

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-70719

(P2010-70719A)

(43) 公開日 平成22年4月2日(2010.4.2)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO8G 59/40 (2006.01)	CO8G 59/40	4J002
CO8L 83/05 (2006.01)	CO8L 83/05	4J036
CO8L 83/07 (2006.01)	CO8L 83/07	4M109
CO8L 83/10 (2006.01)	CO8L 83/10	
CO8L 63/00 (2006.01)	CO8L 63/00 A	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 11 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2008-242653 (P2008-242653)	(71) 出願人	000003964
(22) 出願日	平成20年9月22日 (2008.9.22)		日東電工株式会社
			大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号
		(74) 代理人	100095832
			弁理士 細田 芳徳
		(72) 発明者	片山 博之
			大阪府茨木市下穂積 1 - 1 - 2 日東電工株式会社内
		F ターム (参考)	4J002 CD15Y CP04X CP05U CP06Z CP12W CP17Y CP20Y
			4J036 AK17 FB16 JA05 JA06 JA07
			4M109 AA01 BA03 CA10 EA05 EA10
			EC05 EC11 GA01

(54) 【発明の名称】 熱硬化性組成物及び光半導体装置

(57) 【要約】

【課題】優れた耐熱性と光透過率と輝度保持率を付与することができる熱硬化性組成物を提供すること、及び該熱硬化性組成物を用いて光半導体素子を封止してなる光半導体装置を提供すること。

【解決手段】アルミノシロキサン、両末端シラノール型シリコンオイル、エポキシシリコン及びシリコンエラストマーを含有してなる熱硬化性組成物、両末端シラノール型シリコンオイルとアルミニウムイソプロポキシドとを反応させて得られるアルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコンオイルとの混合物を、エポキシシリコン、次いでシリコンエラストマーと混合することにより得られる熱硬化性組成物、並びに該熱硬化性組成物を用いて光半導体素子を封止してなる光半導体装置。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルミノシロキサン、両末端シラノール型シリコーンオイル、エポキシシリコーン及びシリコーンエラストマーを含有してなる熱硬化性組成物。

【請求項 2】

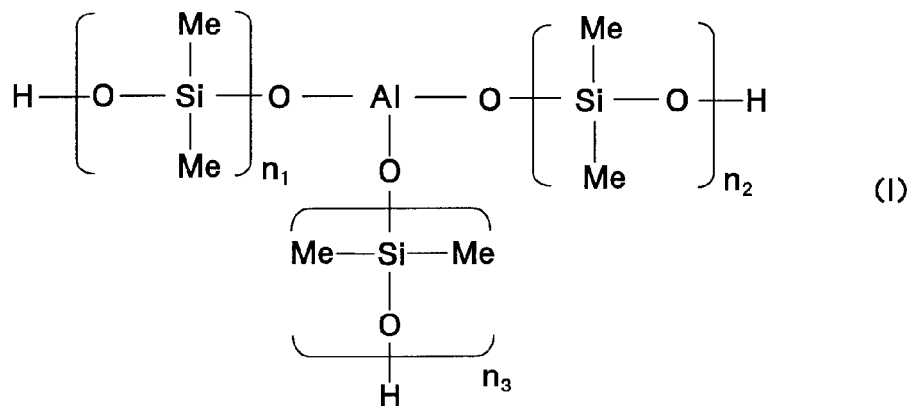
両末端シラノール型シリコーンオイルとアルミニウムイソプロポキシドとを反応させて得られるアルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコーンオイルとの混合物を、エポキシシリコーン、次いでシリコーンエラストマーと混合することにより得られる熱硬化性組成物。

【請求項 3】

10

前記アルミノシロキサンが式 (I) :

【化 1】



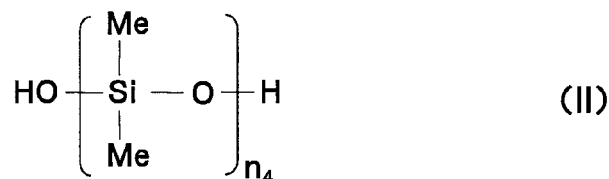
(式中、 $n_1 \sim n_3$ の平均は 40 ~ 155 を示す)

で表される化合物である、請求項 1 又は 2 記載の熱硬化性組成物。

【請求項 4】

前記両末端シラノール型シリコーンオイルが式 (II) :

