR을 측정하여 각각의 시그널의 피크 면적을 비교함으로써 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의 각 구조 단위의 비율을 측정할 수 있다.
- [0162] 단, 상기 TMS를 기준으로 한  $^{29}\text{Si}$ -NMR의 측정으로 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의 구조 단위의 분간이 가지 않는 경우에는,  $^{29}\text{Si}$ -NMR의 측정 결과뿐만 아니라,  $^1\text{H}$ -NMR의 측정 결과를 필요에 따라 이용함으로써, 상기 식 (51A) 및 상기 식 (51B) 중의 각 구조 단위의 비율을 분간할 수 있다.
- [0163] 상기 제1 오르가노폴리실록산 100 중량부에 대하여 상기 제2 오르가노폴리실록산의 함유량은 10 중량부 이상 400 중량부 이하인 것이 바람직하다. 제1, 제2의 오르가노폴리실록산의 함유량이 이 범위 내이면, 가스 배리어성이 보다 한층 우수한 밀봉제를 얻을 수 있다. 가스 배리어성이 더 한층 우수한 밀봉제를 얻는 관점에서는, 상기 제1 오르가노폴리실록산 100 중량부에 대하여 상기 제2 오르가노폴리실록산의 함유량의 보다 바람직한 하한은 30 중량부, 더욱 바람직한 하한은 50 중량부, 보다 바람직한 상한은 300 중량부, 더욱 바람직한 상한은 200 중량부이다.
- [0164] (제1, 제2의 오르가노폴리실록산의 다른 성질 및 그의 합성 방법)
- [0165] 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산의 알콕시기의 함유량의 바람직한 하한은 0.5 몰%, 보다 바람직한 하한은 1 몰%, 바람직한 상한은 10 몰%, 보다 바람직한 상한은 5 몰%이다. 알콕시기의 함유량이 상기 바람직한 범위 내이면, 밀봉제의 밀착성을 높일 수 있다.
- [0166] 알콕시기의 함유량이 상기 바람직한 하한을 만족시키면, 밀봉제의 밀착성을 높일 수 있다. 알콕시기의 함유량이 상기 바람직한 상한을 만족시키면, 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산 및 밀봉제의 저장 안정성이 높아지고, 밀봉제의 내열성이 보다 한층 높아진다.
- [0167] 상기 알콕시기의 함유량은 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산의 평균 조성식 중에 포함되는 상기 알콕시기의

양을 의미한다.

- [0168] 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산은 실란올기를 함유하지 않는 편이 바람직하다. 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산이 실란올기를 함유하지 않으면, 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산 및 밀봉제의 저장 안정성이 높아진다. 상기 실란올기는 진공 하에서의 가열에 의해 감소시킬 수 있다. 실란올기의 함유량은 적외 분광법을 이용하여 측정할 수 있다.
- [0169] 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산의 수 평균 분자량(Mn)의 바람직한 하한은 500, 보다 바람직한 하한은 800, 더욱 바람직한 하한은 1000, 바람직한 상한은 50000, 보다 바람직한 상한은 15000이다. 수 평균 분자량이 상기 바람직한 하한을 만족시키면, 열경화시에 휘발 성분이 적어져, 고온 환경 하에서 밀봉제의 경화물의 두께가 감소하기 어려워진다. 수 평균 분자량이 상기 바람직한 상한을 만족시키면, 점도 조절이 용이하다.
- [0170] 상기 수 평균 분자량(Mn)은 겔 투과 크로마토그래피(GPC)를 이용하여 폴리스티렌을 표준 물질로 하여 구한 값이다. 상기 수 평균 분자량(Mn)은 워터스(Waters)사 제조의 측정 장치(컬럼: 쇼와 덴코사 제조 쇼덱스(Shodex) GPC LF-804(길이 300 mm)를 2개, 측정 온도: 40℃, 유속: 1 mL/분, 용매: 테트라히드로푸란, 표준 물질: 폴리스티렌)를 이용하여 측정된 값을 의미한다.
- [0171] 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산을 합성하는 방법으로서 특별히 한정되지 않으며, 알콕시실란 화합물을 가수분해하여 축합 반응시키는 방법, 클로로실란 화합물을 가수분해하여 축합시키는 방법을 들 수 있다. 그 중에서도 반응의 제어 관점에서 알콕시실란 화합물을 가수분해하여 축합 반응시키는 방법이 바람직하다.
- [0172] 상기 알콕시실란 화합물을 가수분해하여 축합 반응시키는 방법으로서, 예를 들면 알콕시실란 화합물을 물과 산성 촉매 또는 염기성 촉매의 존재 하에서 반응시키는 방법을 들 수 있다. 또한, 디실록산 화합물을 가수분해하여 사용할 수도 있다.
- [0173] 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산에 페닐기 등의 아릴기를 도입하기 위한 유기 규소 화합물로서는, 트리페닐메톡시실란, 트리페닐에톡시실란, 디페닐디메톡시실란, 디페닐디에톡시실란, 메틸(페닐)디메톡시실란 및 페닐트리메톡시실란 등을 들 수 있다.
- [0174] 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산에 (R57R58R59R60Si<sub>2</sub>R61O<sub>2/2</sub>), (R7R8R9R10Si<sub>2</sub>R11O<sub>2/2</sub>)의 구조 단위를 도입하기 위한 유기 규소 화합물로서는, 예를 들면 1,4-비스(디메틸메톡시실릴)벤젠, 1,4-비스(디에틸메톡시실릴)벤젠, 1,4-비스(에톡시에틸메틸실릴)벤젠, 1,6-비스(디메틸메톡시실릴)헥산, 1,6-비스(디에틸메톡시실릴)헥산 및 1,6-비스(에톡시에틸메틸실릴)헥산 등을 들 수 있다.
- [0175] 상기 제1 오르가노폴리실록산에 알케닐기를 도입하기 위한 유기 규소 화합물로서는, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 비닐메틸디메톡시실란, 메톡시디메틸비닐실란 및 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산 등을 들 수 있다.
- [0176] 상기 제2 오르가노폴리실록산에 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자를 도입하기 위한 유기 규소 화합물로서는, 트리메톡시실란, 트리에톡시실란, 메틸디메톡시실란, 메틸디에톡시실란, 및 1,1,3,3-테트라메틸디실록산 등을 들 수 있다.
- [0177] 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산을 얻기 위해 사용할 수 있는 다른 유기 규소 화합물로서는, 예를 들면 트리메틸메톡시실란, 트리메틸에톡시실란, 디메틸디메톡시실란, 디메틸디에톡시실란, 이소프로필(메틸)디메톡시실란, 시클로헥실(메틸)디메톡시실란, 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 에틸트리메톡시실란, 에틸트리에톡시실란, 헥실트리메톡시실란 및 옥틸트리메톡시실란 등을 들 수 있다.
- [0178] 상기 산성 촉매로서는, 예를 들면 무기산, 유기산, 무기산의 산 무수물 및 그의 유도체, 및 유기산의 산 무수물 및 그의 유도체를 들 수 있다.
- [0179] 상기 무기산으로서, 예를 들면 염산, 인산, 붕산 및 탄산을 들 수 있다. 상기 유기산으로서, 예를 들면 포름산, 아세트산, 프로피온산, 부티르산, 락트산, 말산, 타르타르산, 시트르산, 옥살산, 말론산, 숙신산, 글루타르산, 아디프산, 푸마르산, 말레산 및 올레산을 들 수 있다.
- [0180] 상기 염기성 촉매로서는, 예를 들면 알칼리 금속의 수산화물, 알칼리 금속의 알콕사이드 및 알칼리 금속의 실란올 화합물을 들 수 있다.
- [0181] 상기 알칼리 금속의 수산화물로서는, 예를 들면 수산화나트륨, 수산화칼륨 및 수산화세슘을 들 수 있다. 상기 알칼리 금속의 알콕사이드로서는, 예를 들면 나트륨-t-부톡사이드, 칼륨-t-부톡사이드 및 세슘-t-부톡사이드를 들 수 있다.