【化 2】



(式中、 n_4 は 40 ~ 155 を示す)

で表される化合物である、請求項 1 ~ 3 いずれか記載の熱硬化性組成物。

【請求項 5】

光半導体素子封止用である、請求項 1 ~ 4 いずれか記載の熱硬化性組成物。

【請求項 6】

40

請求項 1 ~ 5 いずれか記載の熱硬化性組成物を用いて光半導体素子を封止してなる光半導体装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、熱硬化性組成物及びそれを用いて得られる光半導体装置に関する。

【背景技術】

【0002】

一般照明への応用が求められている高輝度LED装置には、点灯時の発熱量の増大に対応

50

した耐熱性と共に、高輝度化に対応した耐光性、及び透明性を有する光半導体素子封止材料が求められる。従来LED素子の封止に汎用されてきたエポキシ樹脂（例えば、特許文献1）は、高輝度LED装置に使用した場合は、透明性が十分ではなく、かつ耐熱性も低いために、LED素子の点灯中に黄変してその輝度を低下させるという問題があった。

【特許文献1】特開平11-302499号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

また、シリコン樹脂組成物の使用によって、耐熱性、耐光性等を改善することも提案されているが、特定の条件下で組成物又はその硬化物が白濁して、光透過率が著しく低下する場合があるため、また、触媒や溶媒を使用した際に得られる硬化物中の残渣によって変色が発生し、輝度保持率が低下する場合があるために、耐熱性、光透過率、輝度保持率を有する組成物が望まれる。

10

【0004】

従って、本発明の課題は、優れた耐熱性と光透過率と輝度保持率を付与することができる熱硬化性組成物を提供すること、及び該熱硬化性組成物を用いて光半導体素子を封止してなる光半導体装置を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明の要旨は、

20

〔1〕アルミノシロキサン、両末端シラノール型シリコンオイル、エポキシシリコン及びシリコンエラストマーを含有してなる熱硬化性組成物、

〔2〕両末端シラノール型シリコンオイルとアルミニウムイソプロポキシドとを反応させて得られるアルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコンオイルとの混合物を、エポキシシリコン、次いでシリコンエラストマーと混合することにより得られる熱硬化性組成物、並びに

〔3〕前記〔1〕又は〔2〕記載の熱硬化性組成物を用いて光半導体素子を封止してなる光半導体装置に関する。

【発明の効果】

30

【0006】

本発明によれば、優れた耐熱性と光透過率と輝度保持率を付与することができる熱硬化性組成物を提供することができ、該熱硬化性組成物を用いて光半導体素子を封止してなる光半導体装置を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

本発明の熱硬化性組成物は、アルミノシロキサン、両末端シラノール型シリコンオイル、エポキシシリコン及びシリコンエラストマーを含有してなることを特徴とする。このような熱硬化性組成物では、加熱条件下で、アルミノシロキサン及び／又は両末端シラノール型シリコンオイルの水酸基と、エポキシシリコンの反応性の高いエポキシ基が反応して架橋すると同時に、シリコンエラストマーがヒドロシリル化反応により架橋することによって、透明性、多数の架橋、高い架橋密度、及び大きな結合エネルギーを有する化合物が合成され、優れた光透過率と耐熱性が呈されることが考えられる。また、これらの化合物は、有機物質を分解する紫外線領域に吸収を持たず、光による劣化を受けにくい。また、さらに、変色を発生させるような触媒や溶媒を含まないために、封止物での優れた輝度保持率が呈されることが考えられる。

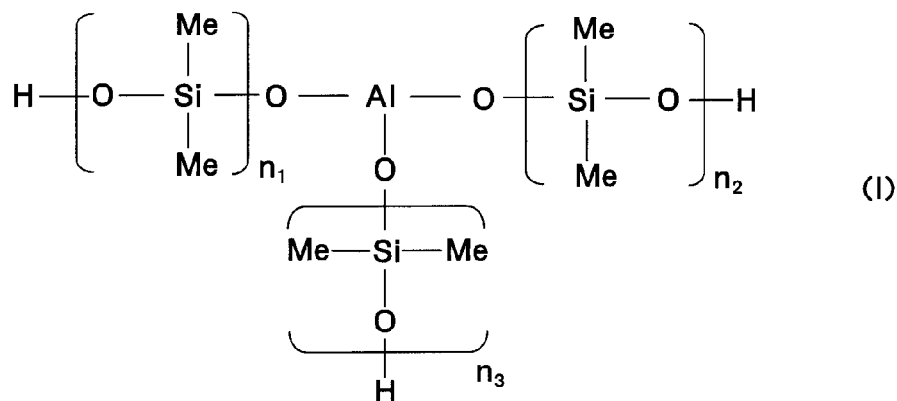
40

【0008】

本発明において、アルミノシロキサンは、エポキシシリコンとの相溶性の観点から、アルミニウム原子に結合した3個の酸素原子を骨格としてポリジメチルシロキサンを有する化合物であればよく、式(1)：