다.

- [0182] 상기 알칼리 금속의 실란을 화합물로서는, 예를 들면 나트륨 실란올레이트 화합물, 칼륨 실란올레이트 화합물 및 세슘 실란올레이트 화합물을 들 수 있다. 그 중에서도 칼륨계 촉매 또는 세슘계 촉매가 바람직하다.
- [0183] (백금의 알케닐 착체)
- [0184] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉체에 포함되어 있는 백금의 알케닐 착체는, 오르가노폴리실록산 중의 규소 원자에 결합한 알케닐기와, 오르가노폴리실록산 중의 규소 원자에 결합한 수소 원자를 히드로실릴화 반응시키는 촉매이다. 상기 백금의 알케닐 착체는 백금 촉매이고, 히드로실릴화 반응용 촉매이다.
- [0185] 상기 백금의 알케닐 착체는 염화백금산 6수화물과 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물의 반응물이다. 상기 백금의 알케닐 착체는 염화백금산 6수화물과 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물을 반응시킴으로써 얻어진다. 상기 백금의 알케닐 착체는 1종만이 사용될 수도 있고, 2종 이상이 병용될 수도 있다.
- [0186] 특정한 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산과 특정한 상기 백금의 알케닐 착체의 병용에 의해, 가혹한 환경 하에서 사용되더라도 광 반도체 장치로부터 발해지는 빛의 밝기가 저하되기 어려워지며 밀봉체에서의 변색이 생기기 어려워진다. 또한, 상기 백금의 알케닐 착체의 사용에 의해 밀봉체의 투명성을 높게 할 수도 있다.
- [0187] 상기 백금의 알케닐 착체를 얻기 위한 백금 원료로서 상기 염화백금산 6수화물( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ )을 이용한다.
- [0188] 상기 백금의 알케닐을 얻기 위한 상기 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물로서는, 예를 들면 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산, 1,3-디메틸-1,3-디페닐-1,3-디비닐디실록산 및 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라비닐시클로테트라실록산 등을 들 수 있다.
- [0189] 상기 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물에서의 「당량」에 관해서는, 상기 염화백금산 6수화물 1몰에 대하여 2 관능 이상인 알케닐 화합물이 1몰인 중량을 1 당량으로 한다. 상기 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물은 50 당량 이하인 것이 바람직하다.
- [0190] 상기 백금의 알케닐 착체를 얻기 위해 이용되는 용매로서는, 예를 들면 메탄올, 에탄올, 2-프로판올 및 1-부탄올 등의 알코올계 용매를 들 수 있다. 톨루엔 및 크실렌 등의 방향족계 용매를 이용할 수도 있다. 상기 용매는 1종만이 사용될 수도 있고, 2종 이상이 병용될 수도 있다.
- [0191] 상기 백금의 알케닐 착체를 얻기 위해, 상기 성분에 더하여 단관능의 비닐 화합물을 이용할 수도 있다. 상기 단관능의 비닐 화합물로서는, 예를 들면 트리메톡시비닐실란, 트리에톡시비닐실란 및 비닐메틸디메톡시실란 등을 들 수 있다.
- [0192] 염화백금산 6수화물과 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물의 반응물에 관하여, 백금 원소와 6 당량 이상의 2 관능 이상인 알케닐 화합물은 공유 결합하거나, 배위하거나, 또는 공유 결합하면서 배위한다.
- [0193] 밀봉체 중에서, 백금의 알케닐 착체에 의한 백금 원소의 함유량은 0.01 ppm 이상 1000 ppm 이하인 것이 바람직하다. 밀봉체 중에서, 백금의 알케닐 착체에 의한 백금 원소의 함유량은, 보다 바람직하게는 1 ppm 이상, 보다 바람직하게는 300 ppm 이하이다. 상기 백금 원소의 함유량이 상기 하한 이상이면, 특히 1 ppm 이상이면, 밀봉체를 충분히 경화시키는 것이 용이하고, 밀봉체를 이용한 광 반도체 장치로부터 발해지는 빛의 밝기의 저하를 보다 한층 억제할 수 있고, 또한 밀봉체의 가스 배리어성을 보다 한층 높일 수 있다. 상기 백금 원소의 함유량이 상기 상한 이하이면, 특히 300 ppm 이하이면, 밀봉체가 보다 한층 변색되기 어려워진다.
- [0194] (산화규소 입자)
- [0195] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉체는 산화규소 입자를 더 포함하는 것이 바람직하다.
- [0196] 상기 산화규소 입자의 사용에 의해, 밀봉체의 경화물의 내열성 및 내광성을 손상시키지 않고, 경화 전의 밀봉체의 점도를 적당한 범위로 조정할 수 있다. 따라서, 밀봉체의 취급성을 높일 수 있다.
- [0197] 상기 산화규소 입자의 일차 입경의 바람직한 하한은 5 nm, 보다 바람직한 하한은 8 nm, 바람직한 상한은 200 nm, 보다 바람직한 상한은 150 nm이다. 상기 산화규소 입자의 일차 입경이 상기 바람직한 하한을 만족시키면, 산화규소 입자의 분산성이 보다 한층 높아지고, 밀봉체의 경화물의 투명성이 보다 한층 높아진다. 상기 산화규소 입자의 일차 입경이 상기 바람직한 상한을 만족시키면, 25℃에서의 점도의 상승 효과를 충분히 얻을 수 있으면서 온도 상승에서의 점도의 저하를 억제할 수 있다.