50

【化 1】



10

(式中、 $n_1 \sim n_3$ の平均は 40 ~ 155 を示す)
で表される化合物であることが好ましい。

【0009】

式(I)中の $n_1 \sim n_3$ の平均は、好ましくは1 ~ 155、より好ましくは40 ~ 155である。

【0010】

熱硬化性組成物中のアルミノシロキサン含有量は、反応性、硬化物の強度の観点から、好ましくは0.01 ~ 10重量%、より好ましくは0.1 ~ 5重量%である。

20

【0011】

アルミノシロキサンは、例えば、以下に示されるケイ素化合物とアルミニウム化合物を反応させて得られるものを用いることが望ましい。

【0012】

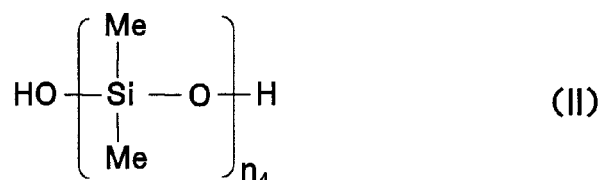
ケイ素化合物としては、反応性の観点から、両末端シラノール型ポリジメチルシロキサン等の両末端シラノール型シリコンオイル、片末端シラノール型シリコンオイル、シラノール、ジシラノールが挙げられる。これらのなかでも、両末端シラノール型シリコンオイルを用いることが好ましい。

【0013】

本発明において、両末端シラノール型シリコンオイルは式(II)：

30

【化 2】



(式中、 n_4 は 40 ~ 155 を示す)
で表される化合物であることが好ましい。

【0014】

40

式(II)中の n_4 は、好ましくは1 ~ 155、より好ましくは40 ~ 155である。

【0015】

両末端シラノール型シリコンオイルの数平均分子量は、好ましくは100 ~ 100,000、より好ましくは3,000 ~ 15,000であることが好ましい。

【0016】

両末端シラノール型シリコンオイルの市販品としては、X-21-5842(信越化学工業社製)、KF-9701(信越化学工業社製)等が挙げられる。

【0017】

アルミニウム化合物としては、アルミニウムメトキシド、アルミニウムエトキシド、アルミニウムイソプロポキシド、アルミニウムブトキシド等が挙げられ、これらは単独で又

50

は2種以上を組み合わせる用いることができる。これらのなかでも、アルミニウムイソプロポキシドを用いることが好ましい。アルミニウムイソプロポキシドの市販品としては、和光純薬工業社製016-16015等を挙げることができる。

【0018】

アルミノシロキサン合成反応に供されるケイ素化合物とアルミニウム化合物の重量比(ケイ素化合物/アルミニウム化合物)は、5/1~1000/1であることが好ましい。

【0019】

ケイ素化合物とアルミニウム化合物との反応は、例えば、20~100の温度、1~24時間で、かつ、溶媒非存在下で攪拌しながら行うことができる。その後、遠心分離にて不溶物を除去し、好ましくは40~100、好ましくは1~6時間減圧下で濃縮して、アルミノシロキサンを得ることができるが、これに限定されない。

10

【0020】

本発明では、例えば、両末端シラノール型シリコンオイルとアルミニウムイソプロポキシドとを反応させてアルミノシロキサンを合成する場合、アルミノシロキサンのみならず、未反応の両末端シラノール型シリコンオイルも混合物中に存在してもよい。従って、本発明では、上記反応によって得られたアルミノシロキサンと残存する両末端シラノール型シリコンオイルとの混合物(以下「混合物A」ともいう)、又は別々に調製されたアルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコンオイルを熱硬化性組成物の調製に用いることができる。なお、該混合物Aの調製は、反応に供される両末端シラノール型シリ