- [0198] 상기 산화규소 입자의 일차 입경은 이하와 같이 하여 측정된다. 광 반도체 장치용 밀봉제의 경화물을 투과형 전자 현미경(상품명 「JEM-2100」, 니혼 덴시사 제조)을 이용하여 관찰한다. 시야 중의 100개의 산화규소 입자의 일차 입자의 크기를 각각 측정하고, 측정치의 평균치를 일차 입경으로 한다. 상기 일차 입경은 상기 산화규소 입자가 구형인 경우에는 산화규소 입자의 직경의 평균치를 의미하고, 비구형인 경우에는 산화규소 입자의 장경의 평균치를 의미한다.
- [0199] 상기 산화규소 입자의 BET 비표면적의 바람직한 하한은  $30 \text{ m}^2/\text{g}$ , 바람직한 상한이  $400 \text{ m}^2/\text{g}$ 이다. 상기 산화규소 입자의 BET 비표면적이  $30 \text{ m}^2/\text{g}$  이상이면, 밀봉제의  $25^\circ\text{C}$ 에서의 점도를 바람직한 범위로 제어할 수 있고, 온도 상승에서의 점도의 저하를 억제할 수 있다. 상기 산화규소 입자의 BET 비표면적이  $400 \text{ m}^2/\text{g}$  이하이면, 산화규소 입자의 응집이 생기기 어려워져, 분산성을 높게 할 수 있고, 또한 밀봉제의 경화물의 투명성을 보다 한층 높게 할 수 있다.
- [0200] 상기 산화규소 입자로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 흙드 실리카, 용융 실리카 등의 건식법으로 제조된 실리카, 및 콜로이드 실리카, 졸겔 실리카, 침전 실리카 등의 습식법으로 제조된 실리카 등을 들 수 있다. 그 중에서도 휘발 성분이 적으면서 투명성이 보다 한층 높은 밀봉제를 얻는 관점에서는, 상기 산화규소 입자로서 흙드 실리카가 바람직하게 이용된다.
- [0201] 상기 흙드 실리카로서는, 예를 들면 아에로질(Aerosil) 50(비표면적:  $50 \text{ m}^2/\text{g}$ ), 아에로질 90(비표면적:  $90 \text{ m}^2/\text{g}$ ), 아에로질 130(비표면적:  $130 \text{ m}^2/\text{g}$ ), 아에로질 200(비표면적:  $200 \text{ m}^2/\text{g}$ ), 아에로질 300(비표면적:  $300 \text{ m}^2/\text{g}$ ), 및 아에로질 380(비표면적:  $380 \text{ m}^2/\text{g}$ )(모두 닛본 아에로질사 제조) 등을 들 수 있다.
- [0202] 상기 산화규소 입자는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리되어 있는 것이 바람직하다. 이 표면 처리에 의해, 산화규소 입자의 분산성이 매우 높아지고, 경화 전의 밀봉제의 온도 상승에 의한 점도의 저하를 보다 한층 억제할 수 있다.
- [0203] 상기 유기 규소 화합물로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 알킬기를 갖는 실란계 화합물, 디메틸실록산 등의 실록산 골격을 갖는 규소계 화합물, 아미노기를 갖는 규소계 화합물, (메트)아크릴로일기를 갖는 규소계 화합물, 및 에폭시기를 갖는 규소계 화합물 등을 들 수 있다. 상기 「(메트)아크릴로일기」는 아크릴로일기와 메타크릴로일기를 의미한다.
- [0204] 산화규소 입자의 분산성을 더 한층 높이는 관점에서는, 표면 처리에 이용되는 상기 유기 규소 화합물은 디메틸실릴기를 갖는 유기 규소 화합물, 트리메틸실릴기를 갖는 유기 규소 화합물 및 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 1종인 것이 바람직하다. 또한, 산화규소 입자의 분산성을 더 한층 높이는 관점에서는, 표면 처리에 이용되는 상기 유기 규소 화합물은 트리메틸실릴기를 갖는 유기 규소 화합물 및 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물 중 적어도 1종인 것이 바람직하다.
- [0205] 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리하는 방법의 일례로서, 디메틸실릴기를 갖는 유기 규소 화합물 또는 트리메틸실릴기를 갖는 유기 규소 화합물을 이용하는 경우에는, 예를 들면 디클로로디메틸실란, 디메틸디메톡시실란, 헥사메틸디실라잔, 트리메틸실릴클로라이드 및 트리메틸메톡시실란 등을 이용하여 산화규소 입자를 표면 처리하는 방법을 들 수 있다. 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물을 이용하는 경우에는, 폴리디메틸실록산기의 말단에 실란올기를 갖는 화합물 및 환상실록산 등을 이용하여 산화규소 입자를 표면 처리하는 방법을 들 수 있다.
- [0206] 상기 디메틸실릴기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자의 시판품으로서, R974(비표면적:  $170 \text{ m}^2/\text{g}$ ), 및 R964(비표면적:  $250 \text{ m}^2/\text{g}$ )(모두 닛본 아에로질사 제조) 등을 들 수 있다.
- [0207] 상기 트리메틸실릴기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자의 시판품으로서, RX200(비표면적:  $140 \text{ m}^2/\text{g}$ ), 및 R8200(비표면적:  $140 \text{ m}^2/\text{g}$ )(모두 닛본 아에로질사 제조) 등을 들 수 있다.
- [0208] 상기 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자의 시판품으로서, RY200(비표면적:  $120 \text{ m}^2/\text{g}$ )(닛본 아에로질사 제조) 등을 들 수 있다.
- [0209] 상기 유기 규소 화합물에 의해 산화규소 입자를 표면 처리하는 방법은 특별히 한정되지 않는다. 이 방법로서는, 예를 들면 믹서 중에 산화규소 입자를 첨가하고, 교반하면서 유기 규소 화합물을 첨가하는 건식법, 산화규

소 입자의 슬러리 중에 유기 규소 화합물을 첨가하는 슬러리법, 및 산화규소 입자의 건조 후에 유기 규소 화합물을 스프레이 부여하는 스프레이법 등의 직접 처리법 등을 들 수 있다. 상기 건식법에서 이용되는 믹서로서는 헨셀 믹서 및 V형 믹서 등을 들 수 있다. 상기 건식법에서는 유기 규소 화합물은 직접, 또는 알코올 수용액, 유기 용매 용액 또는 수용액으로서 첨가된다.

[0210] 상기 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리되어 있는 산화규소 입자를 얻기 위해, 광 반도체 장치용 밀봉제를 제조할 때에, 산화규소 입자와 상기 제1, 제2의 오르가노폴리실록산 등의 매트릭스 수지의 혼합시에 유기 규소 화합물을 직접 첨가하는 인티그럴 블렌드법 등을 이용할 수도 있다.

[0211] 상기 제1 오르가노폴리실록산과 상기 제2 오르가노폴리실록산의 합계 100 중량부에 대하여 상기 산화규소 입자의 함유량은 0.5 중량부 이상 40 중량부 이하인 것이 바람직하다. 상기 제1 오르가노폴리실록산과 상기 제2 오르가노폴리실록산의 합계 100 중량부에 대하여 상기 산화규소 입자의 함유량의 보다 바람직한 하한은 1 중량부, 보다 바람직한 상한은 35 중량부이다. 상기 산화규소 입자의 함유량이 상기 하한을 만족시키면, 경화시의 점도 저하를 억제하는 것이 가능해진다. 상기 산화규소 입자의 함유량이 상기 상한을 만족시키면, 밀봉제의 점도를 보다 한층 적절한 범위로 제어할 수 있으면서 밀봉제의 투명성을 보다 한층 높일 수 있다.

[0212] (형광체)

[0213] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제는 형광체를 더 함유할 수도 있다. 상기 형광체는 광 반도체 장치용 밀봉제를 이용하여 밀봉하는 발광 소자가 발하는 빛을 흡수하고, 형광을 발생함으로써, 최종적으로 원하는 색의 빛을 얻을 수 있도록 작용한다. 상기 형광체는 발광 소자가 발하는 빛에 의해 여기되고, 형광을 발하여, 발광 소자가 발하는 빛과 형광체가 발하는 형광의 조합에 의해 원하는 색의 빛을 얻을 수 있다.

[0214] 예를 들면, 발광 소자로서 자외선 LED 칩을 사용하여 최종적으로 백색광을 얻는 것을 목적으로 하는 경우에는, 청색 형광체, 적색 형광체 및 녹색 형광체를 조합하여 사용하는 것이 바람직하다. 발광 소자로서 청색 LED 칩을 사용하여 최종적으로 백색광을 얻는 것을 목적으로 하는 경우에는, 녹색 형광체 및 적색 형광체를 조합하여 사용하거나, 또는 황색 형광체를 이용하는 것이 바람직하다. 상기 형광체는 1종만이 사용될 수도 있고, 2종 이상이 병용될 수도 있다.

[0215] 상기 청색 형광체로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면  $(\text{Sr}, \text{Ca}, \text{Ba}, \text{Mg})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}$ ,  $(\text{Ba}, \text{Sr})\text{MgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}$ ,  $(\text{Sr}, \text{Ba})_3\text{MgSi}_2\text{O}_8:\text{Eu}$  등을 들 수 있다.