20

【0021】

反応によって得られるアルミノシロキサンと残存する未反応の両末端シラノール型シリコンオイルとの重量比(アルミノシロキサン/両末端シラノール型シリコンオイル)は、好ましくは0.1/99.9~30/70、より好ましくは1/99~20/80である。

【0022】

熱硬化性組成物中の両末端シラノール型シリコンオイルの含有量は、反応性、硬化物の強度の観点から、好ましくは5~50重量%、より好ましくは10~30重量%である。

30

【0023】

本発明に用いられるエポキシシリコンは、例えば、アルミノシロキサン及び/又は両末端シラノール型シリコンオイルと相溶性及び反応性を有するものであればよく、ジメチルシリコン骨格を有する化合物等の側鎖及び/又は末端にエポキシ基を有する化合物であればよい。なかでも、粘度、相溶性の観点から、側鎖にエポキシ基を有する化合物であることが好ましい。また、エポキシ基は、脂環式エポキシ基であってもよく、具体的な脂環式エポキシ基としてはエポキシシクロヘキシル等が挙げられる。かかるエポキシシリコンは、アルミノシロキサン及び/又は両末端シラノール型シリコンオイルとの間で相互に親和性を有し、かつ均一化されるような相溶性を呈する。

40

【0024】

エポキシシリコンのエポキシ当量は、相溶性、反応性、得られる硬化物の強度の観点から、好ましくは300~5,000g/mol、より好ましくは1,000~5,000g/molである。

【0025】

熱硬化性組成物中のエポキシシリコンの含有量は、硬化物の強度の観点から、好ましくは10~80重量%、より好ましくは20~50重量%である。

【0026】

エポキシシリコンの市販品としては、側鎖型として信越化学工業社のKF-1001

50

、側鎖及び末端型として信越化学工業社の X - 2 2 - 9 0 0 2、末端型として信越化学工業社の X - 2 2 - 1 6 9 A S 等が挙げられる。

【 0 0 2 7 】

本発明において、ポットライフの観点から、アルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコンオイルとエポキシシリコンとを、シリコンエラストマーを添加する前に、混合することが好ましい。シリコンエラストマーを添加する前の、アルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコンオイルと、エポキシシリコンとの重量比（アルミノシロキサン＋両末端シラノール型シリコンオイル／エポキシシリコン）は、好ましくは 1 0 / 9 0 ～ 7 0 / 3 0、より好ましくは 2 0 / 8 0 ～ 4 0 / 6 0 である。なお、アルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコンオイルとエポキシシリコンの混合物を以下「混合物 B」とよぶことがある。

10

【 0 0 2 8 】

本発明に用いられるシリコンエラストマーは、例えば、

(1) 1 分子中にケイ素原子結合アルケニル基を少なくとも 1 個以上有するポリシロキサン化合物：及び

(2) 1 分子中にケイ素原子結合水素原子を少なくとも 1 個以上有するハイドロジェンポリシロキサン化合物

を含むものが好ましく、加熱条件下で該ポリシロキサン化合物と該ハイドロジェンポリシロキサン化合物との間でのヒドロシリル化反応により硬化するものが好ましい。なお、上記の (1) 成分、(2) 成分は以下、本明細書中でそれぞれシリコンエラストマー A、シリコンエラストマー B ということがある。

20

【 0 0 2 9 】

上記ポリシロキサン化合物において、アルケニル基としては、ビニル基、アリル基、プロペニル基、ブテニル基等が挙げられる。ケイ素原子結合アルケニル基の数は、好ましくは少なくとも 1 個以上であることが好ましい。ケイ素原子結合アルケニル基は、上記ポリシロキサン化合物中、分子鎖末端、分子鎖非末端又はその両方にあってもよい。

【 0 0 3 0 】

シリコンエラストマー A の粘度は、25 で好ましくは 1 0 0 ～ 1 0 0 , 0 0 0 mPa · s、より好ましくは 1 , 0 0 0 ～ 2 0 , 0 0 0 mPa · s である。

【 0 0 3 1 】

熱硬化性組成物中のシリコンエラストマー A の含有量は、硬化物の強度の観点から、好ましくは 5 ～ 9 0 重量%、より好ましくは 1 0 ～ 3 0 重量%である。

30

【 0 0 3 2 】

上記ハイドロジェンポリシロキサン化合物は、上記 (1) 成分と共に架橋反応して硬化する架橋剤の働きをする成分である。ケイ素原子結合水素原子の数は、好ましくは少なくとも 1 個以上であることが好ましい。ケイ素原子結合水素原子は、上記ハイドロジェンポリシロキサン化合物中、分子鎖末端、分子鎖非末端又はその両方にあってもよい。

【 0 0 3 3 】

シリコンエラストマー B の粘度は、25 で好ましくは 1 0 0 ～ 1 0 0 , 0 0 0 mPa · s、より好ましくは 1 , 0 0 0 ～ 2 0 , 0 0 0 mPa · s である。

40

【 0 0 3 4 】

熱硬化性組成物中のシリコンエラストマー B の含有量は、硬化物の強度の観点から、好ましくは 5 ～ 9 0 重量%、より好ましくは 1 0 ～ 3 0 重量%である。

【 0 0 3 5 】

熱硬化性組成物中のシリコンエラストマー A とシリコンエラストマー B の重量比（シリコンエラストマー A / シリコンエラストマー B）は、硬化物の強度の観点から、好ましくは 4 0 / 6 0 ～ 6 0 / 4 0、より好ましくは 5 0 / 5 0 である。

【 0 0 3 6 】

シリコンエラストマー A、シリコンエラストマー B の市販品としては、LR7665-A[シリコンエラストマー A]、LR7665-B[シリコンエラストマー B]（いずれも旭化成ワ

50

ッカー社製)等が挙げられる。

【0037】

アルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコンオイルとエポキシシリコンの総重量と、シリコンエラストマーの重量との重量比(アルミノシロキサン+両末端シラノール型シリコンオイル+エポキシシリコン/シリコンエラストマー)は、熱硬化性組成物中に好ましくは90/10~50/50、より好ましくは70/30~50/50である。シリコンエラストマーが上記範囲より少ない場合は熱硬化性組成物の硬化速度が遅く、硬化物が柔らかくなる傾向があり、逆に多い場合は、半硬化状態での封止加工が困難になり、粘度が高すぎて光半導体素子に接続されているワイヤーが変形する場合がある。ここで、シリコンエラストマーとは、シリコンエラストマーAとシリコンエラストマーBのことをいう。

10

【0038】

本発明の熱硬化性組成物は、例えば、両末端シラノール型シリコンオイルとアルミニウムイソプロポキシドとを反応させて得られるアルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコンオイルとの混合物を、エポキシシリコン、次いでシリコンエラストマーと混合することにより得られる。また、別々に調製された上記成分又は市販の上記成分を使用直前に混合して熱硬化性組成物を得ることもできる。

【0039】

本発明の熱硬化性組成物は、上記の成分の他に、任意成分として、シリコン樹脂、シランカップリング剤、シリカ等の無機粒子等を含んでいてもよい。

20

【0040】

本発明の熱硬化性組成物は、塗工安定性の観点から、25℃の粘度が好ましくは1,000~50,000mPa・s、より好ましくは3,000~20,000mPa・sであるものが好ましい。粘度は、温度が25℃、1気圧の条件下でレオメーターを用いて算出することができる。

【0041】

熱硬化性組成物は、無溶剤化されているために、直接使用して硬化させることが好ましく、また、取り扱い性の観点から、半硬化状態の一次硬化、及び二次硬化によって順次硬化させることが好ましい。ここで、一次硬化させる条件としては、80~200℃で1~120分間硬化する条件が挙げられ、二次硬化させる条件としては、100~200℃で1~240時間硬化する条件が挙げられる。

30

【0042】

本発明の熱硬化性組成物は、封止材、コーティング材、成形材、表面保護材、粘着剤、接着剤等に用いることができる。なかでも、封止材として用いる場合、本発明の熱硬化性組成物は、例えば、青色又は白色LED素子を搭載した光半導体装置(液晶画面のバックライト、信号機、屋外の大型ディスプレイ、広告看板等)に好適に用いられる。従って、本発明の熱硬化性組成物は、光半導体素子封止用であることが好ましい。

【0043】

また、本発明の好ましい態様において、上記の熱硬化性組成物からなる光半導体素子封止用シートが提供される。例えば、光半導体素子封止用シートは、熱硬化性組成物を半硬化状態のシートに成形して使用することができる。該シートに成形する方法としては、スピンコート、アプリケータ、キャストイング、ロールコーティング等の方法を用いて熱硬化性組成物をガラス板の上に塗工して、上記のように一次硬化させる方法が挙げられる。熱硬化性組成物は、半硬化状のシートとすることによって取り扱い性に優れ、さらに二次硬化させて対象物を封止することができる。