[0216] 상기 적색 형광체로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면  $(\text{Sr}, \text{Ca})\text{S}:\text{Eu}$ ,  $(\text{Ca}, \text{Sr})_2\text{Si}_5\text{N}_8:\text{Eu}$ ,  $\text{CaSiN}_2:\text{Eu}$ ,  $\text{CaAlSiN}_3:\text{Eu}$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}$ ,  $\text{La}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}$ ,  $\text{LiW}_2\text{O}_8:(\text{Eu}, \text{Sm})$ ,  $(\text{Sr}, \text{Ca}, \text{Ba}, \text{Mg})_{10}(\text{PO}_4)_8\text{Cl}_2:(\text{Eu}, \text{Mn})$ ,  $\text{Ba}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8:(\text{Eu}, \text{Mn})$  등을 들 수 있다.

[0217] 상기 녹색 형광체로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면  $\text{Y}_3(\text{Al}, \text{Ga})_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ ,  $\text{SrGa}_2\text{S}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{Ca}_3\text{Sc}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}:\text{Ce}$ ,  $\text{SrSiON}:\text{Eu}$ ,  $\text{ZnS}:(\text{Cu}, \text{Al})$ ,  $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:(\text{Eu}, \text{Mn})$ ,  $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}$  등을 들 수 있다.

[0218] 상기 황색 형광체로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ ,  $(\text{Y}, \text{Gd})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ ,  $\text{Tb}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ ,  $\text{CaGa}_2\text{S}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{Sr}_2\text{SiO}_4:\text{Eu}$  등을 들 수 있다.

[0219] 또한, 상기 형광체로서는 유기 형광체인 페틸렌계 화합물 등을 들 수 있다.

[0220] (커플링제)

[0221] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제는 접착성을 부여하기 위해 커플링제를 더 함유할 수도 있다.

[0222] 상기 커플링제로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 실란 커플링제 등을 들 수 있다. 상기 실란 커플링제로서는, 비닐트리에톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 3-글리시옥시프로필트리메톡시실란, 2-(3,4-에폭시시클로헥실)에틸트리메톡시실란,  $\gamma$ -메타크릴옥시프로필트리메톡시실란,  $\gamma$ -아미노프로필트리메톡시실란, 및 N-페닐-3-아미노프로필트리메톡시실란 등을 들 수 있다. 커플링제는 1종만이 사용될 수도 있고, 2종 이상이 병용될 수도 있다.

[0223] (다른 성분)

[0224] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제는, 필요에 따라 분산제, 산화 방지제, 소포제, 착색제, 변성제, 레벨

링제, 광 확산제, 열전도성 충전재 또는 난연제 등의 첨가제를 더 함유할 수도 있다.

[0225] 또한, 상기 제1 오르가노폴리실록산과, 상기 제2 오르가노폴리실록산과, 상기 백금의 알케닐 착체는 이들을 1종 또는 2종 이상 포함하는 액을 따로따로 제조해 두고, 사용 직전에 복수의 액을 혼합하여 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제를 제조할 수도 있다. 예를 들면, 상기 제1 오르가노폴리실록산 및 백금의 알케닐 착체를 포함하는 A액과, 제2 오르가노폴리실록산을 포함하는 B액을 따로따로 제조해 두고, 사용 직전에 A액과 B액을 혼합하여 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제를 제조할 수도 있다. 이와 같이 상기 제1 오르가노폴리실록산 및 상기 백금의 알케닐 착체와 상기 제2 오르가노폴리실록산을 따로따로, 제1 액과 제2 액의 2액으로 함으로써 보존 안정성을 향상시킬 수 있다. 상기 제1 오르가노폴리실록산, 상기 제2 오르가노폴리실록산 및 상기 백금의 알케닐 착체 이외의 성분은 상기 제1 액에 첨가할 수도 있고, 상기 제2 액에 첨가할 수도 있다.

[0226] (광 반도체 장치용 밀봉제의 상세 및 용도)

[0227] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 경화 온도는 특별히 한정되지 않는다. 광 반도체 장치용 밀봉제의 경화 온도의 바람직한 하한은 80℃, 보다 바람직한 하한은 100℃, 바람직한 상한은 180℃, 보다 바람직한 상한은 150℃이다. 경화 온도가 상기 바람직한 하한을 만족시키면, 밀봉제의 경화가 충분히 진행된다. 경화 온도가 상기 바람직한 상한을 만족시키면, 패키지의 열열화가 발생하기 어렵다.

[0228] 경화 방식은 특별히 한정되지 않지만, 스텝 경화 방식을 이용하는 것이 바람직하다. 스텝 경화 방식은 일단 저온에서 가경화시켜 두고, 그 후에 고온에서 경화시키는 방법이다. 스텝 경화 방식의 사용에 의해 밀봉제의 경화 수축을 억제할 수 있다.

[0229] 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 제조 방법으로서 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 호모 디스퍼, 호모 믹서, 만능 믹서, 플라네타륨 믹서, 혼련기, 3축 롤 또는 비드 밀 등의 혼합기를 이용하여 상온 또는 가온하에서 상기 제1 오르가노폴리실록산, 상기 제2 오르가노폴리실록산, 상기 백금의 알케닐 착체, 및 필요에 따라 배합되는 다른 성분을 혼합하는 방법 등을 들 수 있다.

[0230] 상기 발광 소자로서는 반도체를 이용한 발광 소자이면 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 상기 발광 소자가 발광 다이오드인 경우, 예를 들면 기관 상에 LED 형식용 반도체 재료를 적층한 구조를 들 수 있다. 이 경우, 반도체 재료로서는, 예를 들면 GaAs, GaP, GaAlAs, GaAsP, AlGaInP, GaN, InN, AlN, InGaAlN 및 SiC 등을 들 수 있다.

[0231] 상기 기관의 재료로서는, 예를 들면 사파이어, 스피넬, SiC, Si, ZnO 및 GaN 단결정 등을 들 수 있다. 또한, 필요에 따라 기관과 반도체 재료 사이에 버퍼층이 형성될 수도 있다. 상기 버퍼층의 재료로서는, 예를 들면 GaN 및 AlN 등을 들 수 있다.

[0232] 본 발명에 따른 광 반도체 장치로서는 구체적으로는, 예를 들면 발광 다이오드 장치, 반도체 레이저 장치 및 포토 커플러 등을 들 수 있다. 이러한 광 반도체 장치는, 예를 들면 액정 디스플레이 등의 백 라이트, 조명, 각종 센서, 프린터 및 복사기 등의 광원, 차량용 계측기 광원, 신호등, 표시등, 표시 장치, 면상 발광체의 광원, 디스플레이, 장식, 각종 라이트 및 스위칭 소자 등에 바람직하게 사용할 수 있다.

[0233] 본 발명에 따른 광 반도체 장치에서는 본 발명에 따른 광 반도체 장치용 밀봉제의 경화물에 의해, 광 반도체에 의해 형성된 발광 소자가 밀봉되어 있다. 본 발명에 따른 광 반도체 장치에서는 LED 등의 광 반도체에 의해 형성된 발광 소자를 밀봉하도록, 광 반도체 장치용 밀봉제의 경화물이 배치되어 있다. 이 때문에, 발광 소자를 밀봉하고 있는 광 반도체 장치용 밀봉제의 경화물에 균열이 생기기 어렵고, 패키지로부터의 박리가 생기기 어려워 광 투과성, 내열성, 내후성 및 가스 배리어성을 높일 수 있다.

[0234] (광 반도체 장치의 실시 형태)

[0235] 도 1은 본 발명의 일 실시 형태에 따른 광 반도체 장치를 나타내는 정면 단면도이다.