40

【0044】

光半導体素子封止用シートの厚みは、素子を完全に包埋する観点から、好ましくは100~2,000μm、より好ましくは300~800μmである。

【0045】

また、本発明は、上記熱硬化性組成物を用いて光半導体素子を封止してなる光半導体装

50

置を提供する。

【0046】

本発明の光半導体装置は、上記の熱硬化性組成物又は熱硬化性組成物からなる光半導体素子封止用シートを用いて、例えば、LED素子等を封止することにより製造することができる。具体的には、光半導体素子封止用シートを用いる場合、LED素子が搭載された基板の上に、キャストイングなどの方法により適切な厚さとした半硬化状態の光半導体素子封止用シートを載せて、減圧下で好ましくは50～200、0.05～0.5MPaの圧力で封止加工して、次に好ましくは100～200で、好ましくは1～240時間加熱して、二次硬化させることにより、光半導体素子を封止して光半導体装置を製造することができる。また、熱硬化性組成物を用いる場合、LED素子等が搭載された基板の上に、

10

【0047】

実施例

(合成例1；アルミノシロキサン、両末端シラノール型シリコーンオイル、エポキシシリコーンの混合物)

両末端シラノール型シリコーンオイル(式(II)で表される化合物； n_4 は155)[信越化学工業社製X-21-5842、数平均分子量11500]200g(17.4mmol)にアルミニウムイソプロポキシド(和光純薬工業社製016-16015)0.275g(1.35mmol)を加え、溶媒非存在下で室温(25)、24時間攪拌して反応させた。そして、遠心分離にて不溶物を除去し、50で2時間減圧濃縮すると、アルミノシロキサン(式(I)で表される化合物； $n_1 \sim n_3$ の平均は155)と両末端シラノール型シリコーンオイル(式(II)で表される化合物)との混合物(混合物A)が無色透明オイルとして得られた(重量比：アルミノシロキサン/両末端シラノール型シリコーンオイル=12/88)。次に、上記混合物Aに対して重量比(混合物A/エポキシシリコーン)3/7の割合でエポキシシリコーン(信越化学工業社製KF-1001、エポキシ当量3500g/mol)を加え、均一透明になるまでよく攪拌して、混合物Bを得た。

20

【0048】

(合成例2；アルミノシロキサン、両末端シラノール型シリコーンオイル、エポキシシリコーンの混合物)

両末端シラノール型シリコーンオイル(式(II)で表される化合物； n_4 は40)[信越化学工業社製KF-9701、数平均分子量3000]200g(66.7mmol)にアルミニウムイソプロポキシド(和光純薬工業社製016-16015)0.275g(1.35mmol)を加え、溶媒非存在下で室温(25)、24時間攪拌して反応させた。そして、遠心分離にて不溶物を除去し、50で2時間減圧濃縮すると、アルミノシロキサン(式(I)で表される化合物； $n_1 \sim n_3$ の平均は40)と両末端シラノール型シリコーンオイル(式(II)で表される化合物)との混合物Aが無色透明オイルとして得られた(重量比：アルミノシロキサン/両末端シラノール型シリコーンオイル=3/97)。次に、上記混合物Aに対して重量比(混合物A/エポキシシリコーン)3/7の割合でエポキシシリコーン(信越化学工業社製KF-1001、エポキシ当量3500g/mol)を加え、均一透明になるまでよく攪拌して、混合物Bを得た。

30

40

【0049】

(実施例1～3)

合成例1又は2で得られた混合物Bに、シリコーンエラストマーAとシリコーンエラストマーB(それぞれ旭化成ワッカー社製LR7665-A,B)を表1に示す重量比で混合してオイル状の熱硬化性組成物を得た(粘度6,000mPa・s)。得られた熱硬化性組成物を厚さが400μmになるようにPETフィルム上にアプリケーションャーを用いて塗工した。これを100で1時間加熱すると半硬化状態の光半導体素子封止用シートが得られた。

【0050】

上記の半硬化状態の光半導体素子封止用シートを青色LEDが実装された基板に載せ、減

50

圧下160 に加熱し、0.2MPaの圧力で封止加工し、さらに、150 で2時間二次硬化して、光半導体装置を得た。

【0051】

(比較例1)