[0236] 본 실시 형태의 광 반도체 장치 (1)은 하우징 (2)을 갖는다. 하우징 (2) 내에 LED를 포함하는 광 반도체 소자 (3)이 실장되어 있다. 이 광 반도체 소자 (3)의 주위를, 하우징 (2)의 광 반사성을 갖는 내면 (2a)가 둘러싸고 있다. 본 실시 형태에서는 광 반도체에 의해 형성된 발광 소자로서 광 반도체 소자 (3)이 이용되고 있다.

[0237] 내면 (2a)는 내면 (2a)의 직경이 개구단을 향함에 따라 커지도록 형성되어 있다. 따라서, 광 반도체 소자 (3)으로부터 발해진 빛 중, 내면 (2a)에 도달한 빛이 내면 (2a)에 의해 반사되어, 광 반도체 소자 (3)의 전방측으로 진행한다. 광 반도체 소자 (3)을 밀봉하도록, 내면 (2a)로 둘러싸인 영역 내에는 광 반도체 장치용 밀봉제



(4)가 충전되어 있다.

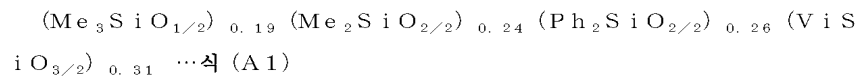
[0238] 또한, 도 1에 나타내는 구조는 본 발명에 따른 광 반도체 장치의 일례에 불과하며, 광 반도체 장치의 실장 구조 등에는 적절히 변형될 수 있다.

[0239] 이하에 실시예를 들어 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 본 발명은 이하의 실시예로 한정되지 않는다.

[0240] (합성예 1) 제1 오르가노폴리실록산의 합성

[0241] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 트리메틸메톡시실란 63 g, 디메틸디메톡시실란 90 g, 디페닐디메톡시실란 183 g, 및 비닐트리메톡시실란 133 g을 넣고, 50℃에서 교반하였다. 그 속에, 수산화칼륨 0.8 g을 물 114 g에 녹인 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50℃에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 반응액에 아세트산 0.9 g을 가하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하고, 아세트산칼륨을 여과에 의해 제거하여 중합체 (A)를 얻었다.

[0242] 얻어진 중합체 (A)의 수 평균 분자량(Mn)은 1700이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (A)는 하기의 평균 조성식 (A1)을 갖고 있었다.



[0244] 상기 식 (A1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기를 나타낸다.

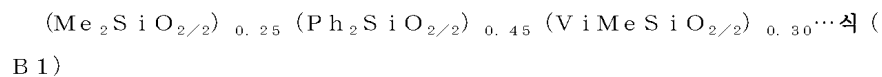
[0245] 얻어진 중합체 (A)의 페닐기의 함유 비율은 37 몰%였다.

[0246] 또한, 합성예 1 및 합성예 2 내지 11에서 얻어진 각 중합체의 분자량은, 10 mg에 테트라히드로푸란 1 mL를 가하여 용해될 때까지 교반하고, GPC 측정에 의해 측정하였다. GPC 측정에서는 워터스사 제조의 측정 장치(컬럼: 쇼와 덴코사 제조 쇼텍스 GPC LF-804(길이 300 mm)×2개, 측정 온도: 40℃, 유속: 1 mL/분, 용매: 테트라히드로푸란, 표준 물질: 폴리스티렌)를 이용하였다.

[0247] (합성예 2) 제1 오르가노폴리실록산의 합성

[0248] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 디메틸디메톡시실란 96 g, 디페닐디메톡시실란 318 g, 및 비닐메틸디메톡시실란 119 g을 넣고, 50℃에서 교반하였다. 그 속에, 수산화칼륨 0.8 g을 물 108 g에 녹인 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50℃에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 반응액에 아세트산 0.9 g을 가하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하고, 아세트산칼륨을 여과에 의해 제거하여 중합체 (B)를 얻었다.

[0249] 얻어진 중합체 (B)의 수 평균 분자량(Mn)은 5300이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (B)는 하기의 평균 조성식 (B1)을 갖고 있었다.



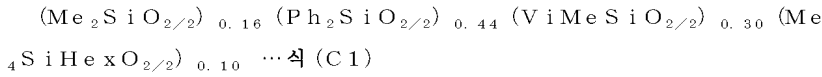
[0251] 상기 식 (B1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기를 나타낸다.

[0252] 얻어진 중합체 (B)의 페닐기의 함유 비율은 52 몰%였다.

[0253] (합성예 3) 제1 오르가노폴리실록산의 합성

[0254] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 디메틸디메톡시실란 60 g, 디페닐디메톡시실란 317 g, 비닐메틸디메톡시실란 119 g, 및 1,6-비스(디메틸메톡시실릴)헥산 79 g을 넣고, 50℃에서 교반하였다. 그 속에, 수산화칼륨 0.8 g을 물 108 g에 녹인 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50℃에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 반응액에 아세트산 0.9 g을 가하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하고, 아세트산칼륨을 여과에 의해 제거하여 중합체 (C)를 얻었다.

[0255] 얻어진 중합체 (C)의 수 평균 분자량(Mn)은 3600이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (C)는 하기의 평균 조성식 (C1)을 갖고 있었다.



[0256]

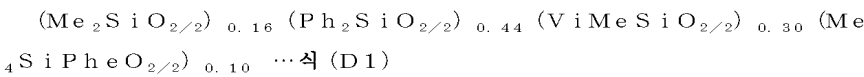
[0257] 상기 식 (C1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기, Hex는 헥실렌기를 나타낸다.

[0258] 얻어진 중합체 (C)의 페닐기의 함유 비율은 46 몰%였다.

[0259] (합성예 4) 제1 오르가노폴리실록산의 합성

[0260] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 디메틸디메톡시실란 60 g, 디페닐디메톡시실란 317 g, 비닐메틸디메톡시실란 119 g, 및 1,4-비스(디메틸메톡시실릴)벤젠 76 g을 넣고, 50°C에서 교반하였다. 그 속에, 수산화칼륨 0.8 g을 물 108 g에 녹인 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50°C에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 반응액에 아세트산 0.9 g을 가하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하고, 아세트산칼륨을 여과에 의해 제거하여 중합체 (D)를 얻었다.

[0261] 얻어진 중합체 (D)의 수 평균 분자량(Mn)은 3400이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (D)는 하기의 평균 조성식 (D1)을 갖고 있었다.



[0262]

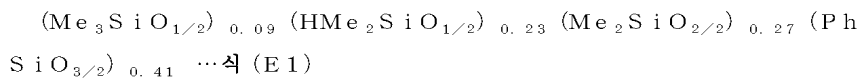
[0263] 상기 식 (D1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기, Phe는 페닐렌기를 나타낸다.

[0264] 얻어진 중합체 (D)의 페닐기와 페닐렌기의 함유 비율(아릴기의 함유 비율)은 52 몰%였다.

[0265] (합성예 5) 제2 오르가노폴리실록산의 합성

[0266] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 트리메틸메톡시실란 31 g, 1,1,3,3-테트라메틸디실록산 50 g, 디메틸디메톡시실란 108 g, 및 페닐트리메톡시실란 208 g을 넣고, 50°C에서 교반하였다. 그 속에, 염산 1.4 g과 물 101 g의 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50°C에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체를 얻었다. 얻어진 중합체에 헥산 150 g과 아세트산에틸 150 g을 첨가하고, 이온 교환수 300 g으로 10회 세정을 행하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체 (E)를 얻었다.

[0267] 얻어진 중합체 (E)의 수 평균 분자량(Mn)은 1000이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (E)는 하기의 평균 조성식 (E1)을 갖고 있었다.



[0268]

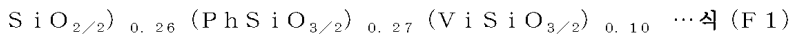
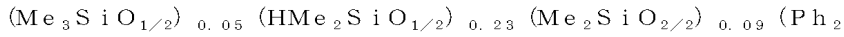
[0269] 상기 식 (E1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기를 나타낸다.

[0270] 얻어진 중합체 (E)의 페닐기의 함유 비율은 33 몰%였다.

[0271] (합성예 6) 제2 오르가노폴리실록산의 합성

[0272] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 트리메틸메톡시실란 16 g, 1,1,3,3-테트라메틸디실록산 50 g, 디메틸디메톡시실란 36 g, 디페닐디메톡시실란 183 g, 페닐트리메톡시실란 149 g, 및 비닐트리메톡시실란 45 g을 넣고, 50°C에서 교반하였다. 그 속에, 염산 1.4 g과 물 104 g의 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50°C에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체를 얻었다. 얻어진 중합체에 헥산 150 g과 아세트산에틸 150 g을 첨가하고, 이온 교환수 300 g으로 10회 세정을 행하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체 (F)를 얻었다.

[0273] 얻어진 중합체 (F)의 수 평균 분자량(Mn)은 1000이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (F)는 하기의 평균 조성식 (F1)을 갖고 있었다.



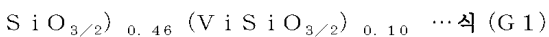
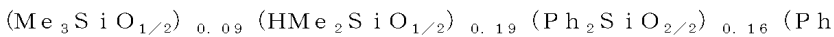
[0274] 상기 식 (F1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기를 나타낸다.

[0276] 얻어진 중합체 (F)의 페닐기의 함유 비율은 51 몰%였다.

[0277] (합성예 7) 제2 오르가노폴리실록산의 합성

[0278] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 트리메틸메톡시실란 31 g, 1,1,3,3-테트라메틸디실록산 40 g, 디페닐디메톡시실란 110 g, 페닐트리메톡시실란 268 g, 및 비닐트리메톡시실란 45 g을 넣고, 50°C에서 교반하였다. 그 속에, 염산 1.4 g과 물 116 g의 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50°C에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체를 얻었다. 얻어진 중합체에 헥산 150 g과 아세트산에틸 150 g을 첨가하고, 이온 교환수 300 g으로 10회 세정을 행하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체 (G)를 얻었다.

[0279] 얻어진 중합체 (G)의 수 평균 분자량(Mn)은 1100이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (G)는 하기의 평균 조성식 (G1)을 갖고 있었다.



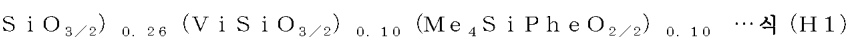
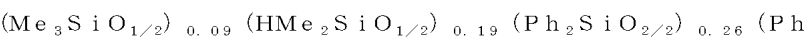
[0280] 상기 식 (G1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기를 나타낸다.

[0282] 얻어진 중합체 (G)의 페닐기의 함유 비율은 51 몰%였다.

[0283] (합성예 8) 제2 오르가노폴리실록산의 합성

[0284] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 트리메틸메톡시실란 31 g, 1,1,3,3-테트라메틸디실록산 40 g, 디페닐디메톡시실란 183 g, 페닐트리메톡시실란 149 g, 비닐트리메톡시실란 45 g, 및 1,4-비스(디메틸메톡시실릴)벤젠 76 g을 넣고, 50°C에서 교반하였다. 그 속에, 염산 1.4 g과 물 105 g의 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50°C에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체를 얻었다. 얻어진 중합체에 헥산 150 g과 아세트산에틸 150 g을 첨가하고, 이온 교환수 300 g으로 10회 세정을 행하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체 (H)를 얻었다.

[0285] 얻어진 중합체 (H)의 수 평균 분자량(Mn)은 1100이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (H)는 하기의 평균 조성식 (H1)을 갖고 있었다.



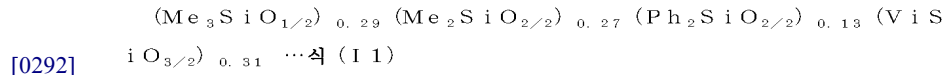
[0286] 상기 식 (H1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기를 나타내고, Phe는 페닐렌기를 나타낸다.

[0288] 얻어진 중합체 (H)의 페닐기와 페닐렌기의 함유 비율(아릴기의 함유 비율)은 51 몰%였다.

[0289] (합성예 9) 제1 오르가노폴리실록산의 합성

[0290] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 트리메틸메톡시실란 94 g, 디메틸디메톡시실란 99 g, 디페닐디메톡시실란 92 g, 및 비닐트리메톡시실란 133 g을 넣고, 50°C에서 교반하였다. 그 속에, 수산화칼륨 0.8 g을 물 108 g에 녹인 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50°C에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 반응액에 아세트산 0.9 g을 가하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하고, 아세트산칼륨을 여과에 의해 제거하여 중합체 (I)를 얻었다.

[0291] 얻어진 중합체 (I)의 수 평균 분자량(Mn)은 1800이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (I)는 하기의 평균 조성식 (I1)을 갖고 있었다.



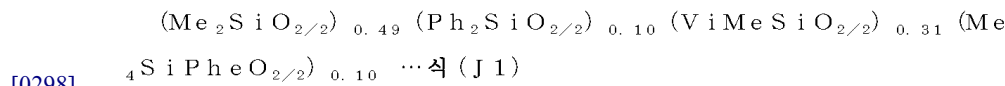
[0293] 상기 식 (I1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기를 나타낸다.

[0294] 얻어진 중합체 (I)의 페닐기의 함유 비율은 21 몰%였다.

[0295] (합성예 10) 제1 오르가노폴리실록산의 합성

[0296] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 디메틸디메톡시실란 180 g, 디페닐디메톡시실란 73 g, 비닐메틸디메톡시실란 119 g, 및 1,4-비스(디메틸메톡시실릴)벤젠 76 g을 넣고, 50°C에서 교반하였다. 그 속에, 수산화칼륨 0.8 g을 물 108 g에 녹인 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50°C에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 반응액에 아세트산 0.9 g을 가하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하고, 아세트산칼륨을 여과에 의해 제거하여 중합체 (J)를 얻었다.

[0297] 얻어진 중합체 (J)의 수 평균 분자량(Mn)은 3400이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (J)는 하기의 평균 조성식 (J1)을 갖고 있었다.



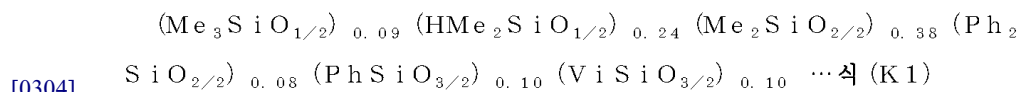
[0299] 상기 식 (J1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기, Phe는 페닐렌기를 나타낸다.

[0300] 얻어진 중합체 (J)의 페닐기와 페닐렌기의 함유 비율(아릴기의 함유 비율)은 22 몰%였다.