エポキシ当量7,500のビスフェノールA型(BFA)エポキシ樹脂(ジャパンエポキシレジン社製EPI1256)45重量部、エポキシ当量260の脂環式エポキシ樹脂(ダイセル化学社製EHPE3150)33重量部、4-メチルヘキサヒドロ無水フタル酸(新日本理化社製MH-700)22重量部、2-メチルイミダゾール(四国化成社製2MZ)1.2重量部をMEK溶剤に50%ベースで溶解し、塗工溶液を作製した。これを二軸延伸ポリエステルフィルム(三菱化学ポリエステル社製厚み50 μ m)の上に100 μ mの厚みになるように塗布し、130 で2分間乾燥させた。さらに、シート3枚を100 にて熱ラミネートし、300 μ m厚のエポキシ樹脂シートを作製した。

10

【0052】

青色LEDが実装された基板を150 に加熱した後、基板の青色LED直上に上記のエポキシ樹脂シートを被せ、0.5MPaの圧力で封止加工して150 で2時間硬化して光半導体装置を得た。

【0053】

(評価法)

上記で得られた光半導体素子封止用シート、エポキシ樹脂シート及び光半導体装置について、以下の評価を行い、その結果を表1に示す。

20

【0054】

(1)光透過率：分光光度計(U-4100;日立ハイテク社製)を用いて実施例1~3及び比較例1のシートの波長450nmにおける光透過率を測定した。

【0055】

(2)耐熱性：実施例1~3及び比較例1のシートを150 の温風型乾燥機内に静置した。100時間経過後のそれぞれのシートの透明性を目視で観察し、保存前の状態から変色のないものを○、変色のあるものを×として評価した。

【0056】

(3)輝度保持率：実施例1~3及び比較例1の光半導体装置に300mAの電流を投入し、試験開始直後の輝度をMCPD(瞬間マルチ測光システムMCPD-3000;大塚電子社製)により測定した。その後、点灯させた状態で放置し、300時間経過後の輝度を同様にして測定して、下記の式に従って、輝度保持率を算出した。

30

輝度保持率(%)=(300mA連続点灯300時間経過後の輝度/試験開始直後の輝度) $\times$ 100

【0057】

【表 1】

	(重量部)	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1
熱硬化性組成物	合成例 1 *A-1	70	50		
	合成例 2 *A-2			70	
	シリコーンエラストマー A *B	15	25	15	
	シリコーンエラストマー B *C	15	25	15	
評価	ビスフェノール A 型エポキシ樹脂 *D				45
	脂環式エポキシ樹脂 *E				33
	4-メチルヘキサヒドロ無水フタル酸 *F				22
	2-メチルイミダゾール *G				1.2
評価	光透過率 (%)	99	99	99	95
	耐熱性	○	○	○	×
	輝度保持率 (%)	>99	>99	>99	40

*A-1 : アルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコーンオイルとエポキシシリコーンの混合物 (重量比 3.6 / 26.4 / 70)

*A-2 : アルミノシロキサンと両末端シラノール型シリコーンオイルとエポキシシリコーンの混合物 (重量比 0.9 / 29.1 / 70)

*B : LR7665-A (旭化成ワッカー社製 ; 粘度 15, 000 mPa・s)

*C : LR7665-B (旭化成ワッカー社製 ; 粘度 15, 000 mPa・s)

*D : EPI1256 (ジャパンエポキシレジン社製)

*E : EHPE3150 (ダイセル化学社製)

*F : MH-700 (新日本理化社製)

*G : 2MZ (四国化成社製)

【0058】

以上により、本発明の熱硬化性組成物は、光透過率、耐熱性に優れており、さらに、該熱硬化性組成物を用いて光半導体素子を封止した光半導体装置は、輝度保持率に優れていることが分かる。

【産業上の利用可能性】

【0059】

本発明の熱硬化性組成物は、封止材、コーティング材、成形材、表面保護材、粘着剤、接着剤等に用いることができる。なかでも、封止材として用いる場合、本発明の熱硬化性組成物は、例えば、青色又は白色LED素子を搭載した光半導体装置 (液晶画面のバックライト、信号機、屋外の大型ディスプレイ、広告看板等) に好適に用いられる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
H 0 1 L 23/29	(2006.01)	H 0 1 L 23/30	R	
H 0 1 L 23/31	(2006.01)			