[0301] (합성예 11) 제2 오르가노폴리실록산의 합성

[0302] 온도계, 적하 장치 및 교반기를 구비한 1000 mL의 분리 플라스크에, 트리메틸메톡시실란 31 g, 1,1,3,3-헥사메틸디실록산 50 g, 디메틸디메톡시실란 140 g, 디페닐디메톡시실란 59 g, 페닐트리메톡시실란 48 g, 및 비닐트리메톡시실란 45 g을 넣고 50°C에서 교반하였다. 그 속에, 염산 1.4 g과 물 92 g의 용액을 천천히 적하하고, 적하 후에 50°C에서 6시간 교반하며 반응시켜 반응액을 얻었다. 다음으로, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체를 얻었다. 얻어진 중합체에 헥산 150 g과 아세트산에틸 150 g을 첨가하고, 이온 교환수 300 g으로 10회 세정을 행하고, 감압하여 휘발 성분을 제거하여 중합체 (K)를 얻었다.

[0303] 얻어진 중합체 (K)의 수 평균 분자량(Mn)은 600이었다. <sup>29</sup>Si-NMR로부터 화학 구조를 동정한 결과, 중합체 (K)는 하기의 평균 조성식 (K1)을 갖고 있었다.



[0305] 상기 식 (K1) 중, Me는 메틸기, Ph는 페닐기, Vi는 비닐기를 나타낸다.

[0306] 얻어진 중합체 (K)의 페닐기의 함유 비율은 23 몰%였다.

[0307] (백금 알케닐 착체 A의 합성)

[0308] 환류관을 구비한 반응 플라스크에, 염화백금산 6수화물(H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>·6H<sub>2</sub>O, 300 mg), 및 2-프로판올(4.6 ml)을 넣고, 질소 분위기 하에서 실온에서 20분간 교반하였다. 20분 후, 탄산수소나트륨(NaHCO<sub>3</sub>, 400 mg)을 가하고, 가스의 발생이 없어질 때까지 교반하고, 다음으로 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산(8 당량, 864 mg)을 가하고, 반응 용액을 60°C에서 24시간 교반하였다. 반응 용액을 실온으로 되돌리고, 무수 황산마그네슘(300 mg)을 가하고, 5분간 교반하였다. 그 후, 디에틸에테르를 용매로 이용하여 셀라이트 여과를 행하고, 용액량이 5 g이 될 때까지 농축하여 백금 알케닐 착체 A의 용액을 얻었다.

[0309] (백금 알케닐 착체 B의 합성)

[0310] 환류관을 구비한 반응 플라스크에, 염화백금산 6수화물(H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>·6H<sub>2</sub>O, 300 mg), 및 2-프로판올(4.6 ml)을 넣고, 질소 분위기 하에서 실온에서 20분간 교반하였다. 20분 후, 탄산수소나트륨(NaHCO<sub>3</sub>, 400 mg)을 가하고, 가스의

발생이 없어질 때까지 교반하고, 다음으로 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산(20 당량, 2.16 g)을 가하고, 반응 용액을 60℃에서 24시간 교반하였다. 반응 용액을 실온으로 되돌리고, 무수 황산마그네슘(300 mg)을 가하고, 5분간 교반하였다. 그 후, 디에틸에테르를 용매로 이용하여 셀라이트 여과를 행하고, 용액량이 5 g이 될 때까지 농축하여 백금 알케닐 착체 B의 용액을 얻었다.

[0311] (백금 알케닐 착체 C의 합성)

[0312] 환류관을 구비한 반응 플라스크에, 염화백금산 6수화물( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ , 300 mg), 및 2-프로판올(4.6 ml)을 넣고, 질소 분위기 하에서 실온에서 20분간 교반하였다. 20분 후, 탄산수소나트륨( $NaHCO_3$ , 400 mg)을 가하고, 가스의 발생이 없어질 때까지 교반하고, 다음으로 2,4,6,8-테트라메틸-2,4,6,8-테트라비닐시클로테트라실록산(20 당량, 3.99 g)을 가하고, 반응 용액을 60℃에서 24시간 교반하였다. 반응 용액을 실온으로 되돌리고, 무수 황산마그네슘(300 mg)을 가하고, 5분간 교반하였다. 그 후, 디에틸에테르를 용매로 이용하여 셀라이트 여과를 행하고, 용액량이 5 g이 될 때까지 농축하여 백금 알케닐 착체 C의 용액을 얻었다.

[0313] (백금 알케닐 착체 D의 합성)

[0314] 환류관을 구비한 반응 플라스크에, 염화백금산 6수화물( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ , 300 mg), 2-프로판올(4.6 ml)을 넣고, 질소 분위기 하에서 실온에서 20분간 교반하였다. 20분 후, 탄산수소나트륨( $NaHCO_3$ , 400 mg)을 가하고, 가스의 발생이 없어질 때까지 교반하고, 다음으로 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산(5 당량, 540 mg)을 가하고, 반응 용액을 60℃에서 24시간 교반하였다. 반응 용액을 실온으로 되돌리고, 무수 황산마그네슘(300 mg)을 가하고, 5분간 교반하였다. 그 후, 디에틸에테르를 용매로 이용하여 셀라이트 여과를 행하고, 용액량이 5 g이 될 때까지 농축하여 백금 알케닐 착체 D의 용액을 얻었다.

[0315] (실시예 1)

[0316] 중합체 A(10 g), 중합체 E(10 g), 및 백금 알케닐 착체 A의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0317] (실시예 2)

[0318] 중합체 A(10 g), 중합체 E(10 g), 및 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0319] (실시예 3)

[0320] 중합체 A(10 g), 중합체 E(10 g), 및 백금 알케닐 착체 C의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0321] (실시예 4)

[0322] 중합체 B(10 g), 중합체 E(10 g), 및 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0323] (실시예 5)

[0324] 중합체 C(10 g), 중합체 E(10 g), 및 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0325] (실시예 6)

[0326] 중합체 C(10 g), 중합체 E(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 RY200, 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자, 비표면적  $120 m^2/g$ , 닛본 아에로질사 제조) 0.4 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0327] (실시예 7)

[0328] 중합체 C(10 g), 중합체 E(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 R8200, 트리메틸실릴기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된

산화규소 입자, 비표면적  $140 \text{ m}^2/\text{g}$ , 닛본 아에로질사 제조) 2 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0329] (실시예 8)

[0330] 중합체 C(10 g), 중합체 F(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 RY200, 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자, 비표면적  $120 \text{ m}^2/\text{g}$ , 닛본 아에로질사 제조) 0.4 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0331] (실시예 9)

[0332] 중합체 C(10 g), 중합체 G(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 RY200, 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자, 비표면적  $120 \text{ m}^2/\text{g}$ , 닛본 아에로질사 제조) 0.4 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0333] (실시예 10)

[0334] 중합체 C(10 g), 중합체 H(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 RY200, 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자, 비표면적  $120 \text{ m}^2/\text{g}$ , 닛본 아에로질사 제조) 0.4 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0335] (실시예 11)

[0336] 중합체 D(10 g), 중합체 E(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 RY200, 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자, 비표면적  $120 \text{ m}^2/\text{g}$ , 닛본 아에로질사 제조) 0.4 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0337] (실시예 12)

[0338] 중합체 D(10 g), 중합체 F(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 RY200, 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자, 비표면적  $120 \text{ m}^2/\text{g}$ , 닛본 아에로질사 제조) 0.4 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0339] (실시예 13)

[0340] 중합체 D(10 g), 중합체 G(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 RY200, 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자, 비표면적  $120 \text{ m}^2/\text{g}$ , 닛본 아에로질사 제조) 0.4 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0341] (실시예 14)

[0342] 중합체 D(10 g), 중합체 H(10 g), 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양), 및 산화규소 미립자(아에로질 RY200, 폴리디메틸실록산기를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 표면 처리된 산화규소 입자, 비표면적  $120 \text{ m}^2/\text{g}$ , 닛본 아에로질사 제조) 0.4 g을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

[0343] (실시예 15)

[0344] 중합체 I(10 g), 중합체 E(10 g), 및 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.

- [0345] (실시예 16)
- [0346] 중합체 J(10 g), 중합체 E(10 g), 및 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm 이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.
- [0347] (실시예 17)
- [0348] 중합체 A(10 g), 중합체 K(10 g), 및 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm 이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.
- [0349] (비교예 1)
- [0350] 중합체 A(10 g), 중합체 E(10 g), 및 백금 알케닐 착체 D의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm 이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.
- [0351] (비교예 2)
- [0352] 중합체 A(8 g), 중합체 E(12 g), 및 백금 알케닐 착체 A의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm 이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.
- [0353] (비교예 3)
- [0354] 중합체 A(8 g), 중합체 E(12 g), 및 백금 알케닐 착체 B의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm 이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.
- [0355] (비교예 4)
- [0356] 중합체 A(8 g), 중합체 E(12 g), 및 백금 알케닐 착체 C의 용액(밀봉제 중에서의 백금 원소의 함유량이 10 ppm 이 되는 양)을 혼합하고, 탈포를 행하여 광 반도체 장치용 밀봉제를 얻었다.
- [0357] (평가)
- [0358] (광 반도체 장치의 제작)
- [0359] 은도금된 리드 전극 부착 폴리프탈아미드계 하우징재에, 다이본드재에 의해 주 발광 피크가 460 nm인 발광 소자가 실장되어 있고, 발광 소자와 리드 전극이 금 와이어로 접속되어 있는 구조에 있어서, 얻어진 광 반도체 장치용 밀봉제를 주입하고, 150℃에서 2시간 가열하여 경화시켜 광 반도체 장치를 제작하였다. 이 광 반도체 장치를 이용하여 하기의 통전 시험, 가스 부식 시험 및 열충격 시험을 실시하였다.
- [0360] (통전 시험)
- [0361] 얻어진 광 반도체 장치에 대하여, 23℃의 온도 하에 광도 측정 장치(「OL770」, 옵트로닉 래보라토리즈사 제조)를 이용하여 발광 소자에 20 mA의 전류를 흐르게 했을 때의 광도를 측정하였다(이하, 「초기 광도」라고 칭함).
- [0362] 이어서, 발광 소자에 20 mA의 전류를 흐르게 한 상태에서 광 반도체 장치를 85℃ 및 상대 습도 85 RH% 분위기 하의 챔버 내에 넣고 500시간 방치하였다. 500시간 후, 23℃의 온도 하에 광도 측정 장치(「OL770」, 옵트로닉 래보라토리즈사 제조)를 이용하여 발광 소자에 20 mA의 전류를 흐르게 했을 때의 광도를 측정하고, 초기 광도에 대한 광도의 저하율을 산출하였다. 광도의 저하율이 5% 미만인 경우를 「○○」, 광도의 저하율이 5% 초과 10% 미만인 경우를 「○」, 10% 초과 20% 미만인 경우를 「△」, 20% 이상인 경우를 「×」로 판정하였다.
- [0363] (변색)
- [0364] 통전 시험 후의 샘플에 있어서, 통전 시험 전의 샘플로부터 변색되었는지의 여부를 육안으로 관찰하였다.
- [0365] 통전 시험 전후의 샘플 간에 변색이 보이지 않는 경우를 「○」, 미미하게 변색이 보이는 경우를 「△」, 현저한 변색이 보이는 경우를 「×」로 판정하였다.
- [0366] (가스 부식 시험)
- [0367] 얻어진 광 반도체 장치를, 40℃ 및 상대 습도 90% RH 분위기 하의 챔버 내에 넣고, 황화수소 가스의 농도가 5 ppm, 이산화황 가스의 농도가 15 ppm이 되도록 챔버 내에 가스를 충전하였다. 가스의 충전으로부터 24시간 후, 48시간 후, 96시간 후, 168시간 후 및 500시간 후에 각각, 은도금된 리드 전극을 육안으로 관찰하였다.

- [0368] 은도금에 변색이 보이지 않는 경우를 「○○」, 은도금에 다갈색으로 변색한 개소가 약간 보이는 경우를 「○」, 은도금의 거의 모두가 차색으로 변색한 경우를 「△」, 은도금의 거의 모두가 흑색으로 변색한 경우를 「×」로 판정하였다.
- [0369] (열충격 시험)
- [0370] 얻어진 광 반도체 장치를, 액조식 열충격 시험기(「TSB-51」, 에스펙(ESPEC)사 제조)를 이용하여 -50℃에서 5분간 유지한 후, 135℃까지 승온시키고, 135℃에서 5분간 유지한 후 -50℃까지 강온하는 과정을 1 사이클로 하는 냉열 사이클 시험을 실시하였다. 500 사이클 후, 1000 사이클 후 및 1500 사이클 후에 각각 20개의 샘플을 취출하였다.
- [0371] 실체 현미경(「SMZ-10」, 니콘사 제조)으로 샘플을 관찰하였다. 20개의 샘플의 광 반도체 장치용 밀봉체에 각각 균열이 생겼는지의 여부, 또는 광 반도체 장치용 밀봉체가 패키지 또는 전극으로부터 박리되었는지의 여부를 관찰하고, 균열 또는 박리가 생긴 샘플의 수(NG 수)를 세었다.
- [0372] 결과를 하기 표 1, 2에 나타낸다. 또한, 하기 표 1, 2에 있어서, 「비」는 밀봉체 중에서의 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합한 알케닐기의 수의 밀봉체 중에서의 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합한 수소 원자의 수에 대한 비(규소 원자에 결합한 알케닐기의 수/규소 원자에 결합한 수소 원자의 수)를 나타낸다.



표 1

	실시에 1	실시에 2	실시에 3	실시에 4	실시에 5	실시에 6	실시에 7	실시에 8	실시에 9	실시에 10	실시에 11
비	1.35	1.35	1.35	1.30	1.30	1.30	1.30	1.74	2.11	2.11	1.30
동전 시험	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO
면액	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
가스 부식 시험	24 시간 후	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO
	48 시간 후	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO
	96 시간 후	0	0	0	OO	OO	OO	OO	OO	OO	OO
	168 시간 후	0	0	0	0	OO	OO	OO	OO	OO	OO
열충격 시험 (NG수)	500 사이클	△	△	△	0	0	0	0	0	OO	OO
	1000 사이클	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20
	1500 사이클	5/20	4/20	3/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20

표 2

	실시에 12	실시에 13	실시에 14	실시에 15	실시에 16	실시에 17	비교에 1	비교에 2	비교에 3	비교에 4
비	1.74	2.11	2.11	1.35	1.35	1.71	1.35	0.90	0.90	0.90
동전 시험	OO	OO	OO	OO	OO	OO	△	x	x	x
변색	O	O	O	O	O	O	△	x	x	x
가스 부식 시험	24 시간 후	OO	OO	O	O	O	OO	OO	OO	OO
	48 시간 후	OO	OO	OO	△	△	OO	OO	OO	OO
	96 시간 후	OO	OO	OO	△	△	O	O	O	O
	168 시간 후	OO	OO	OO	x	x	O	O	O	O
	500 사이클	OO	OO	OO	x	x	△	△	△	△
열충격 시험 (NG수)	500 사이클	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20
	1000 사이클	0/20	0/20	0/20	5/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20
	1500 사이클	0/20	0/20	0/20	10/20	0/20	6/20	7/20	7/20	8/20

[0374]

부호의 설명

[0375]

- 1: 광 반도체 장치
- 2: 하우징
- 2a: 내면
- 3: 광 반도체 소자
- 4: 광 반도체 장치용 밀봉체

도면

도면1

